SARA AIDA RODRÍGUEZ PULECIO

MODELAMENTO DO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA
USANDO ELEMENTOS FINITOS E ANÁLISE DIMENSIONAL –
ANÁLISE DE UNICIDADE, VARIAÇÕES EXPERIMENTAIS, ATRITO E
GEOMETRIA E DEFORMAÇÕES DO INDENTADOR

São Paulo

2010

SARA AIDA RODRÍGUEZ PULECIO

MODELAMENTO DO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA USANDO
ELEMENTOS FINITOS E ANÁLISE DIMENSIONAL– ANÁLISE DE UNICIDADE,
VARIAÇÕES EXPERIMENTAIS, ATRITO E GEOMETRIA E DEFORMAÇÕES DO
INDENTADOR

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção
do título de Doutor em Engenharia

São Paulo
2010

SARA AIDA RODRÍGUEZ PULECIO

MODELAMENTO DO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA USANDO
ELEMENTOS FINITOS E ANÁLISE DIMENSIONAL– ANÁLISE DE UNICIDADE,
VARIAÇÕES EXPERIMENTAIS, ATRITO E GEOMETRIA E DEFORMAÇÕES DO
INDENTADOR

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção
do título de Doutor em Engenharia

Área de concentração:
Engenharia Mecânica de Projeto de
Fabricação

Orientador:
Prof. Dr. Roberto Martins de Souza

São Paulo
2010

Este exemplar foi revisado e alterado em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 23 de abril de 2010.

Assinatura do autor _____

Assinatura do orientador _____

FICHA CATALOGRÁFICA

Rodríguez Pulecio, Sara Aída

Modelamento do ensaio de indentação instrumentada usando elementos finitos e análise dimensional: análise de unididade, variações experimentais, atrito e geometria e deformações do indentador / S.A. Rodríguez Pulecio. -- São Paulo, 2010. -- ed.rev. -- São Paulo, 2009.

171 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Propriedades dos materiais 2. Métodos dos elementos finitos 3. Problemas inversos 4. Algoritmos I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Mecânica II t.

DEDICATÓRIA

A meus pais

Cristina e Esteban

A minhas irmãs

Laura e Ana Maria

AGRADECIMENTOS

Ao orientador Prof. Dr. Roberto Martins de Souza, pela confiança, orientação e apoio na realização deste trabalho.

À CNPq, pela bolsa de doutorado (141259/2007-8) que permitiu a realização deste trabalho.

À Dra. María Cristina Moré Farías, e o Prof. Dr. Jorge Alcalá pelas discussões e apoio na realização deste trabalho.

Ao Banco Santander Banespa, pela Bolsa de mobilidade Internacional de Pós-Graduandos.

A John Jairo Coronado Marin pelo apoio, motivação, exemplo e discussões.

Ao Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS), o Prof. Titular Amilton Sinatora, o Prof. Dr. Deniol Katsuki Tanaka, e a Prof. Dra. Izabel Fernanda Machado pela confiança e apoio na realização deste trabalho.

Aos colegas, técnicos e pessoal administrativo do Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS) e do Departamento de Engenharia Mecânica, pela colaboração.

RESUMO

A caracterização de materiais utilizando a técnica de indentação instrumentada difundiu-se significativamente na última década, devido às melhorias dos instrumentos que permitem ensaios por esta técnica e à necessidade de se fazer ensaios em pequenos volumes de materiais, como, por exemplo, em filmes finos e materiais com superfícies modificadas por tratamentos superficiais. Neste texto, abordou-se a elaboração de um algoritmo que permita o estudo da resposta de indentação de superfícies de diferentes materiais metálicos, durante e após o contato com um indentador agudo, empregando simulações por elementos finitos e análise dimensional. Na obtenção do algoritmo analisaram-se os efeitos da formação de borda (*pile-up*) ou da retração (*sink-in*) do material indentado, o coeficiente de atrito indentador-amostra, as deformações elásticas do indentador, a geometria do indentador e a variação experimental. As relações obtidas permitiram identificar uma falta fundamental de relação única entre as propriedades mecânicas e a forma da curva de indentação para curvas com razão $\delta_r/\delta_{max} > 0,9$, onde δ_r é a profundidade residual da indentação e δ_{max} é o deslocamento máximo do indentador durante o ensaio. Da mesma forma, concluiu-se que a relação de Sneddon tem que ser corrigida tanto pela geometria da área de contato indentador-amostra quanto pela razão entre os módulos elásticos do material e do indentador (E/E_i). Como a área de contato indentador-amostra é afetada não só pela geometria do indentador mas também pelo nível de *pile-up* ou *sink-in* nos indentadores piramidais, uma relação foi identificada entre o nível de *pile-up/sink-in* e o fator de correção β da equação de Sneddon para os indentadores Vickers e Berkovich. Adicionalmente, pequenas diferenças foram observadas entre as curvas $P-h$ (onde h é a profundidade de indentação abaixo da superfície original da amostra) e as curvas $P-\delta$ (onde δ é o valor da aproximação mútua entre indentador e amostra durante a indentação) para um mesmo valor de módulo reduzido E_r quando a razão E/E_i é grande. Assim, o módulo reduzido pode sobreestimar ou subestimar a rigidez do indentador, dependendo das propriedades do material indentado. As análises neste trabalho permitiram igualmente observar que as principais limitações na obtenção das propriedades elasto-plásticas usando a curva de indentação instrumentada vêm da

falta de unicidade, seguida pela geometria do indentador, isto é, diferenças entre o cone equivalente e os piramidais Vickers e Berkovich, assim como desvios em relação à geometria ideal do indentador, o que inclui arredondamento da sua ponta. Quando não há unicidade, sabendo-se informações adicionais à curva $P-\delta$, por exemplo, o valor da área residual da indentação ou o módulo elástico, uma solução única das propriedades mecânicas pode ser obtida. Em paralelo, a variação experimental pode limitar de forma significativa a precisão no cálculo das propriedades, enquanto o atrito indentador-amostra e as deformações do indentador têm efeitos menos significativos. Em termos gerais, observa-se que as funções que compõem o algoritmo desenvolvido neste trabalho permitem: (i) predizer as curvas carga-deslocamento (curvas $P-\delta$), produto do ensaio de indentação instrumentada, para um conjunto de propriedades elasto-plásticas conhecidas; (ii) identificar quando uma mesma curva $P-\delta$ pode ser obtida de mais de um conjunto de propriedades do material indentado (iii) calcular as propriedades mecânicas (dureza, módulo elástico, coeficiente de encruamento e limite de escoamento) de um material usando a curva $P-\delta$ quando $\delta_r/\delta_{max} < 0,8$ ou faixas de propriedades de materiais quando $\delta_r/\delta_{max} > 0,8$ e (iv) calcular as propriedades mecânicas (dureza, módulo elástico, coeficiente de encruamento e limite de escoamento) de um material usando a curva $P-\delta$ e a área residual da indentação.

Palavras-chave: Indentação instrumentada. Análise por elementos finitos. Análise dimensional. Propriedades elasto-plásticas. Unicidade.

ABSTRACT

The interest in material characterization using instrumented indentation techniques has significantly increased in the last decade, due to improvements in testing instruments and the need to carry out tests on small volumes of materials, such as thin films or materials with surfaces modified by other surface treatments. This work addresses the development of an algorithm to analyze the indentation response of a group of metallic materials, during and after the contact with a sharp indenter, using finite element simulations and dimensional analysis. The formulation of the algorithm considered the effects of pile-up or sink-in of the indented material around the indentation, the friction coefficient between the indenter and the sample, the elastic deformation of the indenter, and the defects of the indenter tip. An analysis considering algorithm output and experimental variation was also conducted. The results allowed identifying a fundamental lack of unique relationship between the mechanical properties and the shape of the indentation curve for indentation curves with ratio $\delta_r/\delta_{max} > 0,9$, where δ_r is the residual indentation depth and δ_{max} is the maximum indenter displacement in the test. Similarly, results allowed concluding that Sneddon's equation requires a correction by both the geometry of the contact area and the ratio between the elastic moduli of the material and the indenter (E/E_i). As the shape of contact area is affected not only by the geometry of the indenter but also by the level of pile-up or sink-in in pyramidal indenters, a relationship was observed between the level of pile-up/sink-in and the correction factor β in the Sneddon's equation for Vickers and Berkovich indenters. Additionally, it was found that the deformation of the indenter is not fully incorporated into indentation data analysis by the consideration of a reduced modulus (E_r). Small differences between $P-h$ curves (where h is the indentation depth below the original surface) and $P-\delta$ curves (where δ is the indenter/sample mutual approach) were observed for the same E_r when the ratio E/E_i is large. Thus, the reduced modulus can overestimate or underestimate the indenter stiffness, depending on the mechanical properties of the indented material. Additionally, the analysis in this work has identified that the most important limitations in mechanical properties estimation using the indentation curve arise from the lack of uniqueness, followed by deviations in indenter geometry, such

as differences between equivalent cone and pyramidal Vickers or Berkovich and tip defects. When non-uniqueness is present, unique solution may be obtained with the knowledge of additional information, in conjunction with P - δ data, such as the residual indentation area or the elastic modulus. Furthermore, even when a unique solution is available the experimental variation may significantly decrease the accuracy in mechanical properties estimation, whereas friction and indenter deformation have less significant effects. In general, it was observed that the proposed algorithm allows: (i) predicting the load-displacement curves P - δ of instrumented indentation tests for a set of known elastic-plastic mechanical properties, (ii) identifying when the same P - δ curve can be obtained from more than one set of mechanical properties of the indented material, (iii) calculating the mechanical properties (hardness, elastic modulus, yield stress and strain hardening coefficient) from P - δ curves when $\delta_r/\delta_{max} < 0,8$ or possible ranges for each mechanical property when $\delta_r/\delta_{max} > 0,8$ and (iv) calculating the mechanical properties (hardness, elastic modulus, yield stress and strain hardening coefficient) from P - δ curves and the knowledge of the residual indentation area.

Keywords: Instrumented indentation test. Finite element analysis. Dimensional analysis. Elastic-plastic mechanical properties. Uniqueness.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 – Esquema do contato entre uma superfície elástica plana e (a) esfera rígida - representação do conjunto 1 da Tabela 1 (b) esfera elástica - representação do conjunto 2 da Tabela 128
- Figura 2 – (a) Geometria utilizada por Sneddon (1951) para descrever a indentação de uma superfície elástica e plana por um cone rígido pontiagudo. (b) Representação da forma real da superfície deformada predita pela solução de Sneddon (1951) onde o deslocamento radial (u_r) apresenta-se, adaptado de Hay, Bolshakov e Pharr (1999).....32
- Figura 3 – Esquema representativo de seção transversal de uma indentação axissimétrica, adaptado de Oliver e Pharr (1992)34
- Figura 4 – Esquema representativo do equipamento para realizar EII, adaptado de Hay e Pharr (2000)35
- Figura 5 – Curva de carga em função do deslocamento do indentador, adaptado de Dao *et al.* (2001).....35
- Figura 6 – (a) Representação esquemática das curvas tensão-deformação, (b) carga-deslocamento, (c) superfície deformada pela indentação, após descarregamento e (d) impressão residual da indentação. Para o contato de sólido elástico ideal, rígido-perfeitamente plástico, elástico-perfeitamente plástico (ideal) e elasto-plástico (real), adaptado de Bhushan e Li (2003)39
- Figura 7 – Resumo da metodologia que permite a obtenção dos algoritmos direto e inverso usando a análise dimensional e análise por elementos finitos.....41
- Figura 8 – Representação esquemática de (a) *pile-up* (formação da borda) e (b) *sink-in* (retração). Adaptado de Giannakopoulos e Suresh (1999).45
- Figura 9 – Simulação por elementos finitos de indentação cônica de material que experimenta *sink-in*, $Y = 1600,61$ MPa, $E = 50,55$ GPa, $n = 0,398$. (a) distribuição de tensões de von Mises (b) deslocamentos dos nós perto da zona do final do contato indentador-amostra. Detalhes da simulação podem ser vistos no Item 3.1.1.1.....46
- Figura 10 – Simulação por elementos finitos de indentação cônica de material que experimenta *pile-up*, $Y = 335$ Mpa, $E = 210$ GPa, $n = 0,101$ (a) distribuição de tensões de von Mises (b) deslocamentos dos nós perto da zona final do contato indentador-amostra. Detalhes sobre a simulação podem ser vistos no Item 3.1.1.1.46
- Figura 11 – Nível de *pile-up* ou *sink-in* α como uma função da razão h_r/h_{max} para indentação Berkovich. Adaptado de Casals e Alcalá (2005)47

Figura 12 – Micrografia de microscopia eletrônica de varredura de um indentador tipo Vickers.....	49
Figura 13 – Representação da forma ideal e real de um indentador cônico	50
Figura 14 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador na forma da curva de indentação $P-h$. Adaptado de Cheng e Cheng (1998c)	50
Figura 15 – Superfície de variação da razão $K_{Berkovich} / K_{cone70,3^\circ}$ com as propriedades mecânicas. Adaptado de Swaddiwudhipong <i>et al.</i> (2006)	51
Figura 16 – Perfil de indentação para quatro valores de coeficiente de atrito, para uma liga de alumínio indentada com um indentador cônico com semi ângulo de $70,3^\circ$ (a) e $42,3^\circ$ (b). Adaptado de Bucaille <i>et al.</i> (2003)	53
Figura 17 – Malha utilizada nas simulações por elementos finitos da indentação de um cone rígido num material elasto-plástico (a) região de contato com refinamento gradual, (b) condições de contorno.	58
Figura 18 – Geometrias simuladas dos sólidos que representam a amostra indentada e os indentadores piramidais (a) Vickers e (b) Berkovich. A figura corresponde a uma vista superior da Figura 19 onde os planos A, B, E, F e H e os eixos de simetria D e G também são apresentadas.....	59
Figura 19 – Representação da geometria simulada na indentação piramidal. Adaptado de Casals e Alcalá (2005)	60
Figura 20 – Ciclo de carregamento (carga vs tempo) utilizado no ensaio de indentação instrumentada	62
Figura 21 – Gráfico de valores médios das funções adimensionais e o expoente da curva de carregamento λ , obtidos do planejamento fatorial na Tabela 3 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	78
Figura 22 – Gráfico normal dos efeitos para λ . Na figura apresentam-se 21 dados correspondentes a os efeitos de primeira e segunda ordem. Os efeitos fora da linha reta são os estatisticamente significativos. (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	79
Figura 23 – Expoente da curva de carregamento λ como uma função de da razão R/h_{max} para diferentes ângulos de indentador cônico. Cada dado corresponde a uma condição do projeto fatorial na Tabela 3 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	80
Figura 24 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_1 = P/E_r h^2$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	81
Figura 25 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_2 = h_o/h$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b).....	82
Figura 26 – Evolução do valor da função adimensional $\Pi_5 = S/Eh_{max}$ com a porcentagem da curva de descarregamento considerada no ajuste dos	

dados à Eq. 19, $R/h_{max} = 1,354$, $h_{max} = 1,453 \mu\text{m}$, $E = 119,93 \text{ GPa}$ $\theta = 73,5^\circ$ (a) $n = 0,16$ (b) $n = 0,34$. (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	83
Figura 27 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_5 = S/E_r h_{max}$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	84
Figura 28 – Evolução do valor da função adimensional $\Pi_6 = h_e/h_{max}$ com a porcentagem da curva de descarregamento considerada no ajuste dos dados à Eq. 19, $R/h_{max} = 1,354$, $h_{max} = 1,453 \mu\text{m}$, $E = 119,93 \text{ GPa}$ $\theta = 73,5^\circ$ (a) $n = 0,16$ (b) $n = 0,34$	84
Figura 29 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_6 = h_e/h_{max}$	85
Figura 30 – Evolução do valor da função adimensional $\Pi_9 = \beta$ com a porcentagem da curva de descarregamento considerada no ajuste dos dados à Eq. 19, $R/h_{max} = 1,354$, $h_{max} = 1,453 \mu\text{m}$, $E = 119,93 \text{ GPa}$ $\theta = 73,5^\circ$ (a) $n = 0,16$ (b) $n = 0,34$. (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	86
Figura 31 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_9 = \beta$ (a) 67% da curva de descarregamento foi considerada na análise, (b) porcentagem da curva de descarregamento considerada como fator na análise (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	87
Figura 32 – Evolução do valor da função adimensional $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ com a porcentagem da curva de descarregamento considerada no ajuste dos dados à Eq. 19, $R/h_{max} = 1,354$, $h_{max} = 1,453 \mu\text{m}$, $E = 119,93 \text{ GPa}$ $\theta = 73,5^\circ$ (a) $n = 0,16$ (b) $n = 0,34$. Resultado semelhante foi encontrado para as indentações Berkovich em Alcalá, Esque de-los-Ojos e Rodríguez (2009)	88
Figura 33 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b).....	89
Figura 34 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_7 = W_p/W_T$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)	90
Figura 35 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre o expoente λ da curva de carregamento, (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a).....	93
Figura 36 – Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da ponta do indentador Vickers, adaptado de MEZA <i>et al.</i> (2007)	94
Figura 37 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional de carregamento Π_1 , resultado apresentado em Rodríguez, Fariás e Souza (2009a) na forma da variação de P_{max}	95
Figura 38 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional de descarregamento Π_5 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)	96

Figura 39 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre o a função adimensional de descarregamento Π_6	96
Figura 40 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre o a função adimensional de contato Π_2 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a) ..	97
Figura 41 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre o fator de correção da equação de Sneddon β (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)	98
Figura 42 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional Π_7 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)	99
Figura 43 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional Π_4 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)	99
Figura 44 – Relação entre as funções adimensionais Π_4 e Π_7 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)	100
Figura 45 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre o a dureza (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)	100
Figura 46 – Distribuição da pressão de contato na indentação cônica de materiais com $Y/E = 0,001$	101
Figura 47 – Distribuição da pressão de contato na indentação cônica de materiais com $Y/E = 0,01$	102
Figura 48 – Distribuição da pressão de contato na indentação cônica de materiais com $Y/E = 0,1$	102
Figura 49 – Razão entre os valores de entrada e os obtidos das simulações por elementos finitos em relação aos estimados pela metodologia de Oliver e Pharr (1992), para módulo elástico, dureza e profundidade de contato ($\circ n = 0$, $\square n = 0,25$, $< n = 0,5$)	103
Figura 50 – Comparação da razão h_o/h_{max} obtida com a função Π_2 (Eq. 53) e a obtida com a Eq. 20 de Oliver e Pharr (1992)	104
Figura 51 – Diagrama do algoritmo direto para indentação com cone ($\theta = 70,3^\circ$) com raio de ponta R	105
Figura 52 – Relação entre a função adimensional $\Pi_1 = P/E_r h^2$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu=0$ e $R/h_{max}=0$	106
Figura 53 – Relação entre o nível de <i>pile-up</i> ou <i>sink-in</i> α e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$	107

Figura 54 – Relação entre a função adimensional $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$	108
Figura 55 – Relação entre a função adimensional $\Pi_5 = S/E_r h$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$	108
Figura 56 – Relação entre a função adimensional $\Pi_6 = h_e/h_{max}$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich e $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$	108
Figura 57 – Relação entre a função adimensional $\Pi_7 = W_p/W_t$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$	109
Figura 58 – Relação entre a função paramétrica $\mathcal{E}_2 = P/E_r h^2$, a razão h_r/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$	110
Figura 59 – Relação entre a função paramétrica $\mathcal{E}_3 = h_e/h_{max}$, a razão h_r/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$, (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,a).....	110
Figura 60 – Relação entre $\mathcal{E}_4 = \alpha$ a razão h_r/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$	110
Figura 61 – Diagrama do algoritmo direto para indentação Vickers e Berkovich	113
Figura 62 – Razão entre o nível de <i>pile-up/sink-in</i> α para indentação Vickers com atrito ($\mu = 0,1$) e sem atrito no contato.....	115
Figura 63 – Razão entre o valor obtido da função adimensional $\Pi_1 = P/E_r h^2$ para indentação Vickers com atrito ($\mu = 0,1$) e sem atrito no contato.....	115
Figura 64 – Razão entre o valor obtido da dureza H para indentação Vickers com atrito ($\mu = 0,1$) e sem atrito no contato.....	116
Figura 65 – Razão entre o valor obtido da função adimensional $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ para indentação Vickers com atrito ($\mu = 0,1$) e sem atrito no contato.....	116
Figura 66 – Relação entre o fator de correção β e a forma do contato indentador-amostra representada pelo nível de <i>pile-up/sink-in</i> α . (Dados correspondentes ao indentador Berkovich apresentados em Rodríguez, Souza e Alcalá a)	117
Figura 67 – Relação entre o fator de correção β e a forma do contato indentador-amostra representada pelo nível de <i>pile-up/sink-in</i> α considerando (a) 30 % ou (b) 70% dos dados da curva de descarregamento no ajuste dos parâmetros da Eq. 19 (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ, a)	118

- Figura 68 – Relação entre a função paramétrica $\mathcal{E}_3 = h_e/h_{max}$, a razão W_p/W_t e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich e $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$ 120
- Figura 69 – Relação entre a função paramétrica $\mathcal{E}_3 = h_e/h_{max}$, a razão h_r/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$, onde as linhas verticais correspondem a os cortes apresentados na Figura 70..... 122
- Figura 70 – Relação entre a razão h_e/h_{max} e o coeficiente de encruamento n nos diferentes níveis da razão h_r/h_{max} . Os pontos brancos correspondem aos valores calculados das curvas $P-h$ obtidas nas simulações por elementos finitos para indentador Berkovich com $\mu = 0$ e as linhas contínuas à Eq. 61 correspondente (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ, a)..... 122
- Figura 71 – Relação entre $\mathcal{E}_2/\beta\alpha^{0.5}$ e o coeficiente de encruamento n nos diferentes níveis da razão h_r/h_{max} . Os pontos brancos correspondem aos valores $(2\sqrt{f/\pi} P/h_{max} S)$ obtidos das curvas $P-h$ obtidas nas simulações por elementos finitos para indentador Berkovich com $\mu = 0$ e as linhas contínuas aos valores calculados das Eqs. 59, 60 e 62 para os valores correspondentes..... 122
- Figura 72 – Relação entre a razão h_e/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para três níveis da razão h_r/h_{max} . Os pontos brancos correspondem aos valores obtidos das curvas $P-h$ obtidas nas simulações por elementos finitos para indentador Berkovich com $\mu = 0$ e as linhas aos valores calculados da Eq. 50 para diferentes valores do fator de correção β que têm sido apresentados na literatura..... 123
- Figura 73 – Diagrama do algoritmo inverso 127
- Figura 74 – Diagrama do algoritmo inverso, quando conhecida a área residual da indentação 128
- Figura 75 – Diagrama do algoritmo inverso, quando conhecido o módulo elástico do material..... 129
- Figura 76 – Relação entre as razões h_e/h_{max} , h_r/h_{max} e n da indentação Vickers com e sem atrito no contato, as linhas contínuas correspondem à Eq. 61 para $\mu = 0$ (RODRÍGUEZ, FARIAS E SOUZA a)..... 130
- Figura 77 – Relação entre h_e/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para diferentes curvas $P-h$ com $h_r/h_{max} = 0,5977 \pm 0,0010$ obtidas com e sem atrito no contato, para indentador Berkovich, a linha contínua corresponde à Eq. 61 para indentador Berkovich e $\mu = 0$ (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ, a) 131
- Figura 78 – Relação entre a razão h_e/h_{max} e o coeficiente de encruamento n nos diferentes níveis da razão h_r/h_{max} (Eq. 61) para indentação Berkovich e Vickers. A barra de erro corresponde ao intervalo de confiança combinada da razão δ_e/δ_{max} no carregamento baixo (Tabela 8) 132

- Figura 79 – Relação entre h_e/h_{max} e h_r/h_{max} da Eq. 61 (linhas) junto com os dados experimentais de δ_r/δ_{max} e δ_e/δ_{max} para as indentações realizadas em (a) Al2098-T8 (b) Aço martensítico (c) Cobre puro 133
- Figura 80 – Curva de indentação $P-\delta$ obtida da análise por elementos finitos com indentadores cônicos e Berkovich rígidos e elásticos. Materiais perfeitamente elásticos com módulos (a) 1A e 1B (b) 2A e 2B (c) 2A e 2C da Tabela 23. (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 136
- Figura 81 – Geometria da superfície em contato sob carregamento máximo na indentação dos materiais perfeitamente elásticos da Tabela 23 quando indentados por um cone com $\theta = 70,3^\circ$. Em todos os casos $\delta_{max} = 5\mu m$ a linha continua corresponde à geometria dos indentadores deformados e a linha pontilhada corresponde a um indentador com ângulo $70,3^\circ$. (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 138
- Figura 82 – (a) Função adimensional Π_I obtida da indentação das superfícies elásticas e elásticas perfeitamente-plásticas ($n=0$) como uma função da razão E/E_i (b) razão entre a função adimensional Π_I obtida para os indentadores elásticos e rígidos, para indentadores cônico (C) e Berkovich (B) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 139
- Figura 83 – (a) Nível de *pile-up* ou *sink-in* α como uma função da razão E/E_i valores obtidos da análise por elementos finitos para materiais elásticos e elásticos perfeitamente-plásticos indentados por indentadores cônico e Berkovich (b) razão entre áreas de contato para indentadores elásticos e rígidos, para indentadores cônico (C) e Berkovich (B) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 141
- Figura 84 – (a) Razão adimensional H/E_r para materiais elásticos e elásticos perfeitamente plásticos como uma função de E/E_i (b) razão entre a dureza H nos sistemas com indentador elástico e a dureza no sistema com indentador rígido, para indentadores cônico (C) e Berkovich (B) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 142
- Figura 85 – (a) Relação entre a função adimensional δ_r/δ_{max} e a razão E/E_i para os materiais elásticos e elásticos perfeitamente-plásticos (b) razão entre δ_r no sistema com indentador elástico e rígido, para indentadores cônico (C) e Berkovich (B) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 143
- Figura 86 – (a) Fator de correção β como uma função da razão E/E_i (b) razão entre o fator de correção β nas indentações com indentador elástico e rígido. Para indentadores cônico (C) e Berkovich (B). (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 144
- Figura 87 – Relação entre a função paramétrica $\mathcal{E}_3 = \delta_e/\delta_{max}$, δ_r/δ_{max} e n . Nas figuras as linhas correspondem à Eq. 61 para n igual a 0 e 0,5. (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 146

- Figura 88 – Relação entre a função adimensional $\Pi_4 = \delta_r/\delta_{max}$ e Y/E_r , as linhas correspondem à Eq. 57 para $n = 0, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4$ e $0,5$ (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c) 146
- Figura 89 – Relação entre a função paramétrica $\Xi_2 = P/E_r\delta^2$, a razão δ_r/δ_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, as linhas correspondem à Eq. 59 para n igual a 0 e 0,5 (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)..... 146
- Figura 90 – Relação entre a razão δ_r/δ_{max} a razão H/E_r e n . As linhas correspondem à relação entre h_r/h_{max} e H/E_r para $n = 0$ e $0,5$ apresentada por Casals e Alcalá (2005) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)..... 148
- Figura 91 – Relação entre a razão $K/\sigma_{0,033}$ e a razão $E_r/\sigma_{0,033}$. A linha corresponde à relação apresentada por Dao *et al.* (2001). (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)..... 148
- Figura 92 – (a) Gráfico da densidade de probabilidade numa distribuição normal. A probabilidade acumulada correspondente a um valor χ_1 é a área sob a curva à esquerda de χ_1 . (b) Probabilidade acumulada numa distribuição normal na escala cartesiana usual. (c) o gráfico da figura b num eixo de probabilidade normal. Adaptado de Barros Neto, Scarminio, e Bruns (1996) 162
- Figura 93 – Amostra aleatória de dez elementos (a) numa distribuição normal padronizada, (b) Probabilidades acumuladas para cada amostra em uma escala cartesiana comum, (c) os dados da figura b num gráfico de probabilidade normal. 164
- Figura 94 – Gráfico normal dos efeitos de primeira e segunda ordem para $\Pi_5 = S/E_r h_{max}$ 166

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Geometria do contato e propriedades elásticas das superfícies	29
Tabela 2 – Propriedades mecânicas dos materiais.....	61
Tabela 3 – Níveis dos fatores no planejamento fatorial 2^6	64
Tabela 4 – Dados obtidos de um planejamento fatorial 2^2 , para ilustrar o cálculo dos efeitos.....	64
Tabela 5 – Exemplo de experimentos para o cálculo do intervalo de confiança combinada.....	67
Tabela 6 – Resumo dos dados obtidos dos EII, valores médios e intervalos de confiança dos parâmetros da curva de indentação	75
Tabela 7 – Resumo dos dados obtidos dos EII, valores médios e intervalos de confiança das funções adimensionais	75
Tabela 8 – Intervalos de confiança combinada das funções adimensionais	75
Tabela 9 – Porcentagem de variação causada pelo ruído experimental nos EII.....	76
Tabela 10 – Efeitos principais e interações.....	77
Tabela 11 – Coeficientes estimados das funções adimensionais II	92
Tabela 12 – Resultados obtidos com o algoritmo direto, juntamente com a porcentagem de erro em relação aos valores médios experimentais apresentados na Tabela 7	105
Tabela 13 – Coeficientes das Eqs. 57 a 61 para indentação Berkovich, $\mu = 0$	111
Tabela 14 – Coeficientes das Eqs. 57 a 61 para indentação Vickers, $\mu = 0$	111
Tabela 15 – Coeficientes das Eq. 57 a 61 para indentação Vickers e $\mu = 0,1$	112
Tabela 16 – Resultados obtidos com o algoritmo direto para o indentador Berkovich ($\mu = 0$), juntamente com a porcentagem de erro em relação aos valores médios experimentais na Tabela 7.....	113
Tabela 17 – Resultados obtidos com o algoritmo direto para o indentador Vickers ($\mu = 0$), juntamente com a porcentagem de erro em relação aos valores médios experimentais na Tabela 7.....	113
Tabela 18 – Resultados obtidos com o algoritmo direto para o indentador Vickers ($\mu = 0,1$), juntamente com a porcentagem de erro em relação aos valores médios experimentais na Tabela 7.....	114

Tabela 19 – Exemplo de materiais com diferentes propriedades mecânicas e mesma curva de indentação $P-h$. Curvas $P-h$ obtidas da simulação por elementos finitos para indentação Berkovich com indentador rígido	124
Tabela 20 – Parâmetros das curvas $P-\delta$ experimentais para o Al2098-T8 e as propriedades mecânicas calculadas.....	134
Tabela 21 – Parâmetros das curvas $P-\delta$ experimentais para o aço martensítico e as propriedades mecânicas calculadas.....	134
Tabela 22 – Parâmetros das curvas $P-\delta$ experimentais para o cobre puro e as propriedades mecânicas calculadas.....	134
Tabela 23 – Propriedades elásticas dos materiais indentados e indentadores.....	135
Tabela 24 – Razão entre o limite de escoamento e o módulo elástico dos materiais indentados	140
Tabela 25 – Efeitos de primeira e segunda ordem ordenados de forma crescente e a probabilidade acumulada correspondente.....	165

LISTA DE SÍMBOLOS

p	Pressão de contato
p_o	Pressão máxima de contato
r	Distância radial desde o eixo de simetria da indentação
a	Raio de contato
u_{z1}	Deslocamento normal da superfície do indentador
u_{z2}	Deslocamento normal da superfície indentada
u_r	Deslocamento radial da superfície indentada
P	Força total da indentação comprimindo os sólidos
δ	Distância de aproximação mutua indentador-corpo indentado
h	Profundidade de indentação sob a superfície original
E	Módulo elástico do material indentado
ν	Coeficiente de Poisson do material indentado
E_i	Módulo elástico do material do indentador
ν_i	Coeficiente de Poisson do material do indentador
E_r	Módulo reduzido
R	Raio do indentador
S	Rigidez do contato
A_c	Área de contato
p_m	Pressão média sobre a superfície
θ	Semi-ângulo do indentador cônico
h_c	Profundidade de contato
H	Dureza
P_{max}	Carga máxima de indentação
h_r	Profundidade residual da indentação

h_s	Diferença entre a profundidade de indentação e a profundidade de contato
h_{max}	Profundidade de indentação máxima
δ_{max}	Deslocamento total do indentador
δ_r	Deslocamento correspondente a carga zero no descarregamento
W_t	Trabalho total da indentação
W_p	Trabalho plástico da indentação
W_e	Trabalho elástico da indentação
P_l	Carga de indentação durante a etapa de carregamento
P_u	Carga de indentação durante a etapa de descarregamento
λ	Expoente da curva de carregamento
K	Coeficiente da curva de carregamento
B	Coeficiente da curva de descarregamento
m	Expoente da curva de descarregamento
γ	Fator de correção da equação de profundidade de contato de Oliver e Pharr (1992)
β	Fator de correção da equação de Sneddon
n	Coeficiente de encruamento
Y	Limite de escoamento
σ	Tensão
ε	Deformação
α	Grau do empilhamento (<i>pile-up</i>) ou retração (<i>sink-in</i>)
A_s	Área projetada de uma indentação com profundidade h onde não se observa nem <i>pile-up</i> nem <i>sink-in</i>
f	Parâmetro geométrico da área da indentação
h_b	Diferença entre a profundidade de indentação do cone arredondado e o

	cone perfeito
h_t	Profundidade de tangência esfera-cone
μ	Coeficiente de atrito
k	Parâmetros dimensionais envolvidos em um problema
d	Número mínimo de dimensões independentes em um problema
q	Razões adimensionais independentes em um problema
Π	Funções adimensionais
$\mathcal{E}$	Relações paramétricas entre funções adimensionais
σ_r	Tensão representativa. Tensão correspondente a uma deformação ε para a qual a relação entre as razões K/σ_r e σ_r/E_r é independente do coeficiente de encruamento (n) para um dado θ do indentador.
h_e	Profundidade correspondente a carregamento zero para uma linha reta desde (P_{max}, h_{max}) com inclinação S
l_i	Efeito médio de um fator
l_{ixj}	Efeito combinado ou de interação entre fatores
ζ	Intervalo de confiança
t	Probabilidade da distribuição t
η	Graus de liberdade
s	Variância
ρ	Número de repetições ou réplicas dos experimentos

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	26
2	REVISÃO DA LITERATURA	28
2.1	A mecânica do contato e aspectos da indentação	28
2.2	Ensaio de indentação instrumentada (EII)	34
2.3	Determinação de propriedades mecânicas usando o EII	36
2.3.1	<i>Dureza e módulo elástico</i>	36
2.3.2	<i>Cálculo das propriedades plásticas</i>	38
2.3.3	<i>Papel da anisotropia cristalina na indentação instrumentada</i>	42
2.4	Fatores que afetam a forma da curva do EII e a geometria do contato.....	44
2.4.1	<i>Fenômeno de pile-up e sink-in</i>	44
2.4.2	<i>Geometria do indentador</i>	47
2.4.3	<i>Atrito indentador-amostra</i>	52
2.5	Análise dimensional	53
3	MATERIAIS E MÉTODOS	56
3.1	Simulações por elementos finitos.....	56
3.1.1	<i>Indentação cônica, simulações 2D</i>	56
3.1.2	<i>Indentação piramidal, simulações 3D</i>	59
3.2	Materiais.....	61
3.3	Ensaio de indentação instrumentada	61
3.4	Planejamento de experimentos	63
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	68
4.1	Análise dimensional	68
4.2	Variação experimental das curvas de indentação instrumentada	74
4.3	Efeito dos fatores na resposta à indentação cônica	76
4.3.1	<i>Expoente da curva de carregamento</i>	78
4.3.2	<i>Função adimensional da etapa de carregamento</i>	80
4.3.3	<i>Nível de Pile-up ou sink-in</i>	81
4.3.4	<i>Rigidez do contato</i>	82
4.3.5	<i>Fator de correção da equação de Sneddon</i>	85

4.3.6	<i>Razão entre a profundidade residual e máxima da indentação.....</i>	88
4.3.7	<i>Razão entre o trabalho plástico e o trabalho total</i>	89
4.4	Indentador cônico equivalente	90
4.4.1	<i>Algoritmo direto</i>	90
4.4.2	<i>Efeito do arredondamento da ponta</i>	93
4.4.3	<i>Verificação do algoritmo direto</i>	104
4.5	Indentadores piramidais Berkovich e Vickers.....	106
4.5.1	<i>Algoritmo direto</i>	106
4.5.2	<i>Verificação dos algoritmos diretos.....</i>	112
4.5.3	<i>Efeito do atrito indentador-amostra</i>	114
4.5.4	<i>Dependência do fator de correção β com α</i>	117
4.6	A unicidade	119
4.7	Algoritmo inverso.....	125
4.7.1	<i>Efeito do atrito no cálculo das propriedades mecânicas</i>	130
4.7.2	<i>Efeito da variação experimental no cálculo de propriedades mecânicas</i>	131
4.7.3	<i>Verificação do algoritmo inverso</i>	133
4.8	Efeito das deformações do indentador, validade do módulo reduzido	135
4.8.1	<i>Efeito da razão E/E_i nas funções adimensionais.....</i>	138
4.8.2	<i>Efeito das deformações do indentador na relação de Sneddon.....</i>	143
4.8.3	<i>Efeito da razão E/E_i nas propriedades mecânicas calculadas</i>	145
5	CONSIDERAÇÕES SOBRE O APORTE DO TRABALHO	149
	CONCLUSÕES	150
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	152
	ANEXO A – Análise da significância estatística dos efeitos por meio de gráficos normais	161
	ANEXO B – Artigos elaborados relacionados com a temática do trabalho	167

1 INTRODUÇÃO

O Ensaio de Indentação Instrumentada (EII), também conhecido como de nanoindentação, é uma técnica relativamente nova, usada para a caracterização mecânica de materiais. Seu uso aumenta significativamente as capacidades dos testes tradicionais de dureza. O EII emprega instrumentação de alta resolução para o controle e monitoramento das cargas e deslocamentos de um indentador, quando este penetra e se afasta do material estudado, num ciclo de carregamento e descarregamento. Dependendo dos detalhes específicos do sistema de ensaio, cargas da ordem 1 nN podem ser aplicadas e deslocamentos de 0,1 nm (1 Å) podem ser medidos. Isto permite uso do EII para a determinação de propriedades mecânicas de revestimentos e filmes finos e de superfícies modificadas por tratamentos superficiais (HAY e PHARR, 2000).

Em geral, o ensaio de indentação instrumentada é usado para a medida de dureza, mas, teoricamente outros dados podem ser obtidos do EII, tais como módulo elástico, limite de escoamento e coeficiente de encruamento de materiais metálicos, tenacidade à fratura de materiais frágeis, visco-elasticidade de polímeros, adesão de filmes a substratos e tensões residuais (PHARR, 1998; DAO *et al.*, 2001; VANLANDINGHAM, 2003; SURESH e GIANNAKOPOULOS, 1998, LEPIENSKI *et al.*, 2004). Isto faz com que o estudo da técnica seja muito vantajoso porque diversas informações poderiam ser obtidas a partir de ensaios em apenas um corpo-de-prova, em oposição a ensaios individuais que frequentemente necessitam da preparação de grupos de amostras com dimensões padronizadas.

A mecânica do contato entre um indentador rígido e um sólido elasto-plástico, as simulações por elementos finitos e a análise dimensional permitem a obtenção, com relativa precisão, de: (i) uma série de equações que relacionam as propriedades mecânicas com os parâmetros das curvas carga-deslocamento (algoritmo direto), ou (ii) a determinação do módulo elástico, dureza, limite de escoamento e coeficiente de encruamento, a partir das curvas carga-deslocamento experimentais (algoritmo inverso).

Grandes avanços foram obtidos em relação à precisão dos algoritmos diretos propostos na literatura (GIANNAKOPOULOS e SURESH, 1999; DAO *et al.*, 2001;

CHOLLACOOOP *et al.*, 2003; BUCAILLE *et al.*, 2003; SWADDIWUDHIPONG *et al.*, 2005; CASALS e ALCALÁ, 2005), mas os mesmos ainda refletem uma imprecisão das equações, que tem sua origem na falta de consideração conjunta de efeitos como: o coeficiente de atrito indentador-amostra (MATA e ALCALÁ, 2004), a geometria do indentador (BUCAILLE *et al.*, 2003, SWADDIWUDHIPONG *et al.*, 2006; SAKHAROVA *et al.*, 2009), incluindo os defeitos da ponta do indentador (CHENG e CHENG, 1998c RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009ab) e a deformação do indentador sob carregamento (CAO, DAO e LU, 2007). De forma independente, diferentes pesquisadores mostraram que esses efeitos devem ser considerados para se obter uma boa coerência entre as curvas carga-deslocamento experimentais e teóricas.

Em relação os algoritmos inversos é importante aprofundar os estudos em aspectos como a possível falta de uma relação única entre a curva de indentação e as propriedades mecânicas (CHENG e CHENG 1999a; CASALS e ALCALÁ, 2005; ALKORTA, MARTÍNEZ-ESNAOLA e SEVILLANO, 2005; LAN e VENKATESH, 2007; LIU *et al.* 2009), e os efeitos que a variação experimental pode ter sobre as propriedades calculadas (BOUZAKIS *et al.* 2003).

Este trabalho tem por objetivo aplicar os conceitos da mecânica do contato, da análise dimensional e a simulação por elementos finitos, para propor um algoritmo direto/inverso tendo em conta a geometria do indentador, o efeito da formação de borda (*pile-up*) ou a retração (*sink-in*) do material indentado e o coeficiente de atrito indentador-amostra fatores que ainda não foram considerados simultaneamente em nenhum dos algoritmos da literatura.

O trabalho igualmente conta com os seguintes objetivos específicos.

Verificar o algoritmo para dois aços-carbono, um aço inoxidável austenítico um alumínio e um cobre puro.

Analisar aspectos como unicidade entre a curva de indentação e as propriedades mecânicas e os efeitos das deformações do indentador e da variação experimental sobre as propriedades calculadas.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 A MECÂNICA DO CONTATO E ASPECTOS DA INDENTAÇÃO

A resposta ao contato entre sólidos de diferentes naturezas tem sido tópico de estudo desde 1882, quando Heinrich Hertz apresentou seu trabalho intitulado *On the contact of elastic solids* (HERTZ, 1982a). Desde então, muitos trabalhos têm sido desenvolvidos analítica e numericamente com o objetivo de propor teorias que permitam calcular o campo de tensões e deformações dos corpos em contato, assim como a distribuição da pressão entre eles. Estas teorias têm sido agrupadas dentro da área de conhecimento denominada Mecânica do Contato (JOHNSON, 1985).

Figura 1 – Esquema do contato entre uma superfície elástica plana e (a) esfera rígida - representação do conjunto 1 da Tabela 1 (b) esfera elástica - representação do conjunto 2 da Tabela 1

Hertz (1982a) postulou que para dois sólidos de revolução, com superfícies lisas e não conformesⁱ em contato sem atrito, com geometria e propriedades elásticas conforme descrito na Tabela 1, e esquematizado na Figura 1, a distribuição da pressão de contato pode-ser expressa como (JOHNSON, 1985).

ⁱ O contato não conforme se apresenta entre superfícies que ao entrar em contato (sem deformação) se tocam primeiro em um ponto “ponto de contato” ou em uma linha “linha de contato”, isto é, na ausência de deformação não existe um plano de contato entre as superfícies não conformes (JOHNSON, 1985)

$$p = p_o [1 - (r/a)^2]^{1/2} \quad (1)$$

Esta distribuição de pressão produz deslocamentos normais à superfície u_{zi} $i = 1, 2$ iguais a

$$u_{zi} = \frac{1-\nu^2}{E} \frac{\pi p_o}{4a} (2a^2 - r^2) \quad , r \leq a \quad (2)$$

Tabela 1 – Geometria do contato e propriedades elásticas das superfícies

	Conjunto 1 (indentador rígido)	Conjunto 2 (indentador elástico)
Deslocamento normal da superfície do indentador (u_{z1})	0	$u_{z1(2)}$
Deslocamento normal da superfície indentada (u_{z2})	$u_{z2(1)}$	$u_{z2(2)}$
Deslocamento radial da superfície indentada (u_r)	0	$u_{r(2)}$
Raio de contato (a)	$a_{(1)}$	$a_{(2)}$
Força total da indentação comprimindo os sólidos (P)	$P_{(1)}$	$P_{(2)}$
Distância de aproximação mutua indentador-corpo indentado (δ)	$\delta_{(1)}$	$\delta_{(2)}$
Profundidade de indentação sob a superfície original da superfície indentada (h)	$h_{(1)} = \delta_{(1)}$	$h_{(2)}$
Módulo elástico do corpo indentado (E)	$E_{(1)}$	$E_{(2)}$
Coefficiente de Poisson do corpo indentado (ν)	$\nu_{(1)}$	$\nu_{(2)}$
Módulo elástico do indentador (E_i)	∞	E_i
Coefficiente de Poisson do indentador (ν_i)	0	ν_i
Módulo reduzido (E_r)	$E/(1-\nu^2)$	$[(1-\nu^2)/E + (1-\nu_i^2)/E_i]^{-1}$

Das condições de contorno, os deslocamentos podem ser expressos como

$$\bar{u}_{z1} + \bar{u}_{z2} = \delta - (1/2R)r^2 \quad (3)$$

onde R é o raio do indentador, no caso de superfícies planas indentadas por um indentador esférico. A pressão atuando é idêntica para as duas superfícies em contato. Sendo assim, escrevendo o módulo reduzido como

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (4).$$

e substituindo as expressões para u_{z1} e u_{z2} na Eq. 3 obtêm-se

$$\frac{\pi p_o}{4aE_r} (2a^2 - r^2) = \delta - (1/2R)r^2 \quad (5).$$

Dado que a força total comprimindo os sólidos relaciona-se com a pressão por

$$P = \frac{2}{3} p_o \pi a^2 \quad (6)$$

o raio do contato, o deslocamento de mutua aproximação, e a pressão máxima são dados por

$$a = \frac{\pi p_o R}{2E_r} = \left(\frac{3PR}{4E_r} \right)^{1/3} \quad (7)$$

$$\delta = \frac{\pi a p_o}{2E_r} = \frac{a^2}{R} = \left(\frac{9P^2}{16RE_r^2} \right)^{1/3} \quad (8)$$

$$P = \frac{4\sqrt{R}E_r\delta^2}{3}$$

$$p_o = \frac{3P}{2\pi a^2} = \left(\frac{6PE_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (9)$$

Derivando a carga em relação à profundidade de indentação (Eq. 8) obtém-se a Eq. 10. Na Eq. 10, $S = dP/d\delta$ é conhecida como a rigidez do contato e A_c é a área de contato projetada ($A_c = \pi a^2$).

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (10)$$

Considerando os dois conjuntos na Tabela 1, se $E_{r(1)} = E_{r(2)}$, $h_{(1)} \neq h_{(2)}$ e $\delta_{(1)} = h_{(1)} = \delta_{(2)}$, da Eq. 8 pode-se concluir que $a_{(1)} = a_{(2)}$ e $P_{(1)} = P_{(2)}$. Pelo anterior, pode-se esperar curvas P - δ e áreas de contato idênticas na indentação de sistemas com valores de módulo reduzido E_r idênticos, nos casos onde a teoria de Hertz é aplicável. Esta validade ocorre para superfícies contínuas e não conformes, sem atrito entre elas e experimentando pequenas deformações como resultado do contato (JOHNSON, 1985).

Para a análise do contato entre uma superfície plana perfeitamente elástica e um cone pontiagudo com semi ângulo θ (Figura 2a), Love (1939) e posteriormente Sneddon (1948) mostraram que a pressão média sobre a superfície (p_m), o deslocamento máximo da superfície do espécime indentado (h) e a força total da indentação (P) são dadas pelas Eqs. 11 a 13 respectivamente.

$$p_m = \frac{1}{2} \frac{E}{1-\nu^2} \cot(\theta) \quad (11)$$

$$h = \pi p_m a \frac{1-\nu^2}{E} \quad (12)$$

$$P = \frac{1}{2} \pi a^2 \frac{E}{1-\nu^2} \cot(\theta) \quad (13)$$

Note-se que nas Eq. 11 a 13 o deslocamento do indentador é h e não δ pois na solução de Sneddon deformações do indentador não são consideradas, mas a geometria definida para o deslocamento vertical da superfície é a de um cone rígido indentando uma superfície elástica. Da solução de Sneddon (1951) para a profundidade de contato (h_c) (Figura 2a) e desconsiderando o deslocamento radial da superfície dentro do círculo de contato (u_r) (Figura 2b), o deslocamento máximo da superfície indentada pode ser expresso em termos do raio de contato como

$$h \approx \frac{\pi}{2} h_c \approx \frac{\pi a}{2 \tan \theta} \quad (14)$$

onde h_c é a profundidade de contato. Das Eq. 13 e 14, pode-se concluir que h e P estão relacionadas segundo

$$P = \frac{2}{\pi} \frac{E}{1-\nu^2} \tan \theta h^2 \quad (15)$$

Derivando a expressão da carga (Eq. 15) com relação à profundidade de indentação, e da relação entre h e a da Eq. 14, fazendo $A_c = \pi a^2$, se obtém a Eq. 16, onde a rigidez de contato $S = dP/dh$, diferente da Eq. 10, é expressa em função de h (e não de δ), porque para obter esta relação as deformações do indentador não são consideradas. Uma solução analítica que considere as deformações de indentadores agudos não foi encontrada na literatura.

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{E}{1-\nu^2} \sqrt{A_c} \quad (16)$$

A solução analítica obtida por Sneddon (1951) não se aplica exatamente para um cone perfeitamente rígido, mas para uma geometria pontiaguda que se aproxima a um cone (HAY, BOLSHAKOV e PHARR, 1999). Para um cone rígido, a análise de Sneddon (1951) subestima a força total de contato para uma dada profundidade de

indentação, porque permite o deslocamento radial da superfície em contato. Sneddon calculou os deslocamentos radiais u_r e Hay, Bolshakov e Pharr (1999) apresentaram um estudo detalhado das diferenças entre a solução de Sneddon e a indentação por um cone rígido. Contudo, as equações propostas por Sneddon formam a base que permitiu a utilização das relações entre carregamento e profundidade de indentação para o cálculo de propriedades elásticas de materiais elasto-plásticos, sob o pressuposto de que durante o descarregamento, posterior a uma indentação, o deslocamento da superfície corresponde à recuperação das deformações elásticas.

Figura 2 – (a) Geometria utilizada por Sneddon (1951) para descrever a indentação de uma superfície elástica e plana por um cone rígido pontiagudo. (b) Representação da forma real da superfície deformada predita pela solução de Sneddon (1951) onde o deslocamento radial (u_r) apresenta-se, adaptado de Hay, Bolshakov e Pharr (1999)

A dureza, da qual já se falava na antiguidade, pois textos de Theophrastus 300 AC já faziam referência ao conceito, foi medida pela primeira vez usando uma metodologia concreta, com a escala Mohs, que se baseia na capacidade de minerais de riscar superfícies (TABOR, 1954). A dureza propriamente dita foi definida por Hertz (1882b) como a pressão média de contato que dá início ao escoamento plástico num sólido quando pressionado por um corpo mais duro em contato com

ele. Esta definição é de pouca utilidade, dada a dificuldade em se detectar o início do escoamento. O valor da pressão média de contato a partir do ponto em que não varia com o incremento da carga, é outra definição que tem sido dada para a dureza (FICHER-CRIPPS, 2002).

Neste trabalho, uma definição mais geral da dureza é adotada. Segundo a Eq. 17 a dureza (H) é definida como a razão entre o carregamento e a área de contato indentador-amostra projetada na superfície para uma dada profundidade de indentação. Com esta definição, a dureza é equivalente à pressão média de contato p_m e, embora o termo dureza esteja mais associado com o comportamento plástico, vai ser usada igualmente para contatos elásticos.

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (17)$$

O valor da dureza (H) é dependente da configuração sob a qual é medida, isto é, valores diferentes são obtidos quando a medida é feita com cones de diferentes ângulos (CHENG e LI; 2000), ou quando medida com indentadores esféricos. Da mesma forma, para uma dada geometria de contato, a dureza pode ser expressa em função das propriedades mecânicas do material; módulo elástico (E), coeficiente de encruamento (n) e limite de escoamento (Y). Portanto a dureza não é estritamente uma propriedade mecânica.

Durante uma indentação, os materiais elasto-plásticos são deformados elástica e plasticamente, resultando na formação de uma impressão similar à geometria do indentador, conforme indicado na Figura 3. No teste convencional de dureza, utiliza-se a área residual de indentação para o cálculo da dureza (ASTM E92 - 82(2003)e2), o que pode supor grande diferença no valor obtido, em relação à dureza sob carregamento (Eq. 17), dependendo do nível de recuperação elástica que apresente o material após a indentação (LI *et al.*, 2002).

Figura 3 – Esquema representativo de seção transversal de uma indentação axissimétrica, adaptado de Oliver e Pharr (1992)

2.2 ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA (EII)

No ensaio de indentação instrumentada – EII, a força (P) e o deslocamento (δ) são medidos continuamente durante um ciclo completo de aplicação e remoção de força (carregamento e descarregamento). Na Figura 4, apresenta-se um esquema do equipamento utilizado no ensaio. Na configuração usual, o indentador encontra-se montado numa coluna por intermédio da qual se transmite o carregamento, que é aplicado por um atuador. O sistema inclui um sensor para medir o deslocamento em algum ponto intermediário entre o indentador e o atuador (HAY e PHARR, 2000).

Em qualquer estágio do carregamento ou descarregamento, o deslocamento, como medido pelo sensor, é a soma do deslocamento verdadeiro do indentador (δ) e as deformações do equipamento sob-carregamento. A flexibilidade do equipamento (*compliance*) pode contribuir significativamente na medida total do deslocamento, o que obriga a realização de uma calibração da mesma, para correção dos dados obtidos (OLIVER e PHARR, 1992; SUN e ZHENG 1999; VAN VLIET, PRCHLIK, e SMITH, 2004).

Figura 4 – Esquema representativo do equipamento para realizar EII, adaptado de Hay e Pharr (2000)

Na Figura 5, apresenta-se uma curva típica de força em função do deslocamento do indentador, onde se indicam os principais parâmetros envolvidos no ensaio. Nessa figura, a rigidez (S) da amostra ensaiada é caracterizada pela inclinação da parte superior da curva de descarregamento ($S = dP/d\delta$); P_{max} é a carga máxima obtida no ensaio; δ_{max} é o deslocamento total do indentador, δ_r é o deslocamento correspondente à carga zero no descarregamento, W_t é o trabalho total realizado pelo indentador durante o ciclo de carregamento e W_p é o trabalho plástico.

Figura 5 – Curva de carga em função do deslocamento do indentador, adaptado de Dao *et al.* (2001)

Uma vez corrigidos os dados obtidos no ensaio pela rigidez do equipamento, a curva obtida do ensaio de indentação é uma curva de carga (P) como uma função da aproximação mutua entre algum ponto no indentador e a superfície original da amostra (δ). Chaudhri (2001) chamou a atenção em relação ao fato de δ não ter a mesma magnitude da profundidade de indentação em relação à superfície original (h), Figura 1. Note-se que a profundidade residual (h_r) é sempre igual a δ_r e no caso de um indentador perfeitamente rígido h e δ coincidem.

Na indentação de materiais elasto-plásticos, na etapa de carregamento, a curva P - δ segue a Eq. 18, e durante a etapa do descarregamento, segue a Eq. 19. Na Eq. 18 λ é igual a 1 para indentação com punção plano, 2 no caso de indentadores perfeitamente pontiagudos e 1,5 para indentadores perfeitamente esféricos (JONSON, 1985; OLIVER e PHARR, 1992). Nas Eqs. 18 e 19, K , B e m têm valores dependentes das propriedades mecânicas dos materiais em contato, assim como da geometria do indentador e do atrito entre as superfícies.

$$P_l = K\delta^\lambda \quad (18)$$

$$P_u = B(\delta - \delta_r)^m \quad (19)$$

2.3 DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS USANDO O EII

2.3.1 Dureza e módulo elástico

No EII, o método mais usado para a determinação de dureza e módulo elástico é o analítico e experimental proposto por Oliver e Pharr (1992). A dureza (H) é definida por estes autores como na Eq. 17.

Para o cálculo da área de contato, usa-se uma função entre a área de contato e a profundidade de penetração do indentador, a função de área $A_c = F(h_c)$ que considera a geometria do indentador. Geralmente a equação específica da função da área de cada indentador é determinada experimentalmente, fazendo-se indentações a diferentes profundidades em um material de referência com propriedades mecânicas conhecidas (OLIVER e PHARR, 1992; McELHANEY, VLASSAK e NIX, 1998; SCHIFFMANN, 2007), ou pela medição direta da geometria

do indentador usando microscopia de força atômica (VANLANDINGHAM, JULIANO e HAGON, 2005).

Para determinar a profundidade de contato (h_c), Oliver e Pharr (1992) basearam-se nos cálculos precedentes de Sneddon (1951) e propuseram uma correlação entre h_c e a rigidez de contato em carga máxima, $S = \left. \frac{dP}{d\delta} \right|_{\delta_{\max}}$, calculada como a derivada da Eq.19 avaliada para $\delta_{\max}$. A Eq. 20, que pode ser obtida da combinação das equações 14 a 16, onde γ toma o valor de $2(\pi-2)/\pi$, é utilizada com o objetivo de calcular a profundidade do contato sob a hipótese de que as deformações do indentador são pequenas $\delta \approx h$.

$$h_c = h_{\max} - \gamma \frac{P_{\max}}{S} \quad (20)$$

Nas primeiras análises γ foi considerado um parâmetro geométrico (OLIVER e PHARR, 1992), mas posteriormente foi encontrado que mesmo para uma dada geometria de indentador, γ pode ter diferentes valores e é melhor estimá-lo como uma função do expoente da curva de descarregamento m mostrado na Eq. 19 (PHARR e BOLSHAKOV, 2002).

O módulo elástico (E), segundo Oliver e Pharr (1992), pode ser determinado quando a razão $E/(1-\nu^2)$ na Eq.16 é substituída pelo módulo reduzido (E_r) da Eq. 4. Este cálculo é possível sob o pressuposto que, da mesma forma que o módulo reduzido contabiliza a ocorrência de deformação da amostra e do indentador na teoria de Hertz, E_r o faz no contato de superfícies planas com indentadores pontiagudos. Apesar deste pressuposto ainda não ter sido verificado, a utilização da Eq. 21 tem mostrado ser de extrema utilidade na determinação do módulo elástico para alguns materiais. Com o objetivo de ajustar os valores obtidos utilizando esta relação às condições reais (diferente do modelo de Sneddon) da indentação usa-se o fator de correção β mostrado na Eq. 21.

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (21)$$

Na forma apresentada por Oliver e Pharr (1992), o fator β tem valor 1, mas King (1987) mostrou que no caso de indentadores não axissimétricos, como os

piramidais, o fator de correção β assume o valor de 1,034 para indentador Berkovich e 1,012 para Vickers (KING, 1987). Da mesma forma, outros autores têm encontrado dependência do fator β com a geometria do indentador e com o coeficiente de Poisson do material indentado (KING, 1987; HENDRIX, 1995; HAY, BOLSHAKOV e PHARR 1999; TROYON e HUANG, 2005, TROYON e LAFAYE, 2006; MEZA, ABBES e TROYON 2008), com as propriedades plásticas do material indentado (BOLSHAKOV e PHARR, 1998; WANG e ROKHLIN, 2005; XU e LI 2008), e com as deformações e coeficiente de Poisson do indentador (CAO, DAO e LU, 2007).

2.3.2 Cálculo das propriedades plásticas

Na Figura 6, mostra-se a influência da natureza do material na profundidade residual resultante do EII e na forma da curva obtida. Dois extremos limitam o comportamento mecânico dos materiais: o comportamento elástico ideal e o comportamento rígido-perfeitamente plástico. Nessa figura são apresentadas também as curvas obtidas em ensaio de tração (tensão-deformação).

Observa-se que, por um lado, os sólidos com comportamento elástico ideal não apresentam deformação plástica tanto no ensaio de tração quanto no EII. A tensão induzida pelo indentador durante o EII é armazenada no material na forma de energia de deformação elástica, e é recuperada completamente durante o alívio da carga. Naquele caso, as curvas de carregamento e descarregamento se sobrepõem e, portanto, não há presença de uma impressão de indentação permanente no material após a remoção da carga.

Por outro lado, quando um sólido rígido-perfeitamente plástico é indentado não há ocorrência de deformação elástica. No ensaio de tração, a amostra não se deforma até que o limite de escoamento do material é atingido. No EII, a tensão induzida pelo indentador é liberada pelo material na forma de deformação plástica. Neste caso, como o material não apresenta deformação elástica, não há recuperação da mesma durante o estágio de descarregamento; o deslocamento na carga máxima é igual àquele após completar o descarregamento e, portanto, a impressão residual permanece invariável.

Entretanto, muitos materiais apresentam um comportamento elasto-plástico. Nestes casos, no início do ensaio de tração, a amostra se deforma elasticamente e

plasticamente, numa etapa subsequente. Ao contrário dos sólidos elásticos-perfeitamente plásticos, os elasto-plásticos apresentam encruamento e no EII as curvas carga-deslocamento apresentam características intermediárias àquelas dos dois casos extremos descritos anteriormente (sólido elástico ideal e sólido rígido-perfeitamente plástico).

É por causa das similitudes entre as respostas dos dois ensaios (o de indentação instrumentada e o ensaio de tensão) que se busca relacionar as características das curvas produto do EII, com as propriedades mecânicas dos materiais.

Figura 6 – (a) Representação esquemática das curvas tensão-deformação, (b) carga-deslocamento, (c) superfície deformada pela indentação, após descarregamento e (d) impressão residual da indentação. Para o contato de sólido elástico ideal, rígido-perfeitamente plástico, elástico-perfeitamente plástico (ideal) e elasto-plástico (real), adaptado de Bhushan e Li (2003)

O comportamento elasto-plástico de muitos materiais pode ser aproximado pela lei descrita na Eq. 22, onde E é o módulo elástico; n o coeficiente de encruamento; Y o limite de escoamento e σ é a tensão correspondente a uma dada deformação ε . Para a maioria dos metais, n tem valor entre 0 e 0,5 (DIETER, 1986).

$$\varepsilon = \begin{cases} \sigma/E & \text{para } \sigma \leq Y \\ (Y/E) \left(\sigma/Y \right)^{1/n} & \text{para } \sigma > Y \end{cases} \quad (22)$$

Diferentes algoritmos têm sido propostos na literatura para estimar as curvas de indentação (algoritmo direto) a partir das propriedades mecânicas (E , Y e n) e para o

cálculo das propriedades mecânicas usando como entrada as curvas experimentais de indentação instrumentada (algoritmo inverso).

Giannokopoulos e Suresh (1999) propuseram um algoritmo inverso com base no algoritmo direto de Giannakopoulos e Larsson (1997), que tinha como precedente os trabalhos de Giannakopoulos, Larsson e Vestergaard (1994) para indentador Vickers e Larsson *et al* (1996) para indentador Berkovich. Giannokopoulos e Suresh (1999) encontraram 6 equações algébricas que relacionam a curva de carregamento e descarregamento com as propriedades mecânicas do material analisado (E , Y e n).

No trabalho de Cheng e Cheng (1999b), os autores apresentam a relação da dureza com as propriedades E , Y e ν para materiais com comportamento elástico perfeitamente plástico ($n = 0$), fazendo uso de análise dimensional e modelamento por elementos finitos para um indentador rígido e cônico com $\theta = 68^\circ$. Além disso, as equações apresentadas por Cheng e Cheng (1999b) permitem estimar as características da curva de carregamento e a inclinação da curva de descarregamento conhecendo as propriedades mecânicas do material.

Dao *et al.* (2001) fizeram uso do modelamento por elementos finitos e a análise dimensional, numa metodologia como a resumida na Figura 7. O trabalho de Dao *et al.* (2001) apresenta um algoritmo direto que permite a obtenção das características da curva de indentação instrumentada de forma única, fixando P_{max} ou h_{max} , tendo como entrada as propriedades mecânicas do material (E , Y , e n) e supondo que o módulo de Poisson é igual a 0,3. Além disso, esses autores desenvolveram um algoritmo inverso que apresentou problemas de unicidade no cálculo de n para alguns casos (falta de uma relação única entre propriedades mecânicas e a forma da curva de indentação $P-h$). O algoritmo direto dos autores apresentou variação na resposta menor a $\pm 6\%$ quando foram mudadas em $\pm 5\%$ quaisquer das entradas. Por outro lado, o algoritmo inverso apresentou grande sensibilidade à variação das variáveis de entrada.

Figura 7 – Resumo da metodologia que permite a obtenção dos algoritmos direto e inverso usando a análise dimensional e análise por elementos finitos.

No trabalho de Chollacoop *et al.* (2003), os autores focaram o problema de unicidade e da sensibilidade à variação das entradas do algoritmo de Dao *et al.* (2001) e propuseram um algoritmo para obter as propriedades mecânicas usando uma curva de indentação obtida com indentador cônico ($\theta = 70,3^\circ$) e mais uma curva obtida com um indentador de ângulo diferente. Os autores fizeram o estudo para indentadores com θ igual a 50° , 60° e 80° . O problema da falta de unicidade do algoritmo de Dao *et al.* (2001) foi melhorado e a exatidão no cálculo da tensão de escoamento melhorou 80% em relação ao mesmo. Bucaille *et al.* (2003) apresentaram uma extensão do algoritmo de Dao *et al.* (2001) muito similar à apresentada por Chollacoop *et al.* (2003), focando o cálculo do coeficiente de encruamento (n). Estes últimos autores mostraram que a estimativa de n pode melhorar significativamente em relação à do algoritmo de Dao *et al.* (2001) fazendo uso de 2 ou mais indentadores com ângulos diferentes.

Swaddiwudhipong *et al.* (2005) apresentaram um novo algoritmo inverso relacionando E , Y e n com a curvatura da curva de carregamento K (Eq. 18) e com a razão de trabalho plástico W_p/W_t de duas curvas carregamento-descarregamento obtidas com indentadores com ângulos de $70,3^\circ$ e 60° . Os autores apresentam gráficos obtidos para 1000 combinações diferentes de propriedades mecânicas, mas não apresentaram os coeficientes das funções que permitiriam implementar o algoritmo. Estes autores reportaram grade sensibilidade à alteração das variáveis de entrada com erros de até 20% no cálculo de E e 70% no cálculo de Y , quando as entradas foram variadas em 2%.

Muito embora o uso de mais de uma geometria de indentador no cálculo de propriedades mecânicas melhore a estimativa em alguns casos, em outros trabalhos tem sido mostrado que esta alternativa não soluciona integralmente o problema da falta de unicidade (CHEN, *et al.* 2007).

Casals e Alcalá (2005) propuseram um novo algoritmo com base na mesma metodologia utilizada por Dao *et al.* (2001) (Figura 7), mas simulando a geometria real dos indentadores piramidais Vickers e Berkovich, e propuseram que no máximo dois conjuntos de propriedades mecânicas podem ser obtidos de uma mesma curva de indentação. Apesar deste aspecto ainda não ter sido totalmente esclarecido, existe consenso na literatura em relação à seguinte afirmação: das equações que relacionam a forma de uma curva $P-h$ do EII com as propriedades mecânicas (E , Y e n), só duas são mutuamente independentes, isto é, uma terceira equação não fornece informação adicional para a solução do problema, que fica com 3 variáveis desconhecidas e só duas equações independentes (THO *et al.*, 2004). Quando uma terceira informação é incorporada, o problema pode ser resolvido com única solução, isto é, um único conjunto de propriedades mecânicas. A terceira informação independente pode ser, por exemplo, a geometria da indentação residual (LEE, LEE e KIM, 2009) ou o módulo elástico do material indentado (OGASAWARA, CHIBA e CHEN 2006). Contudo, não é claro se toda curva $P-\delta$ pode ser obtida com mais de um conjunto de propriedades ou qual é o motivo da falta de unicidade.

Todos os algoritmos inversos e diretos descritos acima foram obtidos da análise das curvas de indentação $P-h$ que, quando baseados em análises por elementos finitos representaram os indentadores como corpos rígidos. Já na análise das curvas $P-\delta$ obtidas experimentalmente utilizaram o módulo reduzido para considerar as deformações do indentador.

2.3.3 Papel da anisotropia cristalina na indentação instrumentada

Dado que a deformação plástica num EII pode estar limitada a pequenos volumes de material, os algoritmos para o cálculo de propriedades mecânicas usando o EII têm potencial para a análise de componentes microestruturais dos materiais; como fases ou grãos com diferentes orientações. Rotineiramente, a dureza e o módulo elástico destes componentes têm sido calculados usando as relações com origem

nos desenvolvimentos analíticos para materiais elásticos (OLIVER e PHARR, 1992, OLIVER e PHARR, 2004). Alternativamente, as simulações por elementos finitos têm sido usadas para incrementar o entendimento das relações entre as variáveis do contato e as propriedades mecânicas e são a base dos algoritmos para o cálculo de propriedades elasto-plásticas (módulo elástico, limite de escoamento e coeficiente de encruamento). Estes algoritmos para agregados policristalinos foram desenvolvidos usando a relação de encruamento descrita pela Eq. 22 e o critério de plasticidade de von Mises, isto é, comportamento isotrópico elasto-plástico nas simulações por elementos finitos, junto com as relações obtidas da análise dimensional. Entretanto, as variações experimentais das medidas da curva $P-\delta$ e a grande sensibilidade dos algoritmos a pequenas variações na forma da curva $P-\delta$ podem limitar consideravelmente a aplicação dessas metodologias (DAO et al., 2001; CASALS e ALCALÁ, 2005, RODRÍGUEZ, SOUZA E ALCALÁ,a). As diferenças no comportamento dos diferentes constituintes microestruturais têm efeito na variação experimental. Contudo, simulações por elementos finitos usando modelos de plasticidade cristalina para analisar o efeito da anisotropia elasto-plástica sobre a forma da curva de indentação $P-\delta$ de materiais cristalinos cúbicos de face centrada (cfc) (ALCALÁ, ESQUE-DE LOS OJOS e RODRÍGUEZ, 2009) mostraram que a variabilidade dos parâmetros de descarregamento da curva é muito maior que a resultante somente da anisotropia.

Uma pergunta fundamental que permanece na análise de indentações micro e nano é se o comportamento mecânico na indentação de um mono-cristal é representativo do agregado poli-cristalino, e se as propriedades mecânicas obtidas destas indentações podem ser atribuídas a um sólido isotrópico equivalente, dado que muitas vezes a indentação encontra-se contida num só grão e longe dos limites de grão. Nesse sentido, os trabalhos de Casals, Ocenasek, e Alcalá (2007) e Alcalá, Casals e Ocenasek (2008) têm mostrado que a Eq. 22 e o critério de plasticidade de von Mises provêm uma boa descrição da resposta ao contato de mono-cristais cfc e que os algoritmos podem ser usados para a extração de propriedades homogeneizadas do agregado poli-cristalino ainda as curvas $P-\delta$ sejam obtidas da indentação de um só grão.

2.4 FATORES QUE AFETAM A FORMA DA CURVA DO EII E A GEOMETRIA DO CONTATO

A forma da curva de indentação $P-\delta$ depende das propriedades mecânicas do material indentado e das propriedades mecânicas e geometria do indentador (CHENG, 2004). Desvios da forma nominal do indentador (CHENG e CHENG 1998c; RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009ab), assim como o atrito entre o indentador e a amostra (MATA e ALCALÁ, 2004; BUCAILLE *et al.*, 2003) têm sido igualmente reportados como capazes de afetar a forma da curva. Qualquer variável desconsiderada nas simulações por elementos finitos, e que tenha efeito na forma da curva de indentação obtida, pode afetar a precisão das propriedades calculadas quando se utiliza um dado algoritmo. Da mesma forma, expressões analíticas têm restrições relativas às condições para as quais foram desenvolvidas e erros são possíveis quando estas expressões são usadas na análise de dados obtidos sob condições diferentes.

2.4.1 Fenômeno de *pile-up* e *sink-in*

Na indentação de materiais elásticos, a superfície retrai-se ao redor do indentador (Figura 2a e 3), de forma que a profundidade de contato (h_c) é menor que a profundidade de indentação (h). Portanto a área projetada real de contato (A_c) é menor que a área da seção do indentador a uma distância h da ponta. Este fenômeno é conhecido na literatura como *sink-in*, Figura 8 (HAY e PHARR, 2000; FICHER-CRIPPS, 2002; BHUSHAN e LI, 2003).

Contrapondo-se ao *sink-in*, há um fenômeno com origem na deformação plástica, a formação de borda (*pile-up*) (Figura 8), no qual o material se empilha ao redor do indentador, produzindo aumento da profundidade de contato e da área de contato (BOLSHAKOV e PHARR, 1998; CHENG e CHENG 1998b; TALJAT e PHARR, 2004; CHOI, LEE e KWON, 2004).

Figura 8 – Representação esquemática de (a) *pile-up* (formação da borda) e (b) *sink-in* (retração). Adaptado de Giannakopoulos e Suresh (1999).

A Figura 9a apresenta o campo de tensões de von Mises de um material que apresenta *sink-in* sob a indentação de um cone. Na Figura 9b apresenta-se o deslocamento dos nós perto do final da zona de contato. Como indicam as setas na figura, os deslocamentos são de retração, o que significa que o material se afunda em torno ao indentador. A Figura 10a apresenta o campo de tensões de Von Mises para o caso em que o material indentado apresenta *pile-up*. A Figura 10b permite notar que os deslocamentos dos nós perto do final da zona de contato são ascendentes, o que significa que o material se empilha em torno ao indentador.

O grau do empilhamento ou afundamento (α) pode ser quantificado com a razão entre a área projetada real do contato (A_c) e é a área projetada de uma indentação com profundidade h onde não se observa nem *pile-up* nem *sink-in* (A_s) (CASALS e ALCALÁ, 2005).

$$\alpha = \frac{A_c}{A_s}, \quad A_s = fh^2 \quad (23)$$

Figura 9 – Simulação por elementos finitos de indentação cônica de material que experimenta *sink-in*, $Y = 1600,61$ MPa, $E = 50,55$ GPa, $n = 0,398$. (a) distribuição de tensões de von Mises (b) deslocamentos dos nós perto da zona do final do contato indentador-amostra. Detalhes da simulação podem ser vistos no Item 3.1.1.1.

O valor de α é calculado por meio da Eq. 23, onde f é um parâmetro dependente da geometria do indentador ($f = 24,56$ para o indentador tipo Berkovich) e A_c é a área projetada de contacto indentador-amostra, utilizada para o cálculo da dureza, conforme a Eq. 17. Na Figura 9, α é igual a 1,147 e na Figura 10 o valor é 0,556.

Figura 10 – Simulação por elementos finitos de indentação cônica de material que experimenta *pile-up*, $Y = 335$ Mpa, $E = 210$ GPa, $n = 0,101$ (a) distribuição de tensões de von Mises (b) deslocamentos dos nós perto da zona final do contato indentador-amostra. Detalhes sobre a simulação podem ser vistos no Item 3.1.1.1.

Segundo a literatura, a ocorrência do *pile-up* é principalmente dominada pelo encruamento do material (CHENG e CHENG, 1998b; CASALS e ALCALÁ 2005), sendo dependente também da geometria do indentador (CHENG e CHENG, 1998a)

e da razão entre o limite de escoamento e o módulo elástico Y/E do material indentado (CHENG e CHENG, 1998b; BOLSHAKOV e PHARR, 1998; CASALS e ALCALÁ 2005). Dada uma geometria do indentador, o nível de *pile-up* pode ser determinado por meio da razão h_r/h_{max} , se conhecido o coeficiente de encruamento do material indentado (n), (Figura 11). Segundo os resultados das simulações por elementos finitos realizadas por Bolshakov e Pharr (1998) para indentação cônica, o *pile-up* é mínimo quando $h_r/h_{max} < 0,7$. No mesmo sentido, Casals e Alcalá (2005) encontraram que independente do coeficiente de encruamento do material, indentações com $h_r/h_{max} < 0,8$ não apresentam *pile-up*.

A profundidade de contato h_c calculada pela Eq. 20 é sempre menor que a profundidade máxima de indentação h . Modelamentos por elementos finitos de indentação cônica ($\theta = 70,3^\circ$) mostraram que, em função dos erros nas áreas, quando calculadas segundo Eq. 20, a dureza pode ser superestimada em até 60% e o módulo elástico em até 30% para materiais apresentando *pile-up* (CHENG e CHENG, 1998b; BOLSHAKOV e PHARR, 1998).

Figura 11 – Nível de *pile-up* ou *sink-in* α como uma função da razão h_r/h_{max} para indentação Berkovich. Adaptado de Casals e Alcalá (2005)

2.4.2 Geometria do indentador

Geometrias usadas nos indentadores para EII incluem: esferas, pirâmides de três e quatro lados e cones. As geometrias mais utilizadas são a piramidal de quatro lados (tipo Vickers) com semi-ângulo entre as faces opostas de 68° e a piramidal de três lados (tipo Berkovich) com semi-ângulo de $65,3^\circ$. Os dois indentadores

piramidais, Vickers e Berkovich, apresentam a mesma área projetada para uma dada profundidade de indentação. Uma área projetada por profundidade de penetração igual à dos indentadores Vickers e Berkovich pode ser obtida com um indentador cônico com semi-ângulo de $70,3^\circ$, o qual é chamado de cone equivalente (FICHER-CRIPPS, 2002).

Os campos de deformação no material indentado são diferentes dependendo da geometria do indentador. Por esse motivo, diferentes geometrias são usadas no cálculo de propriedades ou características especiais. Assim, por exemplo, os indentadores esféricos são usados no cálculo de propriedades plásticas, por apresentar uma transição suave do contato elástico ao elásto-plástico, enquanto que os indentadores cônicos são comumente usados na determinação de tenacidade à fratura e os indentadores piramidais de quatro lados tipo Koop são usados para medir anisotropia das superfícies (FICHER-CRIPPS, 2002; BHUSHAN e LI, 2003).

2.4.2.1 Ângulo do indentador cônico

A forma da curva de indentação muda em função do ângulo θ do indentador. A carga necessária para atingir uma dada profundidade de indentação aumenta se o ângulo do indentador aumenta (CHENG e CHENG, 1998a; CHENG e CHENG, 2004). Da mesma forma, o nível de *pile-up* aumenta quando θ aumenta (CHENG e CHENG, 1998a). Entretanto, o fator de correção β (Eq. 21) diminui com o aumento de θ (HAY, BOLSHAKOV e PHARR, 1999) e a dureza (H) pode aumentar ou diminuir segundo as propriedades mecânicas do material indentado (CHENG e LI, 2000).

Pequenas variações do ângulo, em relação à geometria nominal, podem estar presentes nos indentadores reais e geralmente são desconsideradas nas análises por elementos finitos. Dao *et al.* (2001) estudaram a influência de pequenos desvios no ângulo do indentador, em relação ao valor de θ igual a $70,3^\circ$, nas variáveis obtidas da curva de indentação. Uma variação de $2,3^\circ$ no ângulo resulta em variações de -20% , $-11,7\%$ e $5,7\%$ em termos de K , S , e W_p/W_t , respectivamente, variações que, produzem erros significativos no cálculo das propriedades. Os indentadores comerciais têm uma tolerância de $\pm 0,5^\circ$ e uma variação dessa magnitude no ângulo do indentador produz variação de $\pm 3\%$, 3% e 1% nas variáveis

K , S , e W_p/W_t , respectivamente. Adicionalmente, pelo efeito das deformações do indentador sob carregamento, mudanças no ângulo efetivo de indentação podem estar presentes (FICHER-CRIPPS, 2003; CAO, DAO e LU, 2007).

2.4.2.2 Arredondamento da ponta do indentador

Outro defeito geométrico comum dos indentadores é a perda da “agudeza” da ponta. Na Figura 12 apresenta-se a imagem de um indentador tipo Vickers onde se observa arredondamento da ponta. Das medições realizadas nas imagens conclui-se que há um raio de aproximadamente $1,3\ \mu\text{m}$ na ponta.

Figura 12 – Micrografia de microscopia eletrônica de varredura de um indentador tipo Vickers

Essa imperfeição pode ser representada com a geometria descrita na Figura 13, onde R é o raio da ponta do indentador, h_b é a diferença entre a profundidade de indentação do cone arredondado e o cone ideal e h_t é a profundidade de tangência esfera-cone. Segundo Cheng e Cheng (1998c), as curvas de carregamento, numa indentação cônica ($\theta = 70,3^\circ$), devem seguir aquelas de um indentador esférico quando $R/h > 13,7$ e se aproximar das de um cônico ideal quando $R/h < 13,7$. Quando h e R são da mesma ordem de grandeza, o que é encontrado frequentemente na prática, as curvas de carregamento desviam-se daquela para indentadores esféricos ou cônicos ideais.

Figura 13 – Representação da forma ideal e real de um indentador cônico

Como indicado na Figura 14, a carga requerida para movimentar o indentador uma dada profundidade h aumenta com o aumento de R .

Figura 14 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador na forma da curva de indentação $P-h$. Adaptado de Cheng e Cheng (1998c)

Uma forma possível de se estudar o efeito do arredondamento da ponta do indentador baseia-se na razão R/h_{max} . No caso de indentador cônico com semi-ângulo de $70,3^\circ$, é de se esperar que desvios significativos na curva de indentação (CHENG e CHENG, 1998c), na dureza (CHEN *et al.*, 2007; MA, ONG e ZHANG, 2008) e na razão de trabalho plástico e total (CHEN e BULL, 2006) ocorram quando R/h_{max} é maior que 1. Apesar dos estudos apresentados na literatura, ainda

permanece a pergunta do quão pequeno tem que ser o arredondamento da ponta para que seus efeitos possam ser ignorados ou diferenciados de outras variáveis que também afetam os dados de indentação.

2.4.2.3 Cone equivalente versus Vickers e Berkovich

O uso do método dos elementos finitos para simulação da indentação com indentadores piramidais Berkovich ou Vickers requer simulações tridimensionais, devido à ausência de axissimetria. Porém, muitos autores têm idealizado estes indentadores como cones com semi-ângulo de $70,3^\circ$, que podem ser simulados usando modelos axissimétricos 2D mais simples e com tempo de processamento menor que os 3D.

Figura 15 – Superfície de variação da razão $K_{\text{Berkovich}}/K_{\text{cone}70,3^\circ}$ com as propriedades mecânicas. Adaptado de Swaddiwudhipong *et al.* (2006)

Dao *et al.* (2001) reportaram que não encontraram diferenças apreciáveis entre as curvas $P-h$ obtidas nos modelos 3D e os 2D, mas Swaddiwudhipong *et al.* (2006) reportaram que os valores de K (Eq. 18) para a indentação cônica com ângulo $70,3^\circ$ apresentaram variações entre -11% e 6% em relação aos valores obtidos para indentador piramidal tipo Berkovich (Figura 15). Por outro lado, Swaddiwudhipong *et al.* (2006) reportaram variações menores a $1,6\%$ na razão do trabalho plástico W_p/W_T . Embora as diferenças pareçam pequenas, as mesmas podem aumentar na presença de defeitos como arredondamento da ponta (SAKHANOVA *et al.*, 2009).

Da mesma forma, diferenças nos valores de dureza obtidos com indentadores piramidais e cônico equivalente têm sido reportados, sendo maiores as diferenças entre o indentador Bekovich e cônico, de até 7,7%, que entre Vickers e cônico, para os quais a diferença não supera 2,5% (SAKHANOVA *et al.*, 2009). Assim como no trabalho de Swaddiwudhipong *et al.* (2006), Sakhanova *et al.* (2009) encontraram maiores diferenças para materiais apresentando razão δ_r/δ_{max} tendendo a zero (comportamento perfeitamente elástico ou elasto-plástico com razão Y/E_r e n grandes) que para materiais com razão δ_r/δ_{max} tendendo a um.

2.4.3 Atrito indentador-amostra

Em uma indentação o deslizamento do material da amostra pela superfície do indentador é afetada pelo atrito, alterando diretamente a formação de *pile-up* e, consequentemente, a magnitude da área de contato e a dureza (MATA e ALCALÁ, 2004). Mata e Alcalá (2004) mostraram que a presença do atrito entre o indentador e a amostra aumenta a tendência à formação de *sink-in* na resposta da indentação, o que foi igualmente mostrado por Bucaille *et al.* (2003). Adicionalmente, Bucaille *et al.* (2003) mostraram que este comportamento é mais acentuado quando o ângulo do indentador é menor, como pode-se ver na Figura 16. Bucaille *et al.* (2003) mostraram, ainda, que o atrito tem uma influência significativa na carga para pequenos ângulos de indentação. Para um indentador com ângulo de $42,3^\circ$, a carga normal para a obtenção de uma dada penetração pode aumentar em até 16% pelo efeito do atrito, considerando-se $\mu = 0,15$ (valor típico do coeficiente de atrito entre diamante e metal, segundo Mata e Alcala, 2004).

No caso de indentador cônico com $\theta = 70,3$, Guo *et al.* (2009) reportaram que diferenças na forma da curva de indentação com diferentes coeficientes de atrito não puderam ser detectadas para os materiais estudados, mas as diferenças nos níveis de *pile-up* causados pelo atrito produziram erros nos cálculos de dureza e módulo elástico de até 14,59% e 6,78%, respectivamente.

Figura 16 – Perfil de indentação para quatro valores de coeficiente de atrito, para uma liga de alumínio indentada com um indentador cônico com semi ângulo de $70,3^\circ$ (a) e $42,3^\circ$ (b). Adaptado de Bucaille *et al.* (2003)

2.5 ANÁLISE DIMENSIONAL

A análise dimensional é uma ferramenta importante, que pode auxiliar na obtenção de um máximo de informações com um número reduzido de ensaios. O teorema *II* de Buckingham da análise dimensional enuncia a relação entre uma função expressa em termos de parâmetros (ou variáveis) dimensionais e outra, relacionada à primeira, expressa em termos de parâmetros adimensionais. Este teorema declara que uma relação entre k parâmetros (Eq. 24) pode ser reduzida a uma relação entre $q = k - d$ razões adimensionais independentes, ou parâmetros *II* (Eq. 25). O número d é, usualmente, igual ao número mínimo de dimensões independentes necessárias para especificar as dimensões de todos os parâmetros $i_1, i_2, \dots, i_k$ (MOTT, 1996).

$$i_1 = f(i_2, i_3, \dots, i_k) \quad (24)$$

$$\Pi_1 = \Phi(\Pi_2, \Pi_3, \dots, \Pi_d) \quad (25)$$

Os parâmetros adimensionais *II* podem ser determinados usando o seguinte procedimento:

- Listar todos os parâmetros (k) envolvidos no problema.
- Selecionar um conjunto de dimensões fundamentais (unidades de medidas primárias).

- c) Listar as dimensões de todos os parâmetros em termos das dimensões primárias.
- d) Selecionar, da lista, um número de parâmetros que se repetem, igual ao número de dimensões primárias e incluir todas as dimensões primárias.
- e) Estabelecer equações dimensionais $(k - d)$, combinando os parâmetros selecionados no passo anterior com cada um dos outros parâmetros, a fim de formar grupos adimensionais.
- f) Resolver o problema algébrico: $\left([i_1]^{a_1} [i_2]^{a_2} \dots [i_n]^{a_n}\right) [i_1]^{a_1} = L^0 P^0 M^0$.
- g) Repetir até obter os q termos Π .
- h) Verificar, a fim de assegurar que cada grupo obtido é adimensional.

Diferentes funções dimensionais foram desenvolvidas no modelamento do ensaio de indentação instrumentada (CHENG e CHENG, 1998ab; CHENG e CHENG, 1999b; CHENG e CHENG, 2004; DAO *et al.* 2001; CAO e LU, 2004; CHOLLACOP *et al.*, 2003). Por exemplo, CHENG e CHENG, 2004 consideraram como variáveis influentes na carga de indentação (P) a profundidade de indentação (h), o módulo elástico (E), o coeficiente de Poisson (ν), o limite de escoamento (Y), o coeficiente de encruamento (n), e o ângulo do indentador (θ), (Eq. 26) e apresentaram a Eq. 27. Os mesmos autores sugeriram a inclusão de um parâmetro de comprimento (l) para consideração da influência do arredondamento da ponta do indentador e obtiveram a Eq. 28. Na Eq. 29 incluiu-se a influência do coeficiente de atrito indentador-material (μ) e as propriedades do indentador E_i e ν_i (CHENG, 2004). Estas equações são o primeiro nível da metodologia da Figura 7, as equações adimensionais Π . É importante observar que algumas das equações foram propostas, mas os coeficientes das funções Π correspondentes não foram apresentados, ou seja, algoritmos diretos completos com base nas equações 28 e 29 ainda não foram apresentados na literatura.

$$P = f(h, E, \nu, Y, n, \theta) \quad (26)$$

$$P = Eh^2 \Pi_a \left(\frac{Y}{E}, \nu, n, \theta \right) \quad (27)$$

$$P = Eh^2 \Pi_\alpha \left(\frac{Y}{E}, \frac{h}{l}, \nu, n, \theta \right) \quad (28)$$

$$P = Eh^2 \Pi_\alpha \left(\frac{Y}{E}, \nu, n, \theta, \frac{E_i}{E}, \nu_i, \mu, \theta \right) \quad (29)$$

$$P = \sigma_r h^2 \Pi_\alpha \left(\frac{\sigma_r}{E_r} \right) \quad (30)$$

Na Eq. 30 σ_r é a tensão representativa, tensão correspondente a uma deformação ε igual a 0,033, na qual a relação entre as razões K/σ_r e σ_r/E_r é independente do coeficiente de encruamento (n) para um indentador com θ igual a $70,3^\circ$ (DAO *et al.* 2001). Das Eqs. 27 a 30 observa-se que o carregamento pode ser representado por diferentes funções, pois diferentes variáveis podem ser consideradas como influentes no fenômeno analisado. Nos algoritmos diretos e inversos apresentados integralmente na literatura, isto é, aqueles nos quais o segundo nível da metodologia (Figura 7) é completada apresentando os coeficientes das equações adimensionais (DAO *et al.*, 2001; CASALS e ALCALÁ, 2005), as propriedades elásticas do indentador e da amostra tem sido combinadas no módulo reduzido E_r (Eq. 4) como na Eq. 30. Porém, não tem sido apresentada uma análise aprofundada das implicações do uso do módulo reduzido nos cálculos.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho adotou-se a metodologia descrita na Figura 7, que tem como principais ferramentas o modelamento por elementos finitos e a análise dimensional. A verificação experimental foi realizada usando ensaios de indentação instrumentada na escala micro e macro para 6 materiais metálicos.

3.1 SIMULAÇÕES POR ELEMENTOS FINITOS

Diferentes análises por elementos finitos foram realizadas usando o software comercial ABAQUS. Em todos os casos foi simulada a resposta à indentação de um sólido elasto-plástico com coeficiente de Poisson igual a 0,3. O material indentado foi simulado como um sólido isotrópico homogêneo, com comportamento elasto-plástico, segundo a Eq. 22. Assumiu-se que o início da plasticidade está governado pelo critério de escoamento de von Mises. Para todas as malhas usadas foi verificada a convergência e independência dos resultados da distância das condições de contorno. A convergência foi analisada com o campo de tensão de von Mises sob a indentação, a forma da curva de indentação e a área de contato, sendo a última a variável mais crítica para a convergência dos resultados.

3.1.1 Indentação cônica, simulações 2D

O material ensaiado foi representado por uma malha bi-dimensional axissimétrica usando elementos tipo CAX4R (4 - nós, integração reduzida, bi-linear, axissimétrico, de quatro lados e sólido). Numa etapa inicial da análise, avaliaram-se outros tipos de elementos como o CAX4 (4 - nós, 4 pontos de integração, bi-linear, axissimétrico, de quatro lados e sólido) e o CAX8 (8 - nós, 8 pontos de integração, bi-quadráticos, axissimétrico, de quatro lados e sólido), mas a partir da avaliação das malhas por tempo de processamento e convergência optou-se pelos elementos tipo CAX4R. A integração reduzida permitiu diminuir consideravelmente o tempo de processamento e permitiu a convergência nos casos onde a deformação causa grandes distorções nos elementos. A malha perto da zona de contato foi refinada para conseguir

precisão no cálculo da área de contato. O tamanho dos elementos aumentou gradativamente conforme os mesmos se afastavam da zona do contato e, para tanto, usou-se elementos de transição de quatro nós, como os apresentados na Figura 17.

Como condições de contorno, restringiram-se a movimentação no eixo x dos nós no eixo de simetria e engastou-se a base do sólido, conforme mostrado na Figura 17. Adicionalmente, restringiu-se a rotação do indentador e só deixou-se livre a movimentação do mesmo no eixo y . As cargas foram aplicadas sob controle do deslocamento do indentador.

3.1.1.1 *Indentador rígido*

O indentador foi representado por um cone rígido, com semi-ângulo θ igual a $66,5^\circ$, $70,3^\circ$ ou $73,5^\circ$. O ângulo $70,3^\circ$ foi selecionado por ser o ângulo equivalente aos piramidais Vickers e Berkovich (ver item 2.4.2.3) enquanto que os ângulos $66,5^\circ$ e $73,5^\circ$ foram escolhidos para se ter uma faixa de variação desta variável na análise. Em cada uma das simulações, o número mínimo de elementos do material ensaiado em contato com o indentador sob carga máxima foi 22. Durante as análises de convergência, variações inferiores a 1% foram encontradas no valor da dureza quando o número de elementos em contato foi superior a 15 elementos. Considerou-se um coeficiente de atrito entre indentador e superfície da amostra de 0,15 ou 0 e o contato foi modelado como o de duas superfícies com *Isotropic friction*; contato que segue o modelo de Coulomb (Abaqus, *Theory Manual*).

3.1.1.2 *Indentador elástico*

Com o objetivo de analisar os efeitos de possíveis deformações elásticas do indentador durante o EII, análises por elementos finitos de um indentador cônico elástico com semi-ângulo θ igual a $70,3^\circ$ foram desenvolvidas. O indentador foi representado por uma malha 2D de 384 elementos axissimétricos, combinando elementos de quatro nós tipo CAX4R (4 - nós, integração reduzida, bi-linear, axissimétrico, de quatro lados e sólido) e três nós tipo CAX3 (3 - nós, linear, axissimétrico, de três lados e sólido).

Figura 17 – Malha utilizada nas simulações por elementos finitos da indentação de um cone rígido num material elasto-plástico (a) região de contato com refinamento gradual, (b) condições de contorno.

Para eliminar os efeitos do tamanho do indentador (CAO, DAO e LU, 2007) o tamanho do cone foi incrementado até que não fosse detectada mudança significativa na curva $P-\delta$ devido ao aumento. O indentador foi modelado com módulo elástico de 1029 GPa e coeficiente de Poisson de 0,07. Além da restrição à movimentação no eixo x dos nós no eixo de simetria do indentador, restringiu-se a rotação dos nós no topo do mesmo. Os deslocamentos foram aplicados a um nó de

referência sobre o topo do indentador e um vínculo de tipo corpo rígido foi colocado entre o nó de referência e os nós no topo do indentador.

3.1.2 Indentação piramidal, simulações 3D

Malhas 3D são necessárias para a simulação de indetações com pirâmides do tipo Berkovich e Vickers. Nos dois casos, pode-se fazer uso da simetria das geometrias, como mostrado na Figura 18, e simular 1/8 ou 1/6 do problema, para diminuir o tempo do processamento sem perda de generalidade da resposta.

Figura 18 – Geometrias simuladas dos sólidos que representam a amostra indentada e os indentadores piramidais (a) Vickers e (b) Berkovich. A figura corresponde a uma vista superior da Figura 19 onde os planos A, B, E, F e H e os eixos de simetria D e G também são apresentadas

Para as condições de contorno, definiu-se um sistema de coordenadas cilíndricas r , ϕ , z (Figura 19). Restringiram-se a movimentação em ϕ para os nós nas superfícies A e B, a movimentação em z dos nós na superfície C e a movimentação em r e ϕ dos nós no eixo D. As cargas foram aplicadas sob controle do deslocamento do indentador.

3.1.2.1 Indentador rígido

As malhas usadas para representar o material indentado são as mesmas utilizadas por Casals e Alcalá (2005) no modelamento do ensaio de indentação com indentador tipo Berkovich e Vickers. Essas malhas são compostas de elementos tipo

C3D8 (8 - nós, linear, tetraédrico sólido). Restringiu-se a rotação do indentador, deixando-se livre só a movimentação no eixo z .

Considerou-se um coeficiente de atrito entre indentador e superfície da amostra de 0, 0,07 e 0,1 e o contato foi modelado como o de duas superfícies com *Isotropic friction*; contato que segue o modelo de Coulomb (Abaqus, *Theory Manual*).

Figura 19 – Representação da geometria simulada na indentação piramidal. Adaptado de Casals e Alcalá (2005)

3.1.2.2 Indentador elástico

Como para um mesmo valor de deslocamento do indentador (δ), a área de contato indentador-amostra é menor no caso do indentador elástico que no caso do rígido, malhas mais refinadas foram necessárias na simulação da indentação piramidal com indentador elástico. Uma malha de 18600 elementos com oito nós tipo C3D8R (8 - nós, integração reduzida, linear, tetraédrico, sólido) foi utilizada para o material em contato com o indentador tipo Berkovich. O indentador propriamente dito foi modelado por uma malha 3D de 2416 elementos com oito nós tipo C3C8R. Para eliminar efeitos do tamanho, o tamanho do indentador foi aumentado até que não se observassem mudanças significativas na curva P - δ obtida.

O indentador foi simulado com módulo elástico E_i igual a 1029 GPa e coeficiente de Poisson ν_i igual a 0,07. Restringiram-se a movimentação ϕ os nós nas superfícies

E e F (Figura 19), e a movimentação em r e ϕ do eixo G. Os deslocamentos foram aplicados a um nó de referência sobre o topo do indentador e um vínculo de tipo corpo rígido foi colocado entre o nó de referência e os nós no topo do indentador (superfície H), os deslocamentos do nó de referência foram restritos à coordenada z .

3.2 MATERIAIS

Os materiais utilizados foram os aços ao carbono AISI 1006 e AISI 1080, o aço inoxidável TD-8, um aço martensítico de baixo carbono, além de um alumínio Al2098-T8 e um cobre puro. As propriedades mecânicas dos materiais são apresentadas na Tabela 2. Os valores na tabela foram calculados a partir do ajuste dos dados obtidos em ensaios de tração uniaxial à Eq. 22. O valor de coeficiente de Poisson foi assumido como 0,3 em todos os casos.

Tabela 2 – Propriedades mecânicas dos materiais

Material	E (GPa)	Y (MPa)	n
AISI 1006	200	221	0,20
AISI 1080	213	302	0,17
TD-8	210	414	0,20
Al 2098-T8	68	450	0,09
Aço martensítico	200	2500	0,05
Cobre puro	110	2	0,52

Os ensaios nos aços AISI 1006 e 1080 foram realizados pela empresa Brasmetal Waelzholz e, na tabela, os valores das propriedades correspondem à média de três repetições do ensaio. Os dados apresentados para o aço inox TD-8 foram tomados da tese de Modesto Hurtado Ferrer (FERRER, 2003), que cedeu o material para os ensaios. O alumínio, o aço martensítico e o cobre puro foram testados no centro de pesquisa GRICCA (Grupo Interdepartamental pela Colaboração Científica Aplicada) da Universidade Politécnica de Catalunya na cidade de Barcelona, Espanha.

3.3 ENSAIOS DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Como preparação das superfícies antes da indentação, as amostras foram lixadas e polidas para obter um bom acabamento superficial, dado que um dos parâmetros mais importantes que afetam a precisão dos resultados da indentação é o

acabamento superficial (BOUZAKIS *et al.* 2003; LEPIENSKI *et al.*, 2004; ISO/TR 29381:2008). No caso dos aços AISI 1006, AISI 1080 e TD-8 as superfícies foram polidas com pasta de diamante de 9 μm e 3 μm e o polimento final foi realizado com sílica coloidal de 0,04 μm . No caso do Al2098-T8 do aço martensítico e do cobre puro as superfícies foram polidas com pasta de diamante de 9 μm e 3 μm , e o polimento final foi feito com alumina em suspensão de 1 μm . No caso do cobre puro uma etapa adicional de polimento final usando sílica-coloidal de 0,025 μm foi realizada.

Ensaio de indentação instrumentada foram realizados em parte num micro indentador instrumentado (Fischerscope H100V), com cargas entre 40 mN e 1 N, usando indentador de diamante tipo Vickers. Em outros casos, usou-se um macro indentador instrumentado (MTS XP) com indentador de diamante tipo Berkovich, com carga máxima aplicada de 10 N. Em todos os casos os dados foram corrigidos pela flexibilidade do equipamento.

Figura 20 – Ciclo de carregamento (carga vs tempo) utilizado no ensaio de indentação instrumentada

O ciclo de carregamento utilizado está esquematizado na Figura 20 e constituiu-se de: carregamento até a carga máxima, manutenção na carga máxima durante ao menos 10 s para reduzir os efeitos de fluência (*creep*), descarregamento e manutenção durante ao menos 30 s na carga mínima para e avaliar a influência da oscilação térmica (FENG e NGAN, 2002; CHUDOKA e RICHTER, 2001). Nas etapas de carregamento e descarregamento foram adquiridos no mínimo 60 pontos, a cada 0,1 s. Foi realizado um mínimo de 8 indentações por cada valor de carga máxima.

3.4 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

A análise da indentação tem grande quantidade de variáveis envolvidas: i) propriedades mecânicas do material indentado e do indentador, ii) geometria do indentador e iii) coeficiente de atrito indentador-amostra. Diferentes combinações das variáveis envolvidas foram necessárias em cada etapa da análise e da elaboração dos algoritmos.

Uma das ferramentas que foi utilizada nas primeiras etapas da análise foi o planejamento de experimentos. O planejamento de experimentos é uma metodologia bem desenvolvida que aplica a estatística para a realização de experimentos, minimizando o esforço e maximizando as informações obtidas (BOX *et al.*, 1978, BARROS NETO, SCARMINIO, e BRUNS, 1996). No planejamento de experimentos, é suposto que um sistema é composto de um grupo de variáveis de entrada independentes (fatores) e do resultado de cada configuração, composto de variáveis de saída (respostas).

Uma técnica de planejamento de experimentos que é de importância prática é o planejamento fatorial. Para desenvolver este tipo de planejamento um número fixo de níveis é selecionado para cada um dos fatores e experiências com todas as combinações possíveis dos fatores são realizadas. No caso do ensaio de indentação instrumentada, as variáveis de entrada selecionadas para a realização da análise foram as propriedades mecânicas do material indentado e a geometria do indentador, todas nas formas adimensionais Y/E_r , n , R/h_{max} e θ , cuja obtenção vai ser apresentada no Item 4.1. Dois fatores não adimensionais E e h_{max} foram igualmente selecionados. Nas configurações onde E e h_{max} foram variados de forma independente, cada valor do fator Y/E_r foi obtido com dois diferentes valores de E e cada valor do fator R/h_{max} foi obtido com dois valores diferentes de h_{max} .

Dois níveis de cada fator foram usados na análise para cada um dos 6 fatores, de forma que o arranjo completo da análise é um planejamento fatorial 2^6 . Na Tabela 3 apresentam-se os dois níveis definidos para cada fator. As respostas foram obtidas das simulações por elementos finitos usando a malha 2D com indentador rígido descrito no Item 3.1.1.1, considerando como saída: a forma da curva de indentação $P-h$ e a geometria do contato, usando as funções adimensionais Π como descritas no item 4.1.

Tabela 3 – Níveis dos fatores no planejamento fatorial 2⁶

Fatores	Y/E_r	R/h_{max}	n	θ	E (GPa)	h_{max} (μ m)
Nível baixo (-1)	0,0012	0,6605	0,16	66,5°	119,929	0,8552
Nível alto (+1)	0,0036	1,3898	0,34	73,5°	240,071	1,4530

O objetivo do planejamento fatorial com dois níveis é estimar o efeito de cada fator sobre a resposta, o qual não é só o efeito individual de cada fator (efeito médio, I_i), mas também o resultado da interação entre dois ou mais fatores (efeito de interação). Em termos gerais, o efeito de um fator é definido como a mudança da resposta causada pela mudança no fator (do valor obtido para o nível baixo para o valor obtido para o nível alto). O efeito médio de um fator é a média do efeito do fator em todas as combinações dos níveis dos outros fatores. Quando o efeito do fator 1 é diferente nos dois níveis do fator 2, os dois fatores interagem. Neste caso, o efeito de interação é definido como a metade da diferença entre a média do efeito do fator 1 no nível alto do fator 2 e a média do efeito do fator 1 no nível baixo do fator 2 (BOX *et al.*, 1978, BARROS NETO, SCARMINIO, e BRUNS, 1996).

Tabela 4 – Dados obtidos de um planejamento fatorial 2², para ilustrar o cálculo dos efeitos

Simulação	R/h_{max}		θ		Resposta $\Pi_1 = P/E_r h_{max}^2$
	Valor original do fator	Valor codificado do fator	Valor original do fator	Valor codificado do fator	
1	0,7018	-1	66,5°	-1	0,1595
2	1,4036	1	66,5°	-1	0,1804
3	0,7018	-1	73,5°	1	0,2847
4	1,4036	1	73,5°	1	0,3018

Para explicar melhor como se realiza o cálculo dos efeitos, na Tabela 4 apresenta-se um planejamento fatorial 2², no qual os fatores são a razão R/h_{max} e o ângulo do indentador θ e a resposta é a razão $\Pi_1 = P/E_r h_{max}^2$. O valor da resposta na Tabela 4 é obtido para um mesmo material indentado.

Na Tabela 4, o valor de saída nas simulações 1 e 2 diferem apenas devido à razão R/h_{max} , porque o ângulo do indentador (θ) é o mesmo nas duas simulações. No total, há na Tabela 4 duas medidas do efeito de R/h_{max} em cada nível do fator θ . A medida individual do efeito da mudança da razão R/h_{max} de 0,7018 a 1,4036 é $0,1804 - 0,1595 = 0,0209$ e $0,3018 - 0,2847 = 0,0171$. A média dessas duas medidas (0,019 no caso) é chamada de efeito médio do fator R/h_{max} ($I_{R/h} = 0,019$).

Devido à simetria do planejamento, há duas medidas do efeito do fator θ , uma para cada nível do fator R/h_{max} . No planejamento fatorial 2^2 da Tabela 4, o efeito de R/h_{max} é maior quando θ é igual a $66,5^\circ$ (0,0209) que quando θ é igual a $73,5^\circ$ (0,0171). Neste caso, os fatores R/h_{max} e θ interagem. A medida da interação é dada pela diferença entre o efeito de R/h_{max} para θ igual a $66,5^\circ$ e o efeito de R/h_{max} para θ igual a $73,5^\circ$ ($0,0209 - 0,0171 = 0,0038$). Por convenção a metade dessa diferença é chamada de interação de R/h_{max} por θ ($I_{R/h \times \theta} = 0,0019$).

A significância estatística dos fatores é estabelecida da comparação da magnitude do efeito com o intervalo de confiança experimental da saída ou do gráfico dos efeitos em papel de probabilidade normal (BOX *et al.*, 1978, BARROS NETO, SCARMINIO, e BRUNS, 1996). A análise estatística dos efeitos usando papel de probabilidade normal é muitas vezes mais eficiente e é baseado no conceito da distribuição acumulativa. Neste caso, os efeitos (médios e de interação) são tratados como sendo uma população aleatória que tem distribuição normal com média da população igual a zero. Cada efeito ($i = 1, 2, \dots, M$) é associado com o valor da distribuição acumulada ($Q_i = 100(i - 1/2)/M$) e um gráfico é então obtido apresentando a probabilidade Q_i (em papel de probabilidade normal) em função do valor do efeito. Efeitos com magnitude perto de zero permanecerão na linha reta da figura, o que significa que poderiam ser considerados como ruído. No entanto, os efeitos fora da linha reta são considerados estatisticamente significativos. A descrição detalhada da metodologia para a obtenção dos gráficos de distribuição normal, assim como, a forma na que devem ser interpretados estes gráficos é apresentada no ANEXO A.

Quando repetições verdadeiras são feitas numa dada condição experimental, a variação das observações pode ser usada para estimar o desvio padrão de uma dada condição experimental. Neste caso, a significância estatística dos efeitos pode ser julgada com base na variância obtida das réplicas genuínas. Por outro lado, em análises computacionais, como nas análises por elementos finitos, repetições genuínas não fornecem medidas do erro. Nestes casos, a interação entre fatores é geralmente assumida como uma medida do erro nos casos onde a relação entre

fatores e resposta é linearⁱⁱ (SACKS, SCHILLER, e WELCH, 1989). Em outras palavras, se o modelo que descreve a resposta como uma função dos fatores é linear, a interação dos fatores (de segundo o maior ordem não incluídos no modelo) é assumida como uma medida do erro experimental. Na indentação, as saídas não dependem linearmente dos fatores analisados (CHENG e CHENG, 2004) e a interação entre fatores espera-se significativa na análise. Por esta razão a interação entre fatores não pode ser usada com este fim.

Usualmente, nas análises experimentais, repetições genuínas não são feitas em todas as condições testadas. Nestes casos, as repetições podem ser feitas só em uma dada condição, usualmente numa condição intermediária aos níveis alto e baixo de cada fator (ponto central), e a variação calculada naquele ponto pode ser usada para comparar todas as magnitudes dos efeitos dos fatores (BOX *et al.*, 1989, BARROS NETO, SCARMINIO, e BRUNS, 1996). Utilizando esta mesma ideia, o intervalo de confiança é estimado das repetições genuínas nos ensaios experimentais nos materiais da Tabela 2 com propriedades mecânicas que estão contidas na faixa abrangida pelo planejamento 2⁶.

O intervalo de confiança combinada (ζ) das saídas é calculado segundo a Eq. 31, onde t é a probabilidade da distribuição t^{iii} com η graus de liberdade e s^2 é a

ⁱⁱ Da obtenção de modelos empíricos (BOX *et al.*, 1978), sabe-se que um sistema analisado que tem saída y e fatores x_1 e x_2 , pode-ser representado por um modelo do tipo $y = \bar{y} + l_{x_1}(x_1) + l_{x_2}(x_2) + e$, se é linear, onde $\bar{y}$ é a grande media das observações, x_1 e x_2 são os valores codificados dos fatores, l_{x_1} e l_{x_2} são os efeitos médios de cada fator, e e é o resíduo do ajuste. Por outra parte, se o modelo não o linear, por exemplo, se os efeitos de segunda ordem são significativos, o sistema pode-ser representado por um modelo do tipo $y = \bar{y} + l_{x_1}(x_1) + l_{x_2}(x_2) + l_{x_1x_2}(x_1x_2) + e$ onde $l_{x_1x_2}$ é o efeito de interação entre x_1 e x_2 .

ⁱⁱⁱ A distribuição t de Student, desenvolvida por William Sealy Gosset, é uma distribuição de probabilidade estatística. A distribuição t é uma distribuição de probabilidade teórica. É simétrica, campaniforme, e semelhante à curva normal padrão, porém com caudas mais largas, ou seja, uma simulação da t de Student pode gerar valores mais extremos que uma simulação da normal. O único parâmetro η que a define e caracteriza a sua forma é o número de graus de liberdade. Quanto maior for esse parâmetro, mais próxima da normal ela será. (BOX *et al.*, 1989)

variância combinada de todos os ensaios (Eq. 32) (BOX *et al.*, 1989, BARROS NETO, SCARMINIO, e BRUNS, 1996).

$$\zeta = \pm t_u s \sqrt{\frac{1}{\rho_1} + \frac{1}{\rho_2} + \dots + \frac{1}{\rho_g}} \quad (31)$$

$$s^2 = \frac{\eta_1 s_1^2 + \eta_2 s_2^2 + \dots + \eta_g s_g^2}{\eta_1 + \eta_2 + \dots + \eta_g} \quad (32)$$

Nas Eqs. 31 e 32, g é o número de condições experimentais; $\eta_i = \rho_i - 1$ é o número de graus de liberdade de cada condição experimental; ρ_i é o número de repetições em cada condição experimental e $\eta = \eta_1 + \eta_2 + \dots + \eta_g$ é o número de graus de liberdade total (curvas de indentação - condições experimentais).

Para explicar melhor como se realiza o cálculo do intervalo de confiança combinada, na Tabela 5 apresenta-se um exemplo com 2 condições experimentais, 3 repetições e 4 graus de liberdade total. A probabilidade da distribuição t para 95% de segurança com 4 graus de liberdade é 2,77, a probabilidade diminui com o aumento de graus de liberdade e com a diminuição da porcentagem de segurança. Assim, dos dados na tabela tem-se que o intervalo de confiança combinada é $\pm 0,011$.

$$s^2 = \frac{2 \cdot 3,838 \times 10^{-6} + 2 \cdot 4,842 \times 10^{-5}}{2 + 2} = 2,613 \times 10^{-5}$$

$$\zeta = \pm 2,77 \sqrt{2,613 \times 10^{-5}} \sqrt{\frac{1}{3} + \frac{1}{3}} = \pm 0,011$$

Tabela 5 – Exemplo de experimentos para o cálculo do intervalo de confiança combinada

Repetição	δ_r/δ_{max} (Material 1, Carga 1)	δ_r/δ_{max} (Material 2, Carga 1)
1	0,948	0,928
2	0,950	0,928
3	0,946	0,940
ζ (95%)	0,002	0,008
s^2	$3,838 \times 10^{-6}$	$4,842 \times 10^{-5}$
η	2	2

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 ANÁLISE DIMENSIONAL

A carga de indentação durante o carregamento (P) depende do deslocamento do indentador (δ); das propriedades mecânicas: módulo elástico, coeficiente de Poisson, limite de escoamento e coeficiente de encruamento do material indentado (E, ν, Y, n), módulo elástico e coeficiente de Poisson do indentador (E_i, ν_i) (sob a hipótese de que o indentador só experimenta deformações elásticas durante a indentação); da geometria do indentador: semi-ângulo do cone (θ) e raio de arredondamento da ponta do indentador (R) e do atrito entre indentador a amostra (μ). P pode ser escrito em função desses parâmetros, como na Eq. 33.

$$P = f(\delta, E, Y, n, \nu, E_i, \nu_i, \theta, R, \mu) \quad (33)$$

Em um primeiro grupo de análises, consideram-se os pares indentador-amostra 1 e 2 da Tabela 1 como sendo equivalentes. Se os dois conjuntos na Tabela 1 são equivalentes, então um sistema com módulo reduzido E_r , onde o indentador tem propriedades (E_i, ν_i), e curva de indentação $P-\delta$ é equivalente a um sistema com módulo reduzido E_r com indentador rígido ($E_i = \infty$) e curva de indentação $P-h$. Esta hipótese é aceita na literatura e todos os algoritmos propostos têm sido elaborados sobre esta base (Itens 2.3 e 2.5 da revisão da literatura). Note-se que as curvas de indentação obtidas das simulações com indentador rígido são curvas $P-h$, enquanto que as curvas obtidas experimentalmente assim como as obtidas por simulações com indentador elástico, são curvas $P-\delta$.

Considerando os pares indentador-amostra 1 e 2 da Tabela 1 como sendo equivalentes, a Eq. 33 pode ser reescrita na forma.

$$P = f(h, E_r, Y, n, \theta, R, \mu) \quad (34)$$

Após a aplicação do teorema II de Buckingham da análise dimensional na Eq. 34 obteve-se a seguinte função:

$$P_l = E_r h^2 \Pi_1 \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h}, \theta, \mu \right) \quad (35)$$

Sendo Π_1 uma função adimensional, $\Pi_1 = P_l/E_r h^2$. Desta equação observa-se que o carregamento não é proporcional ao quadrado da profundidade de penetração, pela dependência que tem de R/h . Esta equação é semelhante à proposta por CHENG e CHENG (2004) usando o raio da ponta do indentador como parâmetro de comprimento e o módulo reduzido para levar em conta as propriedades elásticas do indentador e da amostra. Algoritmos com base na Eq. 35 não têm sido apresentados na literatura. A função adimensional $\Pi_1 = P_l/E_r h^2$ foi preferida, dentre as outras muitas possíveis (Exemplos Eq. 27 a 30) porque no caso do raio do indentador ser igual a zero, a forma da equação é equivalente à obtida analiticamente, isto é, o carregamento é proporcional ao módulo reduzido e ao quadrado da profundidade da indentação. Também na obtenção dos coeficientes da função adimensional $\Pi_1 = P_l/E_r h^2$ os resíduos do ajuste foram menores que para as outras formas avaliadas.

A profundidade de contato h_c , usada para calcular a área de contato no caso do indentador cônico, depende dos mesmos parâmetros que a carga de indentação, ou seja:

$$h_c = f(h, E_r, Y, n, R, \theta, \mu) \quad (36)$$

Obteve-se para esta quantidade:

$$h_c = h \cdot \Pi_2 \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h}, \theta, \mu \right) \quad (37)$$

Onde Π_2 é uma função adimensional, sendo $\Pi_2 = h_c/h$. Para uma indentação piramidal, a profundidade de contato h_c varia entre as arestas e os lados da pirâmide. Este aspecto está ilustrado na Figura 8, onde nota-se que quando o material apresenta pile-up h_c é maior no contato nos lados da pirâmide que na aresta, enquanto que nos materiais apresentando sink-in h_c é maior na aresta que nos lados. Nesses casos a área de contato pode ser calculada da razão adimensional α entre a área de contato e a área nominal do contato A_s , $\Pi_{2*} = A_c/A_s = \alpha$

$$A_c = \alpha A_s = A_s \cdot \Pi_{2*} \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h}, \theta, \mu \right) \quad (38)$$

Dado que a etapa de descarregamento se inicia após o indentador alcançar a profundidade máxima de indentação h_{max} , a carga durante ao descarregamento (P_u) depende de h_{max} , além dos parâmetros considerados na etapa de carregamento, conforme indicado na Eq. 39.

$$P_u = f(h, h_{max}, E_r, Y, n, R, \theta, \mu) \quad (39)$$

Da análise dimensional:

$$P_u = E_r h^2 \Pi_3 \left(\frac{h_{max}}{h}, \frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h}, \theta, \mu \right) \quad (40)$$

Onde Π_3 é uma função adimensional, sendo $\Pi_3 = P_u / E_r h^2$

A profundidade residual de indentação h_r , correspondente ao final do descarregamento, pode ser calculada avaliando a Eq. 40 para carga zero. Portanto, a razão h_r/h_{max} pode ser expressa como uma nova função adimensional dependente de Y/E_r , n , R/h_r , θ e μ (Eq. 41).

$$\frac{h_r}{h_{max}} = \Pi_4 \left(\frac{Y}{E_r}, \frac{R}{h_r}, n, \theta, \mu \right) \quad (41)$$

Considerando a inclinação da curva de descarregamento S na profundidade de indentação máxima como a derivada da Eq. 40, avaliada em h_{max} , obtém-se a Eq. 42.

$$S = \left. \frac{dP_u}{dh} \right|_{h=h_{max}} = E_r h_{max} \Pi_5 \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right) \quad (42)$$

Onde Π_5 é uma função adimensional, $\Pi_5 = S / E_r h_{max}$.

A inclinação da parte inicial do descarregamento também pode ser expressa de forma adimensional como h_e/h_{max} (Eq. 43), onde h_e é a profundidade correspondente a carregamento zero para uma linha reta desde (P_{max}, h_{max}) com inclinação S (CASALS e ALCALÁ, 2005) (Figura 5).

$$\frac{h_e}{h_{\max}} = 1 - \frac{P_{\max}}{h_{\max} S} \quad (43)$$

Combinando as Eq. 35, 42 e 43 pode-se escrever uma nova função adimensional $\Pi_6 = h_e/h_{\max}$, que tem como principal vantagem o fato de não ter propriedades mecânicas envolvidas na forma adimensional da função, o que implica poder ser obtida diretamente da curva de indentação $P-h$.

$$\frac{h_e}{h_{\max}} = \Pi_6 \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h_{\max}}, \theta, \mu \right) \quad (44)$$

Dado que a informação completa da curva de descarregamento pode ser obtida das funções adimensionais Π_4 e Π_5 ou Π_4 e Π_6 a função adimensional Π_3 não será considerada nas análises subsequentes.

O trabalho total W_t , correspondente à área sob a curva de carregamento, pode ser obtido por integração da função P_l em relação ao deslocamento h . Já o trabalho plástico W_p pode ser obtido por subtração da área sob a curva de descarregamento do trabalho total W_t . A razão entre o trabalho plástico e o trabalho total é uma função dependente das variáveis de P_l e P_u e, portanto

$$\frac{W_p}{W_t} = \Pi_7 \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h_{\max}}, \theta, \mu \right) \quad (45)$$

Se o fator de correção β não for assumido como uma constante, o mesmo poderia ser obtido substituindo as Eq. 38 e 42 na equação de Sneddon (Eq. 21) para obter uma função adimensional $\Pi_9 = \beta$ onde Π_9^{iv} é uma função das variáveis consideradas como influentes na análise Y/E_r , n , R/h , θ e μ (Eq. 46). Esta função adimensional foi apresentada por Meza, Abbes e Troyon (2008) sem coeficientes.

$$\beta = \Pi_9 \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h_{\max}}, \theta, \mu \right) \quad (46)$$

^{iv} A função adimensional 8 não foi incluída para não causar confusão com a função adimensional Π_8 de Casals e Alcalá (2005).

Em resumo, as funções adimensionais da indentação selecionadas neste trabalho são $\Pi_1 = P/E_r h^2$, $\Pi_2 = h_c/h$, $\Pi_4 = h_r/h_{max}$, $\Pi_5 = S/E_r h_{max}$, $\Pi_6 = h_e/h_{max}$, $\Pi_7 = W_p/W_t$, e $\Pi_9 = \beta$. Cada uma das quais é dependente das variáveis adimensionais Y/E_r , n , R/h , θ e μ que, por sua vez, têm seu respectivo significado físico. Y/E_r e n são propriedades mecânicas, sendo Y/E_r representativo da deformação a partir da qual o material deixa de apresentar deformação elástica e n o coeficiente de encruamento do material. O parâmetro R/h é um fator geométrico que expressa a dimensão do raio de arredondamento do indentador em relação à profundidade de penetração medida, θ é o ângulo do indentador e μ o coeficiente atrito indentador–amostra.

As funções adimensionais Π_1 a Π_7 são a base do algoritmo direto, mas, para o algoritmo inverso, o equacionamento das mesmas como a seguir pode ser mais útil na obtenção direta das propriedades mecânicas. A Eq. 41 pode ser reescrita de forma que o valor adimensional de Y/E_r pode ser expresso como uma função de h_r/h_{max} , de n , da geometria do indentador (R/h e θ) e de μ , como na Eq. 47. Substituindo a Eq. 47 nas funções adimensionais Π_1 e Π_6 (Eqs. 35 e 44) obtêm-se combinações paramétricas entre funções (Eqs. 48 e 49).

$$\frac{Y}{E_r} = \Xi_1 \left(\frac{h_r}{h_{max}}, n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right) \quad (47)$$

$$\begin{aligned} \frac{P_{max}}{E_r h_{max}^2} &= \Pi_1 \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right) = \Pi_1 \left(\Xi_1 \left(\frac{h_r}{h_{max}}, n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right), n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right) \\ &= \Xi_2 \left(\frac{h_r}{h_{max}}, n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right) \end{aligned} \quad (48)$$

$$\begin{aligned} \frac{h_e}{h_{max}} &= \Pi_6 \left(\frac{Y}{E_r}, n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right) = \Pi_6 \left(\Xi_1 \left(\frac{h_r}{h_{max}}, n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right), n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right) \\ &= \Xi_3 \left(\frac{h_r}{h_{max}}, n, \frac{R}{h_{max}}, \theta, \mu \right) \end{aligned} \quad (49)$$

As funções adimensionais paramétricas Ξ , diferente das funções adimensionais Π , têm como variável a razão h_r/h_{max} obtida da curva de indentação. As funções Ξ também não são obtidas da análise dimensional mas de um rearranjo das funções Π , o que facilita a obtenção da solução. Note-se que para geometria de indentador e coeficiente de atrito fixos, a função adimensional Ξ_3 relaciona os parâmetros

adimensionais h_e/h_{max} e h_r/h_{max} com o coeficiente de encruamento n . Dado que h_e/h_{max} e h_r/h_{max} são obtidos diretamente da curva de indentação, a função $\mathcal{E}_3$ proveria uma forma direta de calcular n . Porém, a função adimensional $\mathcal{E}_3$ é difícil de ser ajustada e, aparentemente, a literatura não apresenta tentativas de calcular n usando este procedimento.

Utilizando a Equação de Sneddon (Eq. 21) e a definição de dureza (H) (Eq. 17), Casals e Alcalá (2005) propuseram uma forma indireta de obter a relação entre h_e/h_{max} , h_r/h_{max} e n , chamada a função adimensional Π_8 (Eq. 50), para indentadores Vickers e Berkovich sem defeitos de ponta ($R = 0$) e sem atrito.

$$\left(\frac{H}{E_r}\right)^2 \alpha = \frac{4\beta^2}{\pi f} \left(1 - \frac{h_e}{h_{max}}\right)^2 = \Pi_8\left(\frac{h_r}{h_{max}}, n\right) \quad (50)$$

Na Eq. 50, α é o nível de *pile-up* ou *sink-in* (Eq. 23) e f é o fator geométrico da área do indentador ($f = 24,56$ para indentador Berkovich e $f = 24,504$ para indentador Vickers, FICHER-CRIPPS, 2002). A construção de um espaço tridimensional da função Π_8 , com eixos h_r/h_{max} , h_e/h_{max} e n , requer o conhecimento do valor do fator de correção da equação de Sneddon β (Eq. 21). No entanto, como se apresentou no Item 2.3, o fator β pode tomar muitos valores. Aparentemente, a literatura não apresenta uma análise de como mudanças no valor de β afetam o valor obtido de n , quando calculado a partir da função adimensional Π_8 de Casals e Alcalá (2005), contudo considerar o fator β como uma constante tem importantes implicações sobre a solução obtida como vai ser discutido no item 4.6.

A função paramétrica entre $\mathcal{E}_4 = \alpha$, (Eq. 51) foi apresentada por Casals e Alcalá (2005) e é uma forma conveniente de definir o nível de *pile-up* e *sink-in*

$$\alpha = \frac{A_c}{A_s} = \mathcal{E}_4\left(\frac{h_r}{h_{max}}, n\right) \quad (51)$$

Se a análise dimensional é válida para o estudo da indentação instrumentada, as funções adimensionais Π obtidas apresentam diferentes valores dependendo do valor das variáveis adimensionais Y/E_r , n , R/h_{max} , θ e μ . No entanto, um mesmo valor das variáveis Y/E_r e R/h_{max} pode ser obtido com diferentes combinações das variáveis envolvidas nas frações. Neste trabalho, o planejamento fatorial 2^6 ,

apresentado na Tabela 3, vai ser usado para validar as funções adimensionais por meio do cálculo dos efeitos das variáveis não adimensionais E_r e h_{max} sobre a resposta à indentação (Item 4.3).

4.2 VARIAÇÃO EXPERIMENTAL DAS CURVAS DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Nos EII existem diferentes fontes de ruído que causam dispersão dos dados e imprecisões das medidas, como dilatações e contrações causadas pelas mudanças de temperatura no local de ensaio (FENG e NGAN, 2002), anisotropia entre os diferentes grãos indentados (ALCALÁ, ESQUE-DE LOS OJOS e RODRÍGUEZ, 2009), asperezas superficiais (BOUZAKIS *et al.* 2003; LEPIENSKI *et al.*, 2004), entre outros.

Nas Tabela 6 e 7, apresenta-se um resumo dos ensaios de indentação instrumentada realizados. Os valores apresentados correspondem à média de ρ ensaios e os erros ao intervalo de confiança calculado com 95% de segurança. Os parâmetros P_{max} e δ_{max} foram obtidos diretamente da curva de indentação, e λ , δ_r , S , W_p e W_T foram obtidos a partir do ajuste dos dados às Eq. 18 e 19 (67% dos dados do descarregamento). Os valores obtidos para as funções adimensionais Π_1 , Π_4 , Π_5 , Π_6 e Π_7 são apresentadas na Tabela 7. Nesta tabela, Π_1 e Π_5 foram calculadas usando o valor de E_r obtido da Eq. 4, com E segundo os dados na Tabela 2 para cada material testado e $E_i = 1029$ GPa e $\nu_i = 0,07$, valores do diamante. As funções adimensionais restantes não são apresentadas porque não é possível obter medidas diretas dos valores envolvidos.

Na Tabela 8 apresentam-se os valores do intervalo de confiança combinado, segundo a Eq. 31, para os diferentes níveis de carregamento, considerando todas as curvas $P-\delta$ e dois conjuntos de dados tomados da literatura de EII em alumínio (DAO *et al.*, 2001; SURESH e GIANNAKOPOULOS, 1998).

Tabela 6 – Resumo dos dados obtidos dos EII, valores médios e intervalos de confiança dos parâmetros da curva de indentação

Material/Equipamento	ρ	P_{max} (mN)	λ	δ_{max} (μm)
AISI 1006/ Fischerscope	30	40	1,709 $\pm$ 0,009	0,954 $\pm$ 0,006
	30	50	1,731 $\pm$ 0,018	1,074 $\pm$ 0,008
	30	60	1,730 $\pm$ 0,018	1,177 $\pm$ 0,010
	29	70	1,739 $\pm$ 0,009	1,280 $\pm$ 0,010
AISI 1080/ Fischerscope	16	40	1,653 $\pm$ 0,047	0,872 $\pm$ 0,011
	16	50	1,684 $\pm$ 0,031	1,000 $\pm$ 0,020
	16	60	1,734 $\pm$ 0,039	1,115 $\pm$ 0,019
	16	70	1,734 $\pm$ 0,036	1,171 $\pm$ 0,018
TD-8/ Fischerscope	17	300	1,873 $\pm$ 0,041	2,275 $\pm$ 0,028
	17	500	1,877 $\pm$ 0,056	2,736 $\pm$ 0,036
	17	1000	1,915 $\pm$ 0,036	3,948 $\pm$ 0,022
Al2098-T8/ MTS XP	8	7628 $\pm$ 182	1,994 $\pm$ 0,018	12,959 $\pm$ 0,139
Aço martensítico/ MTS XP	8	532 $\pm$ 4	1,899 $\pm$ 0,044	1,659 $\pm$ 0,006
	8	5700 $\pm$ 10	1,994 $\pm$ 0,028	5,486 $\pm$ 0,005
	8	6602 $\pm$ 8	1,985 $\pm$ 0,004	5,909 $\pm$ 0,005
	8	4557 $\pm$ 58	1,984 $\pm$ 0,023	4,898 $\pm$ 0,006
Cobre puro/ MTS XP	9	5600 $\pm$ 175	1,990 $\pm$ 0,020	19,686 $\pm$ 0,029

Tabela 7 – Resumo dos dados obtidos dos EII, valores médios e intervalos de confiança das funções adimensionais

Material/ Equipamento	P_{max} (mN)	$\Pi_1 = P/E_r\delta^2$	$\Pi_4 = \delta_r/\delta_{max}$	$\Pi_5 = S/E_r\delta_{max}$	$\Pi_6 = \delta_e/\delta_{max}$	$\Pi_7 = W_p/W_T$
AISI 1006/ Fischerscope	40	0,242 $\pm$ 0,003	0,948 $\pm$ 0,001	6,008 $\pm$ 0,135	0,960 $\pm$ 0,001	0,935 $\pm$ 0,001
	50	0,239 $\pm$ 0,003	0,949 $\pm$ 0,001	5,903 $\pm$ 0,073	0,959 $\pm$ 0,001	0,936 $\pm$ 0,001
	60	0,239 $\pm$ 0,004	0,949 $\pm$ 0,001	5,943 $\pm$ 0,083	0,960 $\pm$ 0,001	0,936 $\pm$ 0,001
	70	0,236 $\pm$ 0,004	0,950 $\pm$ 0,001	5,923 $\pm$ 0,084	0,960 $\pm$ 0,001	0,937 $\pm$ 0,001
AISI 1080/ Fischerscope	40	0,276 $\pm$ 0,007	0,933 $\pm$ 0,002	5,610 $\pm$ 0,099	0,951 $\pm$ 0,001	0,921 $\pm$ 0,002
	50	0,263 $\pm$ 0,011	0,937 $\pm$ 0,003	5,656 $\pm$ 0,085	0,954 $\pm$ 0,002	0,925 $\pm$ 0,003
	60	0,253 $\pm$ 0,008	0,941 $\pm$ 0,002	5,614 $\pm$ 0,085	0,955 $\pm$ 0,001	0,928 $\pm$ 0,002
	70	0,268 $\pm$ 0,008	0,937 $\pm$ 0,002	5,551 $\pm$ 0,112	0,952 $\pm$ 0,001	0,922 $\pm$ 0,002
TD-8/ Fischerscope	300	0,308 $\pm$ 0,008	0,942 $\pm$ 0,003	8,034 $\pm$ 0,168	0,962 $\pm$ 0,001	0,928 $\pm$ 0,002
	500	0,355 $\pm$ 0,009	0,917 $\pm$ 0,002	6,037 $\pm$ 0,095	0,941 $\pm$ 0,001	0,899 $\pm$ 0,002
	1000	0,340 $\pm$ 0,004	0,918 $\pm$ 0,002	6,498 $\pm$ 0,066	0,948 $\pm$ 0,001	0,904 $\pm$ 0,001
Al2098-T8/ MTS XP	7628 $\pm$ 182	0,652 $\pm$ 0,011	0,865 $\pm$ 0,003	6,110 $\pm$ 0,129	0,893 $\pm$ 0,002	0,840 $\pm$ 0,002
Aço martensítico/ MTS XP	532 $\pm$ 4	1,066 $\pm$ 0,005	0,800 $\pm$ 0,009	6,211 $\pm$ 0,070	0,828 $\pm$ 0,003	0,754 $\pm$ 0,006
	5700 $\pm$ 10	1,045 $\pm$ 0,001	0,813 $\pm$ 0,003	7,478 $\pm$ 0,074	0,860 $\pm$ 0,001	0,780 $\pm$ 0,002
	6602 $\pm$ 8,304	1,043 $\pm$ 0,002	0,813 $\pm$ 0,002	7,533 $\pm$ 0,047	0,862 $\pm$ 0,001	0,782 $\pm$ 0,001
	4557 $\pm$ 58	1,048 $\pm$ 0,016	0,812 $\pm$ 0,003	7,386 $\pm$ 0,100	0,859 $\pm$ 0,001	0,779 $\pm$ 0,003
Cobre puro/ MTS XP	5600 $\pm$ 175	0,134 $\pm$ 0,005	0,972 $\pm$ 0,003	6,012 $\pm$ 0,546	0,977 $\pm$ 0,003	0,970 $\pm$ 0,004

Tabela 8 – Intervalos de confiança combinada das funções adimensionais

Material	λ	$\Pi_1 = P/E_r\delta^2$	$\Pi_4 = \delta_r/\delta_{max}$	$\Pi_5 = S/E_r\delta_{max}$	$\Pi_6 = \delta_e/\delta_{max}$	$\Pi_7 = W_p/W_T$
40 mN - 70 mN	$\pm$ 0,069	$\pm$ 0,016	$\pm$ 0,005	$\pm$ 0,302	$\pm$ 0,003	$\pm$ 0,004
300 mN – 1N	$\pm$ 0,133	$\pm$ 0,022	$\pm$ 0,007	$\pm$ 0,349	$\pm$ 0,004	$\pm$ 0,006
>1N	$\pm$ 0,055	$\pm$ 0,025	$\pm$ 0,008	$\pm$ 1,093	$\pm$ 0,007	$\pm$ 0,009
Todas as curvas	$\pm$ 0,176	$\pm$ 0,038	$\pm$ 0,012	$\pm$ 0,792	$\pm$ 0,007	$\pm$ 0,010
3N*	-	$\pm$ 0,019	-	$\pm$ 0,243	-	$\pm$ 0,008
10N**	-	$\pm$ 0,007	-	$\pm$ 0,143	-	-

* Dados obtidos dos valores apresentados em Dao *et al.* (2001), (Al 6061 e Al 7075).

** Dados obtidos dos valores apresentados em Suresh e Giannakopoulos (1998), (Al 2098-T8).

Note que o intervalo de confiança para a função $\Pi_5 = S/E_r\delta_{max}$ é o maior (Tabela 8) e representa a maior porcentagem em relação ao valor médio da função (Tabela 9). Um resultado similar pode ser observado para os dados das ligas de alumínio da literatura. Isto indica que a inclinação da parte inicial da curva de descarregamento (S) é a variável do ensaio mais suscetível ao ruído experimental.

Tabela 9 – Porcentagem de variação causada pelo ruído experimental nos EII

Material/Equipamento	P_{max} (mN)	λ	$\Pi_1 = P_{max}/E_r\delta_{max}^2$	$\Pi_4 = \delta_r/\delta_{max}$	$\Pi_5 = S/E_r\delta_{max}$	$\Pi_6 = \delta_e/\delta_{max}$	$\Pi_7 = W_p/W_T$
AISI 1006/ Fischerscope	40	0,51	1,23	0,14	2,24	0,11	0,13
	50	1,03	1,46	0,12	1,24	0,06	0,08
	60	1,04	1,82	0,12	1,39	0,09	0,12
	70	0,52	1,51	0,13	1,42	0,07	0,09
AISI 1080/ Fischerscope	40	2,85	2,48	0,25	1,76	0,15	0,26
	50	1,86	4,02	0,29	1,50	0,18	0,29
	60	2,24	3,29	0,26	1,51	0,13	0,25
	70	2,05	3,06	0,22	2,02	0,11	0,25
TD-8/ Fischerscope	300	2,21	2,56	0,28	2,09	0,14	0,27
	500	2,96	2,62	0,23	1,57	0,13	0,20
	1000	1,87	1,09	0,22	1,02	0,08	0,13
Al2098-T8/ MTS XP	7628±182	0,90	1,76	0,30	2,11	0,22	0,29
Aço martensítico / MTS XP	532±4	2,33	0,43	1,17	1,12	0,32	0,75
	5700±10	1,40	0,10	0,39	0,99	0,15	0,31
	6602±8	0,21	0,21	0,25	0,62	0,13	0,14
	4557±58	1,17	1,52	0,37	1,35	0,17	0,37
Cobre puro/ MTS XP	5600±175	1,09	3,39	0,28	9,18	0,29	0,36
Al 6061 e Al 7075*	3N	-	4,03	-	3,48	-	0,93
Al 2098-T8**	10N	-	1,46	0,25	2,04	-	-

* Dados obtidos dos valores apresentados em Dao *et al.* (2001)

** Dados obtidos dos valores apresentados em Suresh e Giannakopoulos (1998)

Das diferenças encontradas nos níveis de variação das funções pode-se concluir que estas dependem tanto dos materiais ensaiados quanto do equipamento usando e do nível de carregamento.

4.3 EFEITO DOS FATORES NA RESPOSTA À INDENTAÇÃO CÔNICA

Simulações da indentação cônica foram realizadas para as 64 combinações que se obtêm do planejamento 2^6 apresentado na Tabela 3, usando o modelo por elementos finitos descrito no item 3.1.1.1 (simulação 2D com indentador rígido). Na Figura 21 apresentam-se as médias dos valores obtidos como saída das simulações.

Cada ponto na figura representa a média de todos os resultados calculados considerando o nível de cada fator e a linha de referência indica a média total obtida para a saída nas 64 condições simuladas. O resultado de todas as simulações foi usado no cálculo dos efeitos (I_i) apresentados na Tabela 10, onde aqueles com valor maior que o intervalo de confiança combinada para carregamento entre 40 mN e 70 mN (Tabela 8) encontram-se sublinhados. Na Tabela 10 também são apresentados os efeitos das interações (I_{ij}).

Na Figura 21, observa-se que não existe mudança nas saídas Π_1 , Π_2 , Π_4 , Π_5 , Π_6 , e Π_7 , pelo efeito da mudança de nenhum dos fatores não adimensionais (E , h_{max}) nos níveis avaliados (Tabela 3). Da mesma forma, na Tabela 10 nenhum efeito médio nem de interação envolvendo os fatores não adimensionais foi estatisticamente significativo. A não dependência de fatores não adimensionais sobre as funções adimensionais Π_1 , Π_2 , Π_4 , Π_5 , Π_6 , e Π_7 , valida a análise dimensional para as funções e condições deste trabalho, de forma que as variáveis adimensionais Y/E_r , n , R/h_{max} e θ são suficientes para analisar a indentação.

Tabela 10 – Efeitos principais e interações

Efeitos	λ	$\Pi_1 = P/E_r h^2$	$\Pi_2 = h_0/h$	$\Pi_4 = h_r/h_{max}$	$\Pi_5 = S/E_r h_{max}$	$\Pi_6 = h_e/h_{max}$	$\Pi_7 = W_p/W_T$	$\Pi_9 = \beta$
$I_{Y/E}$	-0,0044	<u>0,3318</u>	-0,0455	<u>-0,0598</u>	<u>-0,3190</u>	<u>-0,0497</u>	<u>-0,0773</u>	-0,0012
I_n	0,0087	<u>0,1570</u>	-0,1074	<u>-0,0358</u>	<u>-0,7553</u>	<u>-0,0293</u>	<u>-0,0460</u>	-0,0034
$I_{R/h}$	<u>-0,1150</u>	<u>0,0356</u>	-0,0015	-0,0030	<u>0,3017</u>	-0,0026	-0,0002	0,0000
I_θ	<u>0,1160</u>	<u>0,2150</u>	0,3145	<u>-0,0170</u>	<u>1,8805</u>	<u>-0,0135</u>	<u>-0,0255</u>	-0,0427
I_E	0,0048	-0,0027	-0,0016	0,0003	-0,0133	0,0002	0,0002	-0,0005
I_h	0,0122	0,0041	0,0115	0,0003	0,0912	0,0002	-0,0000	0,0053
$I_{Y/E \times n}$	-0,0045	<u>0,0197</u>	0,0018	-0,0078	0,0227	<u>-0,0058</u>	<u>-0,0094</u>	0,0018
$I_{Y/E \times R/h}$	-0,0043	0,0074	-0,0103	-0,0005	-0,0681	-0,0006	0,0006	0,0006
$I_{Y/E \times \theta}$	0,0062	<u>0,0720</u>	-0,0123	-0,0062	-0,0898	<u>-0,0046</u>	-0,0092	-0,0017
$I_{Y/E \times E}$	-0,0033	-0,0061	-0,0095	0,0006	-0,0493	0,0006	0,0009	0,0029
$I_{Y/E \times h}$	-0,0037	0,0022	0,0039	0,0001	0,0135	0,0000	0,0000	-0,0022
$I_{n \times R/h}$	0,0051	0,0128	0,0087	-0,0012	0,0301	-0,0011	-0,0009	-0,0050
$I_{n \times \theta}$	-0,0064	<u>0,0278</u>	-0,0117	-0,0019	-0,0718	-0,0012	-0,0028	-0,0004
$I_{n \times E}$	0,0038	0,0062	0,0097	-0,0005	0,0533	-0,0005	-0,0008	-0,0023
$I_{n \times h}$	0,0047	-0,0028	-0,0012	0,0003	-0,0122	0,0004	0,0004	-0,0002
$I_{R/h \times \theta}$	0,0276	-0,0011	-0,0061	0,0004	-0,0507	0,0005	0,0001	-0,0004
$I_{R/h \times E}$	0,0040	0,0062	0,0097	-0,0005	0,0527	-0,0005	-0,0008	-0,0024
$I_{R/h \times h}$	-0,0013	-0,0015	-0,0026	0,0002	-0,0044	0,0001	0,0003	-0,0002
$I_{\theta \times E}$	-0,0049	0,0026	0,0016	-0,0003	0,0137	-0,0002	-0,0002	0,0005
$I_{\theta \times h}$	-0,0069	-0,0058	-0,0078	0,0006	-0,0304	0,0006	0,0010	0,0026
$I_{E \times h}$	0,0048	0,0027	-0,0016	0,0003	-0,0118	0,0002	0,0002	-0,0002

Figura 21 – Gráfico de valores médios das funções adimensionais e o expoente da curva de carregamento λ , obtidos do planejamento fatorial na Tabela 3 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

4.3.1 Expoente da curva de carregamento

Como se pode observar da magnitude do efeito de R/h_{max} sobre o expoente da curva de carregamento na Tabela 10, λ é fortemente dependente dos valores de R/h_{max} e θ e independente das propriedades mecânicas do material indentado. A significância do efeito de R/h_{max} e θ sobre λ também pode ser visualizada na Figura 21. Esta figura indica que nos níveis estudados o expoente da curva de carregamento λ aumenta quando θ aumenta e/ou quando a razão R/h_{max} diminui.

Em termos da interação de fatores, a Tabela 10 mostra que o valor obtido para $I_{R/h \times \theta}$ é menor que o intervalo de confiança experimental de λ , o que poderia indicar que o efeito combinado de R/h_{max} e θ não é estatisticamente significativo. Porém, quando os efeitos são apresentados em papel de distribuição normal (Figura 22),

onde os efeitos estatisticamente significativos apresentam-se deslocados em relação à linha reta (BOX *et al.* 1989, BARROS NETO, SCARMINIO, e BRUNS, 1996), o fator de interação entre R/h_{max} e θ não se localiza sobre a linha reta e, portanto, a magnitude deste efeito não pode ser interpretada como sendo causada exclusivamente pelo erro. Da teoria do contato elástico (Eq. 15), tem-se que o expoente λ é igual a 2, no contato de um cone com uma superfície plana, independentemente do ângulo θ do indentador. Esse resultado da literatura, obtido para um cone sem arredondamento da ponta, não é contraditório com o resultado apresentado nas Figura 21 e 22, mesmo considerando que as figuras indicam que o expoente λ é significativamente afetado pelo valor θ . A concordância entre o resultado da literatura e o resultado obtido das simulações por elementos finitos fica claro quando o valor de λ é apresentado como uma função de R/h_{max} (Figura 23). Uma extrapolação dos dados obtidos de λ (para cada ângulo θ) até R/h_{max} igual a zero, resulta em um valor aproximadamente igual a 2, como previsto pelo desenvolvimento analítico (Eq. 15) para contato elástico. Porém, quando R/h_{max} é diferente de zero, a variação de λ com R/h_{max} apresenta inclinações diferentes dependendo de θ . O efeito I_θ apresentado na Figura 22 é a medida da diferença em λ causada pela mudança de θ em cada nível de R/h_{max} , o que pode ser observado na Figura 23.

Figura 22 – Gráfico normal dos efeitos para λ . Na figura apresentam-se 21 dados correspondentes a os efeitos de primeira e segunda ordem. Os efeitos fora da linha reta são os estatisticamente significativos. (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

Figura 23 – Expoente da curva de carregamento λ como uma função de da razão R/h_{max} para diferentes ângulos de indentador cônico. Cada dado corresponde a uma condição do projeto fatorial na Tabela 3 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

As mudanças em λ com a alteração de θ são produto do efeito combinado de R/h_{max} e θ ($I_{R/h \times \theta}$). Este resultado está em conformidade com a análise estatística de efeitos (BOX *et al.* 1989, BARROS NETO, SCARMINIO, e BRUNS, 1996), onde os efeitos médios de um fator devem ser analisados de forma independente apenas se não existir evidência do fator estudado interagir com outros fatores. Esta precaução é particularmente importante para os algoritmos baseados na curvas de indentação obtidos com diferentes geometrias de indentador, pois pode indicar que conclusões da avaliação do efeito dos defeitos de ponta numa geometria específica podem não ser extrapoláveis para indentadores com outros ângulos.

4.3.2 Função adimensional da etapa de carregamento

Os fatores (Y/E_r , n , R/h_{max} e θ) apresentaram efeitos estatisticamente significativos sobre Π_1 . Na Figura 21, mostra-se que, como reportado por Cheng e Cheng (1998a e 2004), Π_1 aumenta quando Y/E_r , θ , R/h_{max} ou n crescem. Adicionalmente, como reportado por Cheng e Cheng (1998c), a razão R/h_{max} tem um efeito menor, mas não desprezível, sobre o valor de Π_1 quando comparado com o intervalo de confiança obtido nos níveis baixos de carregamento. Todos os efeitos maiores que o intervalo de confiança (Tabela 10) podem ser visualizados no gráfico de distribuição normal dos efeitos (Figura 24), como pontos fora da linha reta. Os efeitos de interação obtidos para R/h_{max} e n sugerem que as avaliações sobre a

influência dos defeitos da ponta do indentador não devem ser extrapolados para a análise de materiais com propriedades mecânicas diferentes, sem considerar o efeito combinado entre os parâmetros de arredondamento e coeficiente de encruamento.

Figura 24 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_1 = P/E_r h^2$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

4.3.3 Nível de Pile-up ou sink-in

Os fatores estatisticamente significativos na resposta Π_2 foram Y/E_r , θ e n . Π_2 aumenta quando Y/E_r e n diminuem, e aumenta com incrementos de θ . Estas tendências são consistentes com o apresentado na literatura (CHENG e CHENG, 1998ab, BOLSHAKOV e PHARR, 1998; CHENG e CHENG 1998b; TALJAT e PHARR, 2004; CHOI, LEE e KWON, 2004; CASALS e ALCALÁ, 2005). Para as condições avaliadas, a razão R/h_{max} mostrou ter um efeito que pode ser desprezado. Na Figura 25 apresenta-se o gráfico de probabilidade normal dos efeitos para Π_2 , os quais incluem o efeito combinado de dois e três fatores. Neste caso, só os efeitos individuais de Y/E_r , n e θ encontram-se claramente separados da linha e, então, tem valores estatisticamente significativos. Mas os efeitos combinados de segunda e terceira ordem envolvendo a variável θ não devem ser desconsiderados, pois na figura, os efeitos $I_{Y/Exn\theta}$ e $I_{Y/Ex\theta}$ também se encontram separados da linha. Apesar dos dados da literatura sugerirem que o nível de *pile-up* pode apresentar uma dependência importante do efeito combinado de n e Y/E_r (Figura 11) para geometria fixa de indentador, o efeito combinando $I_{Y/Exn}$ não se mostrou estatisticamente

significativo, o que pode ser explicado pelos níveis dos dois fatores. Note que uma medida experimental para avaliar a significância dos efeitos em Π_2 não se encontra sempre disponível porque, em geral, a área de contato não é medida diretamente no ensaio de indentação instrumentada.

Figura 25 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_2 = h_c/h$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

4.3.4 Rigidez do contato

Todas as curvas de descarregamento obtidas das simulações foram ajustadas à Eq. 19. Foram usados como parâmetros de ajuste B , m e h_r e em todos os casos o valor mínimo de r^2 do ajuste foi maior que 0,99, com um mínimo de 10 pontos para cada ajuste. A inclinação inicial da curva de descarregamento (S) foi calculada como a derivada da carga P_u em relação ao deslocamento do indentador (Eq. 19) avaliada para $h = h_{max}$, usando os valores de B , m e h_r obtidos do ajuste dos dados.

Na Figura 21 apresenta-se o valor médio obtido para a função adimensional $\Pi_5 = S/E_r h_{max}$, com S calculado com 67% dos dados do descarregamento. Como reportado por Cheng e Cheng (1998a), Π_5 diminui quando Y/E_r e n aumentam. Os resultados também mostraram que a função adimensional Π_5 diminui quando θ aumenta. Os fatores adimensionais (Y/E_r , n , R/h_{max}) apresentaram um efeito estatisticamente significativo.

Quando as curvas de descarregamento obtidas das simulações foram ajustadas à Eq. 19. usando diferentes porcentagens da curva de descarregamento, os

resultados indicaram que S é dependente da porcentagem da curva usada no ajuste, como pode-se observar na Figura 26, onde se apresentam os resultados obtidos para quatro combinações de propriedades mecânicas.

Figura 26 – Evolução do valor da função adimensional $II_5 = S/E_r h_{max}$ com a porcentagem da curva de descarregamento considerada no ajuste dos dados à Eq. 19, $R/h_{max} = 1,354$, $h_{max} = 1,453 \mu\text{m}$, $E = 119,93 \text{ GPa}$ $\theta = 73,5^\circ$ (a) $n = 0,16$ (b) $n = 0,34$. (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

A variação de S com a porcentagem da curva de descarregamento foi reportado por Antunes, Menezes e Fernandes (2006), que indicaram que o valor calculado de S estabiliza-se quando a parcela considerada encontra-se entre 60% e 90%. Contrariando o reportado pelos autores, nos dados obtidos não se encontrou estabilização dos valores de S nessa faixa. Na Figura 26 apesar da variação do valor da função com a porcentagem da curva de descarregamento usada no ajuste, os valores obtidos são claramente diferentes entre materiais com propriedades mecânicas distintas. Com o objetivo de quantificar a intensidade deste efeito, a porcentagem da curva de carregamento foi considerada como fator e foram estabelecidos 40% e 70% como níveis deste fator. Neste caso, a magnitude do efeito sobre a função adimensional $II_5 = S/E_r h_{max}$ foi $I\% = 0,074$; com magnitude menor que o intervalo de confiança da variação experimental em qualquer nível de carregamento (Tabela 8). Este resultado indica que o efeito da porcentagem da curva de descarregamento ajustada não tem um efeito que possa ser diferenciado do erro experimental e, portanto, não é estatisticamente significativo no valor da função.

Na Figura 27 apresenta-se o gráfico de probabilidade normal para Π_5 , onde a porcentagem da curva é incluída como fator. Na figura, da mesma forma que na comparação com o intervalo de confiança experimental, a porcentagem não é significativa no valor da função. Também pode-se observar que os efeitos de interação entre fatores não são estatisticamente significativos.

Figura 27 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_5 = S/E_r h_{max}$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

Figura 28 – Evolução do valor da função adimensional $\Pi_6 = h_e/h_{max}$ com a porcentagem da curva de descarregamento considerada no ajuste dos dados à Eq. 19, $R/h_{max} = 1,354$, $h_{max} = 1,453 \mu\text{m}$, $E = 119,93 \text{ GPa}$ $\theta = 73,5^\circ$ (a) $n = 0,16$ (b) $n = 0,34$.

A função adimensional $\Pi_6 = h_e/h_{max}$, que também é representativa da inclinação inicial da curva de descarregamento, mostrou-se também influenciada pela porcentagem de dados usados no ajuste da curva ($I_\% = 6,7 \times 10^{-4}$), e também de

forma pouco significativa (Figura 28). Da mesma forma que para $\Pi_5 = S/E_r h_{max}$, na comparação com os intervalos de confiança experimentais só as propriedades mecânicas mostraram-se significativas. Entretanto, no gráfico de probabilidade normal mostraram-se estatisticamente significativos os efeitos combinados de Y/E_r com n e θ além da razão R/h_{max} (Figura 29). Este resultado indica que a função $\Pi_6 = h_e/h_{max}$ é mais sensível à mudança das variáveis, o que a faz mais apta para os algoritmos, sendo menos sensível ao ruído experimental.

Figura 29 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_6 = h_e/h_{max}$

4.3.5 Fator de correção da equação de Sneddon

Segundo Cheng (2004), para a indentação cônica com $\theta = 68^\circ$ e $\nu = 0,3$ o fator de correção β é independente dos valores de Y/E_r e n e tem valor igual a $1,085 \pm 0,025$. Na Figura 21, apresenta-se que o ângulo do indentador tem um efeito importante sobre o valor de β e que quando θ aumenta, β diminui, resultado coerente com o reportado por Hay, Bolshakov e Pharr (1999). Do resultado obtido das simulações, β se mostrou independente do valor de Y/E_r mas n mostrou um pequeno efeito (Tabela 10). Um efeito semelhante, de n sobre β , também foi observado por Bolshakov e Pharr (1998), para casos onde a variação de n causa variações importantes no nível de *pile-up* na indentação. Porém, os dados apresentados na Tabela 10 indicam que o efeito do coeficiente de encruamento (n) (-0,0034) é comparável ao efeito causado pelo fator não adimensional h_{max} (0,0053), e espera-se que os fatores não adimensionais não apresentem efeitos sobre as funções adimensionais obtidas da

análise dimensional. De fato, verificou-se que as mesmas não têm efeito sobre as outras funções adimensionais apresentadas (itens 4.3.1, 4.3.2, 4.3.3, 4.3.4, 4.3.6 e 4.3.7).

Dada a variação de S com a percentagem dos dados da curva de descarregamento usados no ajuste dos dados do descarregamento à Eq. 19, é importante analisar a dependência que β tem deste fator. Na Figura 30, apresenta-se β como uma função da percentagem de dados considerados, para quatro combinações de propriedades mecânicas. Na Figura 30, pode-se observar que as variações de β com a percentagem são maiores que as variações causadas por n ou Y/E_r . Sendo assim, análises experimentais para o cálculo de β poderiam ser difíceis de implementar, porque o erro experimental de S é grande e, adicionalmente, em análises experimentais os resultados estariam afetados adicionalmente pelo erro na determinação da área de contato.

Figura 30 – Evolução do valor da função adimensional $\Pi_g = \beta$ com a percentagem da curva de descarregamento considerada no ajuste dos dados à Eq. 19, $R/h_{max} = 1,354$, $h_{max} = 1,453 \mu m$, $E = 119,93 \text{ GPa}$ $\theta = 73,5^\circ$ (a) $n = 0,16$ (b) $n = 0,34$. (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

Duas análises foram conduzidas em termos dos gráficos de probabilidade normal dos efeitos para o fator de correção β (Figura 31). A primeira análise, Figura 31a, foi feita para um valor fixo (67%) da porcentagem da curva de descarregamento selecionada no ajuste dos dados. Neste caso, com exceção do efeito causado pelo ângulo, todos os efeitos foram tão pequenos que não podem ser diferenciados do erro experimental.

Por outro lado, quando a parcela da curva de descarregamento é incorporada como fator, uma melhor estimativa do erro é obtida, dado que, os efeitos de um fator adicional são incorporados ao gráfico de probabilidade normal. Neste caso, a porcentagem usada no ajuste do descarregamento e a profundidade máxima de indentação aparecem como significativas (Figura 31b). Este resultado invalida a função adimensional II_9 , dado que a validade da análise dimensional depende da independência das funções adimensionais das variáveis não adimensionais como h_{max} . Outra estratégia de análise tem que ser adotada para o estudo do fator de correção β .

Figura 31 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $II_9 = \beta$ (a) 67% da curva de descarregamento foi considerada na análise, (b) porcentagem da curva de descarregamento considerada como fator na análise (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

4.3.6 Razão entre a profundidade residual e máxima da indentação

Em geral, nas curvas experimentais de indentação o descarregamento é interrompido em um nível baixo de carga para, em uma etapa de manutenção da carga, avaliar os efeitos das oscilações térmicas (FENG e NGAN, 2002). É por isso que, tipicamente, a parte final da curva de descarregamento não está disponível na curva de indentação. Apesar desta interrupção, o valor de h_r pode ser obtido do ajuste da curva de descarregamento à Eq. 19. Novamente, assim como para todos os parâmetros obtidos após o ajuste dos dados, a percentagem da curva utilizada afeta o valor obtido, ($l_{\%}=0,0031$). Nas curvas P - h das simulações, considerando a razão h_r/h_{max} (Figura 32), assim como foi observado no parâmetro h_e/h_{max} (Figura 28), o efeito da porcentagem usada no ajuste é pequeno e muito menor ao que poderia ser causado pelo erro experimental em uma curva P - δ .

Figura 32 – Evolução do valor da função adimensional $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ com a percentagem da curva de descarregamento considerada no ajuste dos dados à Eq. 19, $R/h_{max} = 1,354$, $h_{max} = 1,453 \mu\text{m}$, $E = 119,93 \text{ GPa}$ $\theta = 73,5^\circ$ (a) $n = 0,16$ (b) $n = 0,34$. Resultado semelhante foi encontrado para as indentações Berkovich em Alcalá, Esque de-los-Ojos e Rodríguez (2009)

Para fazer uma análise dos dados das simulações consistente com aquele que é disponível nas curvas experimentais, 90% dos dados da curva de descarregamento foram usados no ajuste à Eq. 19, para obter o valor de h_r e calcular o valor da função adimensional $\Pi_4 = h_r/h_{max}$. Apesar da diferença em relação à forma na que foram apresentados os resultados em Rodriguez, Farias e Souza (2009), onde o valor de h_r foi obtido do ponto final da curva de descarregamento, as conclusões da análise, em

termos da magnitude dos efeitos de cada variável (Tabela 10 e Figura 33), mantiveram-se iguais.

Muito embora a função dimensional Π_4 dependa da variável adimensional R/h_r (Eq. 41), R/h_r não pode ser usada como fator no projeto fatorial, porque não é um valor que possa ser fixado como entrada nas simulações. Na Figura 21, apresenta-se que Π_4 diminui quando Y/E_r , n , θ e R/h_{max} aumentam. Na comparação com os intervalos de confiança experimentais, os efeitos de Y/E_r , θ e n se mostraram estatisticamente significativos. Do gráfico de probabilidade normal, apresentado na Figura 33, além de Y/E_r , θ e n , se mostraram estatisticamente significativos os efeitos de interação $Y/E_r \times \theta$ e $Y/E_r \times n$. O efeito de R/h_{max} não pôde ser diferenciado do erro experimental, nem na comparação com a variação experimental nem no gráfico de probabilidade.

Figura 33 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

4.3.7 Razão entre o trabalho plástico e o trabalho total

Na comparação com os intervalos de confiança experimentais, efeitos estatisticamente significativos foram encontrados para Y/E_r , θ e n . Do gráfico de probabilidade normal (Figura 34), além de Y/E_r , θ e n , foram encontrados como estatisticamente significativos os efeitos de interação $Y/E_r \times \theta$ e $Y/E_r \times n$. Como reportaram Cheng e Cheng 1998d, Π_7 diminui quando Y/E_r e n aumentam e diminui quando θ aumenta. Para as condições avaliadas, a razão R/h_{max} apresentou um

efeito desprezível. Este resultado sugere que algoritmos baseados na razão entre os trabalhos plástico e total da curva de indentação poderiam ser menos susceptíveis a erros causados pelos defeitos de ponta do indentador.

Na comparação das Figura 33 e 34 observa-se que as funções adimensionais Π_4 e $\Pi_7 = W_p/W_T$ têm comportamentos muito semelhantes, apesar da função adimensional Π_7 considerar carregamento e descarregamento. Dao *et al.* (2001) apresentaram uma relação direta entre os valores obtidos destas duas funções adimensionais.

Figura 34 – Gráfico normal dos efeitos de primeira, segunda e terceira ordem para $\Pi_7 = W_p/W_T$ (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009b)

4.4 INDENTADOR CÔNICO EQUIVALENTE

4.4.1 Algoritmo direto

Simulações da indentação cônica foram realizadas para 118 combinações das propriedades adimensionais Y/E_r , n e razão R/h_{max} , usando o modelo por elementos finitos descrito no item 3.1.1.1. Nas simulações, a razão R/h_{max} foi variada entre 0,045 e 1,7, e o semi-ângulo de indentador foi mantido fixo em 70,3°. Note-se que a faixa escolhida da razão R/h_{max} corresponde a um cone com imperfeição de ponta,

na qual a parte final do contato entre o indentador e a amostra sempre acontece na zona cônica do mesmo, e a indentação esférica ($R/h_{max} > 17,08^v$) não é incluída. Os valores da razão R/h_{max} foram restringidos na faixa onde o efeito do raio é geralmente desprezado e, por este motivo, constitui-se como possível fonte de erro nas estimativas dos algoritmos propostos. As propriedades mecânicas do material indentado foram variadas nas seguintes faixas: razão Y/E_r desde 0,0002 a 0,0924 e n de 0 a 0,5.

As relações matemáticas das funções Π_1 , Π_2 , Π_5 e Π_7 calculadas nestas condições são apresentadas nas Eq. 52, 53, 54 e 55, respectivamente, e os coeficientes das mesmas encontram-se na Tabela 11. As relações matemáticas das funções adimensionais $\Pi_1 = P/E_r h^2$, $\Pi_2 = h_c/h_{max}$, $\Pi_5 = S/E_r h_{max}$, e $\Pi_7 = W_p/W_T$ foram obtidas pelo método dos mínimos quadrados. A significância estatística dos coeficientes foi determinada por meio da análise de variância (ANOVA) para 95% de confiança.

A forma das relações matemáticas das Eqs. 52 a 55 correspondem a formas convenientes. Equações envolvendo $\log(Y/E_r)$ na forma das funções adimensionais foram apresentados por Dao *et al.* (2001), mas qualquer outra forma de ajuste dos dados poderia ter sido utilizada.

$$\begin{aligned} \Pi_1 = \frac{P}{E_r h^2} = & b_1 + b_2 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) + b_3 \frac{R}{h} + b_4 \cdot n + b_5 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^2 + b_6 \left(\frac{R}{h}\right)^2 + b_7 \cdot n^2 \\ & + b_8 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^3 + b_9 \left(\frac{R}{h}\right)^3 + b_{10} n^3 + b_{11} \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) \frac{R}{h} + b_{12} \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) \cdot n \\ & + b_{13} \cdot n \frac{R}{h} + b_{14} \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^2 \cdot n + b_{15} \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^3 \cdot n \end{aligned} \quad (52)$$

^v Da geometria do indentador cônico arredondado (Figura 13) tem-se que a profundidade do ponto de tangência h_t entre a zona esférica e a cônica é $h_t = R(1 - \sin\theta)$. Para $\theta = 70,3^\circ$ $h_t = R/17,08$.

$$\begin{aligned}\Pi_2 = \frac{h_c}{h} = & b_1 + b_2 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) + b_3 \cdot \frac{R}{h} + b_4 \cdot n + b_5 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^2 \\ & + b_6 \cdot n^2 + b_7 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) \cdot \frac{R}{h} + b_8 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) \cdot n\end{aligned}\quad (53)$$

$$\begin{aligned}\Pi_5 = \frac{S}{E_r h_{\max}} = & b_1 + b_2 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) + b_3 \frac{R}{h_{\max}} + b_4 n + b_5 \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^2 + b_6 \left(\frac{R}{h_{\max}}\right)^2 \\ & + b_7 n^2 + b_8 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) \frac{R}{h_{\max}} + b_9 \frac{R}{h_{\max}} n + b_{10} \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) n\end{aligned}\quad (54)$$

$$\begin{aligned}\Pi_7 = \frac{W_p}{W_t} = & b_1 + b_2 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) + b_3 \cdot n + b_4 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^2 + b_5 n^2 + b_6 \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) n \\ & + b_7 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^3 + b_8 \cdot n^3 + b_9 \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right)^2 n + b_{10} \cdot \log\left(\frac{Y}{E_r}\right) n^2\end{aligned}\quad (55)$$

Tabela 11 – Coeficientes estimados das funções adimensionais Π

Coeficiente	Π_1	Π_2	Π_5	Π_7
b_1	3,8672	0,2705	1,2228	-0,9069
b_2	0,9541	-0,2027	-1,3702	-0,6485
b_3	0,2354	0,0339	0,1554	0,1015
b_4	-4,1043	0,1287	1,2211	-0,0711
b_5	0,0502	-0,0107	-0,0745	-0,3502
b_6	-0,0077	0,2020	0,1943	0,1635
b_7	0,1016	0,0051	0,7541	-0,0025
b_8	-0,0013	0,1292	0,0243	-0,8260
b_9	0,0015	-	-0,1823	0,0167
b_{10}	0,7722	-	0,8183	-0,1087
b_{11}	0,0317	-	-	-
b_{12}	-2,2619	-	-	-
b_{13}	0,0986	-	-	-
b_{14}	-0,3297	-	-	-
b_{15}	-0,0137	-	-	-

A relação matemática obtida para o expoente da curva de carregamento λ é apresentado na Eq. 56. Uma relação linear foi ajustada aos dados das simulações, o que resultou em um erro máximo de 6%

$$\lambda = 2 - 0,1670 \cdot \frac{R}{h_{\max}} \quad (56)$$

4.4.2 Efeito do arredondamento da ponta

Na Figura 35 apresentam-se os dados correspondentes às 118 combinações simuladas, em termos da correlação entre R/h_{max} e λ . Como se tinha concluído na análise dos dados do projeto fatorial, o expoente da curva de carregamento de indentação é independente das propriedades mecânicas do material indentado (variações menores que 0,8% foram encontradas por causa das propriedades mecânicas). Adicionalmente, o valor de λ tende a 2 quando a razão R/h_{max} tende a zero e pode ser expresso como uma função linear da razão R/h_{max} para a indentação cônica (Eq. 56) para valores da razão $R/h_{max} < 1,7$.

Figura 35 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre o expoente λ da curva de carregamento, (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)

Utilizando a Eq. 56 e os dados experimentais de λ e δ_{max} dos EII com indentador tipo Vickers para os materiais AISI 1006, AISI 1080 e TD-8 (Tabela 6) o valor de R para o indentador Vickers foi calculado para cada grupo de curvas (material/carregamento máximo). Isto é, 11 valores foram obtidos para R , sendo que a média e o intervalo de confiança com 95% de segurança obtido do cálculo foram $1,855 \pm 0,070 \mu\text{m}$. Da mesma forma, dos dados dos EII para os materiais indentados com o indentador tipo Berkovich, Al2098-T8, Aço martensítico e Cobre puro, R foi estimado em $0,530 \pm 0,279 \mu\text{m}$. Dada a amplitude do intervalo de confiança das estimativas de R para este indentador e os baixos valores da razão R/δ_{max} nos experimentos usando o indentador Berkovich, este último foi considerado sem arredondamento de ponta ($R = 0$) nas análises posteriores.

No caso do indentador Vickers, imagens de microscopia eletrônica de varredura foram usadas por Meza *et al.* (2007) para fazer uma medição direta do raio da ponta do indentador Vickers montado no equipamento Fischerscope do Laboratório de Fenômenos de Superfície. Nesse caso o raio foi estimado como 1,33 μm . As diferenças do valor calculado usando a Eq. 56 com relação ao valor medido da imagem podem ser explicadas pelo tempo decorrido entre as medidas deste trabalho e as de Meza, pelas diferenças entre o indentador piramidal e o cônico equivalente, e/ou pelas deformações do indentador sob carregamento, dado que o expoente da curva de carregamento é dependente do ângulo do indentador (Figura 23) e o indentador deformado sob carregamento pode exibir um ângulo ligeiramente diferente do ângulo nominal do contato, como vai ser discutido no item 4.8

Figura 36 – Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da ponta do indentador Vickers, adaptado de MEZA *et al.* (2007)

Na Figura 37 apresentam-se as mudanças da função adimensional Π_1 com a razão R/h_{max} , a razão Y/E , e o coeficiente de encruamento n . Note que no caso do indentador rígido e considerando ν fixo, as razões Y/E e Y/E_r são proporcionais e a razão Y/E_r toma valores iguais a 0,0910, 0,0091 e 0,0009 enquanto a razão Y/E tem valores iguais a 0,1, 0,01 e 0,001 respectivamente.

Na Figura 37, a variação da função Π_1 com R/h_{max} é pequena e, consistente com os efeitos para essa variável apresentados no Item 4.3.2, é menor que as variações causadas pela razão Y/E e n . Contudo, os efeitos da razão R/h_{max} podem ser

confundidos com o efeito do coeficiente de encruamento (n), dado que um aumento no valor dessas duas variáveis, n e R/h_{max} , causam aumento do valor da função Π_1 . Este tipo de confusão é mais provável para valores grandes da razão Y/E . Como pode-se observar na Figura 37, para $Y/E = 0,1$ a variação de Π_1 causada pelo aumento da razão R/h_{max} de 0,02 a 0,5 é equivalente à variação causada pelo aumento de n de 0 a 0,5. A variação causada por aumentar a razão R/h_{max} de 0,02 a 1, nos dados na figura, representa entre 11,06% e 13,34% no valor da função^{vi}.

Figura 37 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional de carregamento Π_1 , resultado apresentado em Rodríguez, Farías e Souza (2009a) na forma da variação de P_{max}

Na Figura 38 apresenta-se a variação da função adimensional Π_5 com a razão R/h_{max} , a razão Y/E e n . Para os materiais com razão $Y/E = 0,1$, a variação causada por aumentar R/h_{max} de 0,02 a 1 é de 6,07%, 2,2 vezes a variação causada pela mudança de n de 0 a 0,5. A variação causada pelo arredondamento da ponta do indentador, ao redor de 6% no valor de Π_5 , pode ser confundida com aquela causada por Y/E e n . Apesar da variação na função Π_5 com R/h_{max} parecer pequena (6%), variações de Π_5 menores (2% e 4%) têm sido reportadas como suficientes para impedir a obtenção das propriedades mecânicas com base no algoritmo inverso

^{vi} A porcentagem de variação das funções adimensionais por efeito da variação da razão R/h_{max} foi calculada como $[\Pi(R/h_{max}=1) - \Pi(R/h_{max}=0,02)] \times 100 / \Pi(R/h_{max}=0,02)$

de Dao *et al.* (2001). Portanto, mesmo quando R/h_{max} é menor que 1, é possível que a inclusão de R/h_{max} como variável nos algoritmos reduza o erro na estimativa das propriedades mecânicas.

Figura 38 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional de descarregamento Π_5 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)

Figura 39 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional de descarregamento Π_6

A Figura 39 apresenta o efeito de R/h_{max} sobre a função adimensional $\Pi_6 = h_e/h_{max}$. Apesar da função Π_6 também ser representativa da inclinação da curva de descarregamento, a mesma apresenta-se muito menos sensível a variações causadas pelos incrementos da razão R/h_{max} . Nos dados apresentados na Figura 39 as variações de R/h_{max} de 0,02 a 1 causam variações menores que 0,5% no valor de

Π_6 nos materiais com $Y/E_r = 0,001$, menores que 1,7% para materiais com $Y/E_r = 0,01$, e menores que 5% para materiais com $Y/E_r = 0,1$.

A diferença entre o comportamento das funções adimensionais Π_5 e Π_6 com R/h_{max} também tinha sido observada na análise dos efeitos para estas duas funções (Item 4.3.4, Figura 27 e 29). Naquele caso, o efeito de R/h_{max} sobre a função Π_6 foi menor que os efeitos de segunda ordem $I_{Y/Ex\theta}$ e $I_{Y/Exn}$, enquanto que no caso da função Π_5 o efeito de R/h_{max} foi comparável ao efeitos das propriedades adimensionais Y/E_r e n . Isto pode ser explicado pelo fato de que tanto S quanto P_{max} aumentam por causa do arredondamento da ponta do indentador e porque parte desta variação é compensada no cálculo da razão h_c/h_{max} . Como pode-se concluir da comparação das Figura 38 e 39, as diferenças entre os materiais são mais evidentes na função Π_6 que na função Π_5 , e os incrementos nos valores de Π_6 , pela variação da razão R/h_{max} , são muito menores que aqueles causados pela variação das propriedades mecânicas.

Figura 40 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre o a função adimensional de contato Π_2 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)

Na Figura 40, apresentam-se resultados para o nível de *pile-up* e *sink-in*, quantificado pela razão h_c/h_{max} . Na figura, apresenta-se a variação desta função com R/h_{max} , Y/E e n . Para o material apresentando *pile-up* ($Y/E = 0,001$ e $n = 0$) o incremento da razão R/h_{max} produz um pequeno aumento em h_c/h_{max} , 1,6%. Entretanto, nos materiais exibindo *sink-in* ($h_c/h_{max} < 1$) o incremento na razão R/h_{max} produz uma pequena diminuição no valor de h_c/h_{max} , entre 0,5% e 3%.

Nas curvas $P-h$ obtidas nas simulações, observou-se uma complexa variação do fator de correção da equação de Sneddon β com a razão R/h_{max} , para as diferentes combinações de propriedades mecânicas. O valor de β obtido não é constante, tendo sido encontrados valores entre 1,07 e 1,13. Porém, ao contrário do reportado por Meza, Abbes e Troyon (2008), que encontraram aumento de β com a razão R/h_{max} para materiais elásticos, nos dados obtidos não se encontrou uma tendência semelhante. Na Figura 41 apresentam-se exemplos dos valores obtidos para β , para diferentes combinações de propriedades mecânicas. Na figura, observa-se que β pode aumentar ou diminuir com o aumento da razão R/h_{max} , dependendo da razão Y/E e do coeficiente de encruamento (n).

Figura 41 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre o fator de correção da equação de Sneddon β (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)

Na faixa de propriedades mecânicas analisadas, que é maior que aquela que foi usada no cálculo dos efeitos (item 4.3), o efeito do arredondamento da ponta sobre a função adimensional $\Pi_7 = W_p/W_t$ também foi pequena. Na Figura 42, apresentam-se exemplos da variação para diferentes combinações de propriedades mecânicas. A variação de Π_7 quando a razão R/h_{max} é aumentada de 0,2 a 1 é menor que 1,5%.

Na Figura 43 apresenta-se a variação da função $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ com R/h_{max} , Y/E e n . A variação de Π_4 com R/h_{max} é menor quando a razão Y/E é pequena (até 0,62% para $Y/E = 0,001$ e até 2,53% para $Y/E = 0,01$), e aumenta para valores altos de Y/E , e n , alcançando 19,57% para $Y/E = 0,1$ e $n = 0,5$. Isso explica porque o efeito de R/h_{max} não se mostrou estatisticamente significativo na análise de efeitos (item 4.3),

dados que naqueles casos de variação da razão Y/E corresponde a níveis relativamente baixos.

Figura 42 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional Π_7 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)

Figura 43 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a função adimensional Π_4 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)

Embora os materiais metálicos apresentem tipicamente razão Y/E menor que 0,01 (ASHBY; 2005), variações na razão $h_r/h_{\max}$ menores que 1% têm efeito importante nas propriedades mecânicas calculadas do algoritmo inverso desenvolvido por Casals e Alcalá (2005) onde o efeito do arredondamento da ponta do indentador é desconsiderado. Então, é possível esperar perda da exatidão nos resultados obtidos baseados em algoritmos que utilizam a razão $h_r/h_{\max}$ no cálculo, mesmo quando a

razão R/h_{max} é menor que 1, especialmente quando o material apresenta um comportamento elástico predominante (valores pequenos de h_r/h_{max}).

Uma relação entre h_r/h_{max} e W_p/W_t foi apresentada por Dao *et al.* (2001), para indentadores pontiagudos e o algoritmo dos autores usa a relação obtida para calcular a razão W_p/W_t usando h_r/h_{max} . Como apresenta-se na Figura 44, um aumento da razão R/h_{max} diminui as diferenças entre as razões h_r/h_{max} e W_p/W_t .

Figura 44 – Relação entre as funções adimensionais Π_4 e Π_7 (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)

Figura 45 – Efeito do arredondamento da ponta do indentador sobre a dureza (RODRÍGUEZ, FARIAS e SOUZA, 2009a)

A Figura 45 apresenta o efeito do arredondamento sobre a dureza. Diferente de quando a razão R/h_{max} é muito maior que um, onde a dureza é consideravelmente afetada pelas imperfeições da ponta (CHEN, ZHANG e CHENG, 2007; MA, ONG e

ZHANG, 2008), a variação da dureza é pequena (entre -1,17% e 1,91%) quando R/h_{max} é menor que 1 (Figura 45).

Um melhor entendimento do efeito do arredondamento da ponta na resposta ao contato de sólidos elasto-plásticos pode ser obtido da comparação da pressão de contato $p(r)$ para diferentes raios de ponta (Figura 46 a 48). Os resultados das simulações mostraram que quando a razão Y/E e n aumentam, p gradualmente atinge valores grandes de tensão e a distribuição da pressão tende a ser menos plana. Distribuições de contato similares foram obtidas nas simulações considerando raios diferentes e as mesmas propriedades mecânicas, com exceção do centro da indentação ($r = 0$) onde se observa uma diminuição da pressão quando o raio da ponta do indentador R aumenta. Diferenças na pressão de contato foram também observadas na borda da indentação, onde maiores raios de ponta resultaram em maiores raios de contato, o que explica as pequenas diferenças no valor de dureza, dado que, com o aumento da razão R/h_{max} tanto P_{max} quanto o raio de contato aumentaram.

A diminuição da pressão de contato para $r = 0$ é produzida pelo efeito do raio da ponta e pelo atrito no contato. Mata e Alcalá (2004) encontraram diminuições similares da pressão de contato para $r = 0$ quando o coeficiente de atrito no contato foi aumentado. Deste resultado, seria possível esperar interação entre o efeito causado pelo atrito e o arredondamento da ponta do indentador.

Figura 46 – Distribuição da pressão de contato na indentação cônica de materiais com $Y/E = 0,001$

Figura 47 – Distribuição da pressão de contato na indentação cônica de materiais com $Y/E = 0,01$

Figura 48 – Distribuição da pressão de contato na indentação cônica de materiais com $Y/E = 0,1$

A utilização da Eq. 20, proposta por Oliver e Pharr (1992), permite calcular a profundidade de contato h_c . Uma vez estimado h_c , as Eqs. 17, 21 e 4 permitem o cálculo de dureza e módulo elástico pela metodologia de Oliver e Pharr. Na Figura 49, apresentam-se as razões E_{OP}/E , H_{OP}/H e h_{cOP}/h_c entre as quantidades calculadas com a metodologia de Oliver e Pharr e as obtidas das simulações por elementos finitos. Para os valores obtidos por Oliver e Pharr, usaram-se $\gamma = 0,72$ (OLIVER e PHARR, 1992) e $\beta = 1,067$ (OLIVER e PHARR, 2004). A Eq. 20 é capaz de acompanhar a variação de h_c com R/h_{max} por meio da variação de S com R/h_{max} ,

mas erros de $-18,9\%$ a $14,0\%$ em h_c foram obtidos. O erro no cálculo da dureza pelo método de Oliver e Pharr variou de $-21,7\%$ a $49,3\%$ e, para o cálculo do módulo elástico, de $-9,0\%$ a $27,1\%$. A Figura 49 indica que as razões diminuem quando a razão Y/E aumenta. Da comparação com os dados de *pile-up* ou *sink-in* (Figura 40) observa-se que as discrepâncias ocorrem principalmente com a formação de *pile-up* ($n = 0$ e $Y/E = 0,001$), o que tem sido amplamente reportado na literatura (BOLSHAKOV e PHARR, 1998; CHENG e CHENG, 1998). Adicionalmente a Figura 49 mostra que diferenças podem ocorrer mesmo nos casos que exibem *sink-in*.

Figura 49 – Razão entre os valores de entrada e os obtidos das simulações por elementos finitos em relação aos estimados pela metodologia de Oliver e Pharr (1992), para módulo elástico, dureza e profundidade de contato ($\circ n = 0$, $\square n = 0,25$, $\triangle n = 0,5$)

Na Figura 50, apresentam-se as comparações entre o valor calculado para a razão h_c/h_{max} de Oliver e Pharr (1992) e a calculada com a função Π_2 . Observa-se que boa concordância foi obtida quando o comportamento do material leva à formação de *sink-in* ($h_c/h_{max} < 1$), onde a metodologia de Oliver e Pharr proporciona uma boa estimativa, e desvios de até 17% são observados quando o comportamento é de *pile-up* ($h_c/h_{max} > 1$).

Figura 50 – Comparação da razão h_c/h_{max} obtida com a função II_2 (Eq. 53) e a obtida com a Eq. 20 de Oliver e Pharr (1992)

4.4.3 Verificação do algoritmo direto

O algoritmo direto permite a obtenção das curvas $P-h$ do ensaio de indentação instrumentada, tendo como entrada as propriedades mecânicas de materiais elasto-plásticos. Este algoritmo direto, constituído pelas funções adimensionais II e pelo expoente da curva de carregamento λ é apresentado na Figura 51.

A fim de verificar a precisão do algoritmo proposto, foram obtidos os valores das funções adimensionais para as propriedades mecânicas dos materiais da Tabela 2. O cobre não foi incluído porque a razão Y/E_r deste material encontra-se fora da faixa para a qual as funções adimensionais foram ajustadas.

Figura 51 – Diagrama do algoritmo direto para indentação com cone ($\theta = 70,3^\circ$) com raio de ponta R

Tabela 12 – Resultados obtidos com o algoritmo direto, juntamente com a porcentagem de erro em relação aos valores médios experimentais apresentados na Tabela 7

Material/ Indentador	h_{max}	$\Pi_1 = P_{max}/E_r h_{max}^2$	Erro (Π_1)	$\Pi_2 = h_c/h_{max}$	$\Pi_5 = S/E_r h_{max}$	Erro (Π_5)	$\Pi_7 = W_p/W_T$	Erro (Π_7)
AISI 1006/ Vickers ($R=1,855 \mu m$)	0,954	0,254	5%	1,006	6,886	15%	0,945	1%
	1,074	0,248	3%	1,007	6,741	14%	0,946	1%
	1,177	0,243	2%	1,007	6,650	12%	0,946	1%
	1,280	0,239	2%	1,007	6,581	11%	0,946	1%
AISI 1080/ Vickers ($R=1,855 \mu m$)	0,872	0,303	10%	1,019	7,103	27%	0,940	2%
	1,000	0,293	12%	1,019	6,900	22%	0,940	2%
	1,115	0,287	13%	1,018	6,775	21%	0,940	1%
	1,171	0,284	6%	1,018	6,728	21%	0,940	2%
TD-8/ Vickers ($R=1,855 \mu m$)	2,275	0,358	16%	0,986	6,195	-23%	0,914	-2%
	2,736	0,351	-1%	0,986	6,160	2%	0,914	2%
	3,947	0,340	0%	0,985	6,119	-6%	0,914	1%
Al2098-T8/ Berkovich ($R=0$)	12,959	0,556	-15%	0,974	5,982	-2%	0,847	1%
Aço martensítico/ Berkovich ($R=0$)	1,659	0,831	-22%	0,921	5,613	-10%	0,749	-1%
	5,486	0,831	-20%	0,921	5,613	-25%	0,749	-4%
	5,909	0,831	-20%	0,921	5,613	-25%	0,749	-4%
	4,898	0,831	-21%	0,921	5,613	-24%	0,749	-4%

*Erro = $(\Pi_{dir} - \Pi_{exp}) \times 100 / \Pi_{exp}$

Uma boa concordância foi obtida entre os resultados experimentais (Tabela 7) e os obtidos do algoritmo direto para a função adimensional Π_7 (Tabela 12). Por outro lado, o mesmo não ocorreu para as funções adimensionais Π_1 e Π_5 . Nestes casos as diferenças foram apreciáveis, mesmo considerando os extremos dos intervalos de confiança destas funções. A função que apresentou maior erro foi a função Π_5 , que

envolve a inclinação da curva de descarregamento (S). Os materiais testados usando indentador tipo Berkovich (Al-2098 T-8 e Aço martensítico) apresentaram maior erro que os materiais testados com indentador Vickers. Os desvios encontrados podem ter origem nas diferenças entre a resposta à indentação piramidal e a indentação cônica, que são maiores para o indentador Berkovich que para o Vickers (SAKHAROVA *et al*, 2009). Outro fator que pode ter contribuído ao erro é o valor usado para o raio da ponta dos indentadores ($R = 0$ foi considerado no caso do indentador Berkovich).

4.5 INDENTADORES PIRAMIDAIIS BERKOVICH E VICKERS

4.5.1 Algoritmo direto

Simulações da indentação Berkovich foram realizadas para 170 combinações de propriedades adimensionais Y/E_r e n , usando o modelo por elementos finitos 3D descrito no item 3.1.2.1, considerando o contato entre indentador-amostra sem atrito ($\mu = 0$) e geometria sem defeitos ($R = 0$). As propriedades mecânicas do material indentado foram variadas nas seguintes faixas: razão Y/E_r de $3,64 \times 10^{-6}$ a 0,05 e coeficiente de encruamento (n) de 0 a 0,52.

Figura 52 – Relação entre a função adimensional $\Pi_1 = P/E_r h^2$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu=0$ e $R/h_{max}=0$

Os valores das funções adimensionais Π_1 , α , Π_4 , Π_5 , Π_6 e Π_7 são apresentadas nas Figura 52 a 57.

Os dados obtidos das simulações por elementos finitos para as funções adimensionais Π_4 e Π_7 foram ajustadas às Eq. 57 e 58, com um erro máximo de 0,53% e 0,29%, respectivamente. Os coeficientes das funções adimensionais são apresentados na Tabela 13. A forma das Eq. 57 e 58 é a que melhor ajustou os dados obtidos das simulações. Outras formas como as apresentadas por Dao *et al.* (2001), foram testadas, mas mostraram-se menos eficientes no ajuste dos dados. A significância estatística dos coeficientes foi determinada por meio da análise de variância (ANOVA) para 95% de confiança.

$$\Pi_4 = \frac{h_r}{h_{\max}} = \left\{ c_1 - \left[(c_{10} + c_{11}n + c_{12}n^2 + c_{13}n^3) \frac{Y}{E_r} \right]^{\frac{1}{(c_6 + c_7n + c_8n^2 + c_9n^3)}} \right\}^{\frac{1}{(c_2 + c_3n + c_4n^2 + c_5n^3)}} \quad (57)$$

$$\Pi_7 = \frac{W_p}{W_t} = \left\{ c_1 - \left[(c_{10} + c_{11}n + c_{12}n^2 + c_{13}n^3) \frac{Y}{E_r} \right]^{\frac{1}{(c_6 + c_7n + c_8n^2 + c_9n^3)}} \right\}^{\frac{1}{(c_2 + c_3n + c_4n^2 + c_5n^3)}} \quad (58)$$

Figura 53 – Relação entre o nível de *pile-up* ou *sink-in* α e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{\max} = 0$

Figura 54 – Relação entre a função adimensional $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$

Figura 55 – Relação entre a função adimensional $\Pi_5 = S/E_r h$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$.

Figura 56 – Relação entre a função adimensional $\Pi_6 = h_e/h_{max}$ e as propriedades mecânicas do material indentado para o indentador Berkovich e $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$.

Figura 57 – Relação entre a função adimensional $\Pi_7 = W_p/W_t$ e as propriedades mecânicas do material indented para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$.

Como foi discutido no Item 4.1, as funções adimensionais Π_1 e Π_6 podem ser apresentadas convenientemente como funções da razão h_r/h_{max} e n , por meio de funções paramétricas Ξ_2 (Figura 58) e Ξ_3 (Figura 59). Da mesma forma, α também pode ser apresentado como uma função paramétrica Ξ_4 da razão h_r/h_{max} e n (Figura 60). As equações que proporcionaram o melhor ajuste das relações paramétricas são apresentadas nas Eqs. 59 a 61 e os coeficientes das mesmas são apresentados na Tabela 13. As funções Ξ_2 , Ξ_3 e Ξ_4 foram ajustadas aos dados obtidos nas simulações, resultando em resíduos máximos de 0,0126, 0,0052 e 0,0625, respectivamente.

$$\Xi_2 = \frac{P}{E_r h^2} = \left[\left(c_9 - \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^{(c_1 + c_2 n + c_3 n^2 + c_4 n^3)} \right)^{(c_5 + c_6 n + c_7 n^2 + c_8 n^3)} \right] / c_{10} \quad (59)$$

$$\Xi_4 = \alpha = (c_1 + c_2 n + c_3 n^2 + c_4 n^3) + (c_5 + c_6 n + c_7 n^2 + c_8 n^3) \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^{(c_9 + c_{10} n + c_{11} n^2 + c_{12} n^3)} \quad (60)$$

$$\begin{aligned} \Xi_3 = \frac{h_e}{h_{max}} = & c_1 + c_2 n + c_3 \frac{h_r}{h_{max}} + c_4 n \frac{h_r}{h_{max}} + c_5 n^2 + c_6 \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^2 + c_7 n^2 \frac{h_r}{h_{max}} + c_8 \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^2 n \\ & + c_9 n^3 + c_{10} \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^3 + c_{11} n^2 \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^2 + c_{12} n \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^3 + c_{13} n^3 \frac{h_r}{h_{max}} + c_{14} \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^4 + c_{15} n^4 \end{aligned} \quad (61)$$

Figura 58 – Relação entre a função paramétrica $\Xi_2 = P/E_r h^2$, a razão h_r/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$.

Figura 59 – Relação entre a função paramétrica $\Xi_3 = h_e/h_{max}$, a razão h_r/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$, (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,a)

Figura 60 – Relação entre $\Xi_4 = \alpha$ a razão h_r/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$

Tabela 13 – Coeficientes das Eqs. 57 a 61 para indentação Berkovich, $\mu=0$

Coeficiente	$\Pi_4=h_r/h_{max}$ (Eq. 57)	$\Pi_7=W_o/W_t$ (Eq.58)	$\varepsilon_2=P/E_r h^2$ (Eq.59)	$\varepsilon_4=\alpha$ (Eq. 60)	$\varepsilon_3=h_o/h_{max}$ (Eq. 61)
c_1	1,0125	1,0042	2,5733	0,4496	0,5309
c_2	0,5303	0,2321	-0,4977	0,0691	-0,0175
c_3	-0,0734	0,1254	0,8991	0,8027	-0,3260
c_4	2,3563	0,8436	-2,4370	-2,3969	0,3841
c_5	-3,6572	-1,3076	0,9155	1,1673	-0,1629
c_6	1,4686	1,3141	0,0421	-2,0821	1,4200
c_7	0,9874	0,8798	0,5700	0,2425	0,5498
c_8	-1,3902	0,1400	-0,9103	2,3637	-0,8149
c_9	5,6795	2,4135	0,9964	3,6065	0,1216
c_{10}	2,6694	1,8290	0,4922	-1,0819	-0,8069
c_{11}	-1,5648	0,0773		-6,5738	-0,3116
c_{12}	25,2787	8,8602		0,3495	0,4352
c_{13}	-41,1027	-15,0810			-0,2720
c_{14}					0,1828
c_{15}					0,0799

Baseado na Eq. 57 da função adimensional Π_4 ajustada considerando os dados das simulações com indentador Berkovich, obtiveram-se os valores da razão Y/E_r dos materiais que apresentam curvas de indentação com razão h_r/h_{max} entre 0,6 e 1 (a cada 0,05) e valores de n entre 0 e 0,5 (a cada 0,1). As 54 combinações obtidas foram simuladas para o caso Vickers e das curvas $P-h$ obtidas ajustaram-se os coeficientes das Eq. 57 a 61 para o indentador Vickers. Neste caso, considerou-se o efeito do coeficiente de atrito indentador/amostra (μ) para o qual consideraram-se os valores 0 ou 0,1. Os coeficientes do ajuste das equações estão apresentados para $\mu=0$ e $\mu=0,1$ nas Tabela 14 e 15, respectivamente.

Tabela 14 – Coeficientes das Eqs. 57 a 61 para indentação Vickers, $\mu=0$

Coeficiente	$\Pi_4=h_r/h_{max}$ (Eq. 57)	$\Pi_7=W_o/W_t$ (Eq.58)	$\varepsilon_2=P/E_r h^2$ (Eq.59)	$\varepsilon_4=\alpha$ (Eq. 60)	$\varepsilon_3=h_o/h_{max}$ (Eq. 61)
c_1	1,0030	1,0014	3,0435	0,5575	-0,0251
c_2	0,2786	0,1089	-0,7489	-0,6714	-0,6945
c_3	0,2063	0,1255	0,2878	2,0124	3,0196
c_4	1,6684	1,7454	-1,3978	-2,8614	3,3257
c_5	-2,4389	-2,4921	0,9632	1,1223	-0,4191
c_6	1,3370	1,2486	0,0045	-2,0287	-6,0161
c_7	0,6312	0,7466	0,2836	1,6418	0,9800
c_8	0,8148	0,6807	-0,3225	-0,1034	-4,8003
c_9	1,8829	2,0154	0,9984	4,8653	0,1826
c_{10}	1,4193	0,8688	0,5372	-10,9981	6,3112
c_{11}	0,9481	0,3446		17,3985	-0,4407
c_{12}	10,1651	15,4286		-19,1171	2,1421
c_{13}	-16,0632	-24,7935			-0,3589
c_{14}					-2,2887
c_{15}					0,0707

Tabela 15 – Coeficientes das Eq. 57 a 61 para indentação Vickers e $\mu=0,1$

Coeficiente	$\Pi_4=h_r/h_{max}$ (Eq. 57)	$\Pi_7=W_p/W_t$ (Eq.58)	$\Xi_2=P/E_r h^2$ (Eq.59)	$\Xi_4=\alpha$ (Eq. 60)	$\Xi_3=h_e/h_{max}$ (Eq. 61)
c_1	1,0023	1,0017	2,8508	0,5922	0,4212
c_2	0,2654	0,1444	-0,5312	-0,9906	-0,6296
c_3	-0,1567	-0,0200	-0,4216	2,6932	0,6481
c_4	2,3543	1,9988	-0,3550	-3,0701	2,9707
c_5	-2,7029	-2,7818	0,9620	0,9966	-0,2884
c_6	1,3286	1,2675	0,0396	-1,6532	-1,2780
c_7	0,6782	0,7656	-0,0268	1,6580	0,5043
c_8	0,3975	0,4985	0,1240	-0,9139	-4,1555
c_9	2,4951	2,2328	0,9986	5,4736	0,2750
c_{10}	1,4108	1,1934	0,5307	-18,9586	2,1337
c_{11}	-1,4877	-1,1398		42,3444	-0,1053
c_{12}	15,1251	18,9407		-41,8169	1,7908
c_{13}	-19,0129	-29,1850			-0,4460
c_{14}					-0,9242
c_{15}					0,0734

4.5.2 Verificação dos algoritmos diretos

Um algoritmo direto é construído com base na função adimensional Π_4 e nas funções adimensionais paramétricas Ξ_2 , Ξ_3 e Ξ_4 , assumindo o expoente da curva de carregamento λ igual a 2, (Figura 61). Como visto anteriormente, $\lambda=2$ equivale a considerar $R=0$.

Afim de verificar a precisão dos algoritmos Vickers e Berkovich propostos, foram obtidos os valores das funções adimensionais correspondentes às propriedades mecânicas dos materiais na Tabela 2, neste caso incluindo o Cobre puro, porque a razão Y/E_r deste material encontra-se na faixa para a qual as funções adimensionais foram ajustadas. Note-se que o algoritmo apresentado no item 4.4.1 foi obtido para o indentador cônico equivalente com arredondamento de ponta, onde a variável R/h_{max} introduz uma dependência do resultado na magnitude da profundidade de indentação h_{max} . Já o algoritmo obtido para indentadores Vickers e Berkovich não é dependente da profundidade de indentação. A não consideração dos defeitos da ponta impõe uma limitação para a precisão deste algoritmo. Os erros apresentados nas Tabela 16 a 17 foram obtidos com base nos valores médios experimentais para o carregamento máximo de cada material na Tabela 7. Note que, apesar dos algoritmos desconsiderarem a dependência das respostas com R/h_{max} , os erros obtidos são da mesma ordem de magnitude que aqueles obtidos com o algoritmo direto para indentador cônico/arredondado equivalente. Novamente, os erros da função adimensional Π_7 são significativos, enquanto os erros das variáveis de

descarregamento são baixos. A curva de carregamento pode estar sendo afetada pelo *creep*, isto é, pela dependência que tem a deformação com o tempo. Este efeito é minimizado na etapa de descarregamento pela manutenção da carga máxima (GAO, WEN e PAN, 2006; CHUDоба e RICHTER, 2001).

Figura 61 – Diagrama do algoritmo direto para indentação Vickers e Berkovich

Tabela 16 – Resultados obtidos com o algoritmo direto para o indentador Berkovich ($\mu=0$), juntamente com a porcentagem de erro em relação aos valores médios experimentais na Tabela 7

Material	$\Pi_1=P/E_r h^2$	Erro Π_1	$\Pi_4=h_r/h_{max}$	Erro Π_4	$\varepsilon_3=h_e/h_{max}$	Erro ε_3	$\Pi_7=W_p/W_T$	Erro Π_7
Al2098-T8	0,569	-13%	0,890	3%	0,911	2%	0,854	2%
Aço martensítico	0,862	-18%	0,820	1%	0,856	-0,26%	0,762	-2%
Cobre	0,028	-79%	0,993	2%	0,994	2%	0,9862	2%

*Erro= $(\Pi_{dir}-\Pi_{exp}) \times 100 / \Pi_{exp}$

Tabela 17 – Resultados obtidos com o algoritmo direto para o indentador Vickers ($\mu=0$), juntamente com a porcentagem de erro em relação aos valores médios experimentais na Tabela 7

Material	$\Pi_1=P/E_r h^2$	Erro Π_1	$\Pi_4=h_r/h_{max}$	Erro Π_4	$\varepsilon_3=h_e/h_{max}$	Erro ε_3	$\Pi_7=W_p/W_T$	Erro Π_7
AISI 1006	0,219	-7%	0,960	1%	0,966	1%	0,945	1%
AISI 1080	0,245	-9%	0,955	4%	0,962	1%	0,939	2%
TD-8	0,332	-3%	0,937	2%	0,947	-0,02%	0,915	1%

*Erro= $(\Pi_{dir}-\Pi_{exp}) \times 100 / \Pi_{exp}$

Tabela 18 – Resultados obtidos com o algoritmo direto para o indentador Vickers ($\mu=0,1$), juntamente com a porcentagem de erro em relação aos valores médios experimentais na Tabela 7

Material	$\Pi_1=P/E_r h^2$	Erro Π_1	$\Pi_4=h_r/h_{max}$	Erro Π_4	$\varepsilon_3=h_e/h_{max}$	Erro ε_3	$\Pi_7=W_p/W_T$	Erro Π_7
AISI 1006	0,220	-7%	0,958	1%	0,965	1%	0,943	1%
AISI 1080	0,246	-8%	0,953	3%	0,961	1%	0,937	2%
TD-8	0,332	-3%	0,935	2%	0,946	-0,02%	0,912	1%

*Erro= $(\Pi_{dir}-\Pi_{exp}) \times 100 / \Pi_{exp}$

4.5.3 Efeito do atrito indentador-amostra

O coeficiente de atrito no contato indentador/amostra é difícil de ser estabelecido. Valores entre aproximadamente zero e 0,15 foram reportados para o contato entre um corpo de diamante e superfícies metálicas polidas (TABOR, 1951, MATA e ALCALÁ, 2004, ALCALÁ e ESQUE-DE LOS OJOS, 2009). Com base nas simulações para indentador Vickers com coeficiente de atrito igual a 0 e 0,1, obtiveram-se as variações causadas nas funções adimensionais pelo atrito no contato indentador-amostra.

Os resultados obtidos mostraram que o atrito no contato indentador-amostra reduz o valor de α , para todas as combinações de propriedades mecânicas avaliadas, sendo muito mais significativo nos materiais que apresentam *pile-up*. Dado que *pile-up* apresenta-se como resultado do fluxo ascendente do material na interface indentador-amostra (Figura 10), as restrições impostas pelo atrito diminuem o escorregamento do material ao longo da superfície do indentador, diminuindo o nível de *pile-up*. O mesmo resultado já tinha sido obtido para indentadores cônicos (MATA, e ALCALÁ, 2004). Nos casos onde se observa *sink-in*, a variação de α é da ordem de 2%. Na Figura 62 mostra-se que a variação pode chegar a 8% para materiais que apresentam forte tendência à formação de *pile-up* (materiais com baixo n e razão Y/E baixa, Figura 53).

Figura 62 – Razão entre o nível de *pile-up/sink-in* α para indentação Vickers com atrito ($\mu=0,1$) e sem atrito no contato

O atrito no contato altera a área de contato e o campo de tensões sob o indentador. Sendo assim, a forma da curva $P-h$ também muda. Todos os parâmetros que caracterizam a curva (K , h_r/h_{max} e h_e/h_{max}) são afetados pelo atrito. As curvas $P-h$ de materiais com tendência a formar *pile-up* apresentaram maior variação (até 6%) no valor de K como produto do atrito (Figura 63); resultado que é consistente com o apresentado por Harsono, Swaddiwudhipong e Liu (2008). Porém, de maneira geral, K aumenta muito pouco, menos de 2%, na maioria dos materiais.

Figura 63 – Razão entre o valor obtido da função adimensional $II_1 = P/E_r h^2$ para indentação Vickers com atrito ($\mu=0,1$) e sem atrito no contato

Figura 64 – Razão entre o valor obtido da dureza H para indentação Vickers com atrito ($\mu=0,1$) e sem atrito no contato

O Valor da dureza aumenta por efeito do atrito, devido ao incremento em K e à diminuição na área do contato. Na Figura 64 apresenta-se a variação na dureza, onde, para materiais com *pile-up* pronunciado, pode-se observar um aumento em até 12% quando o coeficiente de atrito sobe de 0 para 0,1.

Figura 65 – Razão entre o valor obtido da função adimensional $\Pi_4 = h_r/h_{max}$ para indentação Vickers com atrito ($\mu=0,1$) e sem atrito no contato

Para as mesmas propriedades do material indentado, um coeficiente de atrito de 0,1 faz diminuir a razão h_r/h_{max} e a razão h_e/h_{max} . A razão h_r/h_{max} apresentou variações menores que 2%, como se mostra na Figura 65, para diferentes valores de n . As maiores variações foram obtidas para os valores baixos de h_r/h_{max} (valores

altos de Y/E_r e n , Figura 54). A variação em h_e/h_{max} foi menor que 1% para todas as combinações de propriedades mecânicas avaliadas.

4.5.4 Dependência do fator de correção β com α

No caso dos indentadores piramidais, mesmo se a geometria do indentador for fixada, a forma da indentação muda dependendo do nível de *pile-up* ou *sink-in* do material ao redor do perímetro do indentador. A deformação do material e a indentação residual num material que apresenta *pile-up* têm formato de barril, enquanto que no caso dos materiais que apresentam *sink-in* têm formato de estrela (GIANNAKOPOULOS e SURESH, 1999) (Figura 8). Portanto, uma mudança no valor de α representa também uma modificação na geometria do contato, isto é, uma mudança não apenas na magnitude da área de contato, mas também no formato.

As simulações realizadas considerando o indentador como corpo rígido e variando as propriedades mecânicas do material indentado numa faixa ampla, permitiram verificar que o fator de correção β é um fator geométrico, que não depende apenas da geometria do indentador (KING, 1987), mas também do nível de *pile-up* ou *sink-in* (α). Esta dependência pode ser vista na Figura 66, em que apresenta-se a dependência entre α e o fator de correção β , para os indentadores piramidais.

Figura 66 – Relação entre o fator de correção β e a forma do contato indentador-amostra representada pelo nível de *pile-up/sink-in* α . (Dados correspondentes ao indentador Berkovich apresentados em Rodríguez, Souza e Alcalá a)

Na Figura 66, os valores de β foram obtidos resolvendo a Eq. 21 e conhecendo-se E_r da Eq. 4, onde E e ν são valores de entrada nas simulações e E_i é infinito (indentador rígido). Os valores de A_c e S foram obtidos diretamente das simulações por elementos finitos.

Como β tem uma forte dependência da fração dos dados do descarregamento usados no ajuste dos parâmetros da Eq. 19 (Figura 30) (LEE, LEE e KIM, 2008), o valor de β apresentado na Figura 66 equivale àquele calculado para diferentes parcelas da curva de descarregamento (%) e extrapolando para 0% os dados obtidos. A dependência de β com α não seria tão evidente quanto na Figura 66 se o valor de S utilizado no cálculo de β fosse estimado com todos os dados da curva de descarregamento ou com parcelas da mesma. Nesses casos, haveria maior dispersão nos valores de β , conforme pode ser visto na Figura 67 para os dados do Indentador tipo Berkovich.

Figura 67 – Relação entre o fator de correção β e a forma do contato indentador-amostra representada pelo nível de *pile-up/sink-in* α considerando (a) 30 % ou (b) 70% dos dados da curva de descarregamento no ajuste dos parâmetros da Eq. 19 (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ, a)

O fato de que o fator de correção β é geralmente considerado como sendo constante produz erros consideráveis nos valores das propriedades mecânicas calculadas por meio dos diferentes algoritmos apresentados na literatura. Esta consideração de β constante pode causar erros no cálculo do módulo elástico de até 12% (para indentação Berkovich), quando se usa 1,03, e de até 6% quando se usa 1,09, nos materiais que apresentam *pile-up* ou *sink-in* pronunciados.

Apesar da dispersão que apresentam os dados de β (Figura 8) é possível obter uma expressão matemática, como nas Eq. 62 (Berkovich) e 63 (Vickers), que permite fazer uma correção parcial no valor de β com o nível de *pile-up* ou *sink-in* (α).

$$\beta = 1,1009 - 0,0370 \cdot \log(\alpha) \quad (62)$$

$$\beta = 1,0637 + 0,0135 \cdot \log(\alpha) \quad (63)$$

4.6 A UNICIDADE

Das relações obtidas entre as funções adimensionais e as propriedades mecânicas, conclui-se que dada uma geometria de indentador e um conjunto de propriedades mecânicas (E , Y , n) só uma curva de indentação $P-h$ é obtida. Porém, se uma curva $P-h$ pode ser obtida com mais de um conjunto de propriedades mecânicas, a falta dessa relação única entre a forma da curva e o conjunto de propriedades do material indentado é chamada falta de unicidade.

Na análise da unicidade, consideraram-se como variáveis independentes as razões h_r/h_{max} e h_e/h_{max} . Porém, qualquer outra variável dentre as possíveis de serem obtidas de uma curva $P-h$ (h_r/h_{max} , h_e/h_{max} , K , S ou W_p/W_T), poderia ser usada. A dependência no módulo reduzido E_r das funções adimensionais $\Pi_1 = P/E_r h^2$ e $\Pi_5 = S/E_r h$ dificulta a análise da unicidade baseado nessas funções, pois E_r tem valor em princípio desconhecido na análise inversa. A relação entre h_e/h_{max} e W_p/W_T foi descartada, apesar das aparentes vantagens relacionadas à independência da razão W_p/W_T com R/h_{max} , dada a mínima dependência em n que a relação paramétrica entre h_e/h_{max} e W_p/W_T apresenta (Figura 68).

Figura 68 – Relação entre a função paramétrica $\mathcal{E}_3 = h_e/h_{max}$, a razão W_p/W_t e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich e $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$

Uma curva $P-h$ com um valor específico de h_r/h_{max} pode ser obtida por meio da indentação de materiais com infinitas combinações de Y/E_r e n , conforme pode ser visto na Figura 54. No entanto, a ausência de unicidade pode ser totalmente identificada por meio da análise da razão h_e/h_{max} . Neste sentido, dado um valor fixo de h_r/h_{max} , não existirá unicidade se o valor específico de h_e/h_{max} desta curva $P-h$ é obtido para mais de um conjunto de valores do coeficiente de encruamento, n .

Na Figura 70, apresentam-se seis cortes da Figura 69 para diferentes valores de h_r/h_{max} para visualizar melhor o efeito do coeficiente de encruamento sobre o valor de h_e/h_{max} . Na Figura 70, observa-se que para os níveis baixos da razão h_r/h_{max} , um único valor de n satisfaz cada valor de h_e/h_{max} , indicando a existência de unicidade. Para valores intermédios de h_r/h_{max} , dois valores de n satisfazem alguns dos valores de h_e/h_{max} , por exemplo na Figura 70 duas curvas, com valores idênticos de h_r/h_{max} (0,898) e h_e/h_{max} (0,919), são obtidas com materiais com $n=0$ e $n=0,4$. Esta condição é chamada na literatura de dualidade (do inglês *duality*) (CASALS e ALCALÁ, 2005). Quando o valor de h_r/h_{max} tende a um, qualquer valor de n produz o mesmo valor de h_e/h_{max} , isto é, uma única curva $P-h$ pode ser obtida no ensaio de indentação de materiais com infinitas combinações de propriedades plásticas, indicando a não-unicidade.

Nos casos onde da análise do descarregamento obtêm-se mais de uma solução, a solução verdadeira não pode ser identificada da análise do carregamento dado que a solução para o valor de n que se obtém do carregamento é idêntica à que se

obtem do descarregamento, mesmo tendo-se em conta que a relação entre a função adimensional $\Xi_2 = P/E_r h_{\max}^2$, n e $h_r/h_{\max}$ é única (Figura 58), isto é, só um valor de n satisfaz cada dupla $\Xi_2, h_r/h_{\max}$. O anterior vai ser demonstrado a seguir.

Dada a dependência de E_r com a área de contato (A_c), na equação de Sneddon (Eq. 21), o valor de E_r depende do nível de *pile-up/sink-in* α . A_c pode ser reescrita como $A_c = fh^2\alpha$ e introduzindo a relação de Sneddon na função adimensional Ξ_2 , como na Eq. 64, identifica-se que a função adimensional Ξ_2 é igual a uma constante ($2\sqrt{f/\pi}$) multiplicada por uma quantidade que pode ser obtida da curva de indentação ($P/h_{\max} S$) e uma quantidade desconhecida ($\beta\sqrt{\alpha}$). A quantidade ($\beta\sqrt{\alpha}$) é fortemente dependente de n (Figura 60).

$$\Xi_2 = \frac{P}{E_r h_{\max}^2} = \frac{P}{h_{\max}^2} \left(\frac{2\beta h_{\max} \sqrt{f\alpha}}{\sqrt{\pi} S} \right) = 2\sqrt{f/\pi} \frac{P}{h_{\max} S} (\beta\sqrt{\alpha}) \quad (64)$$

$$\frac{\Xi_2}{\beta\sqrt{\alpha}} = 2\sqrt{f/\pi} \frac{P}{h_{\max} S} \quad (65)$$

A parte esquerda da Eq. 65 pode ser calculada, para diferentes valores de $h_r/h_{\max}$ e n , das Eqs. 59, 60 e 62 (Berkovich) ou 63 (Vickers). Ao mesmo tempo, a parte direita pode ser obtida diretamente da curva de indentação $P-h$ e a comparação destas quantidades provê uma segunda solução do problema inverso. Na Figura 71 são apresentados seis cortes desta relação, onde tem-se cortes correspondentes aos apresentados na Figura 70. Note que os valores obtidos nas equações ajustadas não ajustam os dados obtidos das simulações tão bem quanto no caso de $h_e/h_{\max}$, devido aos erros acumulados no ajuste das três equações envolvidas. Contudo, os dados obtidos da simulação (pontos brancos) permitem as mesmas conclusões, em termos da unicidade, que as obtidas com base na curva de descarregamento. Assim, para os níveis baixos da razão $h_r/h_{\max}$, um único valor de n satisfaz cada valor de $2\sqrt{f/\pi} P/h_{\max} S$, indicando a existência de unicidade. Para valores intermédios de $h_r/h_{\max}$, mais de um valor de n satisfaz alguns dos valores de $2\sqrt{f/\pi} P/h_{\max} S$. Por fim, quando o valor de $h_r/h_{\max}$ tende a um, qualquer valor de n produz o mesmo valor de $2\sqrt{f/\pi} P/h_{\max} S$, isto é, não existe unicidade.

Figura 69 – Relação entre a função paramétrica $\Xi_3 = h_e/h_{max}$, a razão h_r/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, $\mu = 0$ e $R/h_{max} = 0$, onde as linhas verticais correspondem a os cortes apresentados na Figura 70.

Figura 70 – Relação entre a razão h_e/h_{max} e o coeficiente de encruamento n nos diferentes níveis da razão h_r/h_{max} . Os pontos brancos correspondem aos valores calculados das curvas $P-h$ obtidas nas simulações por elementos finitos para indentador Berkovich com $\mu = 0$ e as linhas contínuas à Eq. 61 correspondente (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ, a)

Figura 71 – Relação entre $\Xi_2/\beta\sqrt{\alpha}$ e o coeficiente de encruamento n nos diferentes níveis da razão h_r/h_{max} . Os pontos brancos correspondem aos valores $(2\sqrt{f/\pi} P/h_{max} S)$ obtidos das curvas $P-h$ obtidas nas simulações por elementos finitos para indentador Berkovich com $\mu = 0$ e as linhas contínuas aos valores calculados das Eqs. 59, 60 e 62 para os valores correspondentes

Da comparação das Figura 70 e 71 concluiu-se que nenhuma das soluções para o coeficiente de encruamento n obtido de $\mathcal{E}_3 = h_e/h_{max}$ é eliminada pelo uso da curva de carregamento.

Em relações indiretas entre h_e/h_{max} , h_r/h_{max} e n , como na função Π_8 apresentada no trabalho de Casals e Alcalá (2005) (Eq. 50), o fator β foi inserido como sendo constante. Neste caso não é possível identificar a existência ou não de unicidade de forma precisa e o uso desta relação “dobra” a relação entre h_e/h_{max} e n (a relação entre h_e/h_{max} e n toma forma parabólica, Figura 72 para $h_r/h_{max} = 0,8$) e leva à obtenção de dois conjuntos de propriedades mecânicas em uma faixa mais ampla da razão h_r/h_{max} , quando comparada à condição real de dualidade apresentada na Figura 70.

Figura 72 – Relação entre a razão h_e/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para três níveis da razão h_r/h_{max} . Os pontos brancos correspondem aos valores obtidos das curvas $P-h$ obtidas nas simulações por elementos finitos para indentador Berkovich com $\mu = 0$ e as linhas aos valores calculados da Eq. 50 para diferentes valores do fator de correção β que têm sido apresentados na literatura

Na Figura 72 apresentam-se três cortes do domínio tridimensional com eixos h_e/h_{max} , h_r/h_{max} e n para três valores de h_r/h_{max} . Os dados na Figura 72 indicam que h_e/h_{max} , calculada da Eq. 50, é mais sensível a mudanças no valor de β que a mudanças em n . Adicionalmente, a figura mostra que o conhecimento da dupla $(h_e/h_{max}, h_r/h_{max})$ de uma curva de indentação não permitiria a determinação imediata de n , dada a dependência que a função adimensional Π_8 tem no valor de β usado. De fato, a comparação dos valores de h_e/h_{max} calculados pela Eq. 50 com os valores de h_e/h_{max} obtidos diretamente das curvas $P-h$ obtidas das simulações sugere que diferentes valores de β teriam que ser usados dependendo do valor de n . Esta

afirmação se explica pela marcada dependência que tem o nível de *pile-up* (α) no valor do coeficiente de encruamento n e na dependência de β em α (item 4.5.4).

Um exemplo de não-unicidade é apresentado na Tabela 19. Neste caso, tem-se uma curva com valores de h_r/h_{max} próximos de 1, que representa o caso crítico de não-unicidade, conforme descrito na Figura 70. Nesta tabela, todos os materiais apresentaram curvas $P-h$ idênticas, visto que os valores das razões h_r/h_{max} e h_e/h_{max} e do parâmetro K (Eq. 18) tiveram pouca variação (0,09%, 0,16% e 2,57%, respectivamente). Uma variação nos valores de K maior que 2,57% pode ser obtida para o caso em que diferentes curvas $P-h$ correspondam a um mesmo material (Tabela 9), como consequência do erro experimental.

Nota-se, na Tabela 19 que a faixa de variação de E e Y é bastante ampla, 20% e 92% respectivamente, assim como da dureza (H) exibida, 42%, e o coeficiente de encruamento n varia de 0 até 0,5. Enquanto n varia na faixa total esperada para esta variável, as faixas de variação dos valores de E e Y estão longe de serem as faixas totais de variação destas propriedades para os materiais metálicos, isto é, a unicidade limita completamente o cálculo de n mas a limitação é no cálculo do limite de escoamento e módulo elástico. As variações de h_r/h_{max} e h_e/h_{max} apresentadas indicam, portanto, que não seria possível o cálculo das propriedades mecânicas para uma curva $P-h$ com os valores e respectivas variações de h_r/h_{max} , h_e/h_{max} e K na faixa especificada na Tabela 19.

Tabela 19 – Exemplo de materiais com diferentes propriedades mecânicas e mesma curva de indentação $P-h$. Curvas $P-h$ obtidas da simulação por elementos finitos para indentação Berkovich com indentador rígido

	E (GPa)	Y (MPa)	n	H (MPa)	h_r/h_{max}	h_e/h_{max}	K (MPa)	α
Propriedades Mecânicas e Parâmetros da curva $P-h$	200,00	773,63	0	1860,58	0,9484	0,9590	64634,47	1,4144
	206,44	580,76	0,1	2113,17	0,9481	0,9579	65496,21	1,2620
	214,85	408,45	0,2	2367,11	0,9483	0,9575	65416,39	1,1252
	224,23	261,19	0,3	2596,44	0,9484	0,9577	65222,32	1,0228
	234,09	146,62	0,4	2911,41	0,9477	0,9575	65789,48	0,9201
	249,16	62,97	0,5	3230,50	0,9475	0,9576	66336,01	0,8361
Intervalo de confiança	-	-	-	-	0,0003	0,0005	454,63	0,17
Variação (%)	19,73	91,86	100,00	42,41	0,09	0,16	2,57	40,89

Adicionalmente, observa-se na Tabela 19 que, nos casos de não-unicidade, o valor da deformação do material (α) é menor que 1 (formação de *sink-in*), quando o coeficiente de encruamento é elevado ($n \rightarrow 0,5$), e maior que 1 (formação de *pile-up*) quando o coeficiente de encruamento é baixo ($n \rightarrow 0$). Estas duas tendências nos valores de α em função do coeficiente de encruamento e de h_r/h_{max} podem ser verificadas na Figura 60 para $h_r/h_{max} \rightarrow 1$. Observa-se na Figura 60 que, qualquer que seja o valor de h_r/h_{max} , tendo-se a possibilidade de medição da área de contato e, por conseguinte, do nível de *pile-up/sink-in* (α) é possível estabelecer de forma única o valor do coeficiente de encruamento, e, portanto, de todas as propriedades mecânicas (E , Y e n). Por outro lado, quando $h_r/h_{max} \rightarrow 1$, mesmo não sendo possível obter o valor de α , o erro na estimativa de E e Y pode ser reduzido se o *pile-up* ou *sink-in* pudessem ser identificados por meio da visualização da forma da impressão residual. Nesta situação, o valor do coeficiente de encruamento encontra-se entre 0 e 0,35 se a impressão apresenta *pile-up* ou entre 0,35 e 0,5 se apresenta *sink-in*, (Figura 60).

4.7 ALGORITMO INVERSO

Os parágrafos abaixo apresentam uma sequência de etapas para o cálculo de propriedades mecânicas de materiais com base nos dados de ensaios de indentação instrumentada obtidos com indentadores tipo Berkovich ou Vickers.

- a) *Verificação da aplicabilidade do algoritmo aos dados experimentais.*
 - i) Ajustar os dados da etapa de carregamento da curva $P-\delta$ à Eq. 18, utilizando K e λ como parâmetros de ajuste. Se o valor de λ ajustado é diferente de 2, incorre-se em erros no cálculo das propriedades mecânicas com esta metodologia. A curva $P-\delta$ deve ser corrigida pela flexibilidade do equipamento ou a indentação não é suficientemente profunda para que os defeitos da geometria da ponta do indentador possam ser desprezados (SUN *et al.*, 1999).
- b) *Obtenção dos parâmetros que caracterizam a etapa de descarregamento da curva de indentação $P-\delta$ (δ_e/δ_{max} , δ_r/δ_{max})*

- i) Ajustar os dados da etapa de descarregamento à Eq. 19, utilizando 90% da curva de descarregamento (de $P_u = P_{max}$ até $P_u = 0,1 P_{max}$) e usando B , δ_r e m como parâmetros de ajuste. Utilizar o valor obtido de δ_r no cálculo de δ_r/δ_{max} .
- ii) Ajustar a etapa de descarregamento à Eq. 19, usando diferentes parcelas da parte superior da curva de descarregamento (de 90% até 5%), usando B , δ_r e m como parâmetros de ajuste em cada caso. Obter a inclinação da curva de descarregamento (S) e calcular δ_e/δ_{max} pela Eq. 43. Traçar a curva δ_e/δ_{max} em função da porcentagem da curva de descarregamento, e extrapolar os dados à porcentagem zero, utilizando o valor obtido como δ_e/δ_{max} .

c) *Cálculo das propriedades mecânicas:*

- i) A partir dos valores de δ_e/δ_{max} , δ_r/δ_{max} obtidos na primeira etapa desta metodologia, resolver para n a Eq. 61, com $n < 0,6$. A solução matemática da Eq. 61 proverá 4 soluções para n , umas reais e outras imaginárias mas é possível obter mais de um valor real para n .
- ii) Utilizar cada valor obtido de n para calcular os valores de α e Y/E_r correspondentes, usando as Eqs. 60 e 57, respectivamente.
- iii) Utilizar cada valor de α na Eq. 62 ou 63 correspondente para obter β e na Eq. 23, para obter A_c .
- iv) Utilizar a Eq. 21 para calcular E_r e resolver a Eq. 4 para E .
- v) Para cada valor de Y/E_r obtido, calcular o valor de Y correspondente.

O algoritmo proposto encontra-se resumido no diagrama apresentado na Figura 73. Da análise da unicidade, sabe-se que o cálculo de n é, em princípio, apenas possível quando a razão δ_r/δ_{max} é menor que 0,9. Contudo para valores maiores de δ_r/δ_{max} o limite inferior e superior da faixa possível de cada propriedade (E , Y) e da dureza (H) podem ser estimados seguindo a metodologia proposta para $n = 0$ e $n = 0,5$. Porém se alguma informação adicional estiver disponível, por exemplo, o valor da área residual da indentação ou o módulo elástico, alterações no algoritmo proposto podem ser seguidas, como indicado nas Figura 74 e 75, respectivamente para a obtenção da solução única das propriedades. Quando a área residual da

indentação e usada no lugar da área sob carregamento, um erro é incorporado na análise pela recuperação elástica da superfície, mas quando a razão $\delta_r/\delta_{max} > 0,9$ o erro é mínimo porque o comportamento é marcadamente plástico e a recuperação elástica da superfície é mínima.

Figura 73 – Diagrama do algoritmo inverso

Figura 74 – Diagrama do algoritmo inverso, quando conhecida a área residual da indentação

Figura 75 – Diagrama do algoritmo inverso, quando conhecido o módulo elástico do material

4.7.1 Efeito do atrito no cálculo das propriedades mecânicas

Na Figura 76, apresentam-se os dados obtidos com e sem atrito no contato (indentador Vickers), onde observa-se que apesar da diminuição de h_e/h_{max} e h_r/h_{max} (Item 4.5.3) a relação entre elas permanecem quase sobre a mesma superfície. Resultado semelhante foi obtido para o indentador Berkovich com $\mu = 0,07$ (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ a). No caso do indentador Vickers, para o qual obtiveram-se os coeficientes das equações para $\mu = 0$ e $0,1$, pode-se usar qualquer um dos dois grupos de coeficientes. Porém, no caso do indentador Berkovich, para o qual só foram obtidos os coeficientes para contato sem atrito, um erro é induzido no cálculo ao desconsiderar o atrito.

Figura 76 – Relação entre as razões h_e/h_{max} , h_r/h_{max} e n da indentação Vickers com e sem atrito no contato, as linhas contínuas correspondem à Eq. 61 para $\mu = 0$ (RODRÍGUEZ, FARÍAS E SOUZA a)

Sem realizar correções nos valores de h_e/h_{max} ou h_r/h_{max} , a determinação de n é possível (incorrendo em um erro) usando a função adimensional $\mathcal{E}_3$ obtida para $\mu = 0$ quando o contato entre indentador e amostra exibe atrito. Um exemplo é apresentado na Figura 77, onde o valor de n pode ser sobreestimado em até 0,05 quando se utiliza o ajuste para a função $\mathcal{E}_3$ obtido das simulações feitas sem atrito no contato. Da mesma forma, o coeficiente de encruamento (n) é sobreestimado em até 0,07 para curvas com h_r/h_{max} igual a 0,7 e em até 0,1 para as curvas com razão h_r/h_{max} igual a 0,8. Logo, apesar do atrito, se mantém a capacidade de estimar as propriedades mecânicas, na faixa de h_r/h_{max} onde isso é possível ($h_r/h_{max} < 0,9$), usando a curva $P-h$, com erros relativamente pequenos.

Figura 77 – Relação entre h_e/h_{max} e o coeficiente de encruamento n para diferentes curvas $P-h$ com $h_r/h_{max} = 0,5977 \pm 0,0010$ obtidas com e sem atrito no contato, para indentador Berkovich, a linha contínua corresponde à Eq. 61 para indentador Berkovich e $\mu=0$ (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,a)

4.7.2 Efeito da variação experimental no cálculo de propriedades mecânicas

Além das limitações impostas pela falta de unicidade, pode-se esperar que as variações experimentais também limitem significativamente o cálculo das propriedades mecânicas usando o EII. Os níveis dessas variações experimentais foram calculadas no item 4.2, mas o efeito destas variações sobre o cálculo das propriedades ainda não foi completamente analisado. É conveniente lembrar que mesmo as curvas de indentação ($P-h$ no caso dos indentadores rígidos) obtidas das simulações por elementos finitos são afetadas por erros associados ao cálculo numérico. Adicionalmente, o ajuste das equações também incorpora incertezas. Porém, as curvas de indentação experimentais $P-\delta$, obtidas em um mesmo material, exibem variações em geral maiores que os erros implícitos nos procedimentos numéricos.

Dada uma curva $P-h$ com parâmetros característicos h_r/h_{max} e h_e/h_{max} , a variação da razão h_e/h_{max} para diferentes valores de n permite a estimativa desta propriedade somente se a variação experimental de δ_e/δ_{max} for menor que a variação de h_e/h_{max} produzida por uma pequena variação em n (Figura 78).

Como apresentado no item 4.6, quando $h_r/h_{max} > 0,9$, um aumento absoluto de n de 0,5 produz variações muito pequenas em h_e/h_{max} , menores que 0,003. De modo

geral, variações em δ_e/δ_{max} menores que 0,003 não podem ser distinguidas do erro experimental (Tabela 8).

Figura 78 – Relação entre a razão h_e/h_{max} e o coeficiente de encruamento n nos diferentes níveis da razão h_r/h_{max} (Eq. 61) para indentação Berkovich e Vickers. A barra de erro corresponde ao intervalo de confiança combinada da razão δ_e/δ_{max} no carregamento baixo (Tabela 8)

Observa-se na Figura 78 que, quando o valor de h_r/h_{max} aumenta, a diminuição das variações em n produz variações em h_e/h_{max} cada vez menores. Da mesma maneira, para níveis baixos de n ($n \rightarrow 0$), variações em n produzem variações menores em h_e/h_{max} em relação àquelas produzidas para níveis elevados de n ($n \rightarrow 0,5$). Este efeito é mais importante no caso do indentador tipo Berkovich que no caso do indentador Vickers e mais pronunciado para h_r/h_{max} perto de 0,8, que representa a faixa de dualidade no cálculo das propriedades. Para valores mais elevados desta propriedade mecânica ($n \rightarrow 0,5$), pequenos aumentos na mesma podem ser mais facilmente diferenciados do erro experimental.

Da mesma forma, pode-se concluir que a partir de dados experimentais, se δ_r/δ_{max} é maior que 0,6, um coeficiente de encruamento entre 0 e 0,1 não pode ser estimado, com incerteza menor que 0,1. Isto teria consequência direta na precisão do cálculo de Y/E_r . Neste sentido, a variação em n de 0 a 0,1 produz mudanças nos valores da razão Y/E_r maiores que 12%, para qualquer material com δ_r/δ_{max} maior que 0,67.

4.7.3 Verificação do algoritmo inverso

As informações obtidas do EII (K , δ_e/δ_{max} , δ_r/δ_{max}) para o alumínio Al2098-T8, o aço martensítico e o cobre puro encontram-se apresentadas nas Tabela 20 a 22. Estas tabelas apresentam, ainda, as propriedades mecânicas (E , Y , n) calculadas ao aplicar a metodologia descrita no item 4.7 (Figura 73) aos dados obtidos no EII. Os intervalos de confiança foram calculados com 95% de segurança. Note que em alguns casos, mais de um conjunto de propriedades foram calculados de uma curva e que em outros casos não se encontrou solução real para o coeficiente de encruamento n . Os erros foram determinados em relação aos valores de referência da Tabela 2.

Figura 79 – Relação entre h_e/h_{max} e h_r/h_{max} da Eq. 61 (linhas) junto com os dados experimentais de δ_r/δ_{max} e δ_e/δ_{max} para as indentações realizadas em (a) Al2098-T8 (b) Aço martensítico (c) Cobre puro

Evidentemente, a variação experimental de δ_r/δ_{max} e δ_e/δ_{max} resulta em flutuação das propriedades calculadas. Na Figura 79, apresentam-se os dados experimentais de δ_r/δ_{max} e δ_e/δ_{max} e os valores obtidos na Eq. 61. Esta figura fornece uma forma simples de visualizar o efeito da variação experimental no valor de n fornecido pela Eq. 61. Da figura, é então possível estabelecer a confiabilidade dos valores calculados para o aço martensítico e o alumínio, assim como o fato de que para o cobre, que tem $\delta_r/\delta_{max} \rightarrow 0,98$, não é possível obter um valor de n . Excluindo o cobre, a variação de n foi ao redor de $\pm 0,15$, e o erro no cálculo de E e Y foi menor que a 5%.

Tabela 20 – Parâmetros das curvas P - δ experimentais para o Al2098-T8 e as propriedades mecânicas calculadas

Curva	δ_r/δ_{max}	δ_e/δ_{max}	$E_{ref}=68$ (GPa) E (GPa)	$Y_{ref}= 450$ (MPa) Y (MPa)	$n_{ref}=0,09$ n
1	0,864	0,890	-	-	-
2	0,868	0,895	71,15	286,46	0,33
3	0,864	0,894	75,54	159,12	0,46
4	0,861	0,889	70,99 63,60	374,94 699,97	0,28 0
5	0,871	0,898	75,12	227,94	0,38
6	0,866	0,892	67,47 63,18	450,22 625,81	0,19 0,03
7	0,864	0,891	66,75 60,35	376,80 647,63	0,26 0
8	0,866	0,892	69,86 65,41	465,07 646,44	0,19 0,03
Média	0,865±0,002	0,893±0,002	68,13 ±2,89	450,95±109,43	0,21±0,10
Erro %*			0,2	0,2	135,6

*Erro=(Propriedade calculada - Propriedade de referência)x100/ Propriedade de referência

Tabela 21 – Parâmetros das curvas P - δ experimentais para o aço martensítico e as propriedades mecânicas calculadas

Curva	δ_r/δ_{max}	δ_e/δ_{max}	$E_{ref}=200$ (GPa) E (GPa)	$Y_{ref}= 2500$ (MPa) Y (MPa)	$n_{ref}=0,05$ n
1	0,781	0,826	194,79 190,13	3023,13 3360,44	0,09 0,02
2	0,782	0,830	211,75	1902,76	0,31
3	0,784	0,828	-	-	-
4	0,780	0,826	198,25	2610,26	0,17
5	0,780	0,826	197,58	2602,92	0,17
6	0,788	0,833	214,16	2235,97	0,24
7	0,782	0,833	228,41	1335,99	0,42
8	0,782	0,828	208,53	2476,44	0,21
9	0,784	0,832	212,55	1746,29	0,33
Média	0,783±0,002	0,829±0,002	206,24±7,86	2366,02±414,82	0,22±0,08
Erro %*			3	-5	336

*Erro=(Propriedade calculada - Propriedade de referência)x100/ Propriedade de referência

Tabela 22 – Parâmetros das curvas P - δ experimentais para o cobre puro e as propriedades mecânicas calculadas

Curva	δ_r/δ_{max}	δ_e/δ_{max}	$E_{ref}=110$ (GPa) E (GPa)	$Y_{ref}= 2$ (MPa) Y (MPa)	$n_{ref}=0,52$ n
1	0,977	0,982	101,72	166,91	0
2	0,974	0,977	124,88	1,26	0,65
3	0,965	0,971	99,87 84,17 76,71	6,93 82,19 141,13	0,55 0,24 0,08
4	0,976	0,982	101,90	171,41	0
5	0,973	0,978	113,99	5,77	0,54
6	0,970	0,975	92,24 83,867	75,08 131,75	0,24 0,08
7	0,978	0,981	135,43	9,71	0,50
8	0,968	0,973	115,03	1,68	0,65
Média	0,972±0,003	0,977±0,003	102,72±10,80	72,18±41,72	0,32±0,15
Erro %			-7	3509	-38,3

*Erro=(Propriedade calculada - Propriedade de referência)x100/ Propriedade de referência

4.8 EFEITO DAS DEFORMAÇÕES DO INDENTADOR, VALIDADE DO MÓDULO REDUZIDO

O efeito das deformações do indentador sobre a forma da curva de indentação P - δ e a validade do módulo reduzido no modelamento do EII foram analisados com base em simulações de indentação cônica ($70,3^\circ$) e Berkovich, com indentadores elásticos e rígidos. Três valores de módulo reduzido (1 a 3 na Tabela 23) foram usados nas simulações para indentador rígido (A na Tabela 23) e para indentador elástico (B na Tabela 23). Seis valores da razão Y/E_r (0,001; 0,005; 0,01; 0,05; 0,1 e ∞) foram simulados para cada uma das 6 combinações de propriedades elásticas na Tabela 23, totalizando 36 simulações para cada indentador. Note que $Y/E_r = \infty$ é equivalente a assumir que o comportamento do material é completamente elástico. Para os outros 5 valores da razão Y/E_r , o material foi considerado elástico perfeitamente plástico ($n = 0$). Para uma melhor representação dos materiais metálicos, simulações adicionais foram realizadas para sólidos com dois níveis de coeficiente de encruamento n (0,25; 0,5), as propriedades elásticas apresentadas na Tabela 23 e dois níveis da razão Y/E_r (0,005; 0,0005). Em todo este grupo de simulações o contato foi simulado sem atrito.

Tabela 23 – Propriedades elásticas dos materiais indentados e indentadores

	E (GPa)	E_r (GPa)	E_r (GPa)
1A	280,7	∞	308,4
1B	400	1029	308,4
2A	164,9	∞	181,3
2B	200	1029	181,3
3A	47,5	∞	52,2
3B	50	1029	52,2

Na Figura 80, apresentam-se as curvas P - δ obtidas para os materiais perfeitamente elásticos ($Y/E_r = \infty$). Para o indentador cônico ($70,3^\circ$) e Berkovich, as cargas necessárias para obter o mesmo deslocamento do indentador foram maiores para os indentadores rígidos que para os indentadores elásticos, com incrementos ao redor de 9%, 6% e 2% para E_r igual a 308,4 GPa, 181,3 GPa e 52,2 GPa respectivamente. Isto é, os conjuntos indentador/amostra 1 e 2 na Tabela 1, não são completamente equivalentes, dado que carregamentos iguais teriam que ser necessários para deslocar os indentadores um mesmo δ .

Figura 80 – Curva de indentação P - δ obtida da análise por elementos finitos com indentadores cônicos e Berkovich rígidos e elásticos. Materiais perfeitamente elásticos com módulos (a) 1A e 1B (b) 2A e 2B (c) 2A e 2C da Tabela 23. (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

Uma solução analítica (Eq.15 para $\theta = 70,3^\circ$) também está apresentada na Figura 80. A solução de Sneddon não considera a oposição que o indentador faz aos deslocamentos radiais da superfície de contato (Figura 2) (HAY, BOLSHAKOV e PHARR; 1999). Portanto, a solução analítica sempre subestima a carga de indentação para indentadores rígidos. Quando o indentador é elástico, não só o deslocamento radial é limitado pela deformação do indentador, mas também, ocorre mudança no ângulo da indentação, como será descrito posteriormente. Logo, dependendo da razão E/E_i , a carga é subestimada (Figura 80c) ou sobreestimada (Figura 80a) pela solução analítica.

Note que a solução analítica subestima a carga para o indentador Berkovich rígido ou elástico e que representa uma estimativa algo imprecisa para os casos apresentados na figura. Adicionalmente, nos dados obtidos nas simulações, a carga de indentação P , para um dado deslocamento do indentador é maior para o indentador Berkovich que para o indentador cônico, este resultado é coerente com o que tem sido reportado na literatura (Item 2.4.2.3)

Na Figura 81 apresenta-se a geometria das superfícies em contato sob carregamento máximo. Nos casos nos quais o indentador foi considerado elástico, o ângulo, que originalmente é de $70,3^\circ$, alterou-se para 84° , 80° e 75° , para os casos 1B, 2B e 3B (Tabela 23), respectivamente. Cones equivalentes ao indentador Berkovich com ângulos diferentes de $70,3^\circ$ têm sido calculados baseado em funções de área obtidas de curvas $P-\delta$ experimentais (TROYON e HUANG, 2005; GONG e MIAO, 2004). Troyon e Huang (2005), trabalhando com quartzo fundido, calcularam o cone equivalente ao indentador Berkovich com $\theta = 74,6^\circ$. Esses autores postularam que a diferença em relação ao valor teórico de $70,3^\circ$ não foi resultado de incremento do ângulo de indentação mas de um arredondamento da ponta do indentador traduzida por um aumento do raio R . Neste trabalho dos dados obtidos das simulações para indentador cônico com arredondamento da ponta concluiu-se que o expoente da curva de carregamento λ (Eq. 18) (Figura 35) diminui como consequência do arredondamento da ponta do indentador. Do ajuste dos dados $P-\delta$ obtidos para os indentadores elásticos à Eq. 18, o valor médio de λ foi calculado em $2,0077 \pm 0,0011$ e $2,0156 \pm 0,0250$ para indentador cônico e Berkovich, respectivamente, o que sugere que a deformação do indentador resulta aumento do ângulo e não num arredondamento da ponta.

Figura 81 – Geometria da superfície em contato sob carregamento máximo na indentação dos materiais perfeitamente elásticos da Tabela 23 quando indentados por um cone com $\theta = 70,3^\circ$. Em todos os casos $\delta_{max} = 5\mu\text{m}$ a linha contínua corresponde à geometria dos indentadores deformados e a linha pontilhada corresponde a um indentador com ângulo $70,3^\circ$. (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ, c)

4.8.1 Efeito da razão E/E_i nas funções adimensionais

Na Figura 82 apresentam-se os valores obtidos para a função adimensional Π_I para os casos considerando o material indentado como elástico ($Y=\infty$) e elástico perfeitamente-plástico e considerando-se diferentes relações (E/E_i) entre módulos elásticos do material e do indentador. Para ($E/E_i = 0$) os valores da função adimensional para os três valores do módulo do material coincidem num único ponto, e pequenas mudanças foram encontradas para valores de E/E_i diferentes de zero.

Na Figura 82b, apresenta-se a razão Π_I/Π_{IR} entre os valores da função adimensional Π_I obtida para os indentadores elásticos e o valor obtido para o indentador rígido. No caso dos materiais com razão Y/E_r igual a 0,01; 0,05 e os materiais elásticos, Π_I diminui quando a razão E/E_i aumenta. Para os outros materiais, Π_I aumenta quando a razão E/E_i aumenta.

Na Figura 82, a razão Π_I/Π_{IR} é menor para os materiais elasto-plásticos com $n = 0$ que para os elásticos. As simulações com $n \neq 0$, que não estão mostradas na Figura 82, indicam que a razão Π_I/Π_{IR} aumenta quando n é diferente de zero. Para o material com razão $Y/E_r = 0,005$ e $n = 0$, Π_I/Π_{IR} apresentou um valor de 1,018 para $E/E_i = 0,4$, enquanto para o mesmo valor de E/E_i , Π_I/Π_{IR} foi de 1,068 e 1,080

para $n = 0,25$ e $n=0,5$, respectivamente. Ou seja, o encruamento por deformação aumenta as diferenças entre os sistemas com indentador rígido e elástico.

Figura 82 – (a) Função adimensional Π_I obtida da indentação das superfícies elásticas e elásticas perfeitamente-plásticas ($n=0$) como uma função da razão E/E_i (b) razão entre a função adimensional Π_I obtida para os indentadores elásticos e rígidos, para indentadores cônico (C) e Berkovich (B) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

Para $E/E_i = 0$, Π_I diminui quando a razão Y/E diminui (Figura 52). Note que para um dado E_r , a razão Y/E (considerando as propriedades do material indentado) é maior em sistemas com indentador rígido que nos sistemas com indentador elástico. A Tabela 24 apresenta a razão Y/E das combinações de materiais simulados. Como indicam os dados na tabela, nos sistemas com $E_r = 308,4$ GPa a razão Y/E do material indentado é 42% maior nos materiais para o indentador rígido que nos materiais para o com indentador elástico. As diferenças entre as razões Y/E diminuem quando o módulo reduzido diminui. As diferenças representam 21% e

5,2%, para E_r igual a 181,3 GPa e 52,2 GPa, respectivamente. Então, o aumento da razão Y/E não explica as diferenças encontradas em Π_I , quando a razão E/E_i é aumentada, dado que Y/E é sempre menor nos materiais indentados pelo indentador elástico que por indentadores rígidos e comportamentos diferentes (aumento ou diminuição) foram encontrados para a função adimensional Π_I , como apresenta a Figura 82.

Tabela 24 – Razão entre o limite de escoamento e o módulo elástico dos materiais indentados

E_r (GPa)	E/E_i	$Y/E_r=0,0005$	$Y/E_r=0,001$	$Y/E_r=0,005$	$Y/E_r=0,01$	$Y/E_r=0,05$	$Y/E_r=0,1$
308,4	0	$0,5495 \times 10^{-3}$	0,0011	0,0055	0,0110	0,0549	0,1099
	0,4	$0,3856 \times 10^{-3}$	0,0008	0,0039	0,0077	0,0386	0,0771
181,3	0	$0,5495 \times 10^{-3}$	0,0011	0,0055	0,0110	0,0549	0,1099
	0,2	$0,4531 \times 10^{-3}$	0,0009	0,0045	0,0091	0,0453	0,0906
52,2	0	$0,5495 \times 10^{-3}$	0,0011	0,0055	0,0110	0,0549	0,1099
	0,05	$0,5217 \times 10^{-3}$	0,0010	0,0052	0,0104	0,0522	0,1043

Na Figura 83 apresenta-se o valor de α , calculado como a razão entre A_c , obtido diretamente da simulação por elementos finitos, e A_s , calculada como $A_s = 24,56 \delta_{max}^2$. Na Figura 83 mostra-se que α apresenta o mesmo comportamento que a função adimensional Π_I para os casos Berkovich. Nos materiais apresentando encruamento ($n \neq 0$), não apresentados na Figura 83, foi encontrado que α diminui até 10% por efeito do aumento de E/E_i de 0 a 0,4.

Salientando que nas indentações experimentais h_{max} e a geometria do indentador sob carregamento não são conhecidas, dos dados das simulações, usando δ_{max} no lugar de h_{max} , e a geometria do indentador sem deformação ($A_s = 24,56 h_{max}^2$), a Eq. 20 fornece valores de área de contato com erro aproximadamente de 10% para os materiais elasto-plásticos que apresentaram *sink-in*. Os erros não são significativamente diferentes dos encontrados para o indentador rígido, apesar das diferenças entre indentadores rígidos e elásticos.

Figura 83 – (a) Nível de *pile-up* ou *sink-in* α como uma função da razão E/E_i valores obtidos da análise por elementos finitos para materiais elásticos e elásticos perfeitamente-plásticos indentados por indentadores cônico e Berkovich (b) razão entre áreas de contato para indentadores elásticos e rígidos, para indentadores cônico (C) e Berkovich (B) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

Outra razão adimensional que tem sido usada na análise da indentação instrumentada é H/E_r (DAO et al., 2001; CASALS e ALCALÁ, 2005; CHENG e CHENG, 2004), (Figura 84). Na Figura 84b mostra-se que as diferenças de dureza entre sistemas com o mesmo E_r foram menores que 6% para os materiais com $n = 0$. O efeito de E/E_i sobre a dureza foi maior nos materiais exibindo encruamento ($n \neq 0$), para os quais a dureza aumentou em até 19% quando E/E_i aumentou de 0 a 0,4.

Figura 84 – (a) Razão adimensional H/E_r para materiais elásticos e elásticos perfeitamente plásticos como uma função de E/E_i (b) razão entre a dureza H nos sistemas com indentador elástico e a dureza no sistema com indentador rígido, para indentadores cônico (C) e Berkovich (B) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

A razão δ_e/δ_{max} apresentou variações menores a 5% com o aumento da razão E/E_i de 0 a 0,4 para os dois indentadores (Berkovich e cônico). Por outro lado, a razão δ_r/δ_{max} foi o parâmetro mais afetado como consequência das deformações do indentador (Figura 85), diminuindo até 17% quando a razão E/E_i foi aumentada até 0,4. Esta variação em δ_r/δ_{max} pode ser explicada porque parte da energia elástica recuperada durante o descarregamento corresponde à recuperação da deformação elástica no indentador. Este efeito tem consequências importantes nas propriedades mecânicas calculadas pelo algoritmo inverso apresentado no item 4.7., como será descrito posteriormente.

Figura 85 – (a) Relação entre a função adimensional δ_r/δ_{max} e a razão E/E_i para os materiais elásticos e elásticos perfeitamente-plásticos (b) razão entre δ_r no sistema com indentador elástico e rígido, para indentadores cônico (C) e Berkovich (B) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

4.8.2 Efeito das deformações do indentador na relação de Sneddon

Embora a razão δ_e/δ_{max} tenha apresentado variações pequenas com o aumento da razão E/E_i , uma correção adicional foi necessária para a relação entre o módulo reduzido e os parâmetros da curva de indentação (Eq. 21).

O fator de correção da equação de Sneddon (β) foi calculado a partir dos dados das simulações e os resultados estão mostrados na Figura 86. O fator de correção mostra-se dependente da razão E/E_i . No caso da indentação cônica, onde o contato é sempre circular, o fator de correção foi independente de outras propriedades mecânicas. Isto é, β independe da dureza do material indentado, muito embora

tenha sofrido mudança de até 8,2% com o incremento da razão E/E_i de 0 a 0,4. Para o indentador Berkovich, β apresentou dependência do valor da razão Y/E_r , porque β depende do nível de *pile-up* ou *sink-in* α nos indentadores piramidais (Figura 66), e α depende da razão Y/E_r (Figura 53). Note que para o indentador Berkovich o valor de β para $E/E_i = 0$ fornece uma correção para a equação de Sneddon pela forma do indentador e o nível de *pile-up/sink-in* e que a correção adicional necessária pela mudança na razão E/E_i não excede 7% (Figura 86b).

Figura 86 – (a) Fator de correção β como uma função da razão E/E_i (b) razão entre o fator de correção β nas indentações com indentador elástico e rígido. Para indentadores cônico (C) e Berkovich (B). (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

4.8.3 Efeito da razão E/E_i nas propriedades mecânicas calculadas

O efeito de E/E_i na função adimensional Π_4 assim como nas relações paramétricas Ξ_2 , Ξ_3 , estão apresentados nas Figura 87 a 89. Note que nas Figura 87 a 89 a variação das funções adimensionais causadas pelo incremento de E/E_i são equivalentes à variação obtida quando, para indentador rígido, é alterado o valor do coeficiente de encruamento. Então, para valores grandes da razão E/E_i , n pode ser calculado incorretamente quando as funções adimensionais obtidas com indentador rígido são usadas.

Na Figura 87, apresentam-se as linhas para $E/E_i = 0$ e $n = 0$, assim como $E/E_i = 0$ e $n = 0,5$, obtidas a partir da Eq. 61. A mudança em δ_e/δ_{max} e δ_r/δ_{max} , como consequência da deformação do indentador, não modifica a conclusão obtida anteriormente durante a análise para indentador rígido, segundo a qual valores da razão δ_r/δ_{max} tendendo a 1 impedem uma relação única entre a curva de indentação e as propriedades mecânicas. Como consequência da deformação do indentador, o coeficiente de encruamento pode ser sobreestimado. Assim, a relação entre δ_e/δ_{max} e δ_r/δ_{max} , nos materiais com $n = 0$, move-se da linha correspondente a $n = 0$ em direção àquela que corresponde a $n = 0,5$, quando a razão E/E_i aumenta. Este efeito causa maior erro na estimativa de n na medida que a razão δ_r/δ_{max} cresce e a sensibilidade da relação entre δ_e/δ_{max} e δ_r/δ_{max} com n diminui (Figura 70). Por exemplo, como mostra-se na Figura 87, quando δ_r/δ_{max} é aproximadamente igual a 0,86 ($Y/E_r = 0,01$), para um material com $n = 0$ e $E = 400$ GPa ($E/E_i = 0,4$), n seria sobreestimado em 0,55 usando a Eq. 61. Para um material com $E = 200$ GPa ($E/E_i = 0,2$) e $n = 0$, o coeficiente de encruamento é calculado como 0,42, enquanto que para um material com $E = 50$ GPa e $n = 0$ ($E/E_i = 0,05$) n é calculado como 0,34. Quando a razão δ_r/δ_{max} é aproximadamente igual a 0,75 ($Y/E_r = 0,005$ $n = 0,5$), o erro absoluto no cálculo de n cai para 0,091, 0,047 e 0,041 para os mesmos valores da razão E/E_i . Note que o erro causado pelo ruído experimental é muito maior que o erro induzido pela deformação do indentador (Figura 78).

Figura 87 – Relação entre a função paramétrica $\Xi_3 = \delta_e/\delta_{max}$, δ_r/δ_{max} e n . Nas figuras as linhas correspondem à Eq. 61 para n igual a 0 e 0,5. (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

Figura 88 – Relação entre a função adimensional $\Pi_4 = \delta_r/\delta_{max}$ e Y/E_r , as linhas correspondem à Eq. 57 para $n = 0, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4$ e 0,5 (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

Figura 89 – Relação entre a função paramétrica $\Xi_2 = P/E_r \delta^2$, a razão δ_r/δ_{max} e o coeficiente de encruamento n para o indentador Berkovich, as linhas correspondem à Eq. 59 para n igual a 0 e 0,5 (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

Se n e E_r são conhecidos, a variação de δ_r/δ_{max} pela deformação do indentador causaria superestimação de Y quando a relação entre h_r/h_{max} e Y/E_r da Eq. 57 é usada (Figura 88). Da mesma forma, a diminuição de δ_r/δ_{max} em relação a h_r/h_{max} causada pelo incremento da razão E/E_i , faz subestimar α , quando a relação entre h_r/h_{max} e α da Eq. 60 é usada. Adicionalmente, para materiais exibindo marcada recuperação elástica, a geometria do indentador deformado, além de não conhecida é significativamente diferente da geometria não deformada (Figura 81) e o uso da função de área do indentador não deformado ($A_s = 24,56 h_{max}^2$) na estimação da área induz erros adicionais no valor da área calculada e, como consequência, na dureza e no módulo elástico.

Nas Figura 90 e 91 apresentam-se duas relações que têm sido usadas na literatura para o cálculo de propriedades mecânicas usando o Ell. A relação entre a razão H/E_r , δ_r/δ_{max} e n (CASALS e ALCALÁ, 2005) (Figura 87), e a relação entre a razão $K/\sigma_{0,033}$ e a razão $E_r/\sigma_{0,033}$ (Figura 91), onde $\sigma_{0,033}$ é a tensão representativa, tensão correspondente a uma deformação ε igual a 0,033 (DAO *et al.* 2001).

Da relação entre a razão $K/\sigma_{0,033}$ e a razão $E_r/\sigma_{0,033}$ (Figura 91), que espera-se ser independente do valor de n , a mudança no valor de K causada pelo aumento da razão E/E_i , leva a um cálculo impreciso de todas as propriedades mecânicas ou à perda de uma solução do problema inverso. A solução matemática das equações não garante uma solução possível do problema inverso. Assim, por exemplo, valores complexos de n podem ser solução das equações sem que um valor complexo tenha sentido físico. A relação entre as razões H/E_r e δ_r/δ_{max} (Figura 90) tem sido tanto considerada independente de n (DAO *et al.*, 2001; CHENG e CHENG 1998d) quanto dependente de n (CASALS e ALCALÁ, 2005). Dos dados na Figura 90 observa-se que variações na relação são observadas quando a razão E/E_i aumenta, especialmente para os casos onde $Y/E_r = 0,01$, mas esta relação é menos afetada pelo aumento de E/E_i que as outras relações paramétricas entre as funções adimensionais.

Figura 90 – Relação entre a razão δ_r/δ_{max} a razão H/E_r e n . As linhas correspondem à relação entre h_r/h_{max} e H/E_r para $n = 0$ e $0,5$ apresentada por Casals e Alcalá (2005) (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

Figura 91 – Relação entre a razão $K/\sigma_{0,033}$ e a razão $E_r/\sigma_{0,033}$. A linha corresponde à relação apresentada por Dao et al. (2001). (RODRÍGUEZ, SOUZA e ALCALÁ,c)

5 CONSIDERAÇÕES SOBRE O APORTE DO TRABALHO

Entende-se que desenvolvimento deste trabalho contribuiu para o avanço da técnica de indentação instrumentada, no que se refere à sua aplicação para a obtenção de propriedades mecânicas elasto-plásticas. Os algoritmos obtidos, além de simples e de fácil implementação são mais representativos das condições reais dos ensaios de indentação experimentais que os disponíveis até o momento. Isto é, pela primeira vez um algoritmo direto incorpora o efeito do raio de arredondamento da ponta do indentador, assim como o atrito indentador-amostra para a indentação cônica. Também pela primeira vez, um algoritmo específico para indentador Vickers considera o efeito do atrito. Em paralelo, apesar da análise dimensional ser amplamente usada na análise da curva de indentação instrumentada, trabalhos anteriores não se preocuparam em realizar uma verificação da independência das respostas às variáveis não adimensionais, o que foi feito neste trabalho. Adicionalmente, aspectos fundamentais como a capacidade do módulo reduzido de incorporar corretamente as deformações do indentador, e o papel do fator de correção da equação de Sneddon β foram estudados de forma sistemática e conclusiva. Foi demonstrado que apesar do uso generalizado do fator β como uma constante para uma geometria fixa de indentador, seu valor muda com o nível de *pile-up/sink-in* na indentação piramidal. Observou-se, ainda que o módulo reduzido pode sobreestimar ou subestimar a rigidez do indentador dependendo das propriedades do material indentado. Os resultados deste trabalho também constituem um avanço no entendimento da falta de unicidade da solução do problema inverso, já que: (i) um critério para a identificação imediata da possibilidade de se obter ou não solução única foi estabelecido com base no valor da razão δ_r/δ_{max} e (ii) verificou-se a dependência entre as informações da curva, isto é, demonstrou-se pela primeira vez, de forma independente de erros de ajuste de funções, que só duas informações na curva de indentação são mutuamente independentes. As contribuições mencionadas acima foram adicionadas a outras, de forma a permitir a elaboração do conjunto de artigos que se encontram listados no ANEXO B.

CONCLUSÕES

Neste trabalho desenvolveu-se uma estratégia de análise do ensaio de indentação instrumentada, baseada na análise dimensional e na simulação por elementos finitos. Estes procedimentos permitiram obter as relações entre as propriedades mecânicas dos materiais e a forma da curva de indentação (algoritmos direto-inversos) para indentador cônico com semi ângulo de $70,3^\circ$ e arredondamento de ponta, assim como para os indentadores piramidais tipo Vickers e Berkovich sem arredondamento de ponta.

Os dados obtidos permitiram identificar dependência entre as informações do carregamento e descarregamento da curva, isto é, demonstrou-se que só duas informações na curva de indentação são mutuamente independentes e que a solução do problema inverso obtida da análise do carregamento ou do descarregamento é idêntica.

As relações obtidas permitiram identificar uma falta fundamental de relação única entre as propriedades mecânicas e a forma da curva de indentação. Assim, qualquer curva de indentação instrumentada com $\delta_r/\delta_{max} > 0,9$ pode ser obtida com infinitas combinações de propriedades mecânicas. A falta de unicidade encontra-se intimamente ligada ao fenômeno de plasticidade *pile-up*. Contudo, quando incorporada uma informação adicional, por exemplo, a área residual da indentação ou o módulo elástico do material indentado, as relações propostas permitem a obtenção da solução única também nos casos onde a análise só da curva $P - \delta$ fornece mais de uma solução.

As simulações por elementos finitos do ensaio de indentação para diferentes geometrias de indentador, e um conjunto amplo de propriedades mecânicas, permitiram concluir que a relação de Sneddon tem que ser corrigida tanto pela geometria da área de contato indentador-amostra quanto pela razão E/E_i . Como a área de contato indentador-amostra é afetada não só pela geometria do indentador mas também pelo nível de *pile-up* ou *sink-in* nos indentadores piramidais. Uma relação foi identificada entre o nível de *pile-up/sink-in* (α) e o fator de correção da equação de Sneddon β para os indentadores Vickers e Berkovich.

O uso do módulo reduzido é amplamente aceito e usado para incorporação das deformações do indentador na análise dos dados do EII. Entretanto, as simulações por elementos finitos desenvolvidas considerando o indentador como um corpo elástico permitiram concluir que a deformação do indentador não encontra-se completamente incorporada à análise pelo módulo reduzido. Pequenas diferenças foram observadas entre as curvas $P-h$ (onde h é a profundidade de indentação abaixo da superfície original da amostra) e as curvas $P-\delta$ (onde δ é o valor da aproximação mútua entre indentador e amostra durante a indentação) para um mesmo valor de E_r quando a razão E/E_i é grande. Assim, o módulo reduzido pode sobreestimar ou subestimar a rigidez do indentador dependendo das propriedades do material indentado.

Além da falta de unicidade, a possibilidade de obter propriedades mecânicas usando o EII encontra-se limitada: pela variação experimental, pela sensibilidade da forma da curva aos defeitos de ponta e ao atrito entre o indentador e a amostra e pelas deficiências do módulo reduzido para incorporar os efeitos das deformações do indentador na análise. Contudo, as propriedades mecânicas podem ser estimadas usando os algoritmos propostos com relativa precisão quando a curva de indentação exibe valores baixos da razão $\delta_r/\delta_{max} < 0,8$.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABAQUS, Manual do usuário, V6,5

ANTUNES, J.M.; MENEZES L.F.; FERNANDES, J.V. Three-dimensional numerical simulation of Vickers indentation tests. **International Journal of Solids and Structures** 43, 2006 p 784-806

ALCALÁ, J; ESQUE-DE LOS OJOS, D; RODRÍGUEZ, SA The role of crystalline anisotropy in mechanical property extractions through Berkovich indentation **Journal of Materials Research** 24, 2009 p 1235-1244

ALCALÁ, J; ESQUE-DE LOS OJOS, D. Revisiting the correlation between the spherical indentation behavior and the uniaxial response. I: polycrystals, artigo submetido International **Journal of Plasticity** Agosto 2009

ALCALÁ, J.; CASALS, O. OCENASEK, J. Micromechanics of pyramidal indentation in fcc metals: Single crystal plasticity finite element analysis. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids** 56, 2008 p 3277

ALKORTA, J.; MARTÍNEZ-ESNAOLA, J.M.; SEVILLANO, J.G. Absence of one-to-one correspondence between elastoplastic properties and sharp-indentation load–penetration data **Journal of Materials Research** 20, 2005 p. 432-437

ASTM E92-82(2003)e2 Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials.

ASHBY; M.F. Materials Selection in Mechanical Design. Third Edition. Elsevier. 2005.

BARROS NETO, B. e SCARMINIO, I. S. e BRUNS, R.E. Planejamento e Otimização de Experimentos, 2ª Ed., Campinas-SP, Editora UNICAMP, 1996.

BOX, G.E.P.; HUNTER, W.G. HUNTER, J.S. Statistics for experimenters. Na introduction to design, data analysis and model building. John Wilwy. New York, 1978

BHUSHAN, B.; LI X. Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films. **International Materials Reviews** 48, 2003 p 125-164.

BOLSHAKOV, A; PHARR, GM. Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques **Journal of Materials Research** 13, 1998, p 1049-1058.

BOUZAKIS, K.D.; MICHAILIDIS, N.; HADJIYIANNIS, S.; SKORDARIS G.; ERKENS, G. The effect of specimen roughness and indenter tip geometry on the determination accuracy of thin hard coatings stress–strain laws by nanoindentation. **Materials Characterization** 49 2003, 149-156.

BUCAILLE, J.L., STAUSS, S.; FELDER, E.; MICHLER, J. Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters. **Acta Materialia** 51 2003 p 1663–1678

CAO, YP; LU, J Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters: stability analysis and corresponding regularization schemes **Acta Materialia** 52 2004 p 1143-1153

CAO, Y.P.; DAO M.; LU J. A precise correcting method for the study of the superhard material using nanoindentation tests, **Journal of Materials Research** 22, 2007, p 1255-1264

CASALS, O.; ALCALÁ, J. The duality in mechanical property extractions from Vickers and Berkovich instrumented indentation experiments, **Acta Materialia** 53, 2005, p 3545–3561

CASALS, O; ALCALA, J. Analytical and experimental resolutions in the duality of mechanical property extractions from instrumented indentation experiments: Comments on "On determination of material parameters from loading and unloading responses in nanoindentation with a single sharp indenter" by L. Wang and S.I. Rokhlin [J. Mater. Res. 21, 995, (2006)] **Journal of Materials Research** 22, 2007 p 1138-1144

CASALS, O.; OCENASEK, J.; ALCALÁ, J. Crystal plasticity finite element simulations of pyramidal indentation in copper single crystals. **Acta Materialia** 55, 2007 p 55-

CHAUDHRI, M.M. A note on a common mistake in the analysis of nanoindentation data, **Journal of Materials Research** 16, 2001, p 336-339.

CHEN, J.;BULL, S.J. On the relationship between plastic zone radius and maximum depth during nanoindentation. **Surface & Coatings Technology** 201, 2006, p 4289-4293.

CHEN, X; OGASAWARA, N; ZHAO, MH, CHIBA N. On the uniqueness of measuring elastoplastic properties from indentation: The indistinguishable mystical materials **Journal of the Mechanics and Physics of Solids** 55, 2007, p 1618-1660

CHEN, W.; LI, M.; ZHANG, T. ; CHENG, Y.T.; CHENG, C.M. Influence of indenter tip roundness on hardness behavior in nanoindentation **Mater. Sci. Eng. A** 445-446, 2007, p 323-327.

CHENG, Y.T.; CHENG, C.M. Scaling approach to conical indentation in elastic-plastic solids with work hardening. **Journal of Applied Physics** 84, 1998a p 1284-1291.

CHENG, Y.T.; CHENG, C.M. Effects of 'sinking in' and 'piling up' on estimating the contact area under load in indentation. **Philosophical Magazine Letters** 78, 1998b p 115 -120.

CHENG, Y.T.; CHENG, C.M. Further analysis of indentation loading curves: Effects of tip rounding on mechanical property measurements. **Journal of Materials Research** 13, 1998c p 1059-1064.

CHENG, Y.T.; CHENG, C.M. Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation. **Appl. Phys. Lett.** 73, 1998d p 614-616

CHENG Y.T., CHENG C.M. Can stress-strain relationships be obtained from indentation curves using conical and pyramidal indenters?. **Journal of Materials Research** 14, 1999a, p. 3493-1396

CHENG, YT; CHENG, CM Scaling relationships in conical indentation of elastic perfectly plastic solids **International Journal of Solids and Structures** 36 1999b, p 1231-1243

CHENG, Y.T.; LI, ZY. Hardness obtained from conical indentations with various cone angles. **Journal of Materials Research** 15, 2000, p 2830-2835.

CHENG, Y.T.; CHENG, C.M. Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. **Materials Science & Engineering R-Reports** 44, 2004, p 91-149

CHOI, Y; LEE, HS; KWON, D, Analysis of sharp-tip-indentation load-depth curve for contact area determination taking into account pile-up and sink-in effects , **Journal of Materials Research** 19, 2004 p 3307-3315

CHOLLACOO, N.; DAO, M.; SURESH, S. Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters. **Acta Materialia** 51, 2003 p 3713–3729

DAO, M.; CHOLLACOO, N.; VAN VLIET, K.J.; VENKATESH, T.A.; SURESH, S. Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation. **Acta Materialia** 49 2001 p 3899–3918

DIETER, G.E. **Mechanical Metallurgy**. McGraw Hill, Inc., New York, USA, 1986.

FENG, G; NGAN, AHW Effects of creep and thermal drift on modulus measurement using depth-sensing indentation **Journal of Materials Research**: 17 2002 p 660-668

FERRER, M. Estudo das transformações de fase de aços TRIP ao Si-Mn microligados com Nb. São Paulo, 2003, Tese Universidade de São Paulo

FICHER-CRIPPS, A.C. **Nanoindentation**, Mechanical Engineering Series, London, 2002.

FICHER-CRIPPS, A.C. Use of combined elastic modulus in depth-sensing indentation with a conical indenter **Journal of Materials Research** 18, 2003 p 1043-1045

GIANNAKOPOULOS, AE; LARSSON, PL; VESTERGAARD, R Analysis of Vickers Indentation **International Journal of Solids and Structures** 31, 1994 p 2679-2708

GIANNAKOPOULOS, A.E.; LARSSON, P.L. Analysis of pyramid indentation of pressure-sensitive hard metals and ceramics **Mechanics of Materials** 25 1997 p 1-35.

GIANNAKOPOULOS, A.E.; SURESH, S. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation. **Scripta Materialia** 40, 1999 p 1191-1198.

GAO, Y.; WEN, S.; PAN, F. Creep rate sensitivities of materials by a depth-sensing indentation technique **Journal of University of Science and Technology Beijing** 13, 2006 p 308-312

GUO, W.C.; RAUCHS, G.; ZHANG, W.H.; PONTHOT, J.P. Influence of friction in material characterization in microindentation measurement. **Journal of Computational and Applied Mathematics** 2009, In Press, doi:10.1016/j.cam.2009.08.072

HARSONO, E.; SWADDIWUDHIPONG, S; LIU, Z.S.; The effect of friction on indentation test results **Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.** 16, 2008, 065001

HAY, J.C.; BOLSHAKOV, A.; PHARR, G.M. A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data, **Journal of Materials Research** 14, 1999 p 2296-2305.

HAY, J. C. e PHARR G.M., **Instrumented indentation testing**. In: Mechanical Testing and Evaluation H. Kuhn and D. Medlin, Editors, ASM Handbook vol. 8, ASM International, Materials Park, OH, 2000, pp. 232–243 (10th ed.)

HENDRIX, B.C. The use of shape correction factors for elastic indentation measurements, **Journal of Materials Research** 10, 1995, p 255-257.

HERTZ, H. Über die Berührung fester elastischer Körper (On the contact of elastic solids). **J. reine und angewandte Mathematik**, 92, 1882a 156-171 (Para a tradução ao inglês pode ser visto: Miscellaneous Paper by H. Hertz , Eds. Jones and Schott, London: Macmillan, 1896).

HERTZ, H. Über die Berührung fester elastischer Körper and über die Harte (On the contact of elastic solids and on hardness). **Verhandlungen des Vereins zur Beförderung des Gewerbefleißes**, Leipzig, 1882b. (Para a tradução ao inglês pode ser visto: Miscellaneous Paper by H. Hertz , Eds. Jones and Schott, London: Macmillan, 1896).

ISO/FDIS 14577:2002 Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters.

JOHNSON, K.L. **Contact mechanics**, Cambridge University Press, Cambridge, 1985.

KING, R.B. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. **International Journal of Solids and Structures** 23, 1987 p. 1657-1664

LAN, H.; VENKATESH, T. A. On the uniqueness and sensitivity issues in determining the elastic and plastic properties of power-law hardening materials through sharp and spherical indentation, **Philosophical Magazine** 87, 2007 p. 4671-4729

LARSSON, PL; GIANNAKOPOULOS, AE; SODERLUND, E, ROWCLIFFE, D.J.; VESTERGAARD, R. Analysis of Berkovich indentation **International Journal of Solids and Structures** 33 1996 p 221-248

LEE, J; LEE, C; KIM, B. Reverse analysis of nano-indentation using different representative strains and residual indentation profiles. **Materials & Design** 30, 2009 p 3395-3404

LEE, J. H.; LEE, H.; KIM, D.H. A numerical approach to evaluation of elastic modulus using conical indenter with finite tip radius. **Journal of Materials Research** 23, 2008, p 2528-2537.

LEPIENSKI, CM; PHARR, GM; PARK, YJ; WATKINS, T.R.; MISRA, A.; ZHANG, X. Factors limiting the measurement of residual stresses in thin films by nanoindentation **Thin Solid Films** 447 2004 p 251-257

LI, ZY; CHENG, YT; YANG, HT; CHANDRASEKAR S. On two indentation hardness definitions, **Surface and Coatings Technology** 154, 2002 p 124-130

LIU L, OGASAWARA N, CHIBA N, CHEN X. Can indentation technique measure unique elastoplastic properties? **Journal of Materials Research** 24, 2009 p 784-800

LOVE, A.E.H. Boussinesq's problem for a rigid cone, **Quarterly Journal of Mathematics** (Oxford series) 10, 1939 p 161-175

MA D., ONG C. W., ZHANG T. An improved energy method for determining Young's modulus by instrumented indentation using a Berkovich tip. **Journal of Materials Research** 23, 2008 p 2106-2115

MATA, M.; ALCALÁ J. The role of friction on sharp indentation. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids** 52 2004 p 145 – 165

McELHANEY, KW; VLASSAK, JJ; NIX, WD. Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments **Journal of Materials Research** 13 1998 p 1300-1306

MEZA, JM; ABBES, F; TROYON, M. Penetration depth and tip radius dependence on the correction factor in nanoindentation measurements **Journal of Materials Research** 23, 2008 p 725-731.

MEZA, J.M.; MORÉ, M.C.; SOUZA, R. M.; CRUZ, L.J. Using the Ratio: Maximum Load over Unload Stiffness Squared, P_m/S_u^2 , on the Evaluation of Machine Stiffness and Area Function of Blunt Indenters on Depth-sensing Indentation Equipment. **Materials Research**, 10, 2007 p. 437-447, 2007

MOTT, R. Mecánica de Fluidos Aplicada, Prentice Hall 1996

OGASAWARA, N.; CHIBA, N.; CHEN, X. Measuring the plastic properties of bulk materials by singles indentation test. **Scripta Mater** 54 2006 p 65–70.

OLIVER, W.C.; PHARR, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and sensing indentation experiments. **Journal of Materials Research** 7, 1992 p1564-1583.

PHARR, G. M. Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. **Materials Science and Engineering A** 253, 1998 p 151-159.

PHARR, G.M.; BOLSHAKOV, A. Understanding nanoindentation unloading curves. **Journal of Materials Research**. 17, 2002 p 2660-2671

RODRÍGUEZ S.A., FARIAS, M.C., SOUZA, R.M., Analysis of the tip roundness effects on the micro- and macroindentation response of elastic-plastic materials **Journal of Materials Research**. 24, 2009a, p 1037-1044

RODRÍGUEZ S.A., FARIAS, M.C., SOUZA, R.M., Analysis of the effects of conical indentation variables on the indentation response of elastic-plastic materials through factorial design of experiment **Journal of Materials Research**. 24, 2009b, p 1222-1234

RODRÍGUEZ S.A., FARIAS, M.C., SOUZA, R.M., (a) Mechanical properties extraction of bulk materials and thin films based on Vickers instrumented indentation tests, submetido para publicação **Surface and Coatings Technology** Fev/2010

RODRÍGUEZ S.A., SOUZA, R.M., ALCALÁ, J., (a) A critical reassessment of the elastic unloading in sharp instrumented indentation experiments: mechanical properties extraction, submetido para publicação **Philosophical Magazine** Oct/2009

RODRÍGUEZ S.A., SOUZA, R.M., ALCALÁ, J., (b) Effects of elastic indenter deformation on spherical instrumented indentation tests: The reduced elastic modulus, submetido para publicação **Philosophical Magazine** Oct/2009

RODRÍGUEZ S.A., SOUZA, R.M., ALCALÁ, J., (c) The reduced elastic modulus in analysis of sharp instrumented indentation tests, em preparação

SACKS, J., SCHILLER, S.B. WELCH, W.J. Designs for Computer Experiments, **Technometrics** 31 1989, p 41-47.

SAKHAROVA, N.A.; FERNANDES, J.V.; ANTUNES, J.M.; OLIVEIRA, M.C. Comparison between Berkovich, Vickers and conical indentation tests: A three-

dimensional numerical simulation study **International Journal of Solids and Structures** 46, 2009 p 1095-1104

SCHIFFMANN, KI. Area function calibration in nanoindentation using the hardness instead of Young's modulus of fused silica as a reference value. **International Journal of Materials Research** 98, 2007, p 424-429.

SNEDDON I.N., Boussinesq's problem for a rigid cone **Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society** 44 1948 p 492-507.

SNEDDON, I.N. Fourier Transforms (McGraw-Hill Book Company, Inc., New York, 1951), pp. 450–467.

SUN, Y.; ZHENG, S.; BELL, T., SMITH J. Indenter tip radius and load frame compliance calibration using nanoindentation loading curves. **Philosophical Magazine Letters** 79, 1999, p 649- 658

SURESH, S; GIANNAKOPOULOS, A.E. A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation **Acta Materialia** 46, 1998 p 5755-5767.

SWADDIWUDHIPONG, S.; THO, K.K.; LIU, Z.S.; ZENG, K. Material characterization based on dual indenters. **International Journal of Solids and Structures** 42, 2005 p 69–83

SWADDIWUDHIPONG, S.; HUA J; THO, K.K.; LIU, Z.S. Equivalency of Berkovich and conical load-indentation curves, **Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering** , 14, 2006 p 71-82

TABOR, D. Hardness of Metals. Clarendon Press, UK, 1951.

TABOR, D. Mohs Hardness Scale - A Physical Interpretation. **Proceedings of the Physical Society of London Section B** 67 1954 p 249-257

TALJAT, B; PHARR, GM, Development of pile-up during spherical indentation of elastic-plastic solids **International Journal of Solids and Structures** 41, 2004 p 3891-3904.

THO, K.K.; SWADDIWUDHIPONG, S.; LIU, Z.S.; ZENG, K.; HUA J. Uniqueness of reverse analysis from conical indentation tests . **Journal of Materials Research** 19, 2004 p. 2498-2502

TROYON, M; HUANG, LY. Correction factor for contact area in nanoindentation measurements. **Journal of Materials Research**, 20 2005 p 610-617

TROYON, M; LAFAYE, S. About the importance of introducing a correction factor in the Sneddon relationship for nanoindentation measurements **Greece Philosophical Magazine** 86, 2006, p 5299-5307

VAN VLIET, K.J.; PRCHLIK, L.; SMITH, J.F., Direct measurement of indentation frame compliance. **Journal of Materials Research** 19, 2004, p 325-331

VANLANDINGHAM, M.R. Review of instrumented indentation. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology** 108, 2003 p 249 - 265.

VANLANDINGHAM, M.R.; JULIANO, TF; HAGON, MJ, Measuring tip shape for instrumented indentation using atomic force microscopy **Measurement Science & Technology** 16 2005. p 2173-2185

WANG, LG; ROKHLIN, SI. Universal scaling functions for continuous stiffness nanoindentation with sharp indenters **International Journal of Solids and Structures** 42, 2005 p 3807-3832.

XU, Z.H.; LI, X.D. Effects of indenter geometry and material properties on the correction factor of Sneddon's relationship for nanoindentation of elastic and elastic-plastic materials **Acta Materialia** 56 2008 p 1399-1405

ANEXO A – Análise da significância estatística dos efeitos por meio de gráficos normais

A análise por meio de gráficos normais é uma técnica alternativa para tentar distinguir o que é realmente efeito do que é apenas ruído nos resultados de um planejamento de experimentos (BOX *et al.*, 1978; BARROS NETO, SCARMINIO, e BRUNS, 1996). Para entender como esta técnica funciona, necessita-se do conceito de probabilidade acumulativa. Nesse sentido, deve-se inicialmente observar que uma variável aleatória χ que se distribua normalmente obedece à equação

$$f(\chi)d\chi = \frac{1}{\xi\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(\chi-\psi)^2}{2\xi^2}} d\chi \quad (66)$$

onde $f(x)$ é a densidade de probabilidade da variável aleatória χ , ξ^2 é a variância populacional, e ψ é a média populacional. A representação gráfica dessa equação é uma curva em forma de sino, como a que aparece na Figura 92a. Considerando um valor numérico específico χ_1 para a variável em questão a área calculada à esquerda de χ_1 , que aparece hachurada na Figura 92a, é o que chamamos de probabilidade cumulativa (ou probabilidade acumulada) do valor χ_1 . Essa área corresponde à probabilidade de se observar um valor χ menor ou igual a χ_1 . A probabilidade cumulativa é uma função monotonicamente crescente de χ , e tendera a 1, que é o valor da área total sob a curva da Figura 92a, quando χ tende para ∞ .

Fazendo um gráfico da probabilidade cumulativa de uma distribuição normal, obtém-se um gráfico em forma sigmóide tendendo assintoticamente para zero à esquerda e para 1 à direita, como se mostra na Figura 92b. A sigmóide da Figura 92b pode ser transformada numa reta, por meio de uma modificação na escala do eixo das ordenadas. Essa modificação consiste em expandir a escala simetricamente em torno do ponto representando 0,5 (isto é 50% da probabilidade acumulada), de modo a “esticar” as duas pontas do S (Figura 92c). O procedimento é semelhante ao que se usa para fabricar papel logarítmico. A função $y=\log x$, que em uma escala comum é representada por uma curva, num papel logarítmico passa a ser representada por uma reta. Se a variável χ se distribuir normalmente, o gráfico de suas probabilidades acumuladas será uma sigmóide na escala cartesiana

comum, mas passará a ser uma reta se utilizar-se papel de probabilidade normal, isto é, um papel onde a escala vertical corresponda à da Figura 92.

Figura 92 – (a) Gráfico da densidade de probabilidade numa distribuição normal. A probabilidade acumulada correspondente a um valor x_1 é a área sob a curva à esquerda de x_1 . (b) Probabilidade acumulada numa distribuição normal na escala cartesiana usual. (c) o gráfico da figura b num eixo de probabilidade normal. Adaptado de Barros Neto, Scarminio, e Bruns (1996)

O procedimento para a construção de um gráfico de probabilidade normal basicamente, consiste de cinco etapas: (i) ordenar os efeitos, (ii) determinar a região de probabilidade cumulativa correspondente a cada efeito, (iii) determinar o ponto central do intervalo de probabilidade acumulada, (iv) construir o gráfico de probabilidade acumulada em escala cartesiana e (v) modificar o eixo de probabilidade acumulada para a escala de probabilidade normal.

A título de exemplo, considera-se uma amostra aleatória de dez elementos ($M=10$), extraída de uma população normal. Para representar esta amostra num

gráfico normal, inicia-se colocando seus elementos em ordem crescente. Assim, o primeiro elemento será o menor e o décimo será o maior. Usando um índice para indicar a ordem de cada elemento, chamamos χ_1 o menor deles e χ_{10} o maior. Como a amostragem foi aleatória, cada um desses dez elementos é representativo de uma faixa equivalente a 10% da área total da distribuição. O primeiro elemento representaria os primeiros 10% da cauda à esquerda, o segundo representaria a região entre 10 e 20% e assim por diante. Ao décimo elemento, o maior de todos, caberia a cauda de 10% à direita, isto é, a região indo de 90% a 100% de probabilidade acumulada. Esta formulação está ilustrada graficamente na Figura 93a) com uma curva de densidade de probabilidade, associando cada ponto à probabilidade acumulada do centro do intervalo que ele representa. Assim, χ_1 , que está no intervalo que vai de 0 a 10%, corresponderia à probabilidade acumulada de 5%, χ_2 corresponderia a 15%, χ_3 a 25% ... e finalmente χ_{10} seria associado à probabilidade de 95%. A probabilidade acumulada pode ser calculada segundo a Eq. 67.

$$Q_i = 100 \left(i - \frac{1}{2} \right) / M \quad (67)$$

Em um gráfico dessas probabilidades contra os valores $\chi_1, \chi_2 \dots \chi_{10}$ em uma escala linear, os pontos devem cair aproximadamente sobre uma sigmóide, como na Figura 93b), e mudando o eixo para uma escala de probabilidade normal, os pontos ajustam razoavelmente uma reta (Figura 93c). Se os dados não ajustam uma linha reta, não é válida a suposição de que a amostra corresponde a uma população normal.

Figura 93 – Amostra aleatória de dez elementos (a) numa distribuição normal padronizada, (b) Probabilidades acumuladas para casa amostra em uma escala cartesiana comum, (c) os dados da figura b num gráfico de probabilidade normal.

Num planejamento 2^6 como o usado na análise dos efeitos das variáveis adimensionais e não adimensionais sobre a resposta à indentação, faz-se a suposição de que nenhum dos 21 efeitos, de primeira e segunda ordem (Tabela 10) que foram calculados, exista de fato, isto é, que o valor de cada um deles seja zero. Dentro dessa suposição (hipótese nula), os valores numéricos que se obtiveram devem refletir apenas os erros aleatórios do processo. Então, pode-se considerar os efeitos como uma amostra aleatória retirada de uma população com distribuição aproximadamente normal, com média populacional zero. Procedendo como no

exemplo dos dez pontos, pode-se traçar um gráfico normal dos 21 valores e usá-los para testar a hipótese de que os efeitos não existem. Os dados necessários no caso da função adimensional $\Pi_5 = S/E_r h_{max}$ encontram-se na Tabela 25, onde a cada efeito é associado a um valor de probabilidade acumulada (Q). Para traçar o gráfico, usou-se a função *normplot* do MATLAB (Figura 94), mas todos os programas computacionais de estatística têm uma ferramenta semelhante.

No gráfico normal dos efeitos (Figura 94), observa-se que os pontos centrais se ajustam muito bem a uma reta que cruza a probabilidade acumulada de 50% praticamente sobre o ponto zero do eixo das abscissas. Faz sentido, portanto, considerar esses pontos como vindos de uma população normal de média zero. Ou seja, eles representam “efeitos” sem nenhum significado físico. O mesmo não pode ser dito em relação aos outros valores, que estão identificados com o efeito que representam (I_θ , $I_{R/h}$, $I_{Y/E}$, I_n). Não se poderia pensar que esses efeitos, tão afastados da linha reta, pertençam à mesma população que produziu os pontos centrais. Deve-se interpretar, então, como efeitos realmente significativos, e tanto mais significativos quanto mais afastados estiverem da região central, seja para a direita ou à esquerda.

Tabela 25 – Efeitos de primeira e segunda ordem ordenados de forma crescente e a probabilidade acumulada correspondente

Ordem	Efeitos	$\Pi_5 = S/E_r h_{max}$	Q
1	I_n	-0,7553	2,38
2	$I_{Y/E}$	-0,3190	7,14
3	$I_{Y/E \times \theta}$	-0,0898	11,90
4	$I_{n \times \theta}$	-0,0718	16,67
5	$I_{Y/E \times R/h}$	-0,0681	21,43
6	$I_{R/h \times \theta}$	-0,0507	26,19
7	$I_{Y/E \times E}$	-0,0493	30,95
8	$I_{\theta \times h}$	-0,0304	35,71
9	I_E	-0,0133	40,47
10	$I_{n \times h}$	-0,0122	45,24
11	$I_{E \times h}$	-0,0118	50,00
12	$I_{R/h \times h}$	-0,0044	54,76
13	$I_{Y/E \times h}$	0,0135	59,52
14	$I_{\theta \times E}$	0,0137	64,28
15	$I_{Y/E \times n}$	0,0227	69,05
16	$I_{n \times R/h}$	0,0301	73,81
17	$I_{R/h \times E}$	0,0527	78,57
18	$I_{n \times E}$	0,0533	83,33
19	I_h	0,0912	88,09
20	$I_{R/h}$	0,3017	92,86
21	I_θ	1,8805	97,62

A Figura 94 difere da Figura 27, já que na Figura 27 incluíram-se os efeitos de terceira ordem, como, por exemplo, $I_{Y/Exn \times \theta}$, mas as conclusões nos dois casos são as mesmas, só os efeitos de primeira ordem (I_θ , $I_{R/h}$, $I_{Y/E}$, I_n) são estatisticamente significativos.

Figura 94 – Gráfico normal dos efeitos de primeira e segunda ordem para $II_5 = S/E_r h_{max}$

ANEXO B – Artigos elaborados relacionados com a temática do trabalho

RODRÍGUEZ S.A., FARIAS, M.C., SOUZA, R.M., Analysis of the tip roundness effects on the micro- and macroindentation response of elastic-plastic materials **Journal of Materials Research**. 24, 2009a, p 1037-1044

RODRÍGUEZ S.A., FARIAS, M.C., SOUZA, R.M., Analysis of the effects of conical indentation variables on the indentation response of elastic-plastic materials through factorial design of experiment **Journal of Materials Research**. 24, 2009b, p 1222-1234

ALCALÁ, J; ESQUE-DE LOS OJOS, D; RODRÍGUEZ, SA The role of crystalline anisotropy in mechanical property extractions through Berkovich indentation **Journal of Materials Research** 24, 2009 p 1235-1244

RODRÍGUEZ S.A., SOUZA, R.M., ALCALÁ, J., (a) A critical reassessment of the elastic unloading in sharp instrumented indentation experiments: mechanical properties extraction, submetido para publicação **Philosophical Magazine** Oct/2009

RODRÍGUEZ S.A., SOUZA, R.M., ALCALÁ, J., (b) Effects of elastic indenter deformation on spherical instrumented indentation tests: The reduced elastic modulus, submetido para publicação **Philosophical Magazine** Oct/2009

RODRÍGUEZ S.A., FARIAS, M.C., SOUZA, R.M., (a) Mechanical properties extraction of bulk materials and thin films based on Vickers instrumented indentation tests, submetido para publicação **Surface and Coatings Technology** Fev/2010

MADY, C.E.K.; RODRIGUEZ; S.A.; GÓMEZ, A.; SOUZA, R. M. Effects of mechanical properties, residual stress and indenter tip geometry on instrumented indentation data in thin films, submetido para publicação **Surface and Coatings Technology** Fev/2010

RODRÍGUEZ S.A., SOUZA, R.M., ALCALÁ, J., (c) The reduced elastic modulus in analysis of sharp instrumented indentation tests, em preparação