

EDUARDO ALBERTO PÉREZ RUIZ

**ESTUDO DAS TENSÕES DE CONTATO DURANTE
SUCESSIVAS INDENTAÇÕES DE SISTEMAS CONTENDO
FILMES RESISTENTES AO DESGASTE E SUBSTRATOS COM
DIFERENTES PROPRIEDADES MECÂNICAS**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo, para obtenção do título de
Mestre em Engenharia.

**São Paulo
2004**

EDUARDO ALBERTO PÉREZ RUIZ

**ESTUDO DAS TENSÕES DE CONTATO DURANTE
SUCESSIVAS INDENTAÇÕES DE SISTEMAS CONTENDO
FILMES RESISTENTES AO DESGASTE E SUBSTRATOS COM
DIFERENTES PROPRIEDADES MECÂNICAS**

Dissertação apresentada à Escola
Politécnica da Universidade de São
Paulo, para obtenção do título de
Mestre em Engenharia.

Área de concentração: Engenharia
Mecânica

Orientador: Prof. Dr. Roberto Martins
de Souza

**São Paulo
2004**

*A Dios, a mi familia (padres y hermanos)
A mi sobrinita Valentina*

AGRADECIMENTOS

Ao senhor orientador, Prof. Dr. Roberto Martins de Souza, pela paciência, apoio, e confiança depositada em mim

Ao senhor Prof. Dr. Amilton Sinatora, pelo apoio e total colaboração na minha participação como pesquisador do Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS)

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela bolsa (processo 01/10864-5) que permitiu o desenvolvimento deste projeto

Ao Laboratório de Tribologia e Materiais (LTM) da Universidade Federal de Uberlândia, pela ajuda e colaboração nas medições de interferometria laser.

Ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP, em especial ao pessoal responsável pelo microscópio eletrônico de varredura.

À senhora Silene Carneiro e ao senhor Sidney Carneiro pela colaboração.

À aluna de iniciação científica Patrícia B. Gomes de Lamadrid, pela colaboração nos resultados obtidos na parte experimental

À empresa BRASIMET Comércio e Indústria S.A pela deposição dos filmes CrN.

A todos os colegas do Laboratório de Fenômenos de Superfície pelo companheirismo

Ao MSc Engenheiro Dairo Hernán Mesa Grajales, professor e amigo, pela amizade e confiança depositada em mim. (Sin su recomendación, confianza y apoyo *ninguno* de los Ibaguereños hubieramos tenido el entusiasmo ni la oportunidad de venir al Brasil)

Aos amigos colombianos, “Amigos con los cuales he podido contar de forma desinteresada, especialmente Leonardo Villabón y Jhon Cifuentes, amigos los cuales

tuvimos el sueño de venir al Brasil convirtiendonos en la imagen y carta de presentación de los ingenieros mecánicos de la Universidad de Ibagué-Corunversitaria.

RESUMO

A deposição de filmes finos resistentes ao desgaste é uma prática realizada com bastante frequência para melhorar o comportamento tribológico (atrito, desgaste, lubrificação) de diferentes peças e componentes. Afim de se garantir o adequado funcionamento do sistema (substrato+filme) revestido, é por vezes importante avaliar o comportamento mecânico do mesmo. Um método bastante simples para avaliação e estudo do comportamento mecânico destes sistemas é o ensaio de indentação.

Neste trabalho, foram estudadas as tensões de contato e a deformação plástica desenvolvidas na indentação de sistemas contendo um filme fino resistente ao desgaste e um substrato com comportamento elasto-plástico (Alumínio 6061). O trabalho foi em grande parte baseado em uma seqüência de simulações utilizando o método dos elementos finitos (MEF), nas quais variou-se as propriedades mecânicas do substrato, o diâmetro do indentador esférico e a carga aplicada. Em alguns casos, as simulações igualmente analisaram o efeito de até cinco indentações sucessivas nas tensões de contato. Com o intuito de comprovar os resultados numéricos, experimentos de indentação foram realizados em corpos-de-prova com substrato de alumínio 6061 e filme de nitreto de cromo CrN.

Os resultados numéricos e experimentais foram analisados com base no acúmulo de material na borda das indentações (“pile-up”), cuja altura demonstrou ter uma grande importância no comportamento das tensões de contato, responsáveis pela propagação de trincas no filme, durante a indentação dos sistemas. Não obstante, não foi possível estabelecer uma clara relação entre a quantidade de deformação plástica equivalente experimentada pelo substrato e a altura do pile-up.

ABSTRACT

The deposition of wear resistant thin films is frequently used to improve the tribological behavior (friction, wear and lubrication) of different components and parts. In order to guarantee the adequate performance of the coated system (film+substrate), it is usually important to evaluate the mechanical behavior of the coated system. A simple method for the evaluation of this behavior is the indentation test.

This work presents a study on the contact stresses and plastic deformation developed during the indentation of systems with a wear resistant thin film and an elastic-plastic substrate (Aluminum 6061). The work was based in a sequence of simulations using the finite element method (FEM), in which the main variables were the mechanical properties of substrate, the indenter diameter and the applied normal load. In some cases, the simulations analyzed the effect of five repeated indentations on the contact stresses. With the aim of confirming the simulation results, experimental indentation tests were conducted on a system with a 6061 aluminum substrate and a chromium nitride (CrN) thin film.

The simulation and experimental results were analyzed considering the pile-up generated at the indentation edge, which presented a significant effect in the contact stress behavior, responsible for the propagation of film cracks during the indentation of these systems. On the other hand, a direct correlation between the substrate equivalent plastic strain and the pile-up height was not possible.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	x
LISTA DE TABELAS	xiv
LISTA DE SÍMBOLOS	xv
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 Indentação no estudo do desgaste e das propriedades mecânicas de sistemas revestidos.....	3
2.1.1 Desgaste e sistemas revestidos.....	3
2.1.2 Avaliação das propriedades mecânicas de filmes.....	6
2.1.3 Falhas nos sistemas revestidos.....	8
2.2 Métodos para avaliação das tensões de contato.....	12
2.2.1 Análise analítica.....	12
2.2.1.1 Análise não hertziana das tensões de contato.....	19
2.2.1.2 Contato envolvendo deformação plástica.....	20
2.2.2 Método dos elementos finitos para avaliação de tensões de contato.....	21
3 OBJETIVO	31
4 PROCEDIMENTO	32
4.1 Simulação de elementos finitos.....	32
4.1.1 Considerações na simulação da indentação do sistema revestido.....	32
4.2 Procedimento Experimental.....	37
5 RESULTADOS	42
5.1 Resultados das simulações utilizando o método dos elementos finitos (MEF).....	42
5.1.1 Efeito do diâmetro do indentador e da carga aplicada nas tensões de contato, altura de pile-up e deformação plástica equivalente.....	42

5.1.2 Efeito das sucessivas indentações na propagação de trincas circulares, nas tensões de contato e na altura de pile-up.....	47
5.2 Resultados experimentais.....	52
5.2.1 Efeito da carga e do diâmetro do indentador na quantidade de trincas circulares e de pile-up desenvolvidos durante indentação única.....	52
6 DISCUSSÃO	57
7 CONCLUSÕES	62
ANEXOS	64
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	133

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1. Valores típicos de espessura de revestimentos e temperatura do processo (temperatura na superfície do substrato) utilizados na deposição de revestimentos tribológicos [10].....5
- Figura 2. Esquema do ensaio de microindentação. Indentador penetrando o filme aderido a um substrato.....7
- Figura 3. Curva típica de carga em função da profundidade de indentação.....7
- Figura 4. Esquema das diferentes geometrias de indentadores (a) Indentador piramidal; (b) Indentador cônico; (c) Indentador esférico.....8
- Figura 5. Padrão de trincas obtidas no processo de indentação sobre: (a) Substrato M2 de 929 HV e TiN com 2,6 μ m; (b) Substrato M2 de 285 HV e TiN com 2,6 μ m [29].....9
- Figura 6. Representação do tipo de trinca gerada no ensaio de indentação e distribuição de esforços no filme. (a) Esquema das regiões onde se apresentam os principais tipos de falha. (b) Distribuição das tensões radiais [41].....10
- Figura 7. Resultados de elementos finitos realizados por Souza [9]. Geometria original em preto e geometria deformada em branco..... 11
- Figura 8. Exemplos de heterogeneidade superficial [1].....12
- Figura 9. Deformação obtida quando dois corpos convexos são postos em contato devido à aplicação de uma força normal P [43].....13
- Figura 10. Deformação obtida quando um corpo côncavo e um convexo são postos em contato devido à aplicação de uma força normal P [9].....14
- Figura 11. Distribuição de tensões obtidas pela teoria de Hertz. (a) Tensões ao longo da superfície de contato; (b) Tensões ao longo do eixo de simetria [44].....19
- Figura 12. Modelo de cavidade para a indentação de material com comportamento elástico plástico [43].....21
- Figura 13. Efeito da espessura e rigidez do filme nas tensões de contato. Valores de tensão normalizados pela tensão de escoamento (σ_y) do substrato. Distância radial (r) normalizada pelo raio de

	contato (a_y) correspondente à condição de escoamento inicial.	
	(a) Tensão radial; (b) Tensão tangencial [32].....	23
Figura 14.	Distribuição das máximas tensões principais no filme.	
	(a) $E/\sigma_{ey}=23$; (b) $E/\sigma_{ey}=200$ [32].....	24
Figura 15.	Processo de deformação plástica durante a indentação esférica de filmes frágeis depositados sobre substratos com comportamento elasto-plástico. (a) Começo do processo de indentação. (b) Deformação plástica no substrato.	
	(c) Falha do sistema [15].....	25
Figura 16.	Perfis de indentação, utilizando indentador com geometria cônica. (a) materiais sem encruamento; (b) materiais com encruamento [26].....	26
Figura 17.	Zona plástica desenvolvida durante indentação de materiais com diferentes relações E/σ_{ey} . Materiais sem encruamento são representados por linhas contínuas e materiais com encruamento são representados por linhas pontilhadas [26].....	27
Figura 18.	Distribuição da deformação radial em função da distância radial para vários valores de atrito [34].....	28
Figura 19.	Esquema do sistema revestido simulado quando submetido ao processo de indentação por uma esfera.....	33
Figura 20.	Malha utilizada nas simulações de elementos finitos do sistema revestido submetido a ensaio de indentação [55-57].....	33
Figura 21.	Curva tensão-deformação obtida do ensaio de tração realizado em alumínio 6061 [9].....	35
Figura 22.	Sistema revestido Nitreto de Cromo (CrN)-Alumínio 6061. (a) Dimensões do corpo-de-prova; (b) Aspecto superficial do revestimento obtido através de processo PVD a arco [58].....	38
Figura 23.	Aspecto superficial dos indentadores esféricos. (a) Esfera de 6,35 mm, diâmetro característico do indentador Rockwell M; (b) Esfera de 3,18 mm, diâmetro característico do indentador Rockwell E; (c) Esfera de 1,59 mm, diâmetro característico do indentador Rockwell B [58].....	39

Figura 24. Marcas de indentação no sistema revestido (CrN/Alumínio 6061), obtidas nas combinações de parâmetros da Tabela 4.....	40
Figura 25. Distribuição dos valores de tensão radial. Valores calculados ao longo da superfície do filme à máxima carga aplicada. (a,b,c) Sistema Filme/AA 6061-T6; (d,e,f) Sistema Filme/AA 6061.....	43
Figura 26. Detalhe da altura de pile-up obtida para as combinações de parâmetros de indentação da Tabela 4.....	44
Figura 27. Deslocamentos na direção axial (u_z). Valores calculados ao longo da superfície do filme à máxima carga. (a,b,c) Sistema filme/AA 6061-T6; (d,e,f) Sistema filme/AA 6061.....	45
Figura 28. Deformação plástica equivalente. Valores calculados nos nós localizados ao longo da interface filme/substrato e calculados à máxima carga. (a,b,c) Sistema revestido filme/AA 6061-T6; (d,e,f) Sistema revestido filme/AA 6061.....	46
Figura 29. Propagação das trincas distribuídas na superfície do filme. Carga normal de 50 N. (a) Uma indentação; (b) Duas indentações; (c) Cinco indentações.....	48
Figura 30. Tensões de contato calculadas depois de liberada a carga de indentação depois de cada um das sucessivas indentações.....	49
Figura 31. Detalhe da distribuição da tensão radial no caso de sucessivas Indentações.....	50
Figura 32. Deslocamentos na direção axial (u_z) calculados durante as sucessivas indentações no sistema revestido. Valores obtidos à máxima carga para um, dois e cinco ciclos de indentação. (a) Deslocamentos na direção axial dos nós ao longo da superfície do substrato; (b) Detalhe dos pile-up.....	51
Figura 33. Deformação plástica equivalente calculada na interface do sistema filme/substrato quando submetidos a um, dois e cinco ciclos indentação.....	51
Figura 34. Tensão radial calculada nos nós ao longo da superfície do filme. (a) valores ao longo da distância radial (r); (b) Detalhe do pico de tensões na região da borda do contato.....	52

Figura 35. Trincas circulares observadas por microscopia eletrônica de varredura no interior da região da indentação. (a) Trincas obtidas usando diâmetro de indentador de 6,3 mm e carga de 490,3 N; (b) Trincas obtidas usando diâmetro de indentador de 3,2 mm e carga de 294,2 N; (c) Trincas obtidas usando diâmetro de indentador de 1,59 mm e carga de 196,1 N.....	54
Figura 36. Número de trincas observadas dentro da região de contato da indentação. (a) Indentação realizada com indentador de 3,17 mm e carga de 196,1 N; (b) Indentação realizada com indentador de 3,17 mm e carga de 490,3 N.....	55
Figura 37. Alturas dos pile-ups obtidos em cada uma das combinações de parâmetros de indentação. (a) Diâmetro de 6,35 mm e carga de 196,1 N; (b) Diâmetro de 6,35 mm e carga de 294,2 N; (c) Diâmetro de 6,35 mm e carga de 490,3 N; (d) Diâmetro de 3,17 mm e carga de 196,1; (e) Diâmetro de 3,17 mm e carga de 294,2 N; (f) Diâmetro de 3,17 mm e carga de 490,3 N; (g) Diâmetro de 1,59 mm e carga de 196,1; (h) Diâmetro de 1,59 mm e carga de 294,2 N; (i) Diâmetro de 1,59 mm e carga de 490,3 N.....	55
Figura 38. Altura do pile-up depois de sucessivas indentações no sistema revestido. O eixo X, faz referência à distância radial (r) em μm . (a) Uma indentação; (b) Duas indentações; (c) Cinco indentações.....	56

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Materiais e características geométricas dos componentes do sistema revestido.....	34
Tabela 2. Características do sistema revestido (filme/substrato).....	34
Tabela 3. Parâmetros utilizados nas simulações (MEF).....	37
Tabela 4. Combinações diâmetro de indentador – carga normal aplicada.....	40
Tabela 5. Parâmetros utilizados no trabalho experimental.....	41
Tabela 6. Número de trincas circulares obtidas na indentação do sistema Revestido.....	53
Tabela 7. Valores numéricos e experimentais obtidos durante simples Indentação.....	60

LISTA DE SÍMBOLOS

MEF	Método dos elementos finitos
PVD:	<i>Physical Vapor Deposition</i> , Deposição Física a Vapor
CVD:	<i>Chemical Vapor Deposition</i> , Deposição Química a Vapor
h_f	Profundidade de indentação medida após o descarregamento
$h_{m\acute{a}x}$	Máxima profundidade de indentação
h_c	Profundidade de contato
K_{IC}	Tenacidade à fratura
φ	Parâmetro geométrico de indentador
c	Comprimento da trinca radial
n	Coefficiente de encruamento
E	Módulo elástico
H	Dureza
P	Carga Normal
σ_y	Tensão de escoamento
Z_i	Superfícies de contato
R_i	Raio principal de curvatura
R'	Raio de curvatura relativo
h	Separação entre superfícies convexas
δ	Deslocamento dos corpos em contato
u_z	Deslocamento axial
a	Raio de contato
r	Distância radial
E^*	Módulo elástico equivalente
ν	Módulo de Poisson
ϵ_r	Deformação radial
ϵ_θ	Deformação tangencial
ϵ_z	Deformação axial
γ	Deformação de cisalhamento
σ_r	Tensão radial

σ_{θ}	Tensão tangencial
σ_z	Tensão axial
τ	Tensão de cisalhamento
z	Escoamento subsuperficial dos corpos em contato
β	Fator de rigidez do filme
ξ	Fator de espessura do filme
σ_{ey}	Tensão de escoamento equivalente do filme
μ	Coefficiente de atrito
ε_p	Deformação plástica equivalente

CAPÍTULO

1

INTRODUÇÃO

Em diversas aplicações da engenharia mecânica, tem-se optado pela alteração das características superficiais de uma peça, com o objetivo de melhorar o comportamento tribológico (atrito, desgaste, lubrificação) destes componentes.

Entre as diversas possibilidades de tratamento superficial, uma alternativa freqüente é a deposição de um revestimento resistente ao desgaste, dentre os quais tem-se os filmes finos, ou seja, filmes com dimensões da ordem de micrometros. Esta alternativa de tratamento superficial pode ser particularmente importante quando o componente é fabricado em materiais dúcteis, pela baixa resistência ao desgaste que estes materiais podem apresentar.

Por outro lado, em sistemas com substrato dúctil, quando os esforços aplicados são suficientemente elevados, o sistema revestido tende a se deformar de maneira significativa e permanente (deformação plástica). Nestas situações, a tendência do revestimento é a de acompanhar a deformação do substrato, mas as características frágeis de muitos filmes impedem que estes acompanhem a deformação sem a ocorrência de fratura no filme ou na interface.

O método dos elementos finitos tem sido utilizado para estudar o comportamento mecânico de sistemas revestidos contendo filmes com comportamento elástico e substratos com comportamento elasto-plástico. A maioria das análises consideram o sistema revestido submetido a esforços normais e, dentre os principais resultados tem-se o mapeamento das tensões de contato, o que permite verificar pontos susceptíveis às falhas e estudar as características do revestimento que minimizam a probabilidade de falha do mesmo ou do sistema como um todo.

A proposta deste trabalho é aprofundar o entendimento do comportamento mecânico de sistemas contendo filmes finos resistentes ao desgaste depositados sobre substratos dúcteis e estudar a relação entre a deformação plástica do substrato e o comportamento mecânico do conjunto. Para isto, foram realizadas simulações utilizando o método dos elementos finitos (MEF), através do software ABAQUS, considerando de uma até cinco indentações no mesmo local. No caso de uma única indentação, analisou-se o efeito de alguns parâmetros da indentação, como diâmetro de indentador e carga normal aplicada. Os resultados foram comparados com resultados experimentais obtidos na indentação de um sistema revestido contendo um filme fino e um substrato com as mesmas características adotadas nas simulações.

Após este capítulo introdutório, o capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica, onde são abordados os conceitos fundamentais no estudo do contato, assim como uma síntese de estudos relacionados aos filmes finos e à indentação de sistemas revestidos. A seguir, nos capítulos seguintes descreve-se o objetivo geral, e a metodologia adotada (simulação e parte experimental), onde serão apresentadas as principais características do sistema revestido e as diferentes variáveis analisadas. Posteriormente, são apresentados e discutidos os resultados obtidos nas simulações e na parte experimental, finalizando-se pelas conclusões deste estudo.

CAPÍTULO

2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Indentação no estudo do desgaste e das propriedades mecânicas de sistemas revestidos

Filmes finos têm sido utilizados em diversas aplicações, como, por exemplo, em processos de manufatura de peças, como camada protetora de componentes submetidos ao desgaste e à corrosão, ou ainda na obtenção de superfícies com determinadas propriedades ópticas ou magnéticas. Em muitos casos, é necessário fazer-se um estudo das suas propriedades mecânicas, o que é muitas vezes baseado em ensaios de indentação.

2.1.1 Desgaste e sistemas revestidos

A Tribologia, definida segundo Hutchings [1] como o estudo do atrito, do desgaste e da lubrificação, é um assunto de alta importância para os engenheiros mecânicos e projetistas de máquinas. A obtenção de dados tribológicos confiáveis (desgaste e atrito) para diferentes combinações de materiais, e as condições de trabalho de peças e equipamentos, permitem determinar a eficácia e confiabilidade de máquinas e sistemas de produção. Por este motivo, a tribologia deve antever em termos de tempo, a duração das peças e a probabilidade de falha das mesmas [2,3].

Em termos gerais, o desgaste é definido por autores como Rabinowicz [4], Pugh [5], Subramaniam et al. [6], Wang et al. [7], como a remoção ou perda progressiva de material na superfície devido à interação mecânica. Trata-se de um fenômeno bastante complexo, no qual interagem parâmetros como: pressão normal,

deslocamento relativo, velocidade, rugosidade, deformação superficial, lubrificação, temperatura, encruamento e o revestimento superficial.

O desempenho insatisfatório de um determinado componente pode estar associado à falha que ocorre na superfície do material, como consequência das múltiplas variáveis associadas à interação mecânica. Assim, desenvolveu-se, dentro da engenharia, uma área chamada “engenharia de superfícies”, voltada ao estudo dos fenômenos que ocorrem na superfície dos materiais, e cujo objetivo é promover o aperfeiçoamento das propriedades superficiais.

Strafford et al. [8] definiram o termo “engenharia de superfície” como o campo que inclui as técnicas e processos necessários para induzir, modificar e melhorar o desempenho das superfícies com relação ao desgaste, corrosão, e fadiga. Estas técnicas incluem métodos tradicionais como a galvanização, os tratamentos de endurecimento superficial e métodos mais recentes, como a deposição física a vapor (PVD), deposição química a vapor (CVD), aspersão térmica e o processamento a laser [6].

Os processos de tratamento superficial, e em especial os processos de deposição, são particularmente importantes no tratamento de materiais altamente dúcteis, como o alumínio e as suas ligas, os quais são conhecidos pelas baixas características tribológicas e pela impossibilidade de realização de tratamentos metalúrgicos localizados, como a cementação e a nitretação [9].

Existe uma grande variedade de técnicas de revestimento, cada qual associada a um número elevado de parâmetros de deposição. A Figura 1 [10] apresenta a classificação de alguns dos processos de revestimento em termos de temperatura de processo e espessura obtida.

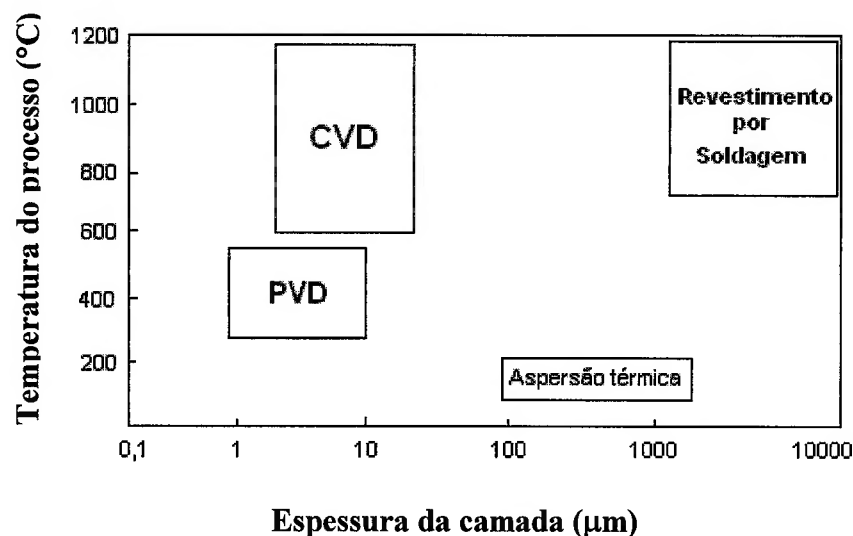


Figura 1. Valores típicos de espessura de revestimentos e temperatura do processo (temperatura na superfície do substrato) utilizados na deposição de revestimentos tribológicos [10].

A deposição física a vapor (*Physical Vapor Deposition*) e a deposição química a vapor (*Chemical Vapor Deposition*) são os dois métodos mais comumente utilizados para a deposição de filmes finos [11,12]

Em geral, materiais depositados usando processos PVD e CVD são nitretos (TiN, CrN, etc.), carbetos (TiC, CrC, W₂C, WC/C, etc.), óxidos (alumina) ou uma combinação destes; camadas que são caracterizadas por uma alta dureza, alta aderência, baixa porosidade e alta estabilidade química e térmica.

Especificamente para os processos PVD, diversas técnicas têm sido usadas na deposição de filmes, as quais se diferenciam pela maneira como o material metálico sólido é evaporado. Entre os modos de evaporação, o processo a arco é o mais empregado [13], já que propicia uma alta taxa de deposição.

Uma característica a ser considerada nos processos de deposição é a indução de tensões residuais no filme. Neste sentido, são considerados três tipos principais de tensões residuais. No princípio da deposição e dependendo da estrutura (parâmetro de rede) do revestimento e do substrato, tensões epitaxiais podem ser geradas quando a estrutura do filme tenta se ajustar à estrutura do substrato. Outro tipo de tensão desenvolvida no processo de deposição é a tensão intrínseca, a qual esta associada aos defeitos gerados na estrutura do filme quando, durante o seu crescimento, o

mesmo é bombardeado por átomos e íons de alta energia. Um terceiro tipo de tensão residual é desenvolvido depois da deposição do filme. Neste caso, tensões térmicas são geradas durante o resfriamento da peça, devido à diferença entre os coeficientes de dilatação térmica do filme e do substrato [9]. Para revestimentos da ordem de micrometros, as tensões epitaxiais normalmente são de baixa intensidade e, a princípio, podem ser desprezadas. Por outro lado, dependendo dos parâmetros de deposição, a composição dos fatores intrínsecos e térmicos podem atingir valores da ordem de 9 GPa [9 apud 13] nos filmes.

2.1.2 Avaliação das propriedades mecânicas de filmes

A caracterização das propriedades mecânicas dos materiais tem se tornado um requisito essencial na seleção de materiais para fabricação de peças estruturais.

Alguns métodos têm sido desenvolvidos para determinar as propriedades mecânicas dos materiais de engenharia. Entre estes métodos, o ensaio de indentação tem demonstrado ser, por vezes, vantajoso em relação a métodos de ensaio convencionais, tais como o ensaio de tração. Isto se dá devido à rapidez e aos poucos requisitos existentes para confecção dos corpos-de-prova. Adicionalmente, relações empíricas entre o ensaio de tração e o ensaio de indentação têm permitido estabelecer boa correlação nos resultados finais [14-18], justificando a utilização desta técnica para identificar propriedades como módulo de elasticidade e tensão de escoamento.

A determinação das propriedades mecânicas de filmes finos pela técnica de indentação é principalmente realizada pela indentação instrumentada [19-24]. Esta técnica tem se difundido nos últimos anos e tem a capacidade de aplicar cargas abaixo de 100 mN, o que permite áreas de indentação menores que $1\mu\text{m}^2$, além de permitir a determinação da aderência das camadas superficiais ao substrato [25].

Durante a indentação de um sistema revestido, com o aumento da carga aplicada ao indentador, este último é pressionado dentro do filme (Figura 2), o qual é deformado primeiro de forma elástica e depois de forma plástica.

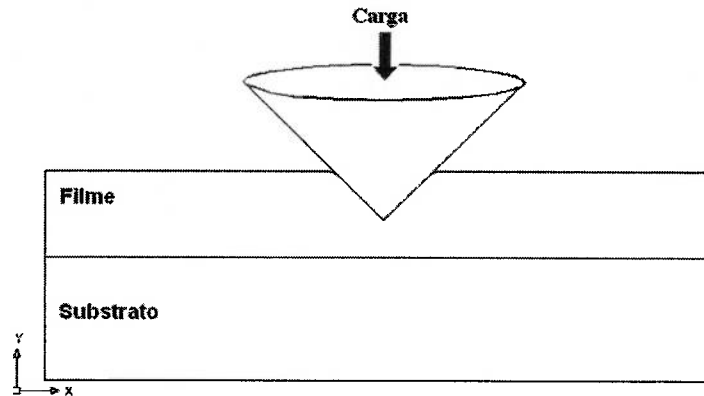


Figura 2. Esquema do ensaio de microindentação. Indentador penetrando o filme aderido a um substrato.

Com a remoção gradual da carga a deformação elástica é recuperada. Uma análise da curva força-deslocamento (Figura 3) pode fornecer informações não só da dureza, mas também das características elásticas e plásticas dos filmes finos [24,26,27]. Sendo assim, em contraste com as medições de dureza tradicionais, as técnicas de indentação instrumentada fornecem um registro contínuo da carga e da profundidade atingida (Figura 3), o que torna desnecessário o estudo da imagem final da indentação [25].

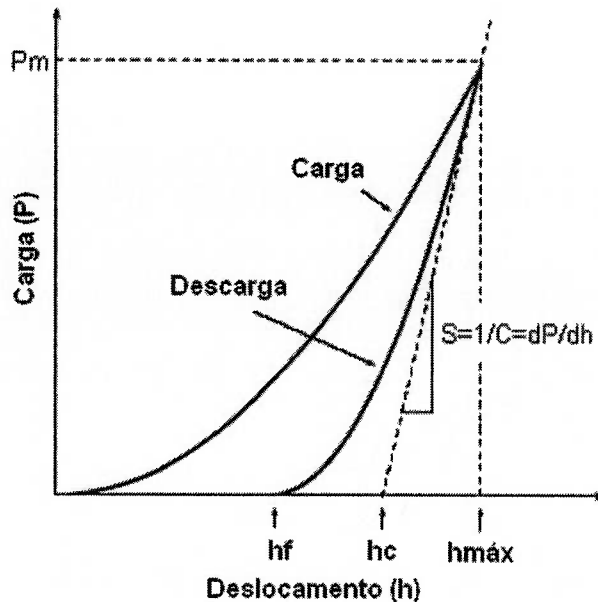


Figura 3. Curva típica de carga em função da profundidade de indentação.

O entendimento do comportamento mecânico de materiais é por vezes obtido através da análise das tensões de contato desenvolvidas durante um ensaio de indentação [28]. Neste tipo de análise tem-se utilizado indentadores com diferentes geometrias, tais como pirâmides [29,30], cones [26,31] ou esferas [15,19,27,32-35] (Figura 4).

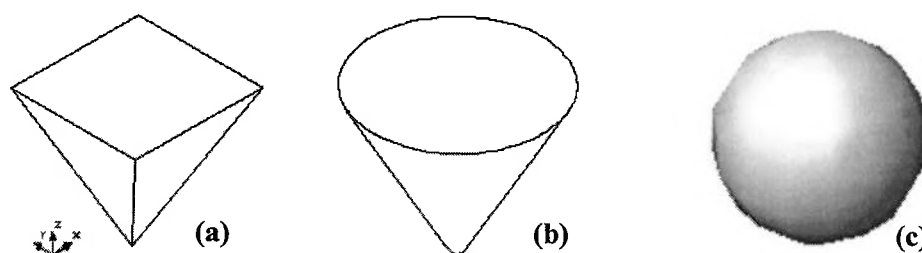


Figura 4. Esquema das diferentes geometrias de indentadores (a) Indentador piramidal; (b) Indentador cônico; (c) Indentador esférico.

A utilização de indentadores esféricos é preferida ante outras geometrias, já que o uso destes indentadores está associado à redução das tensões no filme [33]. É importante observar que, apesar de mais de um século ter transcorrido desde o trabalho de contato de Hertz [36 apud 37], os problemas de contato, principalmente na utilização de indentadores esféricos no ensaio de indentação para a caracterização dos sistemas revestidos, ainda são de grande interesse [36].

2.1.3 Falhas nos sistemas revestidos

Durante a indentação, campos de tensões com forma relativamente complexa são desenvolvidos no filme, o que pode resultar na falha do revestimento [15,33].

A caracterização de alguns modos de falha nos sistemas revestidos está relacionada com modelos qualitativos de tensões presentes na região de contato e nas bordas da indentação [31-34]. Sob as tensões de contato, os sistemas revestidos podem apresentar falhas devido à baixa adesão entre o filme e o substrato (falha chamada adesiva), ou devido à fratura superficial do filme (falha chamada coesiva).

Durante a indentação, as falhas de caráter coesivo mais comumente observadas são: trincas circulares, as quais resultam da ação das tensões radiais, e as

trincas radiais, as quais propagam sob a influência das tensões tangenciais [29,38,39] (Figura 5).

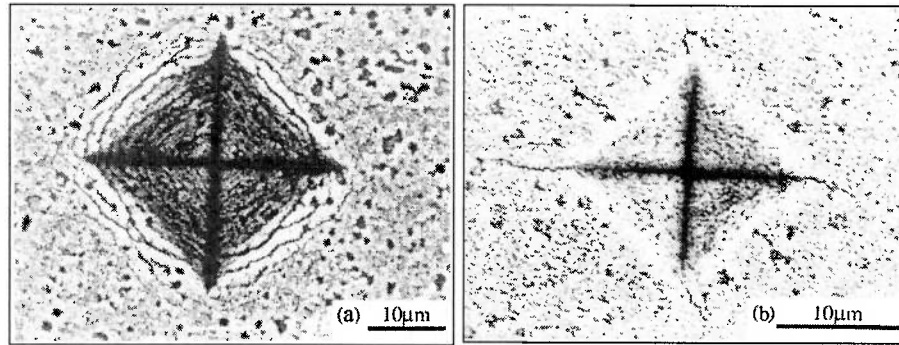


Figura 5. Padrão de trincas obtidas no processo de indentação sobre: (a) Substrato M2 de 929 HV e TiN com 2,6μm; (b) Substrato M2 de 285 HV e TiN com 2,6μm [29]

Usualmente, as trincas circulares são o padrão mais comum de propagação quando um filme de maior rigidez é depositado sobre um substrato dúctil [29,32].

Por outro lado, trincas radiais podem ser favorecidas pelo caráter de nanoescala do filme, por uma pequena diferença entre o módulo elástico do filme e o módulo elástico do substrato, por uma boa adesão do filme ao substrato [31] e, em particular, por uma alta tenacidade do sistema filme/substrato [40]. Adicionalmente, segundo o trabalho de Karimi et al. [40], a partir deste padrão de trinca, pode-se estabelecer a tenacidade à fratura do revestimento, por meio da equação (1). Para isto, é necessário considerar: o comprimento da trinca radial (c), a máxima carga de indentação (P), o módulo elástico (E), a dureza (H), o raio de contato do indentador (a) e um fator geométrico para o tipo de indentador (φ).

$$K_{IC} = \varphi \left(\frac{c}{a} \right)^n \left(\frac{E}{H} \right)^{0.5} \left(\frac{P}{c^{1.5}} \right) \quad (1)$$

A caracterização de alguns modos de falha nos sistemas revestidos foi estudada por Bhowmick et al. [41], os quais concentraram-se na observação de alguns modos presentes em filmes finos (5 a 10 μm) submetidos a indentação Vickers (Figura 4a).

Segundo as observações feitas por Bhowmick et al. [41] uma divisão dos tipos de falha coesiva pode ser estabelecida considerando-se os seguintes tipos (Figura 6):

- Degraus de cisalhamento
- Trincas nas bordas
- Trincas inclinadas

Neste trabalho [41], foi estabelecido que o centro da indentação é caracterizado pela presença de pequenas linhas descontínuas paralelas às bordas da indentação. Em seguida, se apresentam as trincas nas bordas, as quais se propagam paralelas umas às outras, mas com maior espaçamento e maior abertura. Por último são observadas as trincas inclinadas, as quais são encontradas na parte inferior da região da indentação e se propagam com inclinação de 45 a 70° em relação ao eixo de indentação.

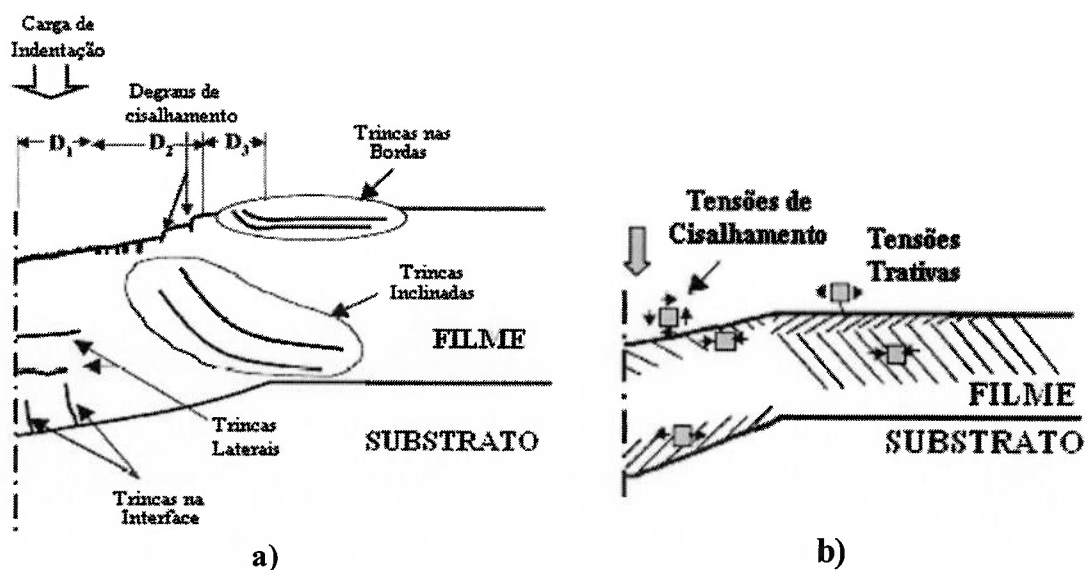


Figura 6. Representação do tipo de trinca gerada no ensaio de indentação e distribuição de esforços no filme. (a) Esquema das regiões onde se apresentam os principais tipos de falha. (b) Distribuição das tensões radiais [41]

Do trabalho realizado, Bhowmick et al. [41] concluíram que as trincas obtidas sob indentação Vickers nucleiam dentro do revestimento e se propagam na direção

superficial, ou seja, as trincas nucleiam no interior do filme, em baixo do indentador e a 45-70° em ralação ao eixo de indentação.

Em muitos casos, a propagação de trincas nas bordas do sistema revestido (Figura 5a.), especialmente trincas de caráter circular, está associada com a quantidade de deformação do substrato e com o empilhamento do material nas bordas, durante o processo de indentação. Este fenômeno de empilhamento de material nas bordas é chamado de “pile-up”, e segundo Thomsen et al. [31], é gerado devido à deformação plástica do substrato.

Hainsworth e Soh [42] fizeram referência à influência que a relação entre o modulo elástico (E) e a tensão de escoamento do material (σ_y) tem na quantidade de pile-up. Estes autores sugeriram que um aumento do valor desta relação leva ao aumento do pile-up, o que leva ao maior dobramento nas bordas da indentação, gerando um aumento no valor das tensões trativas e favorecendo as falhas do sistema.

De acordo com os trabalhos de Weppelmann e Swain [15], Begley et al. [34] e Souza et al. [38], as trincas circulares observadas nas bordas da indentação estão associadas com o dobramento do filme. Souza [9] demonstrou, utilizando a técnica de simulação por elementos finitos, o efeito do dobramento do filme quanto ao desenvolvimento de picos de tensão trativa na superfície do filme e picos de tensão compressiva na interface do sistema filme/substrato. Tensões trativas na superfície do filme e tensões compressivas na interface é o comportamento que sugere a Figura 7, onde é mostrado o filme original (preto) e deformado (branco) depois do processo de indentação.



Figura 7. Resultados de elementos finitos realizados por Souza [9]. Geometria original em preto e geometria deformada em branco.

2.2 Métodos para avaliação das tensões de contato

2.2.1 Análise analítica

Para o estudo do contato é comum se partir do princípio que as superfícies em contato são perfeitamente lisas [44]. É importante lembrar que, na prática, dificilmente uma superfície será perfeitamente lisa. Por melhor que tenha sido o processo de acabamento da mesma, é praticamente impossível evitar a formação de algum tipo de heterogeneidade superficial (Figura 8).

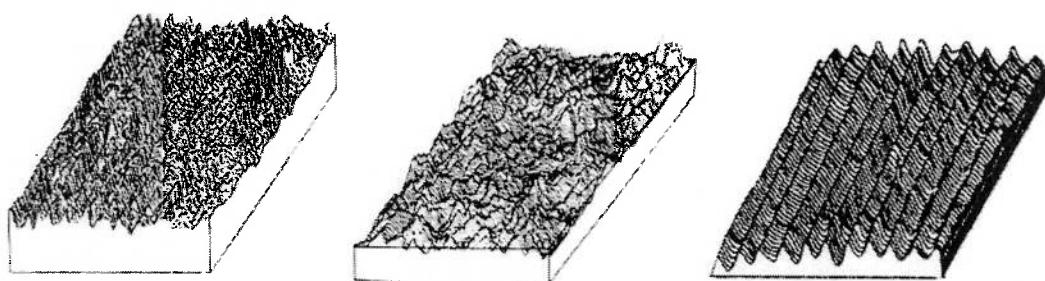


Figura 8. Exemplos de heterogeneidade superficial [1]

Desta forma, se duas superfícies forem colocadas em contato, a área efetiva inicial do mesmo será mais relacionada ao contato (microscópico) entre asperezas, do que ao contato (macroscópico) ocasionado pelas dimensões gerais dos corpos.

Por outro lado, caso a força que une os corpos seja aumentada, a deformação de cada um deles tenderá a ser cada vez mais relacionada às dimensões gerais dos corpos, e menos à quantidade e distribuição de asperezas. É também importante entender que análises considerando as dimensões gerais dos corpos em contato podem também ser adotadas para o contato entre duas asperezas.

Um conceito importante para análise de contato macroscópico é o de semi-espaco. Um corpo será sempre considerado um semi-espaco quando o contato do mesmo estiver restrito a uma área muito menor que suas dimensões gerais. As conseqüências desta consideração são:

- (i) As tensões de contato estarão concentradas em áreas próximas à região de contato.

- (ii) As tensões na região de contato não sofrerão efeito significativo fora da região de contato.

A literatura indica que, a primeira análise satisfatória do contato entre dois corpos foi apresentada por Hertz no início dos anos 1880 [43 apud 44].

De acordo com a teoria de Hertz, o contato entre dois corpos pode ser representado como no esquema mostrado na Figura 9 [43], onde:

P = Carga normal aplicada

T_1 = Ponto de aplicação da carga no corpo 1

T_2 = Ponto de aplicação da carga no corpo 2

δ_1 = Deslocamento no ponto de contato (O) do corpo 1

δ_2 = Deslocamento no ponto de contato (O) do corpo 2

u_{z1} = Quantidade de deslocamento do corpo 1 para um ponto da superfície 1

u_{z2} = Quantidade de deslocamento do corpo 2 para um ponto da superfície 2

a = Raio de contato das superfícies

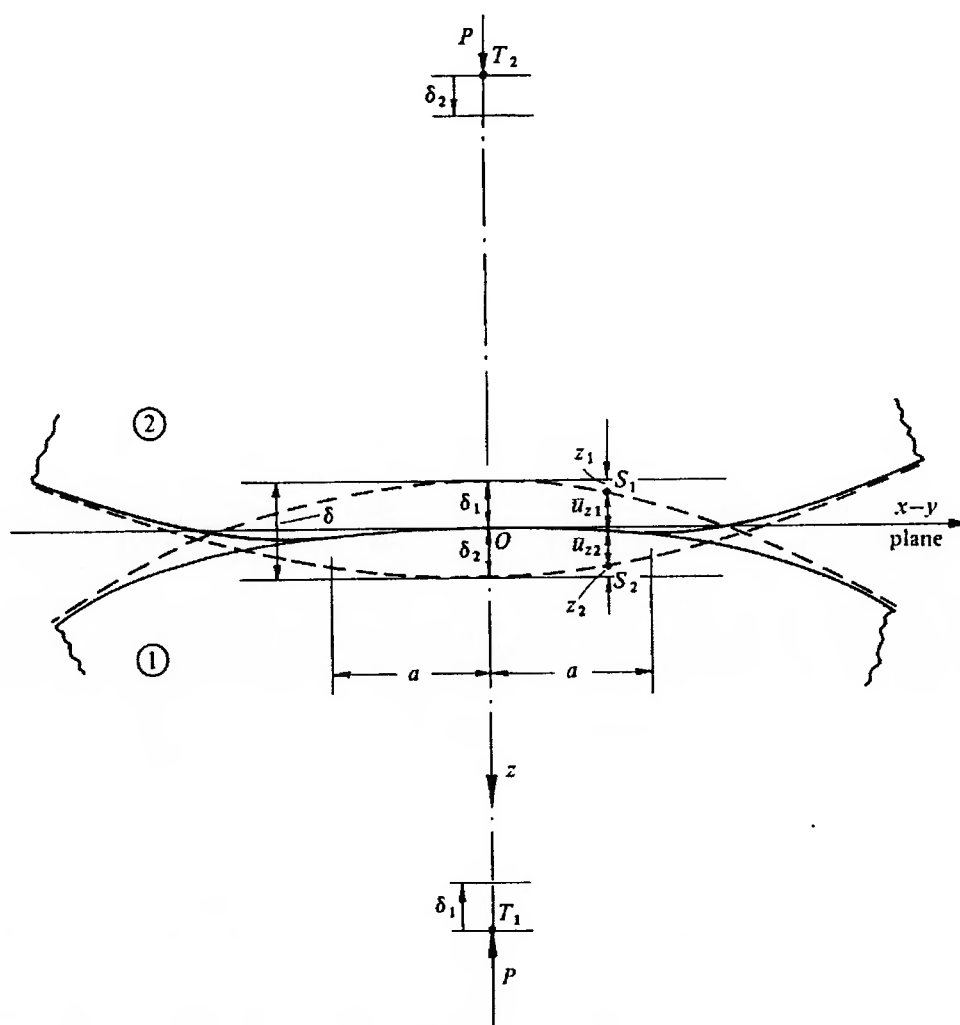


Figura 9. Deformação obtida quando dois corpos convexos são postos em contato devido à aplicação de uma força normal P [43].

Na Figura 9, quando a carga (P) é igual a zero, ambos corpos mantêm as suas dimensões originais, indicadas pelas linhas tracejadas. Em regiões próximas à origem (O), se as superfícies forem arredondadas, as mesmas podem ser representadas pela equação (2)

$$Z_i = A_i x^2 + B_i y^2 + C_i xy + \dots \quad (2)$$

onde $i = 1, 2$ refere-se a cada uma das superfícies.

Uma simplificação adicional pode ser obtida caso o sistema de coordenadas seja selecionado de forma que o termo em “ xy ” seja igual a zero. Neste caso, a equação (2) pode ser escrita em termos dos raios principais de curvatura (R'_i e R''_i) de cada uma das superfícies. Desta forma, a equação (2) pode ser reescrita como na equação (3).

$$Z_i = \frac{1}{2R'_i} x_i^2 + \frac{1}{2R''_i} y_i^2 \quad (3)$$

Quando duas superfícies convexas (Figura 9), são colocadas em contato, mas ainda sem aplicação da carga (P), a separação entre as mesmas pode ser definida como $h = Z_1 + Z_2$, onde Z_1 e Z_2 são função das coordenadas x e y . Substituindo-se as equações referentes a cada uma das superfícies, a separação (h) pode ser escrita como na equação (4), onde os raios de curvatura relativos R' e R'' são dados pelas equações (5) e (6), respectivamente. As mesmas equações podem ser escritas para o caso de contato entre uma superfície côncava e uma convexa (Figura 10 [44]) onde a separação passa a ser $h = Z_2 - Z_1$

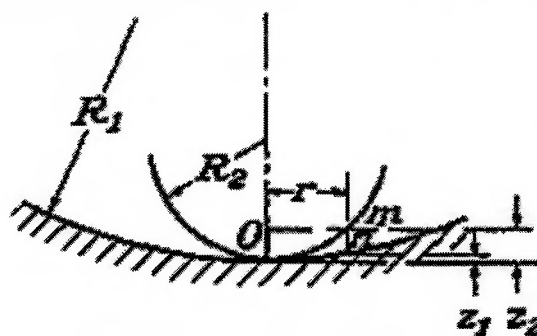


Figura 10. Deformação obtida quando um corpo côncavo e um convexo são postos em contato devido à aplicação de uma força normal P [44].

$$h = Ax^2 + By^2 = \frac{1}{2R'}x^2 + \frac{1}{2R''}y^2 \quad (4)$$

$$\frac{1}{R'} = \frac{1}{R'_1} + \frac{1}{R'_2} \quad (5)$$

$$\frac{1}{R''} = \frac{1}{R''_1} + \frac{1}{R''_2} \quad (6)$$

Quando a carga (P) é aplicada (Figura 9), os pontos T1 e T2 sofrem deslocamentos δ_1 e δ_2 , respectivamente. Definindo-se $\delta = \delta_1 + \delta_2$, o deslocamento (u_z) de cada um dos pontos pertencentes a cada uma das superfícies pode ser definido baseado em “ δ ” e na separação “ h ”. Isto é feito na equação (7), para a parte interna do contato ($x < a$ ou $y < a$) e, na equação (8), para a parte externa do contato ($x > a$ ou $y > a$).

$$u_{z1} + u_{z2} = \delta - h = \delta - Ax^2 - By^2 \quad (7)$$

$$u_{z1} + u_{z2} < \delta - Ax^2 - By^2 \quad (8)$$

A solução apresentada por Hertz [43], para o problema de contato entre dois corpos consistiu em achar uma distribuição de pressões $P(x)$, para a qual os deslocamentos normais das superfícies satisfariam as condições impostas pelas equações (7) e (8).

Para chegar a uma solução, Hertz necessitou fazer algumas simplificações. Uma delas faz referência à não consideração dos termos de maiores expoentes da equação (2). Para que estes termos sejam desprezíveis, é necessário que os valores de “A” e “B” sejam grandes. No caso da separação entre duas superfícies (equação (2)), os valores de “A” e “B” se elevam quando os valores de $1/R'$ e $1/R''$ são grandes. Esta condição é mais facilmente obtida quando as duas superfícies são convexas, já que, neste caso, $1/R' = 1/R'_1 + 1/R'_2$ e $1/R'' = 1/R''_1 + 1/R''_2$.

Por outro lado, quando se tem uma superfície côncava e uma convexa, $1/R' = 1/R'_2 - 1/R'_1$ e $1/R'' = 1/R''_2 - 1/R''_1$ e os valores de $1/R'$ e $1/R''$ só se elevam se os raios das duas superfícies forem significativamente diferentes, ou seja, as superfícies são ditas não conformes [43].

Da mesma forma, caso a deformação de uma superfície, ou de ambas, for elevada, os dois corpos começam a ter superfícies semelhantes (conformes), e não podem ser mais consideradas como semi-espaços, já que a condição de semi-espaço esta restrita a uma área de contato muito menor que as dimensões gerais. Sendo assim, a validade das soluções de Hertz fica limitada a casos onde a área de contato, caracterizada pela dimensão “a” (Figura 9), é muito menor que os raios de curvatura relativos ($a \ll R'$ e $a \ll R''$). As mesmas condições são aplicadas para satisfazer outras duas condições assumidas por Hertz, que são a necessidade dos corpos permanecerem em regime elástico e a necessidade das deformações não serem afetadas pela proximidade de suas bordas. Uma condição adicional também foi colocada por Hertz para o contato, que é a limitação da análise a casos onde não há atrito entre os corpos.

Casos particulares da teoria de Hertz podem ser obtidos quando pelo menos uma das superfícies apresenta simetria. Quando ambos os corpos são sólidos de revolução, $R_1 = R_1' = R_1''$ e $A=B=1/2(1/R_1 = 1/R_2)$. Nestas condições, a área de contato é circular e as coordenadas “x” e “y” podem ser substituídas pela distância “r” a partir da origem “O”. Este novo sistema de coordenadas permite que a equação (7) seja reescrita na forma da equação (9), onde R é o raio de curvatura relativo entre ambas as superfícies, definido na equação (10) para o caso de duas superfícies convexas.

$$u_{z1} + u_{z2} = \delta - \left(\frac{1}{2R} \right) r^2 \quad (9)$$

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (10)$$

Nestas condições, a teoria de Hertz prevê que a distribuição de pressões assume a forma mostrada na equação (11), a qual está associada com a carga aplicada através da equação (12). Esta distribuição de pressões está igualmente associada com deslocamentos dados pela equação (13), onde ν é o coeficiente de Poisson.

$$P = P_o \left[1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right]^{1/2} \quad (11)$$

$$P = \int_0^a p(r) 2\pi r dr \quad (12)$$

$$u_z = \frac{1-\nu^2}{E} \frac{\pi P_0}{4a} (2a^2 - r^2), \quad r \leq a \quad (13)$$

Quando a equação (13) é substituída na equação (9), os valores de “a”, “δ” e “ P_0 ” são obtidos em função de “P”, “R” e “ E^* ”. No último caso, “ E^* ” representa o módulo de elasticidade equivalente, dado pela equação (14).

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\nu_1^2)}{E_1} + \frac{(1-\nu_2^2)}{E_2} \quad (14)$$

A análise de Hertz também permite a obtenção dos deslocamentos em outras regiões do contato como, por exemplo, os deslocamentos axiais (u_z) ao longo do eixo de simetria ($r=0$) e os deslocamentos radiais (u_r) ao longo da superfície de contato ($z=0$) e ao longo de eixo de simetria ($r=0$) [43].

As deformações em cada uma das direções podem ser obtidas a partir da derivada dos deslocamentos. Para o sistema de coordenadas (r, z, θ), as deformações normais ($\varepsilon_r, \varepsilon_z$ e ε_θ) e de cisalhamento (γ_{rz}) são dadas pelas equações 15, 16, 17, 18

$$\varepsilon_r = \frac{\partial u_r}{\partial r} \quad (15)$$

$$\varepsilon_\theta = \frac{2\pi(r + u_r) - 2\pi}{2\pi r} = \frac{u_r}{r} \quad (16)$$

$$\varepsilon_z = \frac{\partial u_z}{\partial z} \quad (17)$$

$$\gamma_{rz} = \frac{\partial u_r}{\partial z} + \frac{\partial u_z}{\partial r} \quad (18)$$

Utilizando-se a lei de Hooke, as equações 15, 16, 17, 18 fornecem:

- As tensões ao longo da superfície de contato ($z=0$)

Para $r \leq a$

$$\frac{\sigma_r}{P_0} = \frac{1-2\nu}{3} \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \left[1 - \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{3/2} \right] - \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{1/2} \quad (19)$$

$$\frac{\sigma_{\theta}}{P_0} = -\frac{1-2\nu}{3} \left(\frac{a^2}{r^2} \right) \left[1 - \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{3/2} \right] - 2\nu \left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{1/2} \quad (20)$$

$$\frac{\sigma_z}{P_0} = -\left(1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{1/2} \quad (21)$$

Para $r > a$

$$\frac{\sigma_r}{P_0} = -\frac{\sigma_{\theta}}{P_0} = (1-2\nu) \frac{a^2}{3r^2} \quad (22)$$

$$\frac{\sigma_z}{P_0} = 0 \quad (23)$$

- As tensões ao longo do eixo de simetria ($r=0$)

$$\frac{\sigma_r}{P_0} = \frac{\sigma_{\theta}}{P_0} = -(1+\nu) \left[1 - \left(\frac{z}{a} \right) \tan^{-1} \left(\frac{a}{z} \right) \right] + \frac{1}{2} \left(1 + \frac{z^2}{a^2} \right)^{-1} \quad (24)$$

$$\frac{\sigma_z}{P_0} = -\left(1 + \frac{z^2}{a^2} \right)^{-1} \quad (25)$$

Devido à simetria (r, z, θ) são as direções principais ao longo da linha $r=0$, o que possibilita que a tensão de cisalhamento máximo ao longo desta linha seja descrita pela equação (26)

$$\tau = \frac{\sigma_r - \sigma_z}{2} \quad (26)$$

A Figura 11 [9], apresenta a distribuição de tensões prevista pelo modelo de contato de Hertz. Nas duas situações assumiu-se o coeficiente de Poisson $\nu=0,3$.

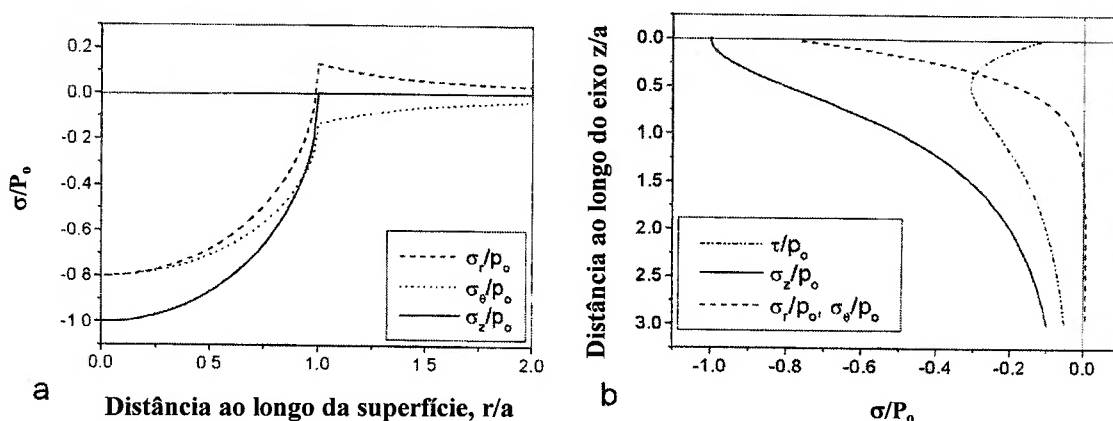


Figura 11. Distribuição de tensões obtidas pela teoria de Hertz. a) Tensões ao longo da superfície de contato; b) Tensões ao longo do eixo de simetria [9].

Embora seja bastante simplificada, a análise de Hertz é importante para o entendimento das tensões de contato desenvolvidas na indentação de sistemas reais. Esta análise proporciona uma idéia geral do comportamento das diferentes tensões geradas ao longo da superfície de contato e ao longo do eixo de simetria no contato de sólidos de revolução. Na Figura 11a estão mostradas as tensões ao longo da superfície de contato ($z=0$), entre um corpo esférico e um corpo plano, enquanto que a Figura 11b mostra as tensões ao longo do eixo de simetria ($r=0$). É interessante observar como a análise de Hertz indica valores trativos no comportamento da tensão radial na região da borda da indentação. Neste caso o modelo de contato de Hertz igualmente prevê que o máximo valor da tensão de cisalhamento acontece abaixo da superfície, o que revela o local onde se inicia a deformação plástica.

2.2.1.1 Análise não hertziana das tensões de contato

As maiores limitações da teoria de contato de hertz estão associadas ao elevado número de simplificações definidas durante a elaboração do modelo. Estas simplificações não se aplicam em muitos casos práticos e os resultados obtidos no modelo clássico podem servir apenas como indicativo da distribuição das tensões de contato. Por este motivo muitos casos não-Hertzianos são analisados por métodos numéricos, com destaque para o método dos elementos finitos. Por estes métodos

garante-se não só uma maior precisão dos resultados, como também uma maior facilidade na observação dos mesmos.

2.2.1.2 Contato envolvendo deformação plástica

Uma limitação da teoria de Hertz se refere à necessidade dos corpos permanecerem no regime elástico.

Como indica a Figura 11b, o escoamento dos corpos em contato tende a se iniciar abaixo da superfície ($z \approx 0.47a$), já que este é o ponto onde a tensão de cisalhamento é máxima. Fisicamente, quando atinge-se o limite de escoamento (σ_y) neste ponto, uma zona plástica irá aparecer, mas, de início, esta região será pequena e completamente envolta por material que ainda permanece com comportamento elástico. Com o aumento da carga aplicada, esta zona plástica inicial se expande, até que atinge a superfície livre do material. Neste ponto, a deformação plástica pode prosseguir pelos lados do indentador, sem as restrições impostas pela presença de material com comportamento elástico.

Para desenvolver um modelo analítico das tensões de contato para o caso onde há deformação plástica, é necessário que se estabeleçam condições de contorno baseadas no conhecimento do tamanho e da forma dos contornos entre regiões com comportamento elástico e plástico. Um exemplo é o método denominado modelo de cavidade [43], o qual baseia-se no conhecimento de que a indentação por uma esfera, cone ou pirâmide leva à formação de contornos com simetria radial onde a deformação é constante.

A Figura 12 [43], apresenta um exemplo das condições analisadas pelo modelo da cavidade considerando-se a indentação por um cone.

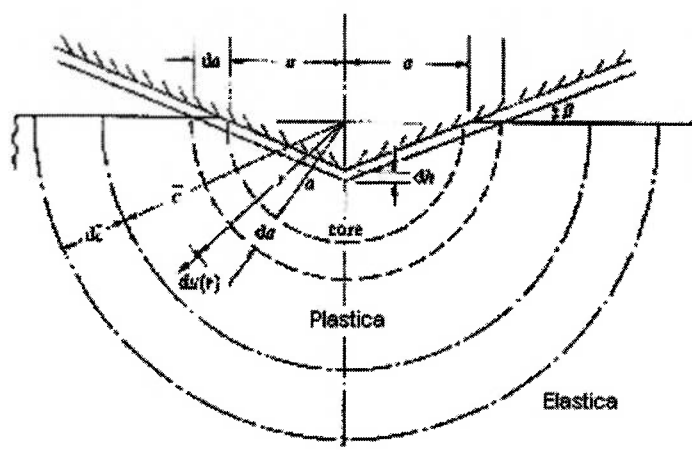


Figura 12. Modelo de cavidade para a indentação de material com comportamento elástico plástico [43].

2.2.2 Método dos elementos finitos para avaliação de tensões de contato

O método dos elementos finitos tem demonstrado ser uma ferramenta importante no estudo das tensões de contato durante o processo de indentação, auxiliando nas análises dos campos de tensões e deformações desenvolvidas neste processo.

Provavelmente, a principal vantagem é a redução do número de simplificações feitas durante a formulação do modelo, o que aumenta a precisão das análises. Outro fator importante é que os esforços, deformações, deslocamentos e variações de energia podem ser calculadas automaticamente. Esses cálculos facilitam a interpretação dos resultados, através da elaboração de gráficos com a distribuição dos valores obtidos para cada variável estudada [9].

No transcorrer da última década, análises do comportamento das tensões de contato geradas na indentação de sistemas revestidos têm sido apresentadas por vários pesquisadores [15,19-24,26-28,30-36,38,45-54].

Schwarzer et al. [36] fizeram uma comparação do método dos elementos finitos (MEF) com um modelo analítico para descrever a distribuição de tensões do contato não Hertziano durante a indentação esférica de revestimentos. Dos resultados obtidos, Schwarzer et al. [36] concluíram que ambos modelos podem ser utilizados para calcular a distribuição das tensões principais e os estados de deformação para os problemas de contato, com resultados que podem ser comparados com resultados experimentais. A grande vantagem da utilização do método dos elementos finitos foi

a possibilidade de estudo do comportamento plástico tanto nas direções horizontal e vertical do modelo, enquanto que a vantagem do método analítico foi a não restrição no número de parâmetros a analisar.

No trabalho de Kral et al. [32] foi mostrado que a presença de uma camada rígida e dura resulta em altos picos de pressão perto das bordas de contato.

De uma forma geral, é sabido que a distribuição das tensões radiais (σ_r) e tangenciais (σ_θ) na superfície dos filmes dependem de variáveis como espessura, rigidez e dureza do filme [15,35,52,53]. Estes aspectos foram igualmente estudados por Kral et al, que mostraram que quando são utilizados indentadores pequenos, as tensões radiais são de caráter compressivo dentro da região de contato e começam se tornar trativas depois de passar pela borda da indentação. Neste análise [32], observou-se que as tensões radiais trativas são aumentadas com um aumento da rigidez e da dureza do filme, mas são diminuídas com o aumento da sua espessura, como pode ser observado na Figura 13, onde β é um fator associado à rigidez e definido como a relação entre o módulo elástico e a tensão de escoamento do substrato. Já ξ é um fator associado à espessura do filme, definido como a relação entre a espessura do filme e o raio da esfera.

Na Figura 13b, é mostrada a distribuição das tensões tangenciais na superfície em função de β e ξ . A Figura mostra que as tensões tangenciais são compressivas na região da indentação, não obstante os filmes mais finos exibam tensões tangenciais trativas na borda da indentação. As tensões tangenciais trativas nestes filmes são aumentadas com a rigidez e dureza do filme, o que pode sugerir que trincas com padrão radial podem aparecer no caso de filmes mais rígidos.

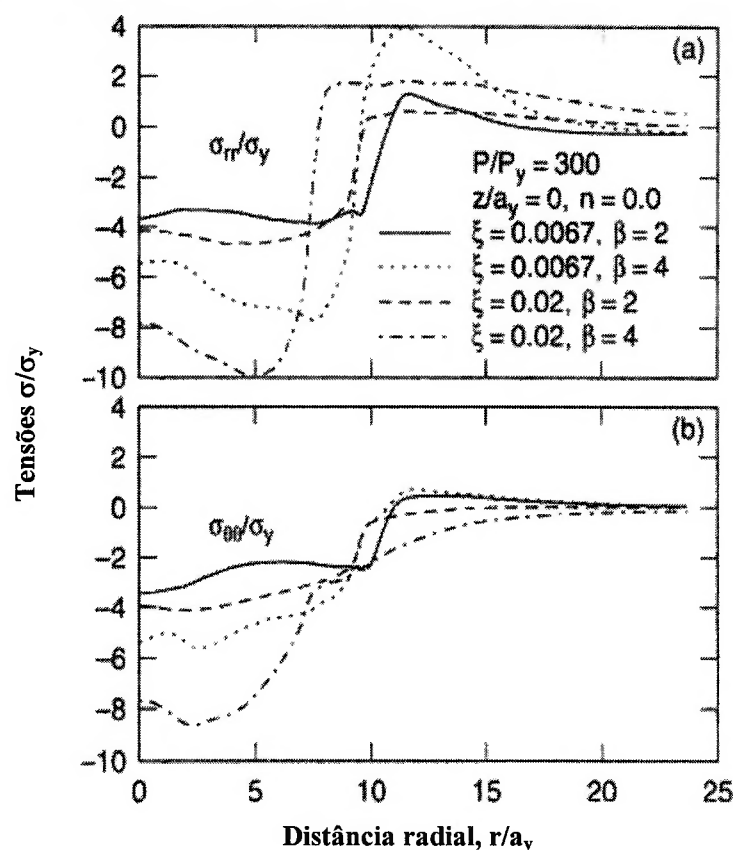


Figura 13. Efeito da espessura e rigidez do filme nas tensões de contato. Valores de tensão normalizados pela tensão de escoamento (σ_y) do substrato. Distância radial (r) normalizada pelo raio de contato (a_y) correspondente à condição de escoamento inicial. (a) Tensão radial; (b) Tensão tangencial [32].

Os resultados mostrados por Gan et al. [33], durante micro indentação, permitem estabelecer que campos de tensões e deformações com geometrias complexas são desenvolvidos localmente no filme. Nesse trabalho [33], mais uma vez as análises pelo método dos elementos finitos (MEF) demonstraram ser uma ferramenta efetiva para a determinação do comportamento das tensões no filme durante o processo de indentação. Com o aumento da carga normal, a região das tensões trativas foi aumentada e os maiores valores foram observados nas bordas da indentação. No mesmo estudo [33], as tensões de caráter compressivo foram observadas dentro da área de contato na indentação, com valor máximo na superfície. Assim, é de se supor que as trincas começam a se propagar devido às altas tensões trativas presentes ao redor da área da indentação.

Ainda no mesmo trabalho, a distribuição de tensões nos filmes finos sob ensaio de indentação foi fortemente afetada pela relação do módulo elástico (E) e a tensão de escoamento equivalente do material (σ_{ey}). A Figura 14a sugere que com baixos valores da relação E/σ_{ey} o nível de tensões é aumentado e as áreas sob tensões trativas são expandidas, o que resulta em altos valores de tensão trativa atuando em maiores áreas. Já para filmes com maiores relações E/σ_{ey} , tensões compressivas foram observadas na região do contato com o indentador (Figura 14b).

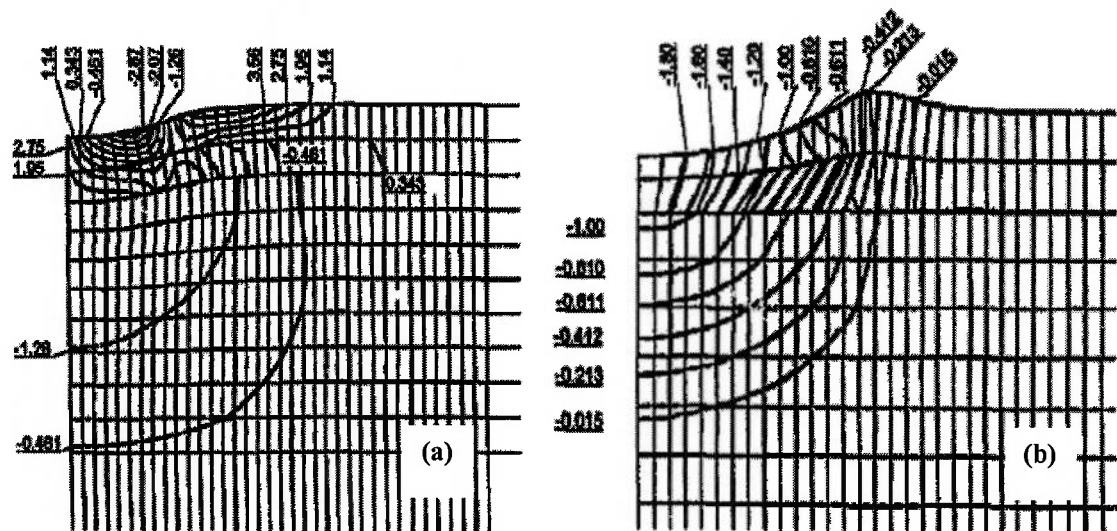


Figura 14 Distribuição das máximas tensões principais no filme. (a) $E/\sigma_{ey}=23$;
(b) $E/\sigma_{ey}=200$ [32].

Assim como Gan, Weppelmann et al. [15] apresentaram uma caracterização mecânica de filmes finos depositados sobre substratos dúcteis, utilizando a técnica de micro indentação com indentador esférico. O processo de indentação foi simulado pelo método dos elementos finitos (MEF) para estabelecer as tensões responsáveis pela fratura que ocorre no filme. Adicionalmente, foi estudada a deformação plástica desenvolvida no sistema revestido (filme/substrato), a qual foi descrita em três etapas ou estágios (Figura 15). A primeira etapa (Figura 15a) é característica do começo do carregamento no processo de indentação, sendo a deformação totalmente elástica e reversível. Na segunda etapa (Figura 15b), as tensões produzidas no processo de indentação atingem o valor da tensão de escoamento do substrato e geram deformação plástica irreversível. Na terceira etapa (Figura 15c), o nível de tensões acumuladas gera a falha do revestimento.

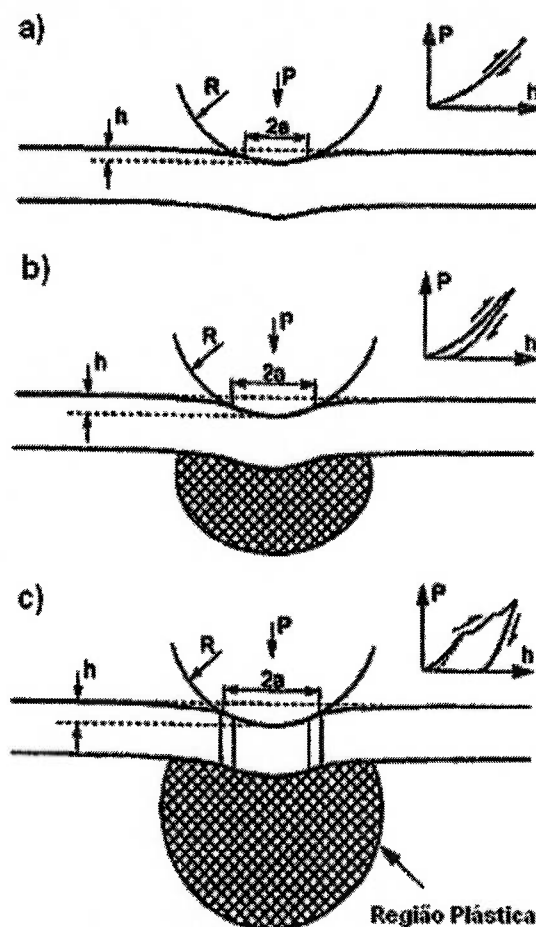


Figura 15. Processo de deformação plástica durante a indentação esférica de filmes frágeis depositados sobre substratos com comportamento elasto-plástico. (a) Começo do processo de indentação. (b) Deformação plástica no substrato. (c) Falha do sistema [15].

A deformação plástica é um fator relevante na caracterização mecânica dos sistemas revestidos. Em seu trabalho, Thomsen et al. [31] afirmam que o empilhamento (“pile-up”) gerado na superfície do sistema revestido durante a indentação ocorre devido à deformação plástica do substrato. Sobre este tópico, Gan et al. [33] afirmaram que o empilhamento “Pile-up” e o afundamento “Sink-in” são fenômenos característicos do ensaio de indentação e apresentam uma forte correlação com a relação (E/σ_{ey}) entre o módulo elástico (E) e a tensão de escoamento equivalente (σ_{ey}).

O trabalho de Bolshakov e Pharr [26] apresenta uma simulação pelo método dos elementos finitos (MEF) de indentações cônicas, para estabelecer a influência do

empilhamento “Pile-up” sobre a precisão na medição da dureza e do módulo elástico usando a técnica de indentação instrumentada.

Os resultados mostraram que o “Pile-up” pode ter influência sobre a medição da área de contato, a dureza e o módulo elástico medidos pelo método de indentação instrumentada. O parâmetro $h_f/h_{m\acute{a}x}$ (relação profundidade medida após a descarga da indentação e a máxima profundidade de penetração), o qual pode ser medido de forma experimental (Figura 3), foi relacionado com os parâmetros do material, como módulo elástico (E), módulo de Poisson (ν), tensão de escoamento (σ_y) e o nível de encruamento (n) [26].

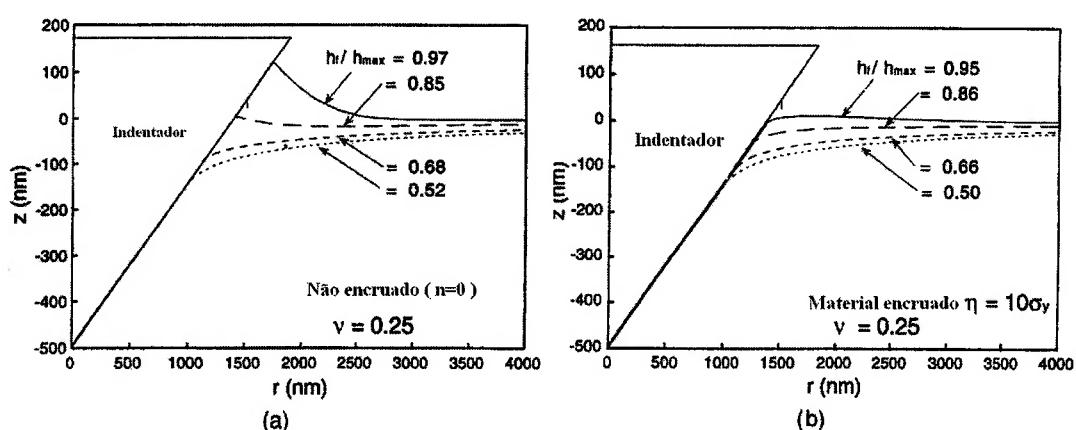


Figura 16. Perfis de indentação, utilizando indentador com geometria cônica.

(a) materiais sem encruamento; (b) materiais com encruamento [26].

Na Figura 16 [26] é mostrado como o pile-up ou o sink-in dependem da relação $h_f/h_{m\acute{a}x}$ e das características de encruamento do material. Por esta análise, o pile-up é um parâmetro significativo no caso onde o material não apresenta encruamento e tende a se formar quando a relação $h_f/h_{m\acute{a}x}$ é maior que 0,7. Na mesma linha, o sink-in pode ser observado independente do nível de encruamento do material, e é favorecido quando a relação $h_f/h_{m\acute{a}x}$ é menor que 0,7.

O comportamento plástico para materiais com diferentes relações (E/σ_{ey}), pode ser observado na Figura 17, onde a diminuição desta relação corresponde ao aumento na tensão de escoamento e à diminuição na relação $h_f/h_{m\acute{a}x}$. Quando a zona plástica apresenta uma extensão maior que o círculo de contato, há tendência ao crescimento do tamanho do pile-up, enquanto que, quando a zona plástica é menor

que o perímetro de contato, a deformação fora do contato é totalmente elástica, o que favorece a geração do sink-in.

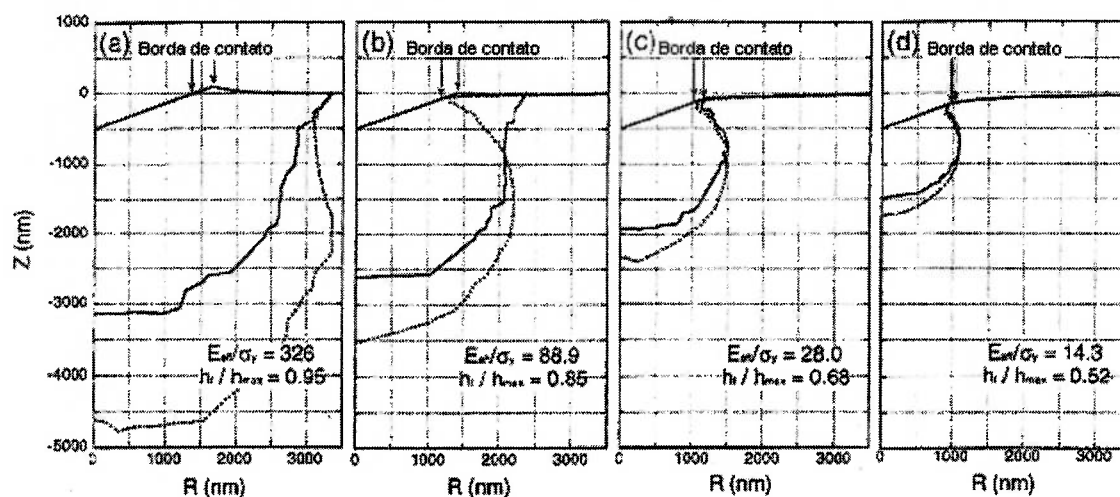


Figura 17. Zona plástica desenvolvida durante indentação de materiais com diferentes relações E/σ_{ey} . Materiais sem encruamento são representados por linhas contínuas e materiais com encruamento são representados por linhas pontilhadas [26].

No estudo das deformações desenvolvidas na superfície, é igualmente importante considerar o efeito exercido pelo atrito presente entre o indentador e a superfície em contato. Em muitos casos práticos o coeficiente de atrito é diferente de zero, o que impõe uma restrição ao escorregamento dos corpos em contato, na forma de uma tensão de cisalhamento [34].

Dependendo do tipo de variável que se analisa, o efeito do coeficiente de atrito diferente de zero começa ser significativo. É o caso das deformações radiais mostradas na Figura 18, que foram calculadas para diferentes valores de μ , durante a indentação por esfera rígida de um sistema revestido composto por um substrato elasto-plástico e um filme com características elásticas.

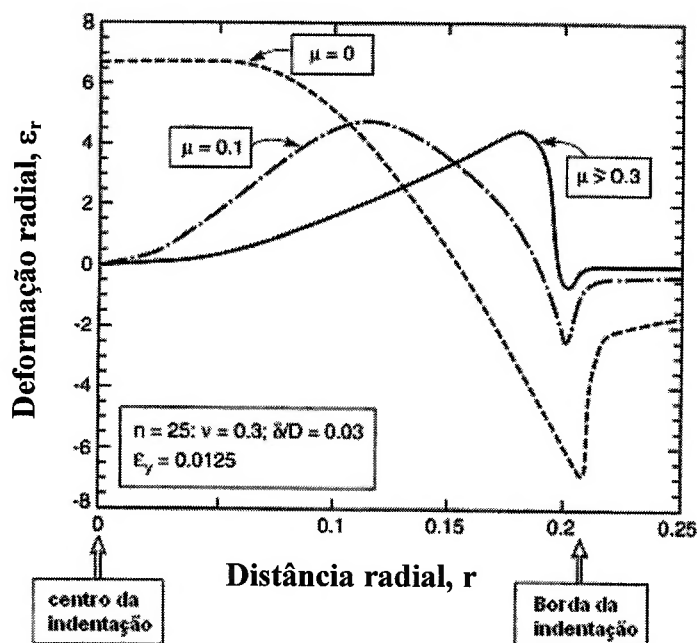


Figura 18. Distribuição da deformação radial em função da distância radial para vários valores de atrito [34].

Alguns outros autores, como Souza et al. [9,35,38,45], desenvolveram trabalhos utilizando o método dos elementos finitos apresentando o comportamento dos filmes finos resistentes ao desgaste depositados sobre substratos dúcteis. Os principais resultados obtidos por Souza [9] enfatizaram as tensões no filme como consequência do dobramento durante a indentação (Figura 7). Picos de tensão radial foram observados na superfície do filme, assim como picos de tensão compressiva foram obtidos na interface filme/substrato. Este comportamento foi obtido independente da espessura do filme. Quanto ao substrato, foi demonstrado que as tensões não apresentaram grandes mudanças mesmo utilizando filmes com diferentes espessuras e diferentes valores na rigidez. Em outros estudos [35,38,45], foram feitas análises considerando a presença de trincas na superfície do filme e trincas na interface filme/substrato. As análises foram conduzidas observando o comportamento das trincas presentes na superfície do filme propagando em direção perpendicular à interface.

O trabalho realizado por Abdul-baqi et al. [48] visou estudar o trincamento de filmes com comportamento elástico depositados sobre substratos com comportamento elasto-plástico. Para isto foram realizadas simulações numéricas do

processo de indentação utilizando um indentador esférico e rígido. As trincas geradas na superfície do revestimento foram modeladas por meio de zonas coesivas, que são regiões ao longo das quais um pequeno deslocamento entre duas superfícies é permitido ante componentes normal e tangencial da força aplicada no processo de indentação. As trincas foram representadas como zonas coesivas dentro do revestimento e em direção perpendicular à superfície. A nucleação e propagação das trincas geradas no processo de indentação foram registradas e observadas como pequenos picos na curva carga-deslocamento obtida em indentação instrumentada. Este procedimento permitiu estabelecer que o espaçamento entre as trincas estudadas (circulares) é controlado pela relação entre a espessura do revestimento e o diâmetro de indentador.

Finalmente, como entendimento geral da revisão bibliográfica, é importante salientar que os sistemas revestidos podem apresentar falhas do tipo coesivo ou falhas de caráter adesivo durante a realização do ensaio de indentação. Segundo a literatura referenciada, as trincas circulares (tipo falha coesiva) geradas no filme podem ser atribuídas às altas tensões trativas presentes na borda do contato, como consequência do dobramento do filme.

Os fatos apresentados na literatura igualmente sugerem uma correlação entre os valores de tensão radial gerados na superfície do filme, a quantidade de pile-up gerado na indentação e a deformação plástica experimentada pelo substrato. Por este motivo, é interessante verificar esta correlação e seu comportamento em função das características plásticas do substrato, assim como o efeito de variáveis como diâmetro de indentador e carga normal aplicada.

Paralelamente, é interessante analisar o efeito de sucessivas indentações no comportamento mecânico dos sistemas revestidos, já que pesquisas nesta linha têm sido pouco desenvolvidas. Nesta linha, cabe referenciar o trabalho do Kral et al. [32], os quais analisaram o efeito das sucessivas indentações no comportamento da pressão de contato e das tensões geradas na superfície do filme para um sistema revestido contendo filme com comportamento elasto-plástico. Dos resultados, os autores estabeleceram que as tensões superficiais apresentaram mínimas diferenças em relação aos resultados obtidos para indentação única no caso de materiais com

encruamento. Já para materiais sem encruamento, não foram observadas diferenças nas tensões superficiais durante o segundo ciclo de indentação.

CAPÍTULO

3

OBJETIVO

O Principal objetivo deste trabalho é aprofundar o entendimento do comportamento mecânico de sistemas revestidos contendo filmes resistentes ao desgaste depositados sobre substratos dúcteis, utilizando a simulação pelo método dos elementos finitos (MEF) como ferramenta de análise e resultados experimentais como método de comprovação.

Em particular, visou-se analisar algumas características dos sistemas revestidos, o que está traduzido nos objetivos específicos listados abaixo.

3.1 Objetivos específicos

- Analisar o efeito do diâmetro do indentador e da carga aplicada sobre as tensões de contato desenvolvidas durante a indentação.
- Analisar a propagação das trincas circulares desenvolvidas durante a indentação quando o sistema é submetido a sucessivos ciclos de indentação no mesmo local.
- Analisar o efeito da quantidade de pile-up sobre as tensões de contato e as trincas circulares desenvolvidas durante indentações únicas e sucessivas do sistema revestido.

CAPÍTULO

4

**SIMULAÇÃO E PROCEDIMENTO
EXPERIMENTAL**

As simulações e o procedimento experimental apresentados neste capítulo foram organizados na forma de artigos apresentados no *17th International Congress of Mechanical Engineering* (COBEM) [56,58], e submetidos para publicação em periódicos internacionais como *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials* [55] e *Thin Solid Films* [57, Anexo E]. A integra dos textos mencionados encontram-se apresentados nos Anexos A, B, C, D e E.

4.1 Simulação por elementos finitos

Este item descreve as características dos modelos gerados por intermédio do método dos elementos finitos (MEF), para simulação da indentação de sistemas revestidos contendo um filme com comportamento elástico e um substrato com comportamento elasto-plástico.

4.1.1 Considerações na simulação da indentação esférica do sistema revestido

As simulações foram realizadas utilizando o software comercial para análises de elementos finitos ABAQUS®. A geometria do sistema revestido está apresentada na Figura 19, onde observa-se que o mesmo foi composto por um substrato e um filme fino. Para os casos em estudo optou-se por um modelo axissimétrico contendo substrato com dimensões de 3,48 mm de raio e 1,74 mm de altura e filme fino com espessuras de 2,1µm [55,57] e de 4,6µm [56]. Da mesma forma foi considerado um indentador rígido e esférico com diâmetros de indentador de 1,59; 3,18 e 6,35 mm.

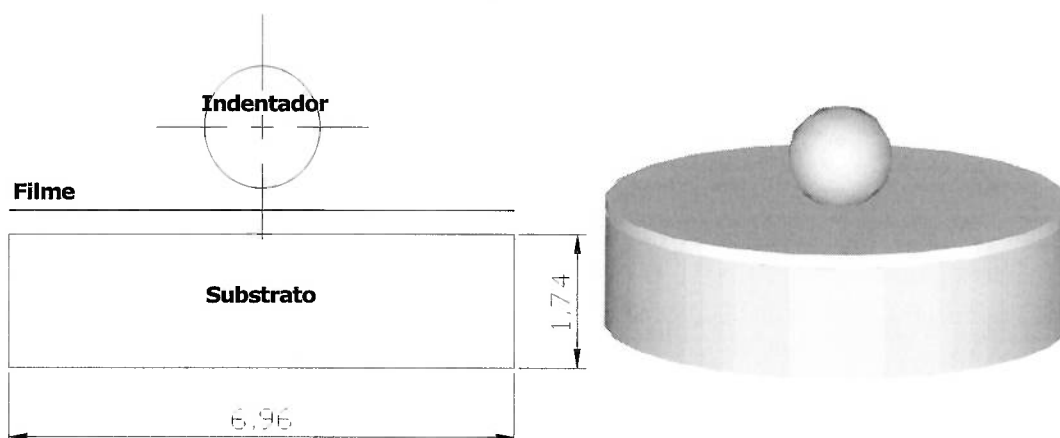


Figura 19. Esquema do sistema revestido simulado quando submetido ao processo de indentação por uma esfera.

A malha axissimétrica com elementos de quatro nós está representada na Figura 20, sendo a mesma similar à usada em análises anteriores a este trabalho [35,38,45].

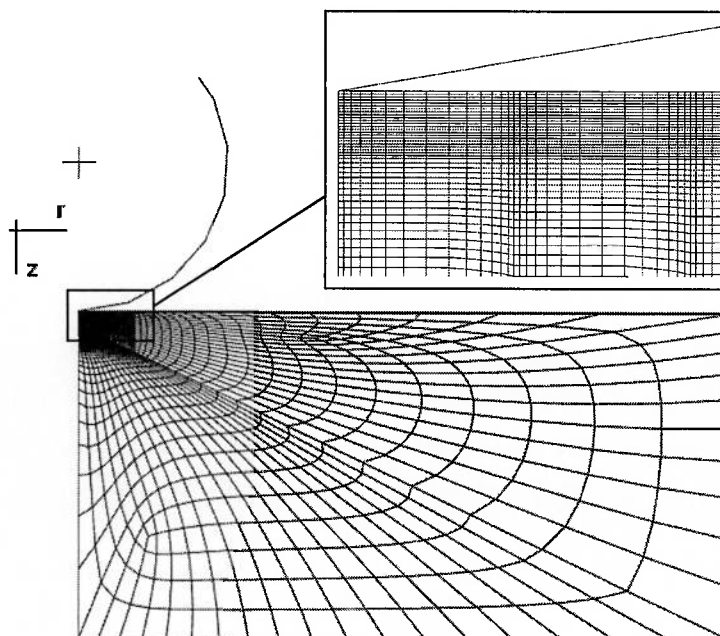


Figura 20. Malha utilizada nas simulações de elementos finitos do sistema revestido submetido a ensaio de indentação [55-57].

A Tabela 1 apresenta as diferentes possibilidades em termos de materiais e dimensões dos componentes do sistema revestido.

Tabela 1. Materiais e características geométricas dos componentes do sistema revestido

Substrato	Dimensões
Alumínio 6061 T6 [53,54]	Ø3,48 mm x 1,74 mm
Alumínio 6061 [56,58]	
Filme	Dimensões
	Ø3,48 mm x 0,0021 mm
	Ø3,48 mm x 0,0046 mm

Em todas as simulações, considerou-se substratos com características elasto-plásticas e filmes com comportamento elástico. As propriedades mecânicas e térmicas dos componentes estão apresentadas na Tabela 2, onde E é o módulo elástico, ν é o coeficiente de Poisson e α é o coeficiente de expansão térmica.

Tabela 2. Características do sistema revestido (filme/substrato)

Filme	Substrato (Alumínio AA 6061)
Propriedades Elásticas	Propriedades Elasto-Plásticas
E = 280 GPa	E = 68.9 GPa
$\nu = 0.3$	$\nu = 0.33$
-	Tensão de escoamento* $\sigma_y = 110 \text{ MPa}^\dagger$; 295 MPa^\ddagger
Propriedades Térmicas	Propriedades Térmicas
$\alpha = 9.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$\alpha = 23.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$

*Propriedades plásticas baseadas em ensaio de tração [9]

[†]Valor da tensão de escoamento para AA6061 na condição de superenvelhecido

[‡]Valor da tensão de escoamento para AA6061 na condição T6

As propriedades elásticas do substrato (E=68,9 GPa e $\nu=0,33$), foram obtidas diretamente da literatura para uma liga de alumínio 6061. Estes valores foram utilizados anteriormente por Souza [9].

Os valores da tensão de escoamento (σ_y) referem-se a duas condições plásticas do substrato. O alumínio AA 6061 superenvelhecido e na condição AA 6061-T6. As características plásticas em cada um destes casos foram obtidas por

Souza [9], diretamente a partir de ensaio de tração realizado em máquina universal de ensaios. Os resultados dos ensaios para cada material estão apresentados na Figura 21.

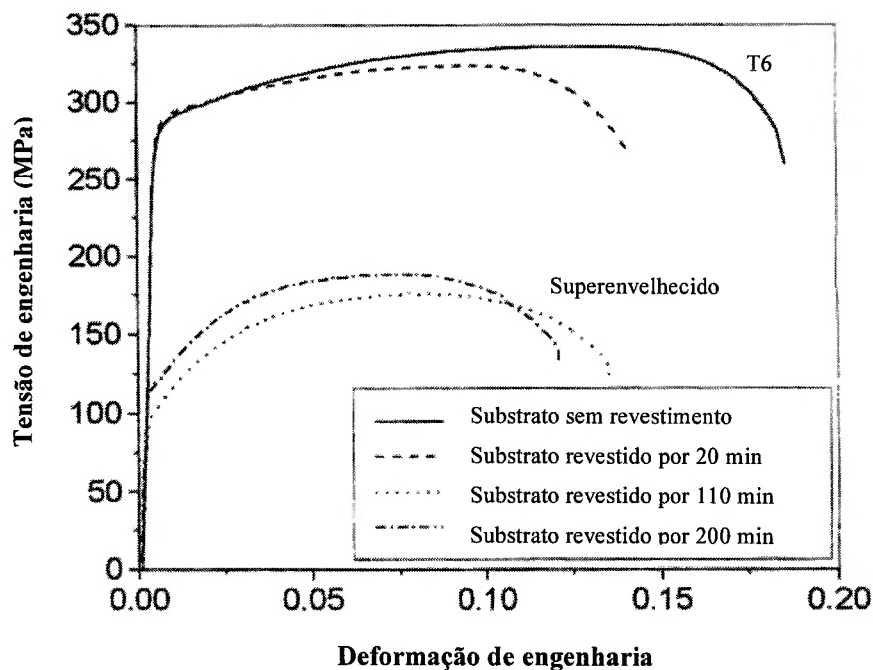


Figura 21. Curva tensão-deformação obtida do ensaio de tração realizado em alumínio 6061 [9].

Ainda sobre os valores apresentados na Tabela 2, as características elásticas dos filmes foram arbitrariamente escolhidas, uma vez que é grande a variação dos valores apresentados na literatura para um filme fino. Assim, por exemplo, trabalhos anteriores indicam valores de (E) variando entre 251 GPa e 640 GPa para o TiN [9]. O valor escolhido (280 GPa) foi considerado adequado, já que encontra-se dentro da faixa de valores referenciados acima e é bastante superior ao (E) estabelecido para o substrato de alumínio (68,9 GPa).

Diferentes passos foram considerados durante o carregamento do sistema. Inicialmente, foram impostas tensões biaxiais uniformes no filme, com a finalidade de considerar as tensões intrínsecas que resultam do processo de deposição. Valores de tensão compressivos de 0,74 [56] e 1 GPa [55,57] foram impostos aos elementos do filme; valores estes que são compatíveis com as tensões originadas nos processos de deposição por PVD.

No segundo passo de carregamento do sistema, foi assumido que a temperatura atingida durante a deposição foi de 498 K. Tensões residuais térmicas foram então simuladas quando o sistema foi resfriado até temperatura ambiente (298 K) [9], devido à diferença no coeficiente de expansão térmica do filme e do substrato.

No terceiro passo, uma carga normal foi gradualmente aplicada ao nó de referência do indentador (Figura 20). As tensões geradas durante o processo de indentação foram calculadas à máxima carga e depois que o sistema foi descarregado.

As cargas normais aplicadas durante a indentação foram de 50; 196,1; 294,2; 490,3 N e os diâmetros dos indentadores esféricos, considerados sempre como rígidos, foram de 1,59; 3,18 e 6,35 mm. Os coeficientes de atrito considerados entre o indentador e a superfície do sistema foram de $\mu=0$ [56] e 0,3 [55,57].

A Tabela 3 apresenta um resumo dos parâmetros selecionados durante as simulações utilizando o método dos elementos finitos (MEF).

Nos estudos de indentação cíclica o terceiro passo de carregamento foi repetido até atingir o número de cinco indentações realizadas no mesmo local. Particularmente, no caso da simulação 2 [Anexo B], foram consideradas 15 trincas distribuídas ao longo do filme com a finalidade de estudar o efeito das sucessivas indentações na propagação das mesmas. Para isto, foi considerado um valor de tenacidade à fratura do filme de $K_{IC} = 4,0 \text{ MPa } \sqrt{m}$ [35]. O critério de propagação de trincas foi o denominado de máximas tensões, de acordo com o qual as trincas propagam quando um valor crítico de tensão é atingido a uma certa distância a frente da ponta da trinca.

Tabela 3. Parâmetros utilizados nas simulações (MEF)

Parâmetros	Simulação 1 (Anexo A)	Simulação 2 (Anexo B)	Simulação 3 (Anexo D)
Filme			
Espessura (μm)	2,1	4,6	2,1
Tensões residuais (GPa)	1	0,74	1
Tenacidade à fratura do filme	-	4,0	-
Trincas consideradas	-	15	-
Substrato	AA 6061-T6	AA 6061-T6	AA 6061
Diâmetro de Indentador (mm)	1,59	1,59	1,59
	3,18		3,18
	6,35		6,35
Carga normal (N)	196,1	50	196,1
	294,2		294,2
	490,3		490,3
Coefficiente de Atrito Indentador/sistema	0,3	0	0,3
Número de Indentações	1	1;2;5	1;2;5*

*Simulação das sucessivas indentações utilizando diâmetro de indentador de 1,59 mm e carga normal de 196,1 N.

4.2 Procedimento Experimental

Na parte experimental foram realizadas indentações sobre um sistema revestido composto por substrato de alumínio AA 6061 com dimensões de $16,6 \times 12 \times 3 \text{ mm}^3$ (Figura 22a) e filme fino de Nitreto de Cromo (CrN) com espessura da ordem de $2,1 \mu\text{m}$ [58].

O corpo-de-prova foi obtido pela deposição de um filme de CrN sobre uma superfície previamente polida do substrato, usando um processo comercial de deposição PVD a arco a baixa temperatura, na empresa Brasimet Comércio e Indústria S.A.

A Figura 22b apresenta as características superficiais do filme quando observado no microscópio óptico.

A Figura 23 apresenta a qualidade superficial das esferas usadas como indentadores, as quais tiveram os diâmetros de 1,59, 3,18 e 6,35 mm, característicos dos indentadores Rockwell B, E e M. Similarmente ao apresentado nas simulações 1 e 3 da Tabela 3, três valores de carga foram selecionados, resultando em um total de nove indentações, como apresentado na Tabela 4.

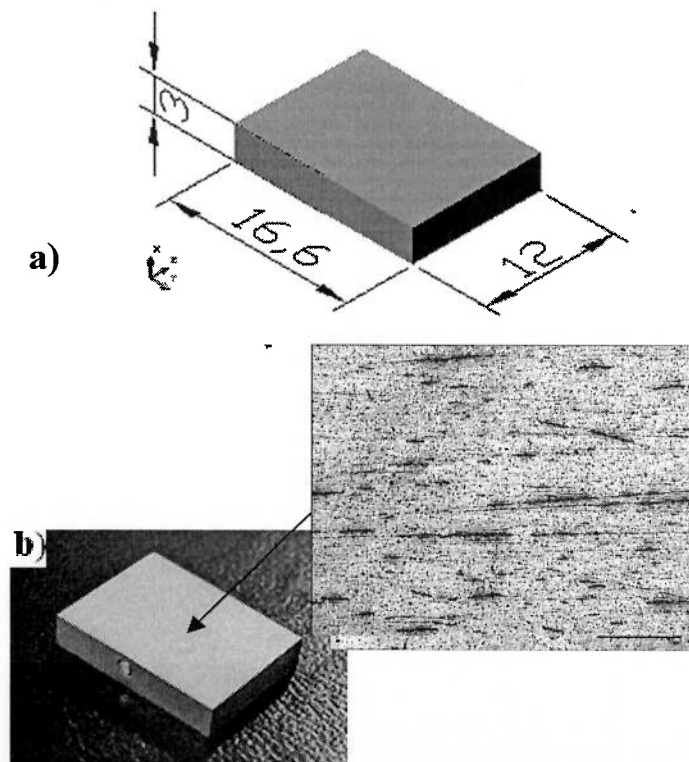


Figura 22. Sistema revestido Nitreto de Cromo (CrN)-Alumínio 6061. a) Dimensões do corpo-de-prova; b) Aspecto superficial do revestimento obtido através de processo PVD a arco [58].

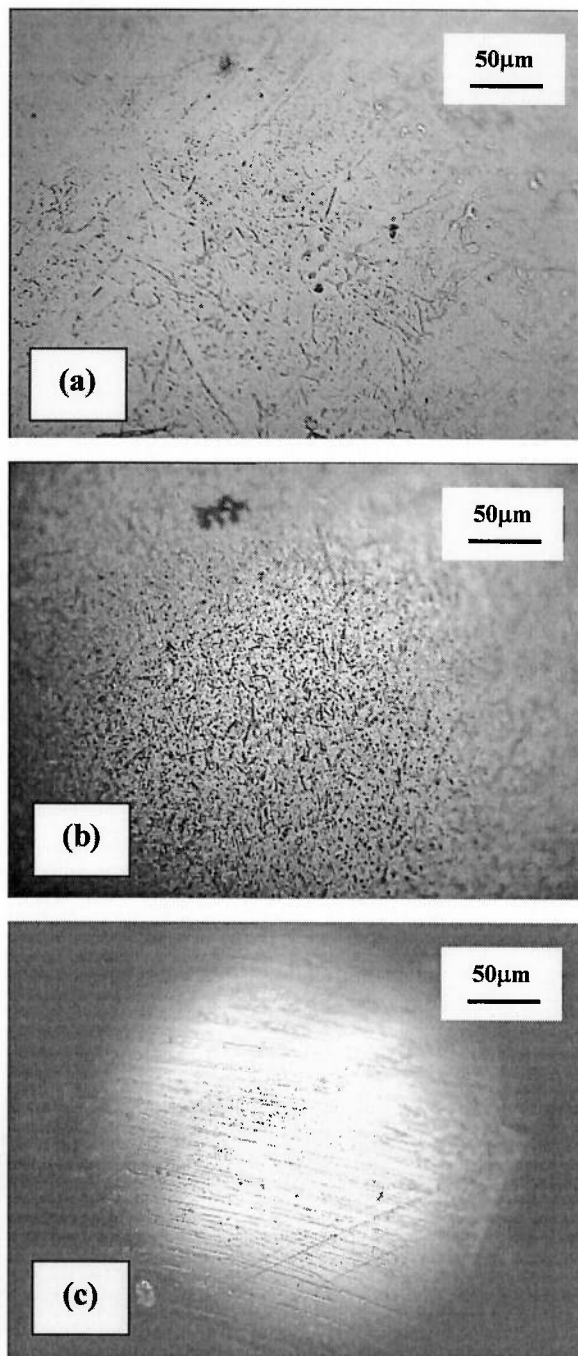


Figura 23. Aspecto superficial dos indentadores esféricos. a) Esfera de 6,35 mm, diâmetro característico do indentador Rockwell M; b) Esfera de 3,18 mm, diâmetro característico do indentador Rockwell E; c) Esfera de 1,59 mm, diâmetro característico do indentador Rockwell B [58].

Tabela 4. Combinações diâmetro de indentador – carga normal aplicada

Carga Normal Aplicada (N)	Diâmetro do Indentador (mm)		
	196,1 – 6,35	196,1 – 3,18	196,1 – 1,59
	294,2 – 6,35	294,2 – 3,18	294,2 – 1,59
	490,3 – 6,35	490,3 – 3,18	490,3 – 1,59

As indentações foram conduzidas em equipamento para medição de dureza BUEHLER VMT-7. As marcas geradas pelas nove indentações são apresentadas na Figura 24.

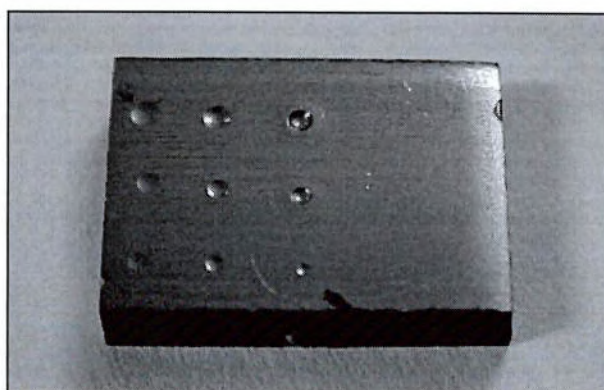


Figura 24. Marcas de indentação no sistema revestido (CrN/Alumínio 6061), obtidas nas combinações de parâmetros da Tabela 4.

A Tabela 5 apresenta um resumo dos parâmetros de indentação selecionados para a realização do trabalho experimental. Para o estudo experimental de sucessivas indentações, foram realizados cinco ciclos de indentação usando um diâmetro de indentador de 1,59 mm e uma carga normal de 196,1 N.

Depois de realizadas as diferentes indentações sobre o sistema revestido, foi avaliado o empilhamento (“pile-up”) gerado nas bordas da indentação. Esta avaliação foi realizada como o equipamento para medição de perfilometria e rugosidade SURFCODER IF 1700 α . O equipamento foi configurado para medição da rugosidade, o que permitiu obter a altura do pile-up, embora impedindo a medição da profundidade de cada uma das marcas resultantes.

Uma descrição mais detalhada dos parâmetros utilizados na parte experimental pode ser obtida nas referências [57,58], reproduzidas nos Anexos C e D deste trabalho.

Tabela 5. Parâmetros utilizados no trabalho experimental.

Parâmetros	Trabalho Experimental (Anexo C)
Filme	CrN
Espessura (μm)	2,1
Substrato	AA 6061
Diâmetro de Indentador (mm)	1,59
	3,18
	6,35
Carga normal (N)	196,1
	294,2
	490,3
Número de Indentações	1;2;5*

*Sucessivas indentações realizadas no sistema revestido utilizando diâmetro de indentador de 1,59 mm e carga normal de 196,1 N.

CAPÍTULO

5

RESULTADOS

5.1 Resultados das simulações utilizando o método dos elementos finitos (MEF)

Neste capítulo, os resultados serão apresentados de acordo com a ordem utilizada na descrição da metodologia. Isto quer dizer que uma seção inicial está baseada nos resultados das simulações utilizando o método dos elementos finitos e posteriormente serão apresentados os resultados experimentais.

5.1.1 Efeito do diâmetro do indentador e da carga aplicada nas tensões de contato, altura de pile-up e deformação plástica equivalente.

Os resultados apresentados neste item estão focados: (i) nas tensões de contato, principalmente nas tensões radiais (σ_r); (ii) no deslocamento na direção axial (u_z) dos nós ao longo da superfície de contato ($z=0$) e (iii) na deformação plástica equivalente (ϵ_p) dos nós do lado inferior (substrato) da interface. Os parâmetros analisados são aqueles mostrados para as simulações 1 e 3 (Tabela 3), que, em termos de diâmetro do indentador e carga, referem-se às combinações mostradas na Tabela 4.

A Figura 25 apresenta o resultado da distribuição da tensão radial ao longo da superfície do filme, calculada em função da distância (r) a partir do eixo de simetria.

Na figura é possível observar que, como esperado pela literatura [33], altos valores de carga normal levam à obtenção de altos valores de tensão radial. Além disso, é observada uma forte dependência dos valores obtidos com o diâmetro do indentador. Como esperado, quanto maior o diâmetro do indentador utilizado, menor o valor da tensão radial.

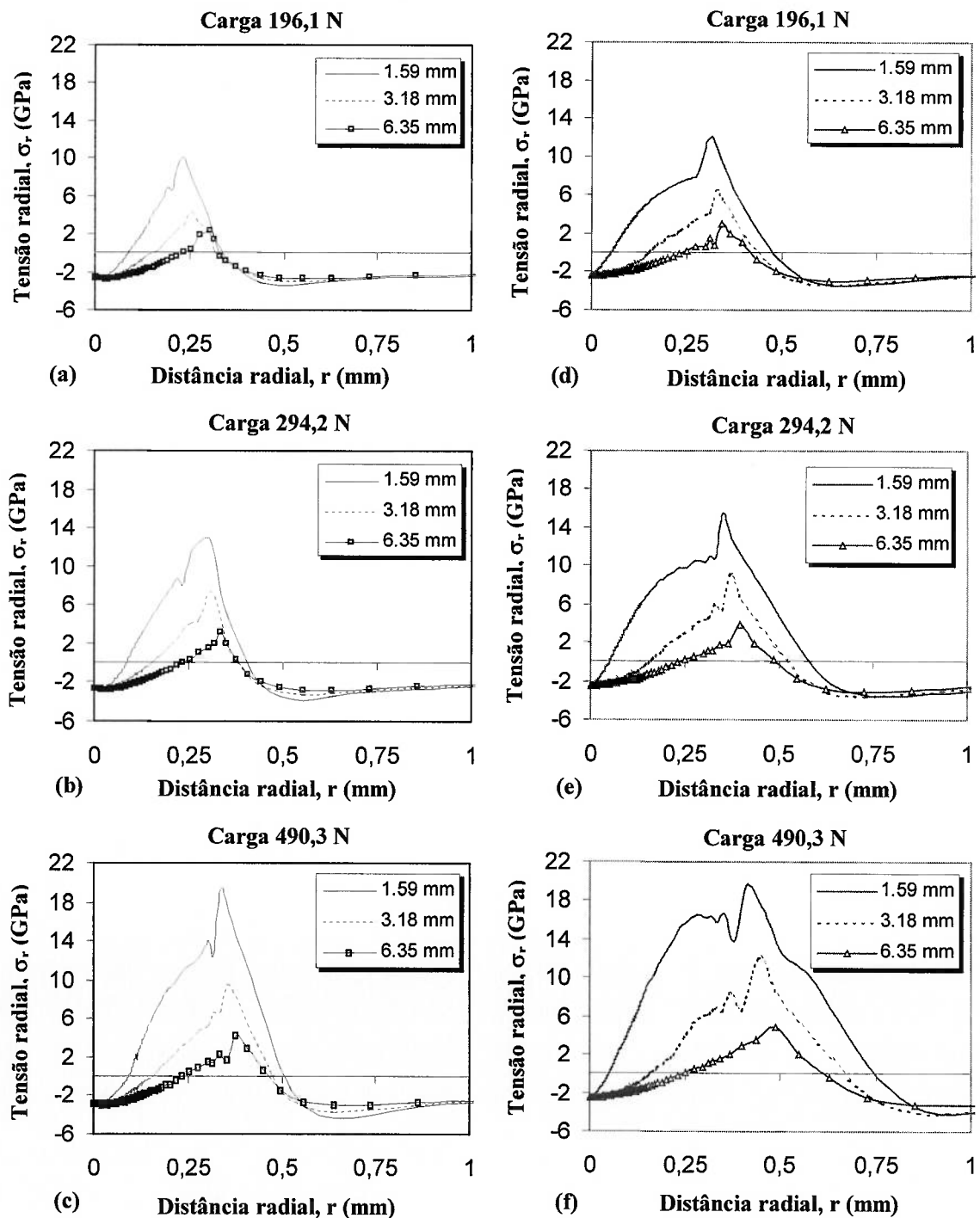


Figura 25. Distribuição dos valores de tensão radial. Valores calculados ao longo da superfície do filme à máxima carga aplicada. (a,b,c) Sistema Filme/AA 6061-T6; (d,e,f) Sistema Filme/AA 6061.

A Figura 26 apresenta uma curva típica do deslocamento dos nós na superfície do filme, juntamente com um detalhe do pile-up obtido.

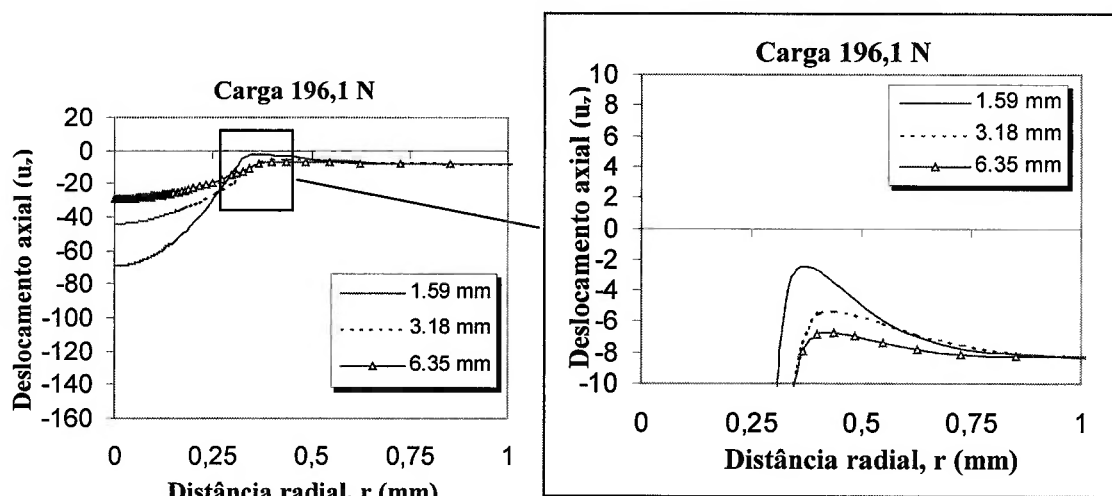


Figura 26. Detalhe da altura de pile-up obtida para as combinações de parâmetros de indentação da Tabela 4.

A Figura 27 apresenta os deslocamentos na direção axial (u_z) dos nós localizados ao longo da superfície, calculados em função da distância radial (r). Na Figura 27, é possível observar a presença do pile-up desenvolvido ao longo da borda da indentação em cada um dos sistemas revestidos submetidos a ensaio de indentação (Figuras 27a,b,c sistema revestido filme/AA 6061-T6; Figuras 27d,e,f sistema revestido filme/AA 6061). Nas Figuras é possível observar que menores pile-ups foram obtidos quando o diâmetro de indentador foi aumentado. Adicionalmente, a carga demonstrou ser um fator determinante quanto ao diâmetro da cavidade gerada na indentação. Assim, por exemplo, é interessante observar como a carga de 196,1 N (Figura 26a) resultou em cavidades com raio de aproximadamente 0,25 mm, independente do diâmetro do indentador utilizado.

A Figura 28 apresenta o comportamento da deformação plástica equivalente (ϵ_p) na interface filme/substrato quando os sistemas revestidos (filme/AA 6061-T6; filme/AA6061) foram submetidos ao ensaio de indentação. Estes resultados se referem a nós localizados no substrato e imediatamente abaixo da interface com o filme. Nesta Figura é possível observar que menores níveis de deformação plástica do substrato foram obtidos quanto maiores foram os diâmetros de indentador usados.

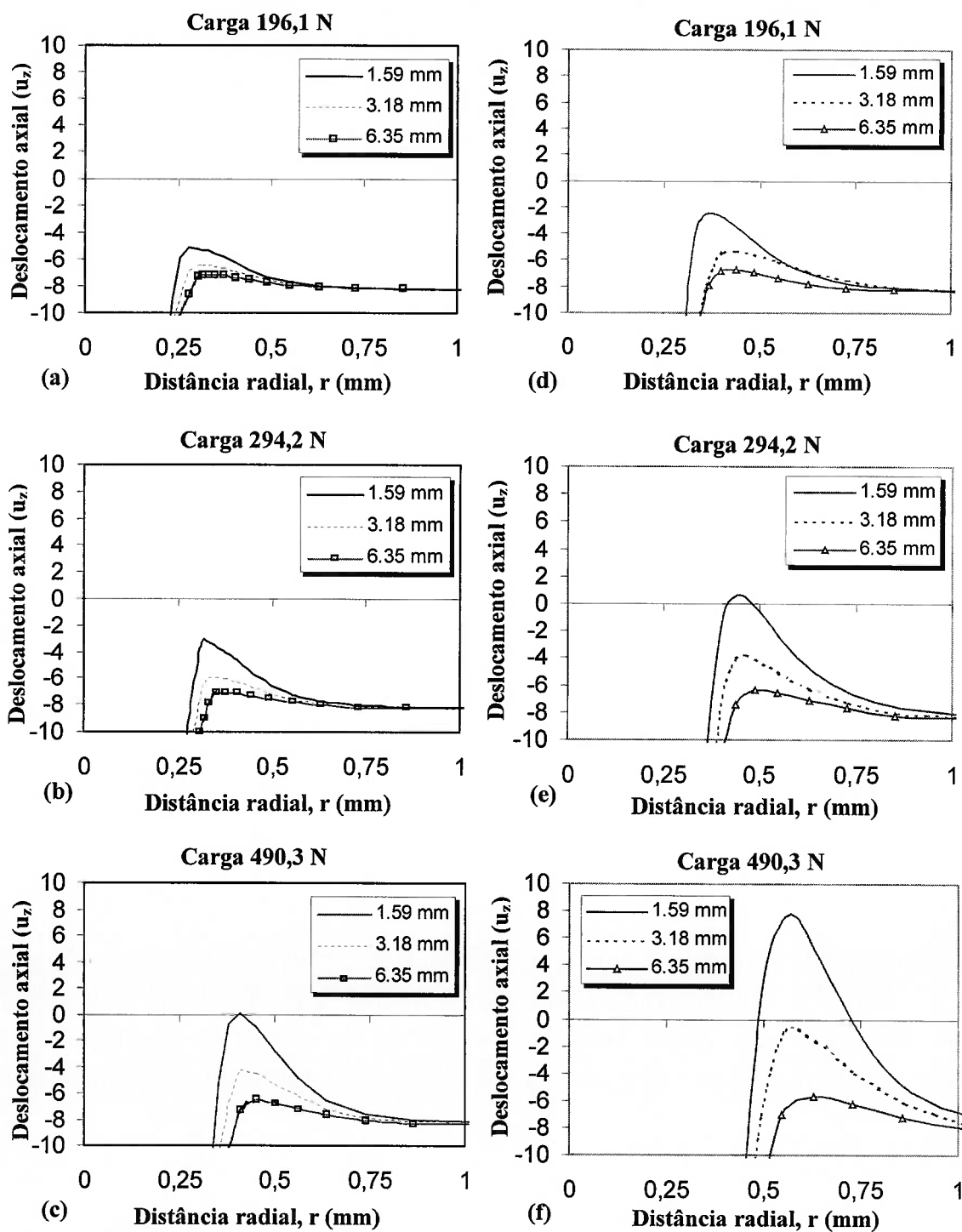


Figura 27. Deslocamentos na direção axial (u_z). Valores calculados ao longo da superfície do filme à máxima carga. (a,b,c) Sistema filme/AA 6061-T6; (d,e,f) Sistema filme/AA 6061.

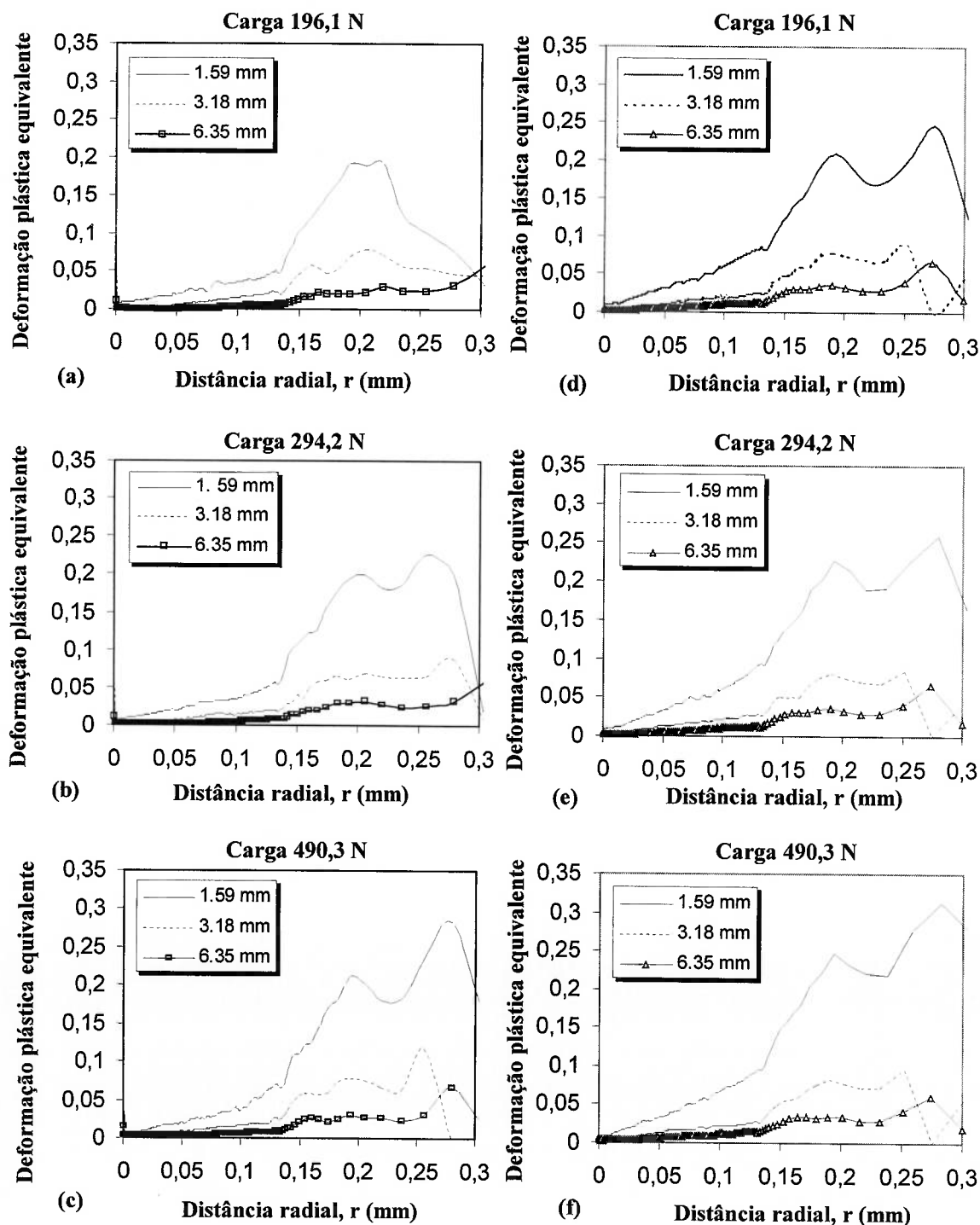


Figura 28. Deformação plástica equivalente. Valores calculados nos nós localizados ao longo da interface filme/substrato e calculados à máxima carga. (a,b,c) Sistema revestido filme/AA 6061-T6; (d,e,f) Sistema revestido filme/AA 6061.

5.1.2 Efeito das sucessivas indentações na propagação de trincas circulares, as tensões de contato e altura do pile-up

Nesta seção, apresentam-se os resultados obtidos na Simulação 2 (Tabela 3), referente à análise do efeito das sucessivas indentações sobre a propagação de trincas circulares.

A Figura 29 apresenta os resultados da propagação das trincas circulares no filme quando o sistema revestido (filme/AA 6061-T6) foi submetido a um, dois e cinco ciclos de indentação.

Os resultados indicaram que a propagação de trincas na superfície do filme foi mínima e somente duas trincas propagaram durante a primeira indentação. Na Figura 29 nota-se, ainda, que o valor do comprimento manteve-se constante ao longo dos cinco ciclos sucessivos de indentação.

A Figura 30 apresenta a distribuição das tensões de contato (tensões radiais (σ_r) e tangenciais (σ_θ)) calculadas na superfície do filme e na interface do sistema filme/substrato, depois do processo de descarga, para sucessivas indentações.

A Figura 31 permite observar em detalhe a variação na distribuição da tensão radial na superfície do filme para cada um dos ciclos de indentação. As Figuras 30 e 31 indicam que mínimas variações nos valores das tensões radiais foram observadas entre uma indentação e a outra, o que está de acordo com os resultados da propagação de trincas circulares apresentados na Figura 29.

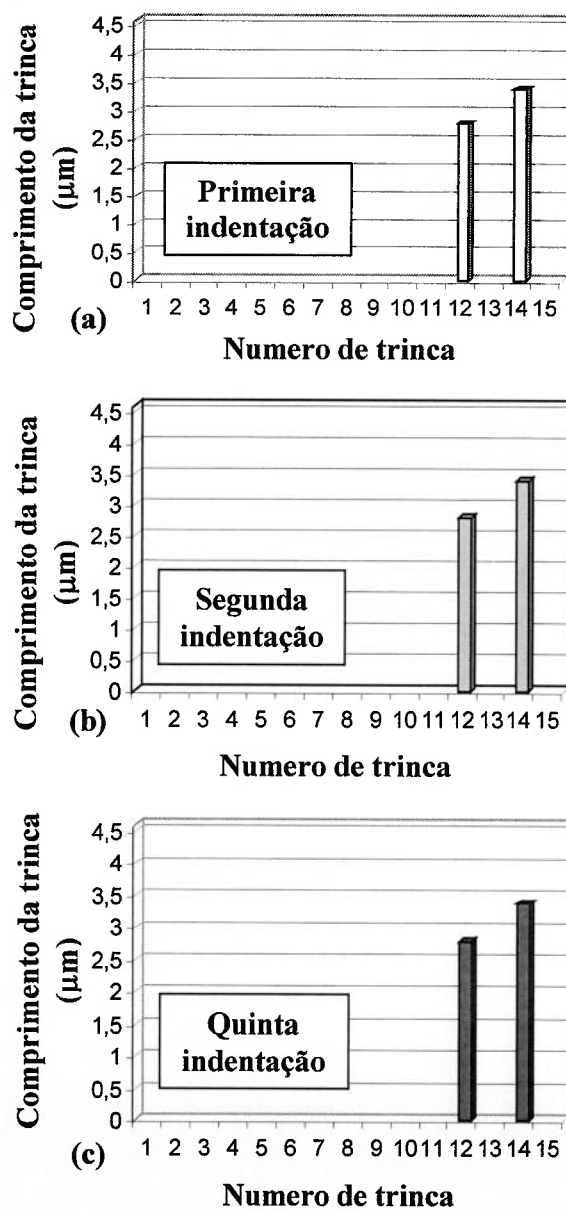


Figura 29. Propagação das trincas distribuídas na superfície do filme. Carga normal de 50 N. (a) Uma indentação; (b) Duas indentações; (c) Cinco indentações.

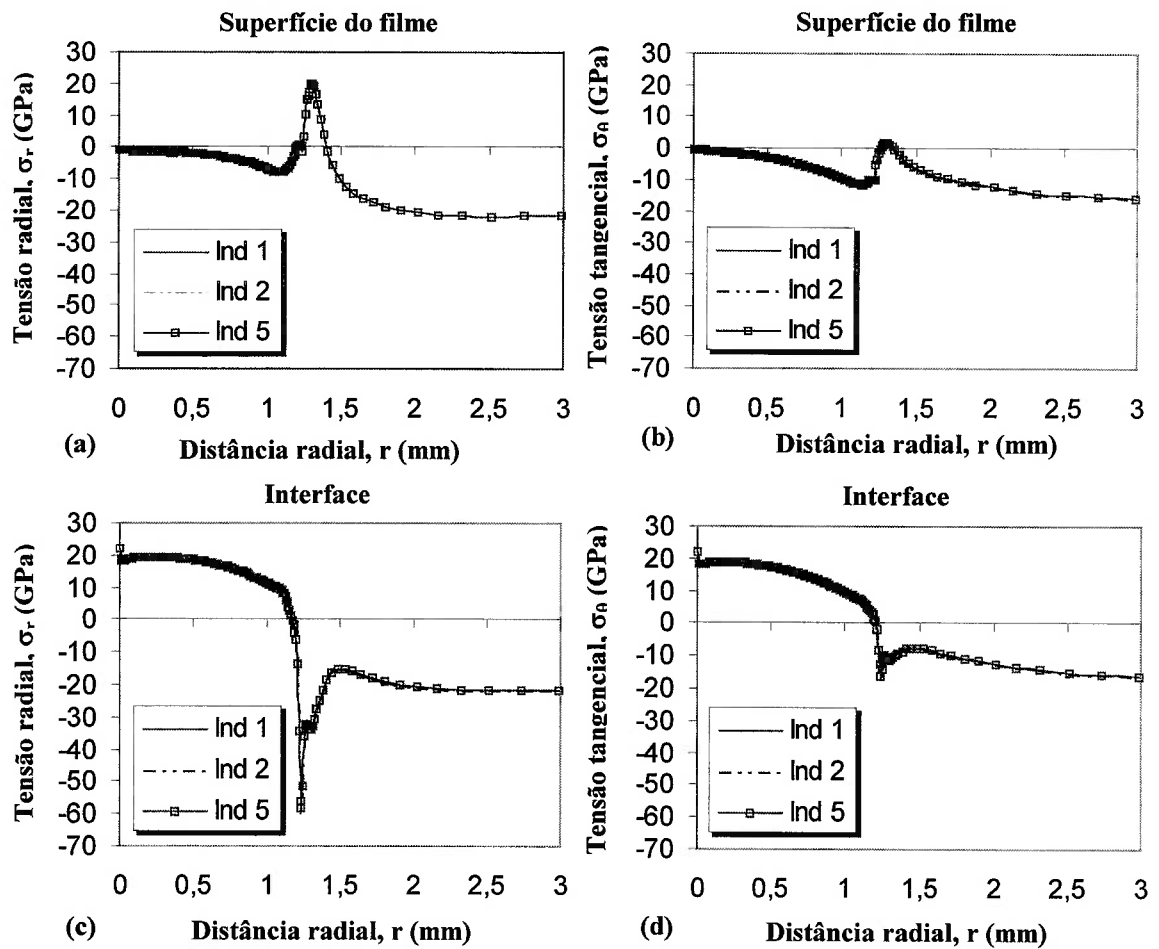


Figura 30. Tensões de contato calculadas depois de liberada a carga de indentação depois de cada um das sucessivas indentações. (a) Distribuição da tensão radial na superfície do filme; (b) Distribuição da tensão tangencial na superfície do filme; (c) Distribuição da tensão radial na interface do sistema; (d) Distribuição da tensão tangencial na interface do sistema.

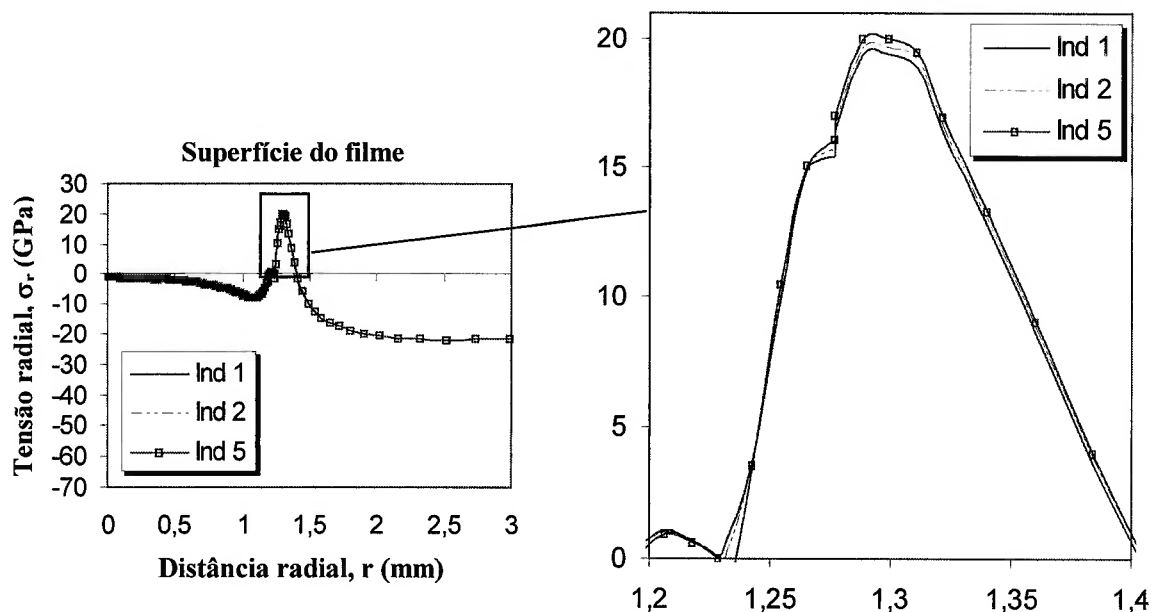


Figura 31. Detalhe da distribuição da tensão radial no caso de sucessivas indentações.

Em relação aos resultados obtidos com sucessivas indentações, a Figura 32 apresenta o deslocamento axial dos nós da superfície de contato depois de uma, duas e cinco indentações sucessivas. A altura do pile-up calculado para cada uma das indentações sucessivas se manteve aproximadamente constante, com valores ao redor de $8 \mu\text{m}$.

A Figura 33 apresenta os resultados da deformação plástica equivalente, calculada para os nós interfaciais do substrato depois de uma, duas e cinco indentações. Na figura, é possível observar que a deformação plástica equivalente do substrato tende a aumentar com o aumento dos ciclos de indentação, especialmente em regiões próximas à borda da indentação ($r \approx 0,27$).

Adicionalmente, as simulações das sucessivas indentações indicaram que, apesar da diminuição do valor das tensões em função do número de indentações realizadas, o valor da tensão radial na borda de contato teve uma variação pouco significativa. Este fenômeno é observado na Figura 34.

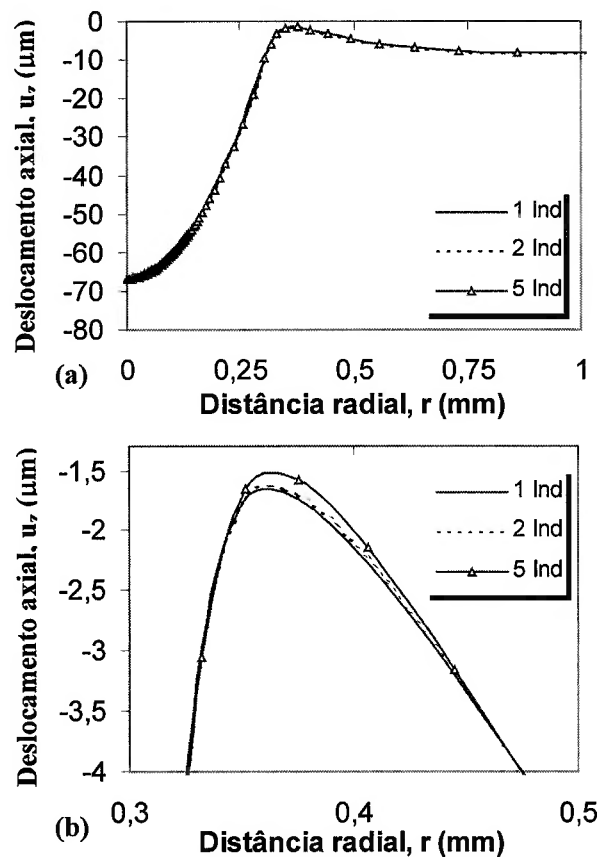


Figura 32. Deslocamentos na direção axial (u_z) calculados durante as sucessivas indentações no sistema revestido. Valores obtidos à máxima carga para um, dois e cinco ciclos de indentações. (a) Deslocamentos na direção axial dos nós ao longo da superfície do substrato; (b) Detalhe dos pile-up.

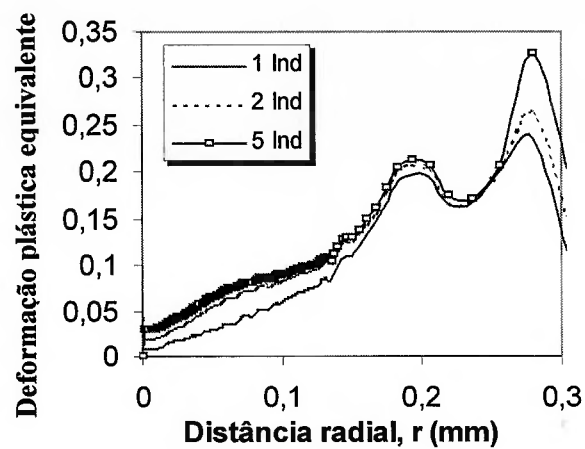


Figura 33. Deformação plástica equivalente calculada na interface do sistema filme/substrato quando submetidos a um, dois e cinco ciclos indentações.

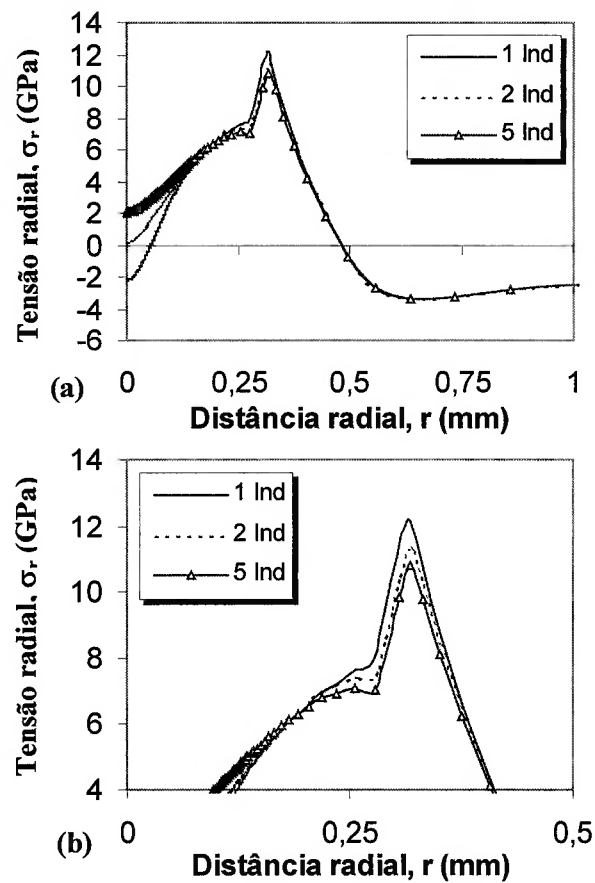


Figura 34. Tensão radial calculada nos nós ao longo da superfície do filme. (a) valores ao longo da distância radial (r); (b) Detalhe do pico de tensões na região da borda do contato.

5.2 Resultados experimentais

5.2.1 Efeito da carga e do diâmetro do indentador na quantidade de trincas circulares e pile-up desenvolvidos durante indentação única

Os resultados desta seção foram obtidos com base na indentação do sistema revestido (CrN/Alumínio 6061), usando diferentes combinações diâmetro de indentador/carga aplicada (Tabela 4).

A Tabela 6 apresenta o número de trincas circulares obtidas para cada uma das combinações de parâmetros utilizados.

Tabela 6. Número de trincas circulares obtidas na indentação do sistema revestido

Indentador Carga	6,35 mm	3,17 mm	1,59 mm
196,1 (N)	≤5	≤5	10-15
294,2 (N)	≤5	10-15	>30
490,3 (N)	10-15	>30	>30

Os dados da Tabela 6 indicam que uma quantidade similar de trincas circulares (10-15) foi observada no interior das marcas da indentação para as condições ao longo da diagonal secundária da Tabela 6. A características destas trincas podem ser observadas na Figura 35.

Para as combinações de parâmetros acima da diagonal secundária da Tabela 6 foi obtido um número menor de trincas circulares (aproximadamente 5 (Figura 36a)), enquanto que, para as condições abaixo da diagonal secundária o número de trincas foi superior a trinta (Figura 36b).

A Figura 37 apresenta as alturas de pile-up obtidas experimentalmente, para as diferentes combinações de diâmetro de indentador/carga aplicada.

Dos resultados, é possível observar que o aumento da carga normal resultou em aumento da altura do pile-up. Igualmente, os resultados apresentados na Figura 37 indicam que as alturas dos pile-ups foram semelhantes para as condições estabelecidas ao longo da diagonal secundária da matriz mostrada na Tabela 6.

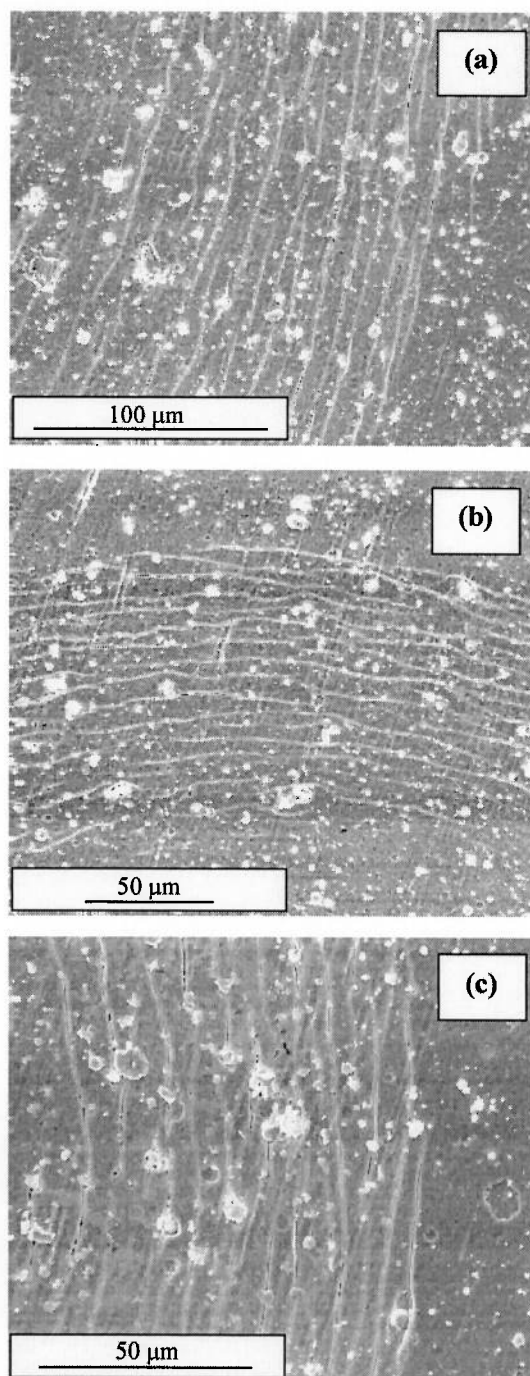


Figura 35. Trincas circulares observadas por microscopia eletrônica de varredura no interior da região da indentação. (a) Trincas obtidas usando diâmetro de indentador de 6,3 mm e carga de 490,3 N; (b) Trincas obtidas usando diâmetro de indentador de 3,2 mm e carga de 294,2 N; (c) Trincas obtidas usando diâmetro de indentador de 1,59 mm e carga de 196,1 N

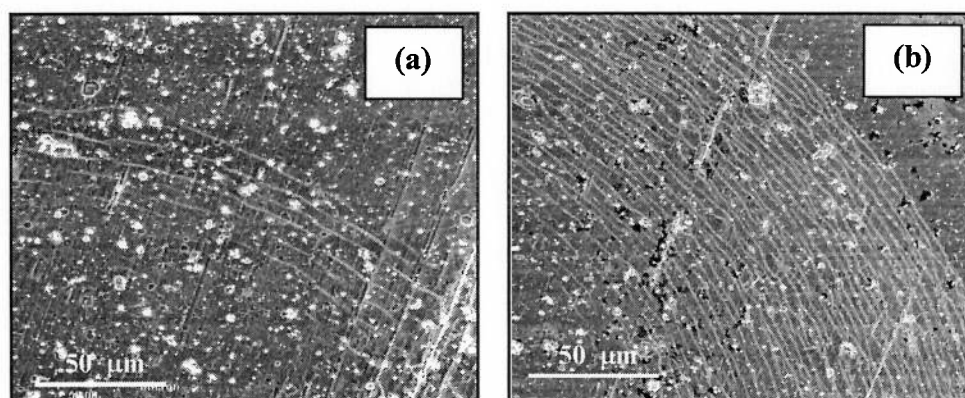


Figura 36. Número de trincas observas dentro da região de contato da indentação. (a) Indentação realizada com indentador de 3,17 mm e carga de 196,1 N; (b) Indentação realizada com indentador de 3,17 mm e carga de 490,3 N

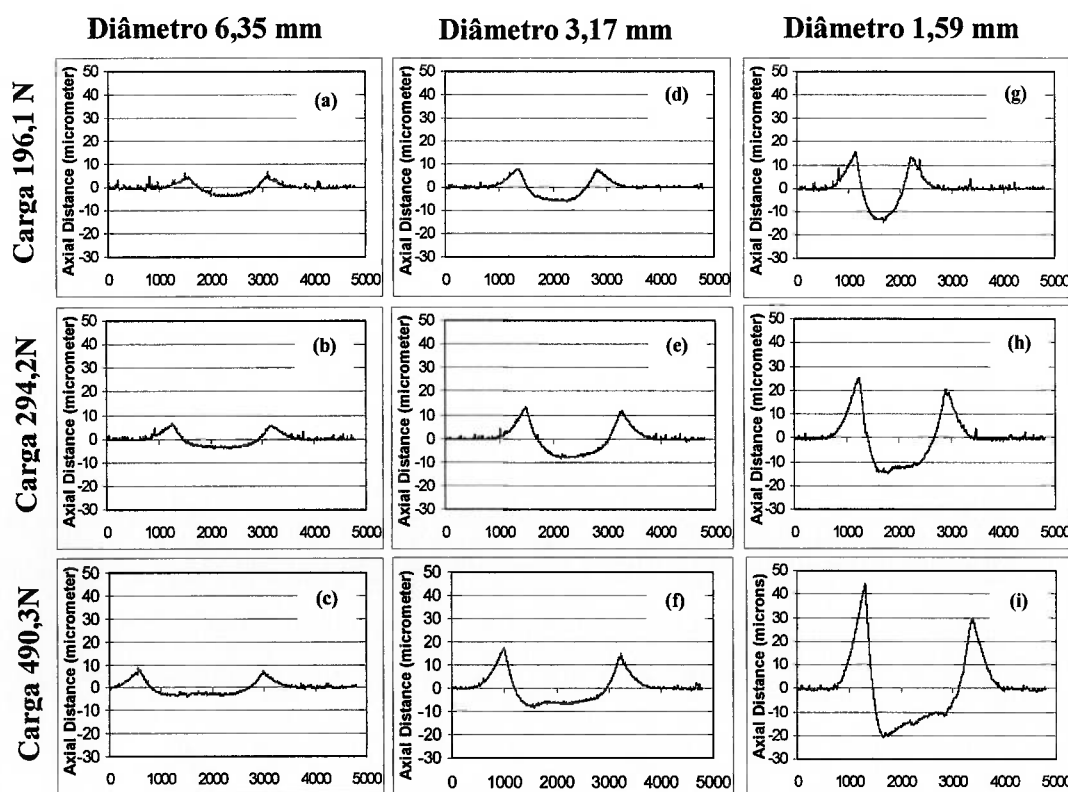


Figura 37. Alturas dos pile-ups obtidos em cada uma das combinações de parâmetros de indentação. (a) Diâmetro de 6,35 mm e carga de 196,1 N; (b) Diâmetro de 6,35 mm e carga de 294,2 N; (c) Diâmetro de 6,35 mm e carga de 490,3 N; (d) Diâmetro de 3,17 mm e carga de 196,1; (e) Diâmetro de 3,17 mm e carga de 294,2 N; (f) Diâmetro de 3,17 mm e carga de 490,3 N; (g) Diâmetro de 1,59 mm e carga de 196,1; (h) Diâmetro de 1,59 mm e carga de 294,2 N; (i) Diâmetro de 1,59 mm e carga de 490,3 N

Adicionalmente, a Figura 38 apresenta as alturas dos pile-ups medidos para uma, duas e cinco indentações usando diâmetro de indentador de 1,59 mm e carga normal de 196,1 N, como referenciado na Tabela 5.

Os resultados indicaram que a altura do pile-up (aproximadamente 18 μm), teve um comportamento similar ao comportamento obtido nas simulações (Figura 32), já que a altura calculada foi praticamente a mesma, independentemente do número de indentações realizadas no sistema.

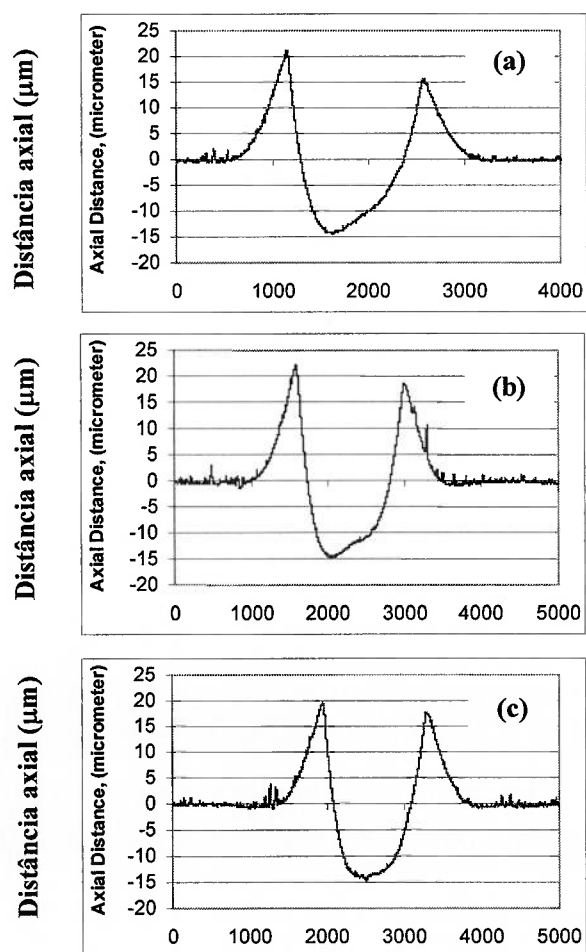


Figura 38. Altura do pile-up depois de sucessivas indentações no sistema revestido. O eixo X, faz referência à distância radial (r) em μm . (a) Uma indentação; (b) Duas indentações; (c) Cinco indentações.

CAPÍTULO

6

DISCUSSÃO

No capítulo anterior, foram apresentados resultados de simulação e resultados experimentais, referentes a indentações de um sistema revestido composto por um filme fino resistente ao desgaste e um substrato de comportamento elasto-plástico. Os resultados foram focados: (i) Na distribuição das tensões de contato na região da indentação; (ii) na deformação plástica do substrato na região da interface com o filme e (iii) no comportamento do pile-up e sua correlação com as tensões de contato e a propagação de trincas circulares.

A distribuição da tensão radial ao longo da superfície do filme é um parâmetro importante nas tensões de contato desenvolvidas durante a indentação dos sistemas revestidos. Os picos de tensão obtidos nas simulações (Figura 25) são os responsáveis pela propagação de trincas circulares (Figura 28), as quais são freqüentemente observadas na indentação de filmes finos depositados sobre substratos dúcteis [38,45]. Comumente estes picos de tensão radial estão associados com a curvatura ou dobramento do filme na região ao redor do contato, dobramento que resulta em tensões radiais trativas na superfície do filme e compressivas na interface do sistema [9,15,38]. Seguindo uma analogia com o dobramento de uma barra, uma alta amplitude e pequenos raios de curvatura devem resultar em altos valores de tensão radial na superfície do filme [9,55].

É de se esperar que um fator representativo da amplitude do dobramento do filme na borda da indentação seja o pile-up, fenômeno que, segundo Thomsen et al. [31] é devido à deformação plástica do substrato. Diferenças nas alturas dos pile-ups observados na Figura 26 indicam que o diâmetro do indentador afeta a altura final do pile-up, efeito que foi observado em trabalhos anteriores [55,57,58]. É igualmente

possível esperar que a amplitude do dobramento do filme esteja relacionada à tendência de fluxo plástico experimentado pelo substrato em direção à borda da indentação do sistema revestido.

É interessante observar como os resultados obtidos nas simulações da altura do pile-up (Figura 26) apresentaram uma boa correlação com o comportamento da tensão radial (Figura 24), o que valida a hipótese da importância da altura do pile-up na determinação da quantidade de trincas que propagam durante a indentação esférica [58].

Por outro lado, se comparados os resultados da deformação plástica (Figura 27) com os resultados da altura do pile-up (Figura 26) nota-se que a distribuição da deformação plástica apresenta uma dependência pouco significativa da carga aplicada, o que não ocorre com os pile-ups e com os diâmetros das cavidades (Figura 26). Desta forma, parece não existir uma direta correlação entre a deformação plástica equivalente na interface e as tensões radiais na superfície do filme, geradas pelo dobramento do filme como consequência do pile-up.

É importante mencionar que é bastante difícil comparar-se as alturas de pile-up calculadas na simulação e os valores medidos na análise experimental, já que as simulações foram analisadas na condição de máxima carga e as medições experimentais foram realizadas após o descarregamento do sistema. Por outro lado, uma boa correlação qualitativa foi obtida, já que, nos dois casos, a altura do pile-up aumentou com o aumento da carga aplicada ou com a diminuição do diâmetro do indentador (Figuras 26 e 36). Além disso, semelhanças foram encontradas entre o comportamento da altura do pile-up e as tensões de contato. Como indicado na Tabela 7, para análise de indentação única, os resultados MEF indicaram que os picos de tensão radial obtidos na borda de contato tiveram direta correlação com o tamanho dos pile-ups. Similarmente, o número de trincas circulares observado experimentalmente (Figuras 34 e 35) teve uma direta correlação com a altura dos pile-ups apresentados na Figura 36.

As análises por elementos finitos igualmente permitiram analisar o comportamento de sistemas revestidos contendo substratos com comportamento plástico diferente. De um lado, a distribuição de tensões (Figura 25a,b,c), altura do pile-up (Figura 26a,b,c) e deformação plástica equivalente (Figura 27a,b,c) foram

obtidas para um sistema revestido contendo substrato de alumínio AA 6061 na condição T6, com tensão de escoamento (σ_y) de 295 MPa. De outro lado, as Figuras (25d,e,f), (26d,e,f) e (27d,e,f) apresentaram resultados equivalentes para um substrato AA 6061 na condição de superenvelhecimento, com σ_y de 110 MPa. Estes resultados sugerem que o substrato que apresenta menor tendência à formação de pile-up (material com tensão de escoamento $\sigma_y=295$ MPa) parece ser menos propenso ao desenvolvimento de altas tensões radiais presentes nas bordas da indentação e, conseqüentemente, menor predisposição para a propagação de trincas circulares. Segundo a literatura, [26,33] exemplos de materiais com baixa tendência à formação de pile-up são aqueles com baixos valores na relação (E/σ_y) entre módulo elástico (E) e tensão de escoamento (σ_y). Esta tendência foi igualmente verificada no trabalho intitulado “Numerical and Experimental Analyses on the Indentation of Coated Systems with Substrates with Different Mechanical Properties”, apresentado no Anexo E, e atualmente em fase de submissão para o periódico *Thin Solid Films*. Na verdade, os resultados obtidos no Anexo E revelam que não é suficiente considerar o valor da tensão de escoamento para avaliação da tendência de um material para formar pile-up, mas deve-se também observar o valor do coeficiente de encruamento deste material (n).

As análises de sucessivas indentações também indicaram uma boa correlação entre os dois métodos (simulação e experimental). Na parte experimental foi avaliado o número de trincas circulares obtidas depois de uma, duas e cinco indentações e não se observaram grandes diferenças na quantidade final de trincas. Da mesma forma, nas simulações foram calculados os picos de tensão radial, obtendo-se mínimas diferenças nos valores finais (Figura 33). Os resultados dos dois métodos estão em concordância com a idéia que o primeiro ciclo de indentação é o responsável pela propagação das trincas (Figura 28) e pela maior quantidade de deformação plástica do sistema. Esta análise é confirmada pelos resultados mostrados na seção 5.1.2, onde observa-se que a primeira indentação é a responsável pela máxima propagação das trincas circulares.

Tabela 7. Valores numéricos e experimentais obtidos durante simples indentação

Análise	Carga (N)	Diâmetro (mm)	Altura Pile-up (μm)	Número de Trincas circulares	Valor dos picos de tensão radial (GPa)
FEM	196,1	1,59	6	-	12
		3,18	3,6	-	6,5
		6,35	2	-	3,5
	294,2	1,59	9	-	15
		3,18	4,2	-	9
		6,35	2	-	4
	490,3	1,59	15,7	-	20
		3,18	8	-	12
		6,35	2	-	5
Experimental	196,1	1,59	12	10-15	-
		3,18	8	<5	-
		6,35	5	<5	-
	294,2	1,59	22	>30	-
		3,18	12	10-15	-
		6,35	6	<5	-
	490,3	1,59	35	>30	-
		3,18	15	>30	-
		6,35	8,5	10	-

Por outro lado, uma tendência oposta foi obtida através das simulações onde os valores calculados indicaram um leve aumento na altura do pile-up depois dos cinco ciclos de sucessivas indentações (Figura 31) e uma diminuição nos picos de tensão radial presentes na borda da indentação (Figura 33). Estes resultados não eram esperados e uma hipótese para tentar explicar este fenômeno poderia ser que os picos de tensão radial presentes na borda da indentação podem ser o resultado não só da altura do pile-up como também pela curvatura do mesmo. Novas pesquisas serão necessárias para confirmar esta hipótese.

Um aspecto adicional dos resultados da simulação considerando sucessivos ciclos de indentação está relacionado ao comportamento da deformação plástica equivalente apresentado na Figura 32, a qual teve mudanças nos valores em função do aumento no número de indentações realizadas. Estas mudanças foram particularmente percebidas entre o primeiro e o segundo ciclo de indentação e foram distribuídas ao longo da cavidade de indentação. Este comportamento da deformação plástica era pouco esperado, já que, segundo a literatura, o pile-up é devido à deformação plástica. Adicionalmente, segundo a comprovação experimental (Figura

37), a altura do pile-up não apresentou grandes diferenças apesar das sucessivas indentações. Estes resultados confirmam a pouca correlação que a deformação plástica equivalente (ϵ_p) apresenta com a altura do pile-up.

CAPÍTULO

7

CONCLUSÕES

- Os resultados obtidos nas simulações (MEF) foram comparados com resultados experimentais, obtendo-se boa correlação entre as duas técnicas.
- No estudo de indentação única os resultados obtidos indicaram alta importância do fenômeno de empilhamento do material nas bordas (“pile-up”) na tendência a falha do sistema revestido.
- Os resultados indicaram uma dependência da altura do pile-up com a carga aplicada e com o diâmetro do indentador. Altas cargas e pequenos diâmetros de indentador levaram à obtenção de altos pile-ups e de altos picos de tensão radial nas bordas da indentação.
- Em termos das indentações sucessivas, os resultados das técnicas de simulação e experimental indicaram que um baixo número de ciclos de indentação não resultou em diferenças significativas nas tensões radiais desenvolvidas na superfície do filme. Os resultados dos dois métodos permitiram estabelecer que a maior propagação de trincas deve ocorrer na primeira indentação e que o comportamento durante as indentações seguintes é predominantemente elástico.
- Os resultados sugeriram que as características plásticas do substrato têm uma forte influência na formação do pile-up e no desenvolvimento das tensões radiais na superfície do filme. Materiais com baixa tendência à formação de pile-up são

pouco propensos ao desenvolvimento de altas tensões radiais na borda da indentação.

- As análises pelo MEF não permitiram uma correlação direta entre a deformação plástica equivalente (ϵ_p) do substrato na interface e a altura do pile-up.
- Foi confirmado que a formação do pile-up deve estar associada com as características elásticas e plásticas do substrato, particularmente em termos do módulo elástico (E), a tensão de escoamento (σ_y) e o valor do expoente de encruamento (n) do material.

ANEXO

A

Análise de elementos finitos do efeito do diâmetro do indentador e a carga aplicada sobre as tensões de contato desenvolvidas durante indentação de sistemas revestidos

Finite Element Analysis on the Effect of Indenter Diameter and Load on the Contact Stresses During Indentation of Coated Systems

Eduardo A. Pérez R¹, Roberto M. Souza¹

¹ Surface Phenomena Laboratory, Department of Mechanical Engineering, Polytechnic School of the University of São Paulo, Av. Prof. Mello Moraes, 2231, 05508-900, São Paulo, SP, Brazil, (epr@usp.br;roberto.souza@poli.usp.br)

Keywords: Finite Element Modeling; Thin Films; Indentation; Stress Fields; Plastic Deformation

Abstract A simple method for the analysis of the mechanical behavior of materials is the indentation test. High stresses and complex stress fields may develop during this type of test, which also occurs when indentations are conducted in systems coated with thin films. In this last case, indenters with different geometry may be used, but spherical indenters may be preferred, since they are associated with a reduction of the stresses in the film.

In this work, finite element method (FEM) simulations were conducted to study the stress fields obtained when spheres with diameters from 1.59 to 6.35 mm were used to apply normal loads from 200 to 500 N on coated systems. The numerical analyses were conducted using the software ABAQUS, selecting axisymmetric bidimensional meshes and considering a film with elastic behavior and an elastic-plastic substrate. Results were associated with the amount of pile-up that each load/indenter diameter combination generated at the edge of the indentations, which was compared with the amount of plastic deformation of the substrate in each case.

Introduction

The development of components and parts with high functionality frequently involves the selection of options where materials with different mechanical properties are combined. As an example, the deposition of wear resistant thin films on different substrate materials is a common practice to improve the tribological (wear and friction) behavior of components used in mechanical applications [1,2].

A simple and widely used method for the mechanical characterization of materials is the indentation test [3-13], where indenters with different geometries are used, such as pyramids, cones or spheres [7-9,14,15]. In coated systems, the selection of spherical indenters may be preferred over those with pyramidal geometry since the former is associated with a reduction of the stresses in the film [16].

During the indentation process, complex stress and strain fields are developed within the system. These high stresses can cause the coated system to fail, through initiation and propagation of cracks located entirely in the film or along the film/substrate

interface [4,16]. The contact stresses generated during an indentation have been simulated using the finite element method (FEM) [4-9,11,16-18].

Fig. 1 presents two possible characteristics of the plastic deformation developed during an indentation. Depending on the mechanical properties of the material, a pile-up (Fig. 1a) or sink-in (Fig. 1b) morphology may be observed [6,15,16]. In many cases, the failure of coated systems has been associated with the amount of substrate indentation pile-up [9].

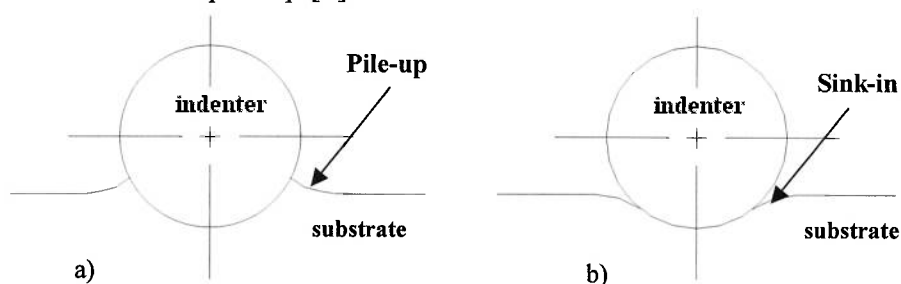


Fig. 1. Plastic deformation of the substrate. a) Pile-up; b) Sink-in

In this work, numerical analyses were conducted using the FEM, in order to study the stress fields obtained when spherical rigid indenters with diameters from 1.59 to 6.35 mm were used to apply normal loads from 196.1 to 490.3 N on coated systems. These geometrical aspects of load and indenter diameter were later associated with the amount of substrate plastic deformation and pile-up and with the stresses developed in the film.

Model Description

The software ABAQUS was used to run the FEM simulations, selecting meshes similar to the one presented in Fig. 2 .

A total of 13167 four-noded elements were selected to model the coating/substrate system. Since only a normal axial load was applied, axisymmetric elements could be used. In all simulations, the substrate had the characteristics of a 6061 aluminum alloy with elastic-plastic behavior. The elastic and thermal properties of the aluminum (elastic modulus $E=68.9$ GPa, Poisson ratio $\nu=0.33$ and coefficient of thermal expansion $\alpha=23.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) were taken from the literature [9]. The yield strength ($\sigma_y = 295$ MPa) and plastic behavior of the AA 6061 T6 alloy were directly obtained from tensile test experiments [8].

The film layer of wear resistant material was assumed to be elastic and to present a thickness of 2.1 μm . The film Poisson ratio was assumed to be 0.3, the elastic modulus was 280 GPa, and the coefficient of thermal expansion was assumed to be $9.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, which was previously reported as that value for TiN [9]. The friction coefficient between the spherical indenters and the thin film surface was set at $\mu=0.3$. As indicated by Begley et al. [19], indentation strains do not vary significantly for μ values above 0.3.

Different steps were used to load the system. Initially, a uniform biaxial stress was imposed on the film elements to account for the intrinsic residual stresses that result from the film processing. A compressive value of 1 GPa was selected, although it is recognized that larger values were reported for PVD processes. In the second loading step, it was assumed that the temperature reached during deposition was 498 K. Thermal residual stresses were then calculated when the system was cooled to room temperature (298 K). In the third step, a normal load was gradually applied on a reference node on the indenter. The stresses during indentation were calculated at maximum load.

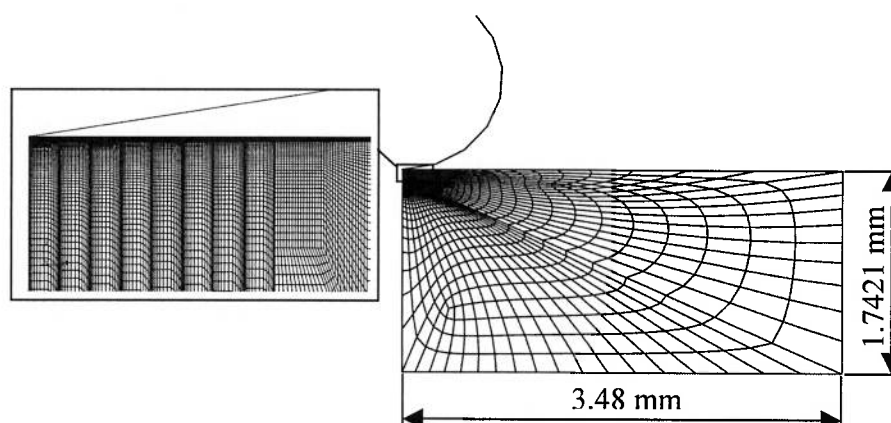


Fig. 2. Mesh used in the finite-element analyses showing the dimensions of the coated system and the most refined portion of the mesh.

Diameters of 1.59 mm (1/16 inch), 3.18 mm (1/8 inch) and 6.35 mm (1/4 inch) were selected for the indenters, which are the diameters of Rockwell B, E and M indenters, respectively. Three values of normal load (196.1 N, 294.2 N and 490.3 N) were selected for each indenter diameter, to provide a total of nine FEM analyses.

Results and discussion

Fig. 3 presents the distribution of radial stresses along the film surface, calculated as a function of the distance (r) from the axis of symmetry. Values were obtained for all load/indenter diameter combinations. In Fig. 3, it is possible to observe that, as expected, higher loads lead to higher radial stresses and a strong dependence on indenter diameter was also observed.

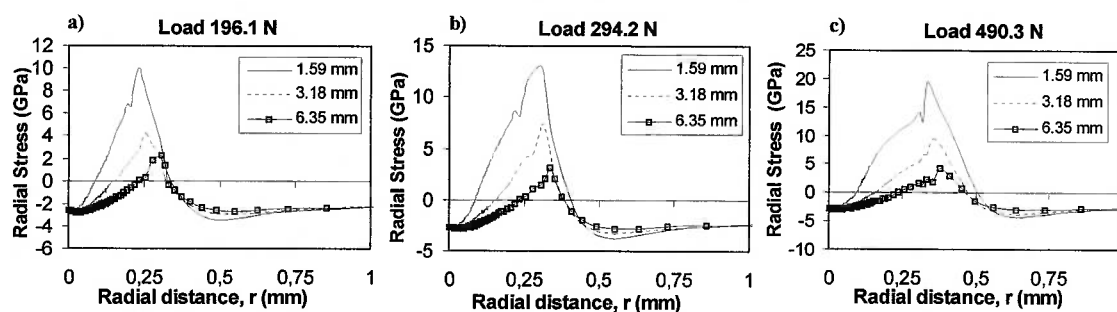


Fig. 3. Radial stresses calculated during the normal indentation of coated systems. Values along the film surface calculated at maximum load using three different indenter diameters: (a) Load of 196.1 N; (b) load of 294.2 N and (c) load of 490.3 N.

Radial stresses along the film surface are important parameters in the contact stresses developed during the indentation of coated systems, since the peaks observed in each curve (Fig. 3) are responsible for the propagation of circular cracks frequently observed in systems with wear resistant thin films deposited onto soft substrates [8,9]. Usually, these peaks in radial stresses are associated with the curvature of the film (bending) close to the indentation edge, which results in tensile radial stresses at the film surface and compressive radial stresses at the film/substrate interface [4,8,9]. Following an analogy with a bar that is bended, higher amplitudes of curvature and smaller radii of curvature should result in higher tensile stresses along the film surface.

Fig. 4a, 4c and 4e present the displacement in axial direction (u_z) of nodes located along the film surface, calculated as a function of the radial distance. In these figures, it is possible to identify the presence of pile-ups (Fig. 1) developed close to the indentation edge, which can be observed in more detail in Figs. 4b, 4d and 4f.

Fig. 4b, 4d and 4f also allow observing that the load is an important factor regarding the diameter of the cavity generated during the indentation. Independent of indenter diameter, all indentations conducted with a load of 196.1 N resulted in cavity radii on the order of 0.25 mm (Fig. 4b). Larger radii were obtained when the load was increased (Figs. 4d and 4f).

The pile-ups observed in Fig. 4 may be representative of the amplitude of film bending at the indentation edge. Therefore, good correlation was obtained when the heights of the pile - ups (Fig. 4) were compared with the intensity of the peaks in radial stresses (Fig. 3).

Differences in pile-ups were observed when different indenter diameters were simulated, indicating that indenter radius not only affects bending curvature, but also the height of the pile-up.

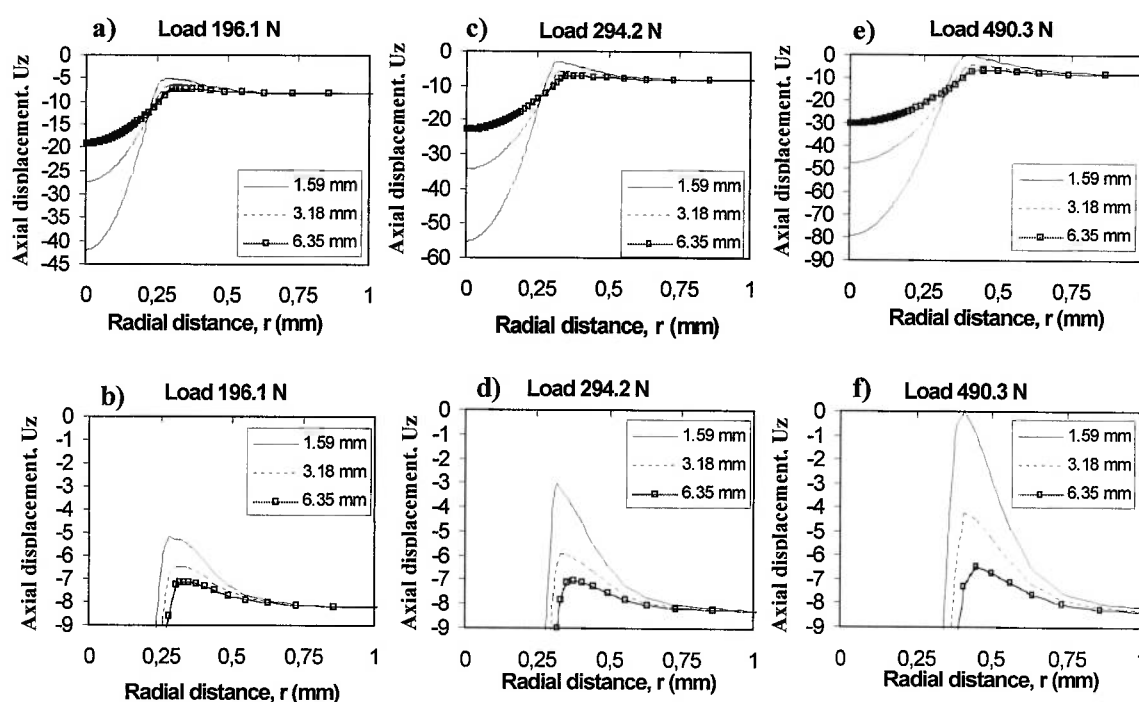


Fig. 4. Displacements in axial direction calculated during the indentation of coated systems. Values along the film surface calculated at maximum load using three different indenter diameters: (a,b) Load of 196.1 N; (c,d) load of 294.2 N and (e,f) load of 490.3 N.

It is possible to expect that the amplitude of film bending is related to the tendency of the substrate to move upwards during the indentation. In this case, one factor that would be representative of that tendency is the plastic deformation of the substrate. Fig. 5 presents the calculations of equivalent plastic strain for nodes located along the substrate side of the film/substrate interface. Lower levels of substrate plastic deformation at the interface were obtained when larger indenter diameters were simulated, similarly to what was observed in Figs. 3 and 4. However, a direct correlation between interfacial plastic deformation and surface radial stresses is not possible, since, for each indenter diameter, similar levels of plastic deformation were observed for the three values of normal load (Fig. 5) and the intensity of the peak in radial stresses increased as the load increased (Fig. 3).

In Fig. 5 it is also possible to observe that, different from the radial stresses (Fig. 3) and the axial displacements (Fig. 4), the distribution of plastic deformation along the substrate side of the interface is more uniform, as predicted by the theories that describe the shape of the plastic zones developed during the indentation with spherical indenters [20]. In some cases, especially when the indenter diameter was set at 1.59 mm, it is possible to observe the presence of two peaks in the curves. Further investigations are necessary to clarify the reasons for those two peaks.

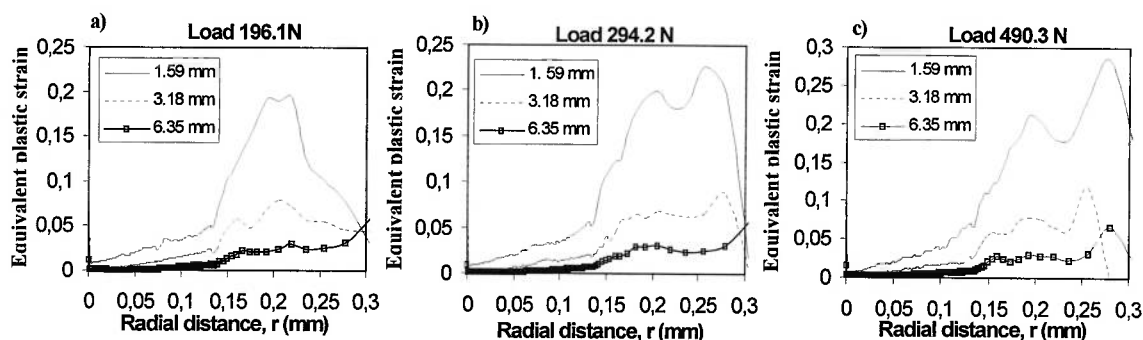


Fig. 5. Equivalent plastic strain calculated during the normal indentation of coated systems. Values along the substrate side of the film/substrate interface calculated at maximum load using three different indenter diameters: (a) Load of 196.1 N; (b) load of 294.2 N and (c) load of 490.3 N.

Conclusions

In this work, the finite element method was applied to study the effects of load and indenter diameter on the characteristics of indentations conducted on coated systems. This study confirmed the development of peaks in the radial stresses calculated along the film surface, which are responsible for crack patterns usually observed during the indentation of coated systems with soft substrates.

Results indicated that higher loads and smaller indenter radii lead to higher pile-ups and higher peaks in radial stresses at the indentation edge, thus leading to a higher tendency of system failure under indentation. The amount of substrate plastic deformation was also affected by the indenter diameter, but a direct correlation between substrate plastic deformation and surface radial stresses was not possible.

Acknowledgements

The author of this work Eduardo A. Pérez R would like to acknowledge to the São Paulo Research Support Foundation (FAPESP) for the financial support through process 01/10864-5.

References

- [1] B. Podgornik and J. Vizintin: *Surface and Coatings Technology* Vol. 157 (2002), p.257
- [2] C. Friedrich, G. Berg, E. Broszeit and C. Berger: *Thin Solid Films* Vol. 290-291 (1996), p. 216
- [3] A. Karimi, Y. Wang, T. Cselle and M. Morstein: *Thin Solid Films* Vol. 420-421 (2002), p. 275
- [4] E. Weppelmann and M.V. Swain: *Thin Solid Films* Vol. 286 (1996), p.111
- [5] N. Huber and Ch. Tsakmakis: *J. Eng. Mat. Technol.* Vol. 120 (1998), p. 143

- [6] A. Bolshakov and G.M. Pharr: *J. Mater. Res.* Vol. 13 (1998), p. 1049
- [7] R.M. Souza, G.G.W. Mustoe and J.J. Moore: *Thin Solid Films* Vol. 355-356 (1999), p. 303
- [8] R.M. Souza, G.G.W. Mustoe and J.J. Moore: *Thin Solid Films* Vol. 392 (2001a), p. 65
- [9] R.M. Souza, A. Sinatora, G.G.W. Mustoe and J.J. Moore: *Wear* Vol. 251 (2001b), p.1337
- [10] K.D. Bouzakis, N. Michailidis and G. Erkens: *Surface and Coatings Technology* Vol. 142-144 (2001), p. 102
- [11] A. Abdul-Baqi and E. Van der Giessen: *Int. J. Solid Struct.* Vol. 39 (2002), p. 1427
- [12] S.V. Hainsworth and W.C. Soh: *Surface and Coatings Technology* Vol. 163-164 (2003), p. 515
- [13] S. Simunková, O. Bláhová and I. Stepánek: *J. Mat. Process. Technol.* Vol. 133 (2003), p. 189
- [14] K.J. Ma, A. Bolyce and T. Bell: *Surface and Coatings Technology* Vol. 76-77 (1995), p. 297
- [15] N.B. Thomsen, A.C. Fisher-Cripps and M.V. Swain: *Thin Solid Films* Vol.332 (1998), p. 180
- [16] L. Gan, B. Ben-Nissan and A. Ben-David: *Thin Solid Films* Vol. 290-291 (1996), p.362
- [17] E.R. Kral, K. Komvopoulos and D.B. Bogy: *J. Appl. Mech.* Vol. 62 (1995), p. 20
- [18] N. Schwarzer, H. Djabella, F. Richter and R.D. Arnell: *Thin Solid Films* Vol. 270 (1995), p. 279
- [19] M.R. Begley, A.G. Evans and J.W. Hutchinson: *Int. J. Solid Struct.* Vol. 36 (1999), p. 2773
- [20] K.L. Johnson: *Contact mechanics*. (Cambridge University Press, UK 1997).

ANEXO

B

*Análise numérico da propagação de trincas
circulares durante indentação cíclica*

Numerical Analysis on the Propagation of Circular Crack During Cyclic Indentation of Coated Systems

Eduardo A. Pérez Ruiz

Department of Mechanical Engineering, Polytechnic School, University of São Paulo. Av. Prof. Mello Moraes 2231, 05508-900, São Paulo, (SP) Brazil. Tel 3091-5379 ext 212 Fax 3814-2424 ext 217

E-mail: epr@usp.br

Roberto M. Souza

Department of Mechanical Engineering, Polytechnic School, University of São Paulo. Av. Prof. Mello Moraes 2231, 05508-900, São Paulo, (SP) Brazil. Tel 3091-5379 ext 210 Fax 3814-2424 ext 217

E-mail: roberto.souza@poli.usp.br

Abstract. High stresses and complex stress fields are usually developed in thin films when they are submitted to an indentation. Studies on this subject have proved to be important for the understanding of the mechanical behavior of these films.

This work was developed to study the stress fields obtained when successive indentations are conducted on coated systems. The finite element method (FEM), through the software ABAQUS, was used and axisymmetric bidimensional meshes were selected. During the indentations, a spherical indenter was considered and applied normal loads of 50 N on a system composed by a film with elastic behavior and a substrate with elastic-plastic behavior. The analyses have also considered the possibility and the effects of the propagation of circular cracks initially distributed along the film surface. The results allowed an analysis of the propagation of the circular cracks as a function of the number of indentations carried out and the resulting stress fields.

Keywords: Finite Element Method (FEM); Cyclic Indentation; Thin Films.

1. Introduction

The mechanical behavior of thin films deposited onto structural materials plays an important role in the durability of the coated systems. Frequently, the deposition of a hard thin film provides improvements in the tribological behavior of these systems. For example, hard ceramic thin films are used as protective layers in mechanical applications, such as cutting tools. However, such coverings are brittle and have a high tendency to fracture or to fail along the film/substrate interface (Abdul-Baqi et al 2002).

A simple method to evaluate the mechanical properties of a material is the hardness test. This test, using spherical, conical, or pyramidal indenters, also permits an evaluation of the mechanical characteristics of a film (Thomsen, 1998; Ma, 1995 e Souza, 2001). During the indentation, contact stresses are developed, which are an important factor in the tribological behavior of the system. Those contact stresses may be responsible for film fracture, which, during indentation, usually occurs in the morphologies of radial and/or circular cracks (Ma, 1995; Karimi, 2002 e Thomsen, 1998).

The finite element method (FEM) has been extensively used for the study and evaluation of the contact stresses developed during the indentation of systems with thin films (Kral, 1995; Schwarzer, 1995; Gan, 1996; Weppelman, 1996; Huber, 1998; Thomsen, 1998; Bolshakov, 1998; Begley, 1999; Souza, 1999; Souza, 2001a; Souza, 2001b; Souza, 2001c). Traditionally, analyses are restricted to contact stress distribution during one single indentation. More recently (Souza, 1999; Souza 2001a; Souza 2001b), the numerical analyses also considered the presence and propagation of cracks initially distributed along the film surface.

In this work, the propagation of film cracks was also considered, together with an analysis on the effects of repeated indentations on the contact stresses and crack propagation during indentation.

2. Model Description

The ABAQUS software was used to run the element finite method (FEM) simulations, in which the mesh presented in Fig. (1a) was used. A schematic of the most refined portion of the mesh is presented in Fig. (1b). The Indenter shown in the figure was assumed to be rigid and to apply normal loads on the system. The diameter selected was 1.59 mm (1/16 inch), which is the diameter of Rockwell B, F indenters.

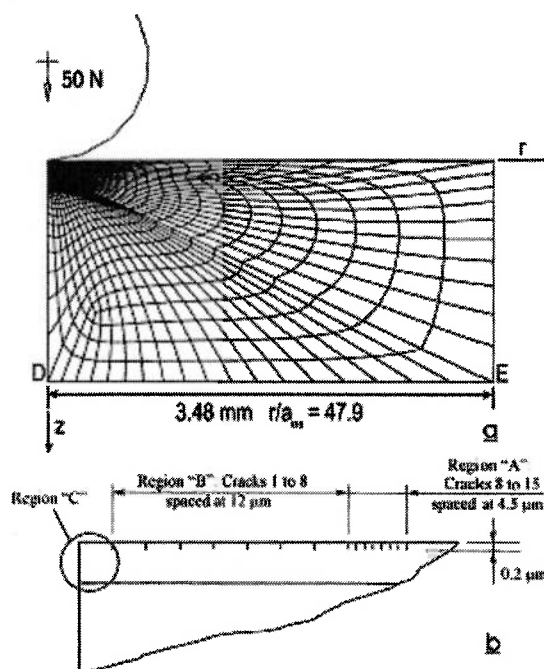


Figure 1. Schematic of mesh used during the element finite analysis. a) Overview; b) Characteristics of the most refined portion of the mesh (Souza, 1999).

13545 four-noded elements were selected to model the coated system. In the model, the substrate had the characteristics of a 6061 aluminum alloy, with elastic-plastic behavior. The elastic and thermal properties for the aluminum (elastic modulus $E = 68.9$ GPa, Poisson ratio $\nu = 0.33$ and coefficient of thermal expansion $\alpha = 23.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) were taken from a previous work (Souza et al 2001b). The yield strength of the AA 6061 alloy ($\sigma_y = 295$ MPa) was directly obtained from tensile test experiments (Souza et al 2001a). ABAQUS does not require the calculation of the strain-hardening exponent (n) to define the plastic behavior of the substrate.

The film layer of wear resistant material was assumed to be elastic and to present a thickness of $4.6 \mu\text{m}$. The film Poisson ratio was assumed to be 0.3, the elastic modulus was 280 GPa, and the coefficient of thermal expansion was assumed to be equal to $9.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, which was previously reported as the value of TiN (Souza et al 2001b). The value selected for the film fracture toughness ($K_{IC} = 4.0 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$) was slightly higher than those used in the previous work (Souza et al 2001b), but remains in the order of magnitude of the fracture toughness of wear resistant thin films.

Different steps were used to load the system. Initially, a uniform biaxial stress was imposed on the films elements to account for the intrinsic stresses that result from the film processing. A compressive value of 0.74 GPa was selected, although it is recognized that larger values were reported for PVD processes. In the second loading step, it was assumed that the temperature reached during deposition was 498 K. Thermal residual stresses were then calculated when the system was cooled to room temperature (298 K). In the third step, a normal load was gradually applied on a reference node on the indenter Fig. (1a). The stresses during indentation were calculated both at maximum load and after the system was unloaded. The third step was repeated to provide a total of five indentation cycles.

In terms of defect size (Fig (1b)), the actual initial crack length value depends on the quality of the film, but for the uniformity of the analyses, an initial crack size $c_0=0.2 \mu\text{m}$ was considered reasonable and adopted for the study. During the indentation, the superficial cracks were allowed to propagate in pure mode I along a predetermined path perpendicular to the interface. The ABAQUS criterion for crack propagation was the maximum stress, according to which the cracks in the film were allowed to propagate when a critical stress value was reached at a given position ahead of crack tip. Previous analysis have shown that the consideration of mode II affects the propagation of circular cracks only when crack size has exceeded 1/3 of film thickness (Weppelmann, 1996; Souza, 2001c). Therefore, for the initial crack size, the absence of a mode II criterion does not affect the initial propagation of the 15 circular cracks shown in Fig. (1b).

Once the FEM analyzes were conducted, calculations provided results such as the amount that each of the 15 cracks propagated during the indentations, or the stress distribution along the film surface or along the film/substrate interface.

3. Results and Discussion

Figure 2 presents the amount of propagation of the 15 cohesive cracks for three analyses conducted in this work (one, two and five indentation cycles).

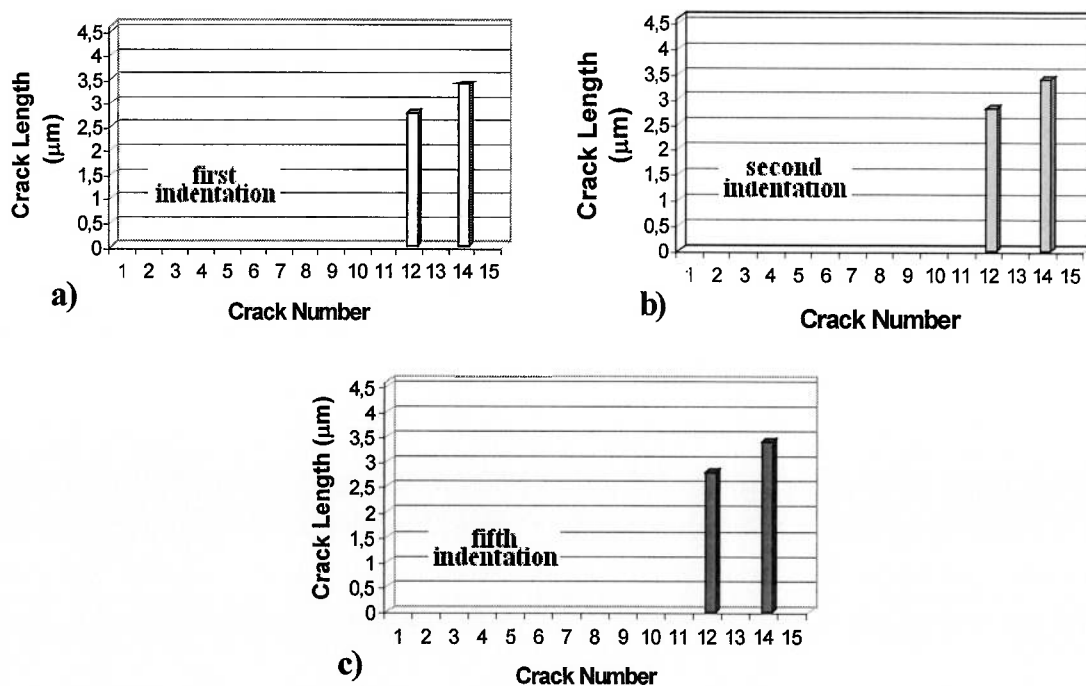


Figure 2. Finite element calculation of the length of each of the 15 cracks distributed over the film surface. Results during cyclic indentations with maximum load of 50 N a) one indentation; b) two indentations; c) five indentations.

The results indicate that for the selected value of film fracture toughness ($K_{IC} = 4.0 \text{ MPa} \sqrt{m}$), the amount of crack propagation was minimal. Only cracks number 12 and 14 propagated after the three conditions of cyclic indentation.

Figure 3 shows the stresses calculated at the maximum load (50 N) of the first normal indentation. Figure (3a) shows the radial (σ_r) stresses along the film surface. Figure (3b) shows the variation of the hoop (σ_θ) stresses along the film surface. Figure (3c) shows the variation of the radial (σ_r) stresses

along the film side of the interface, and Figure (3d) presents the variation of the hoop (σ_θ) stresses along the film side of the interface.

In all cases the results for the radial distance and stresses were normalized by the values of the radius of contact ($a_{os}=72.7 \mu\text{m}$) and the maximum pressure ($p_{os}=4.51 \text{ GPa}$), obtained when a rigid spherical indenter applies a normal force of 50 N on a bulk elastic aluminum substrate.

Figure 4 shows the stresses presented in Fig. (3), but calculated after the load of the first indentation was entirely released

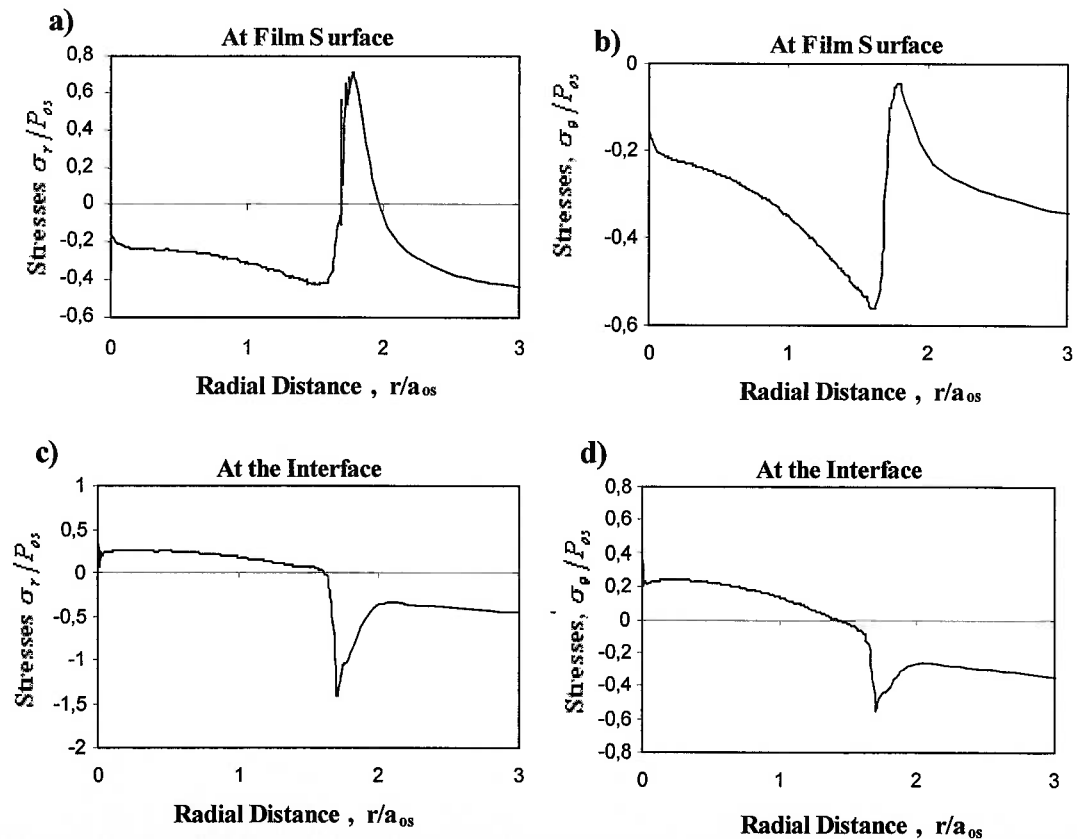


Figure 3. Stresses calculated during the first 50 N normal indentation of system. Values calculated at maximum load. a) radial stresses at the film surface; b) hoop stresses at the film surface; c) radial stresses at the film side of the interface; d) hoop stresses at the film side of the interface

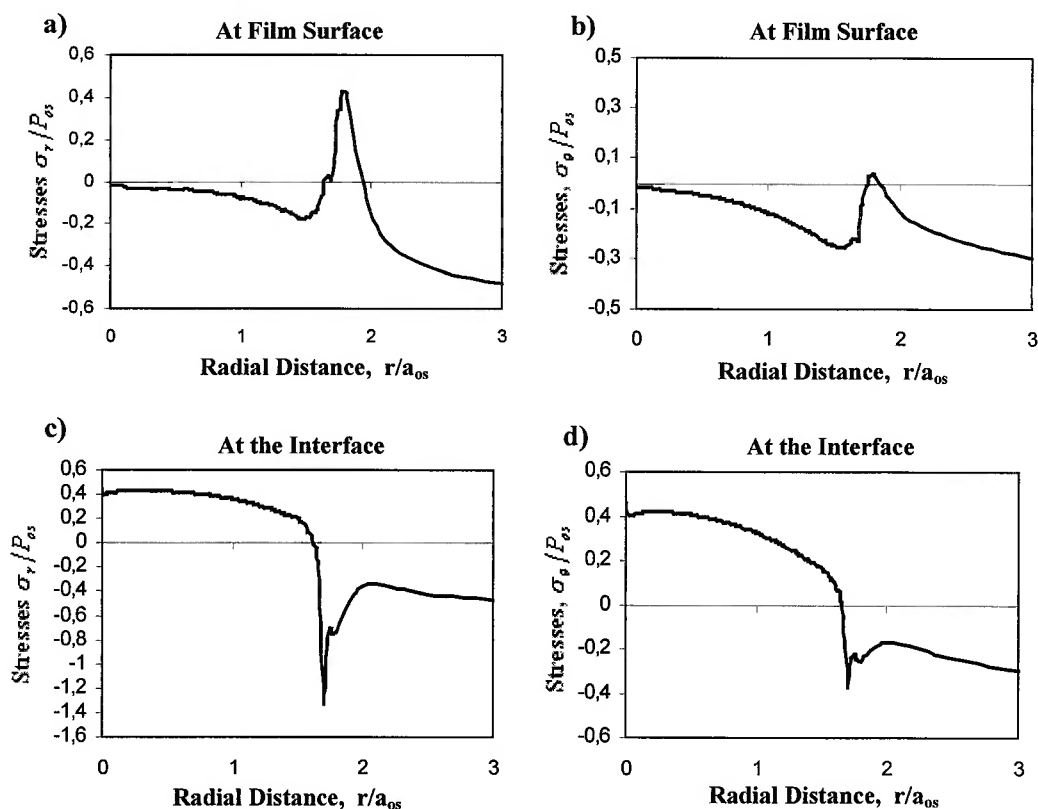


Figure 4. Stresses calculated after the load of the first indentation was entirely released. a) radial stresses at the film surface; b) hoop stresses at the film surface; c) radial stresses at the film side of the interface; d) hoop stresses at the film side of the interface.

The effects of the unloading process (Fig. (4)) have already been discussed by Montmitonnet, 1993 and Souza, 2001a. In those cases, it was verified that unloading results in a movement of σ_r and σ_θ towards more tensile values in regions close to the model axis ($r=0$), which was assumed to be a result of the plastic deformation of the substrate. During unloading, the plastic (permanent) deformation of the substrate should result in additional stresses in the elastic film.

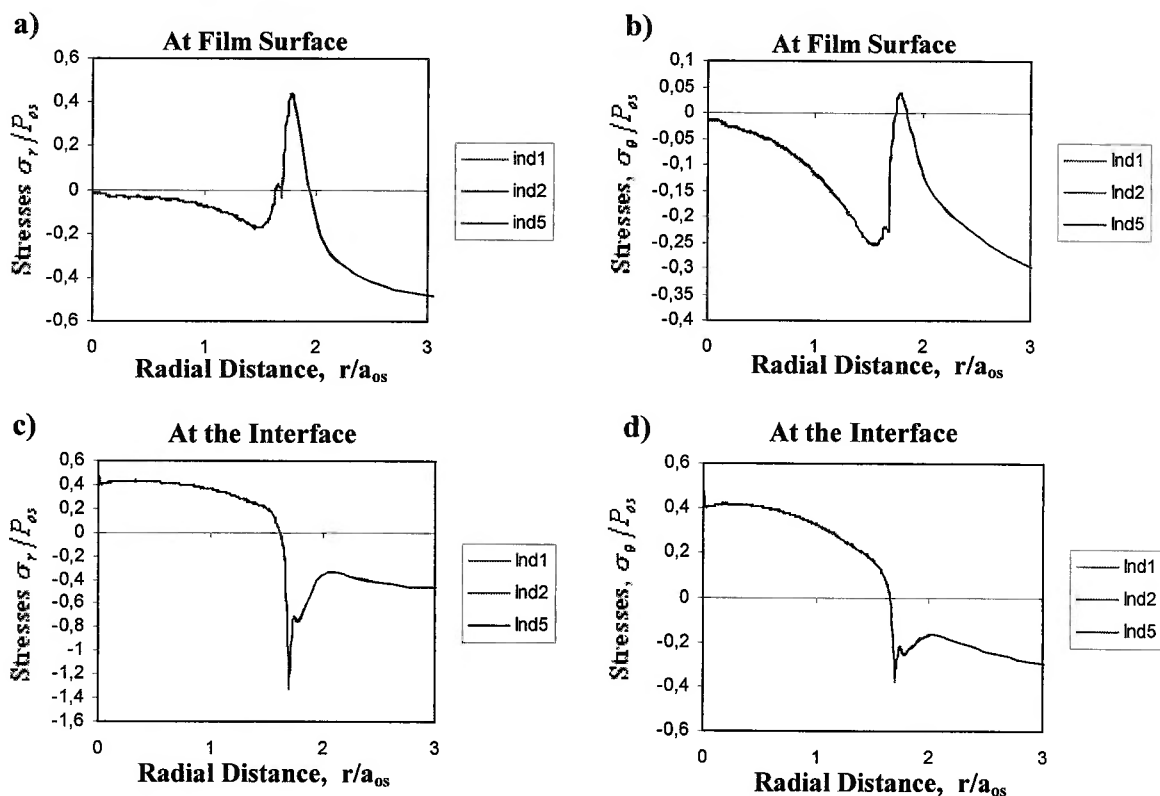


Figure 5. Finite element calculation of the stresses along the film surface. Stresses calculated after the load was entirely released in indentation cycles. a) Radial stresses in the film surface; b) hoop stresses in the film surface, c) Radial stresses in the interface; d) hoop stresses in the interface.

Figure (5) presents the same type of stresses after the unloading conditions of indentations number 1, 2 and 5. Figure (5a) is reproduced in Fig (6), together with a detail of the stresses observed close to the indentation edge ($r/a_{os} \approx 1.8$).

Figures (5) and (6) indicate that only minimal stress variations are observed from the end of one indentation to the end of the next. This fact is in agreement with the absence of differences in amount of crack propagation along the indentations (Fig. (2)).

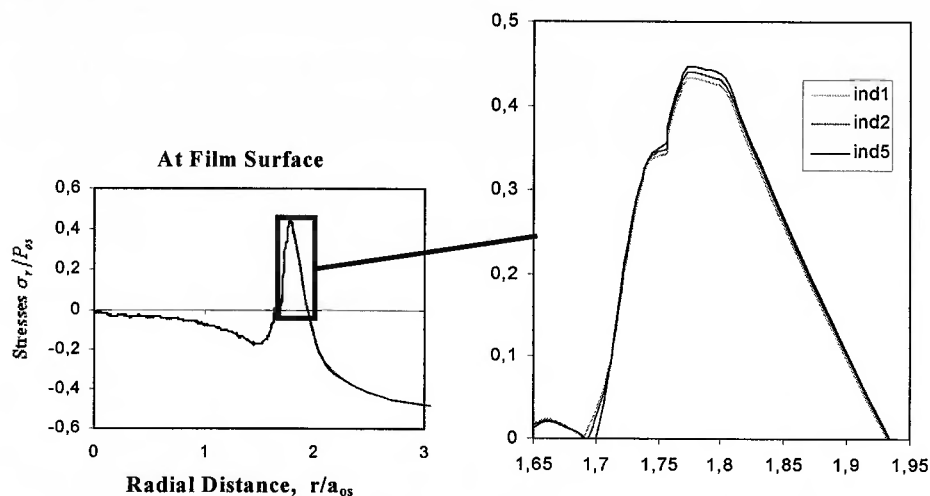


Figure 6. Variation on the distribution of radial stresses in each indentation cycles.

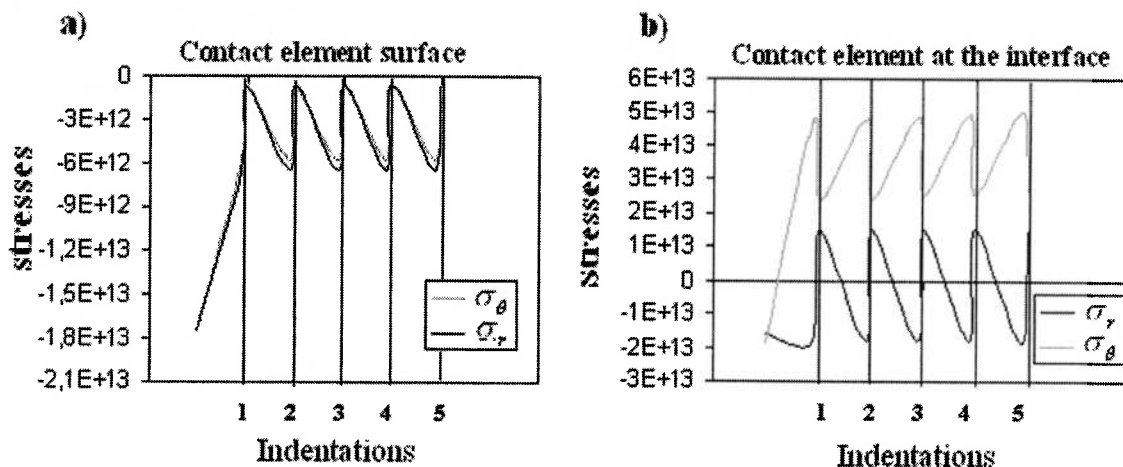


Figure 7. Radial and hoop stresses evolution in the surface and interface of central element contact . a) contact element at surface; b) contact element at the interface.

According to the results in Fig. (6), an slight increase in peak radial stresses at ($r/a_{os} \approx 1.8$) is observed from one indentation to the next. If the same tendency remains in further indentations, a large number of indentation cycles would be required to provide further propagation of the cracks.

Figure (7) presents the evolution of radial and hoop stresses at given positions and along each of the indentations. This figure indicates that, from the beginning of the second indentation, the system behaves almost entirely elastically during loading and unloading steps. Since minimal variations are observed from the end of one indentation to the end of the next one (Fig. (5)), there are limited irreversible phenomena in indentation cycles 2, 3, 4 and 5, which is associated with the plastic deformation of the substrate.

It would be possible to expect that the presence of a longer crack (from indentation number 1) at the beginning of indentation number 2 would result in higher stress intensity factors and further propagation at the second indentation. However, since the analysis is almost entirely elastic during the second indentation (Fig. (7)), the stresses developed at crack tip are similar to those developed in the previous indentation, with similar stress intensity factors at crack tip, therefore no further propagation is observed.

4. Conclusions

In this work, the finite element method was applied to study the effect of cyclic loading on the contact stresses and film crack propagation during indentation. Results have demonstrated that the indentation of coated systems may result in a number of circular cracks inside the contact region of the indentation. The number of cracks propagated after unloading is a function of a peak in radial stresses close to the indentation edge. The results also indicated that, for the conditions studied, significant differences in contact stresses (and amount of crack propagation) were only observed during the first indentation. With the selected conditions, only minimal variations were observed during the subsequent indentations, indicating that a large number of cycles would be necessary to further propagate the film cracks. The changes observed from one indentation to the next were attributed to the plastic deformation of the substrate.

5. Acknowledgements

The author of this work Eduardo A. Pérez R would like to acknowledge to the São Paulo Research Support Foundation (FAPESP) for the financial support through process 01/10864-5.

6. References

- Abdul-Baqi, A., Van der Giessen E., 2002, "Numerical analysis of indentation-induced cracking of brittle coatings on ductile substrate", *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 39, pp. 1427-1442
- Begley, M.R., Evans, A.G., Hutchinson, J.W., 1999, "Spherical impression of thin elastic films on elastic-plastic substrates", *International Journal of Solids and Structure*, Vol. 36, pp. 2773-2788
- Bolshakov, A., Pharr, G.M., 1998, "Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques", *Journal of Materials Research*, Vol. 13, pp. 1049-1058
- Gan, L., Ben-Nissan, B., Ben-David, A., 1996, "Modelling and finite element analysis of ultra-microhardness indentation of thin films", *Thin Solid Films*, Vol. 290-291, pp. 362-366
- Huber, N., Tsakmakis, Ch., 1998, "A Finite Element Analysis of the Effect of Hardening Rules on the Indentation Test", *Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 120, pp. 143-148
- Karimi, A., Wang, Y., Cselle, T., Morstein, M., 2002, "Fracture mechanisms in nanoscale layered hard thin films", *Thin Solid Films*, Vol. 420-421, pp. 275-280
- Kral, E.R., Komvopoulos, K., Bogy, D.B., 1995, "Finite Element Analysis of Repeated Indentation of an Elastic-Plastic Layered Medium by a Rigid Sphere, Part I: Surface Results", *Journal of Applied Mechanics*, Vol. 62, pp. 20-28
- Ma, K.J., Bloyce, A., Bell, T., 1995, "Examination of mechanical properties and failure mechanisms of TiN and Ti-TiN multiplayer coatings", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 76-77, pp. 297-302
- Montmitonnet, P., Edlinger, M.L. and Felder, E., 1993, "Finite Element Analysis of Elastoplastic Indentation: Part II- Application to Hard Coatings", *Trans. of the ASME - J. of Tribology*, Vol. 115, pp. 15-19
- Schwarzer, N., Djabella, H., Richter, F., Arnell, R.D., 1995, "Comparison between analytical and FEM calculations for the contact problem of spherical indenters on layered materials", *Thin Solid Films*, Vol. 270, pp. 279-282
- Souza, R.M., Mustoe, G.G.W., Moore, J.J., 2001a, "Finite element modeling of the stresses, fracture and delamination during the indentation of hard elastic films on elastic-plastic soft substrates", *Thin Solid Films*, Vol. 392, pp. 65-74
- Souza, R.M., Sinatora, A., Mustoe, G.G.W., Moore, J.J., 2001b, "Numerical and experimental study of the circular cracks observed at the contact edges of the indentations of coated systems with soft substrates", *Wear*, Vol. 251, pp. 1337-1346
- Souza, R.M., Sinatora, A., 2001c, "Study on the effects of mode I and mode II stress intensity factors on the propagation of cracks located at the surface of coated systems subjected to indentation with normal loads", *16th Brazilian Congress of Mechanical Engineering*, Vol. 3, *Tribology*, pp. 178-186
- Souza, R.M., Mustoe, G.G.W., Moore, J.J., 1999, "Finite element modeling of the stresses and fracture during the indentation of hard elastic films on elastic-plastic aluminum substrates", *Thin Solid Films*, Vol. 355-356, pp. 303-310
- Thomsen, N.B., Fischer-Cripps, A.C., Swain, M.V., 1998, "Crack formation mechanisms during micro and macro indentation of diamond-like carbon coatings on elastic-plastic substrates", *Thin Solid Films*, Vol. 332, pp. 180-184
- Weppelmann, E., Swain, M.V., 1996, "Investigation of the stresses and stress intensity factors responsible for fracture of thin protective films during ultra-micro indentation test with spherical indenters", *Thin Solid Films*, Vol. 286, pp. 111-121

7. Copyright

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.

ANEXO

C

Efeito da carga e do diâmetro do indentador sobre a quantidade de trincas circulares desenvolvidas durante indentação de sistemas revestidos

Effect of load and indenter diameter on the amount of film cracks developed during the indentation of coated systems

Patricia B. G. de Lamadrid

Department of Mechanical Engineering, Polytechnic School, University of São Paulo. Av. Prof. Mello Moraes 2231, 05508-900, São Paulo, (SP) Brazil. Tel 3091-5379 ext 216 Fax 3814-2424 ext 217
E-mail: patricia.lamadrid@poli.usp.br

Eduardo A. Pérez Ruiz

Department of Mechanical Engineering, Polytechnic School, University of São Paulo. Av. Prof. Mello Moraes 2231, 05508-900, São Paulo, (SP) Brazil. Tel 3091-5379 ext 212 Fax 3814-2424 ext 217
E-mail: epr@usp.br

Roberto M. Souza

Department of Mechanical Engineering, Polytechnic School, University of São Paulo. Av. Prof. Mello Moraes 2231, 05508-900, São Paulo, (SP) Brazil. Tel 3091-5379 ext 216 Fax 3814-2424 ext 217
E-mail: roberto.souza@poli.usp.br

Abstract. The deposition of wear resistant thin films represents an usual procedure to improve the tribological behavior of mechanical components and parts. Depending on the application, the fracture toughness of the film plays a key role and different methods were developed to evaluate this mechanical property. Recently, the film fracture toughness was related to the distance between circular cracks generated during the spherical indentation of coated systems with soft substrates. In this work, analyses were conducted to further understand the phenomenon of circular crack formation during indentation, including the effect of load and indenter diameter. Films of chromium nitride (CrN) were deposited onto AA 6061 aluminum substrates through a commercial physical vapor deposition (PVD) process. Coated specimens were later indented by spheres with diameters from 1.6 to 6.4 mm, which applied normal loads from approximately 50 to 500 N. Similar amounts of circular cracks were obtained when an increase in indenter diameter was associated with an increase in normal load.

Keywords: thin films, hardness, circular cracks, fracture toughness.

1. Introduction

The deposition of wear resistant thin films on different substrate materials is a common practice to improve the tribological (wear and friction) behavior of different components and parts. For this reason, it is necessary and important to evaluate the coated systems mechanically. A simple method for the characterization of these systems is the indentation test (Weppelmann et al 1996), where indenters with different geometries are used, such as spheres, cones or pyramids (Ma, 1995; Souza, 2001; Hainsworth, 2003). In coated systems, the selection of spherical indenters is frequently preferred over those with pyramidal geometry since the former is associated with a reduction of the stresses in the film. However, the maximum principal stress increases as the diameter of the indenter increases, indicating that the use of larger indenters may not be an effective option to avoid crack development during the indentation process (Gan et al 1996).

The indentation test is also used to understand the mechanisms governing failure in coated systems (Ma, 1995; Weppelmann, 1996; Gan, 1996; Thomsen, 1998; Begley, 1999; Souza, 2001; Karimi, 2002; Abdul-Baqi, 2002; Hainsworth, 2003; Simunková, 2003). This type of study analyzes the development of contact stresses during the process, under which the coated systems can fail due to a loss of film/substrate adhesion, a failure designated as adhesive, or due to the fracture of the film, a failure designated as cohesive (Souza, 2001; Hainsworth, 2003).

In terms of the film fracture toughness, some indentation techniques are based on the propagation of cracks from the corners of pyramidal indentation marks. However, depending on the film properties, cracks are not always observed at the low loads necessary to prevent an influence from the substrate. The fracture toughness has also been evaluated through microindentation methods (Kodali et al 1997), but the loads applied in such cases usually result in penetration depths that are larger than the film thickness, such that the result may be a measurement related to the toughness of the coating-substrate system. Alternatively, an instrumented indentation method was proposed, which is based on steps observed on the curves of depth of penetration as a function of applied load (Li, 1997; Li, 1998 e

Li, 1999). However, the steps in those curves are not always observed during low load indentations conducted on thin film systems.

As consequence of the indentation, arrangements of circular cohesive cracks may be observed near the perimeter of the impression Fig. (1). This type of cracks is caused by tensile radial stresses present near the indentation edge. In some cases, radial cracks occur both inside and outside the indentation zone (Thomsen, N.B et all 1998) and usually, circular cracks are the preferred cohesive fracture pattern in systems with hard thin films deposited onto a ductile substrate (Begley, 1999; Souza, 2001).

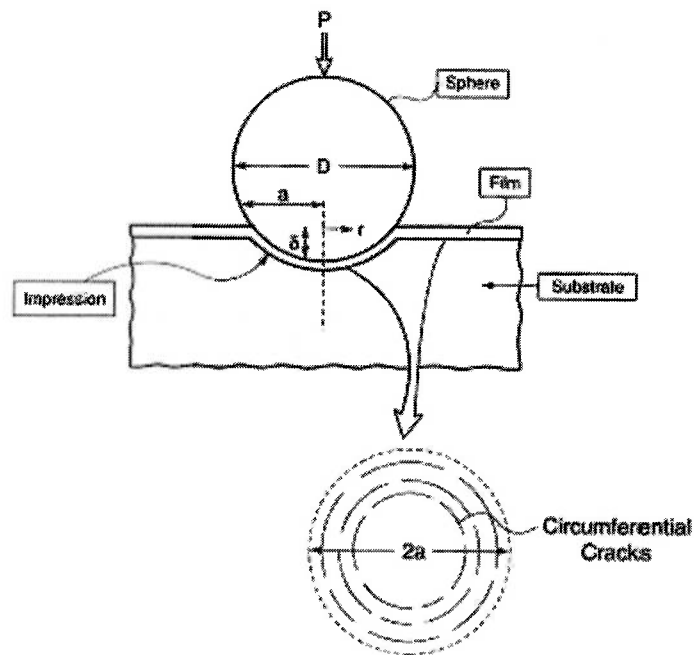


Figure1. Representation of indentation model and circular cracks generated in the inside of the indentation zone (Begley et all 1999).

In many cases, the propagation of circular cracks was associated with the amount of substrate indentation pile-up, which represents the material that moves upward at the indentation corner Fig. (2)

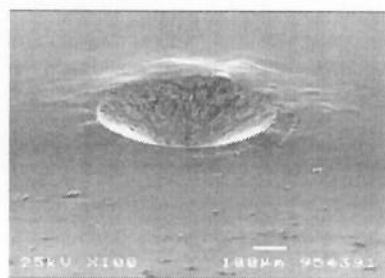


Figure 2. Plastic deformation of the substrate (Pile-up) taking place and extending approximately one indent diameter away from the edge of the indent (Thomsen et all 1998).

Experimental works have also been conducted to study the circular cracks at the contact edge of an indentation (Ma, K.J. 1995; Thomsen, N.B. 1998). However, apparently only little attention was placed on the circular cracks, which may carry important information regarding the characteristics of the film. In a previous work (Souza et all 2001), it was demonstrated that the number and location of circular cracks may be related to several factors, which include the geometry, the friction coefficient between the film and indenter, the substrate-film mismatch in elastic modulus, the level of film residual stresses and the film fracture toughness.

In this work, a series of indentations was conducted using indenters with spherical geometry, which applied normal loads on a system with soft substrate coated with a wear resistant thin film. The main objective was to further understand the mechanical behavior of the coated system under indentation.

2. Experimental Procedure

The specimen substrate was a piece of AA 6061 aluminum with dimensions of $16.6 \times 12 \times 3$ mm³ (Schematic on Fig. (3a)), which was polished until mirror finish. A film of chromium nitride (CrN) with thickness of approximately 4 μ m was deposited onto the aluminum substrate at Brasimet Comércio e Indústria S.A, following a commercial physical vapor deposition (PVD) process at low temperature. Figure (3b) presents the characteristics of the film surface, when observed in an optical microscope.

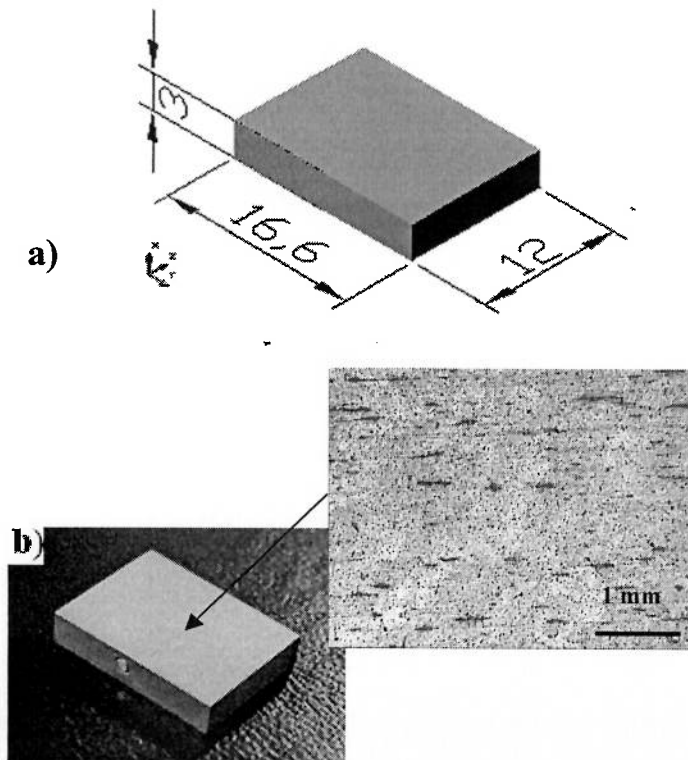


Figure 3. Coated system CrN-Aluminum. a) Specimen dimensions in millimeters b) Superficial aspect of the CrN coating obtained through a commercial PVD process.

The loads used in the indentation test were 9.8, 49, 98, 196.1, 294.2, 490.3 N. Spheres with diameters of 6.3, 3.2, 1.59 mm (1/4, 1/8 and 1/16 inch) were used in the indentations, which are diameters of spheres used in different Rockwell hardness tests. Indentations were conducted in a BUEHLER VMT-7 hardness tester equipment and Figure (4) presents the superficial quality of the spheres used.

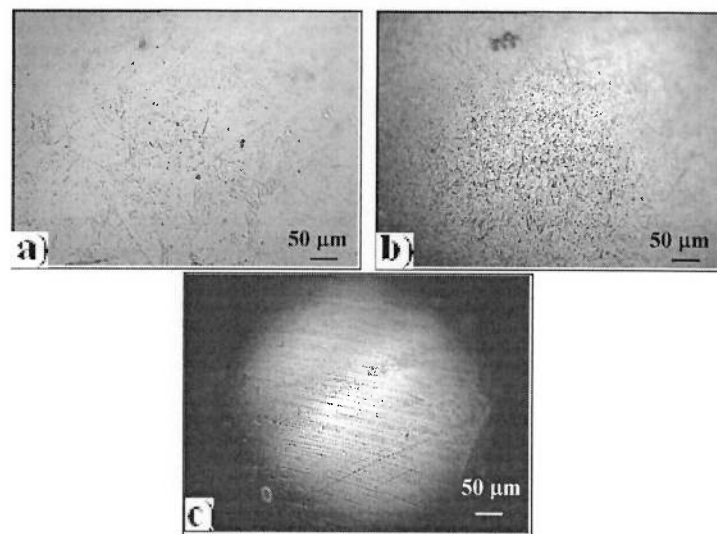


Figure 4. Superficial aspect of the spherical indenter. a) Sphere of 6.3 mm b) Sphere of 3.2 mm c) Sphere of 1.59 mm.

After testing, the indentation marks were analyzed through optical and scanning electron microscopy (SEM). The amount of pile-up in each indentation was evaluated with a roughness equipment SURFCODER IF 1700 α . This equipment was set at a roughness measurement configuration, which allows the measurement of indentation pile-up, but does not allow the measurement of the indentation depth.

3. Results and Discussion

The optical microscopy analysis indicated that, independently of the diameter of the sphere, no circular cracks were observed with loads of 98 N and lower.

Figure (5) presents the indentation marks obtained with different indenter diameter and with the loads that resulted in circular crack formation. In each of these cases, the number of circular cracks was roughly measured, indicating that a similar amount (from 10 to 15) of cracks was generated for the conditions on the secondary diagonal of Tab. (1).

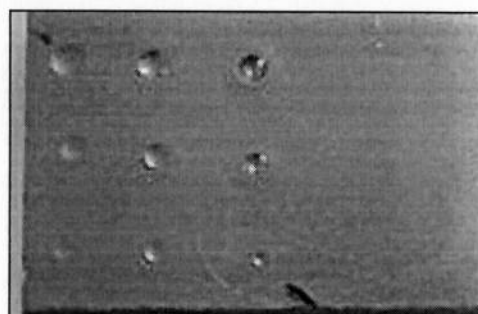


Figure 5. Indentation marks generated in the coated system during indentation with three spheres (Diameters of 6.3, 3.2, 1.59 mm) and three load levels (196.1, 294.2, 490.3 N).

Table 1. Number of cracks obtained as a function of the load and indenter diameter combinations.

Load (N) \ Indenter	Indenter		
	6.35 mm	3.17 mm	1.59 mm
196.1	≤5	≤5	10-15
294.2	≤5	10-15	>30
490.3	10-15	>30	>30

Figure (6) shows circular cracks obtained inside the contact region for load-indenter combinations above and below the secondary diagonal of the matrix presented in Tab. (1). For combinations above the secondary diagonal only few circular cracks (approximately 5 or less) were observed (Fig. (6a)). More than 30 circular cracks were observed at the conditions below the secondary diagonal (Fig. (6b)). Figure (7) shows the number of cracks obtained for the load-diameter combinations on the secondary diagonal of Tab. (1).

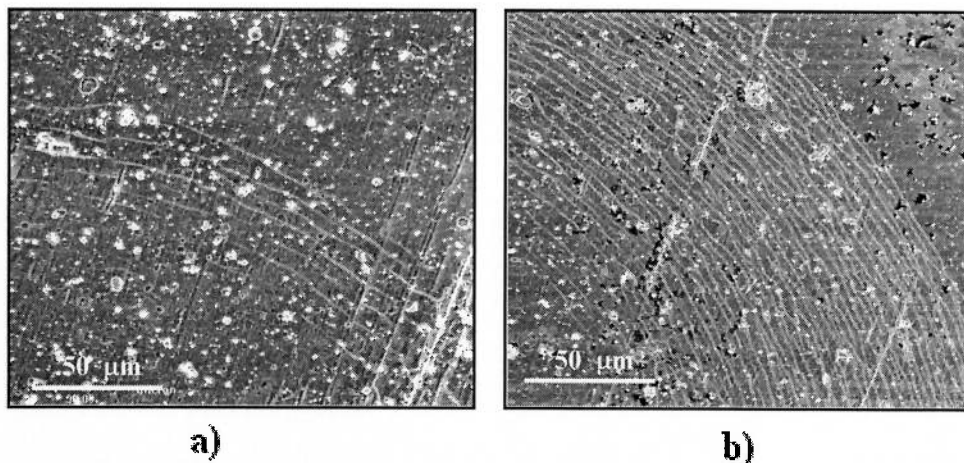


Figure 6. Number of cracks observed by scanning electronic microscopy (SEM) in the inside to the contact area of indentation. a) Indentation doing with indenter of 3.17 mm and load of 196.1N b) Indentation doing with indenter of 3.17 mm e load of 490.3 N.

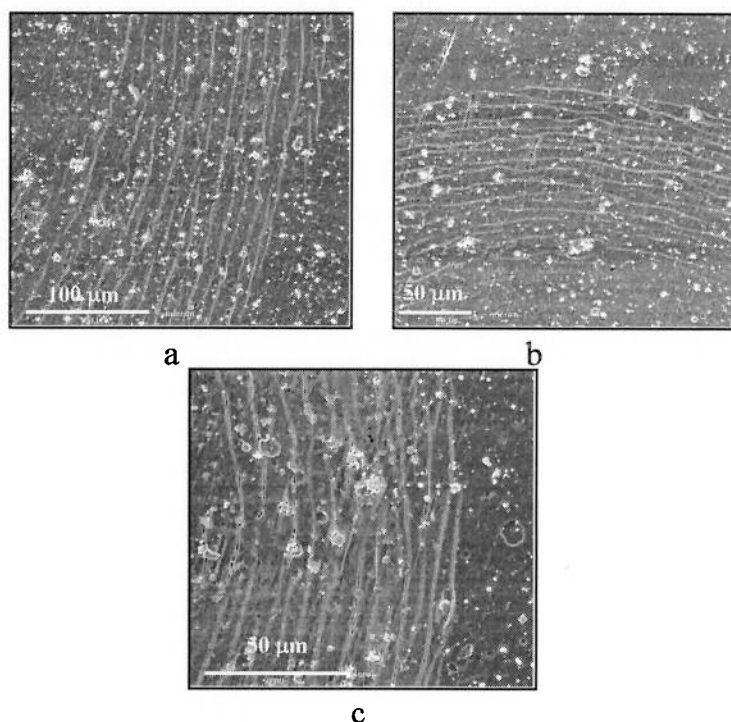


Figure 7. Cracks observed by scanning electronic microscopy (SEM) inside the indentation mark. a) Indentation with indenter of 6.3 mm and 490.3 N b) Indentation with indenter of 3.2 mm and 294.2 N c) Indentation with indenter of 1.59 mm and 196.1 N.

Figure (8) shows the heights of the pile-ups obtained with different load-diameter combinations. As expected, with the same indenter, an increase in normal load resulted in an increase in the height of pile-up. Figure (8) also indicates that pile-up heights were similar for the conditions on the secondary diagonal of Tab. (1). Higher pile-ups were measured below this secondary diagonal and lower pile-ups were found in the conditions above this diagonal. Figure (9) presents differences in pile-up height for conditions with different indenter diameter and the same load.

According to the literature (Weppelmann, 1996; Begley, 1999 e Souza, 2001), film circular cracks observed on the edge of an indentation are associated with the bending of the film. Fig. (10) presents the results of FEM analyses conducted previously (Souza, 1999), in which film element are shown in the original (black) and after indentation displacements (white). In Fig. (10) it is possible to observe that film deformation generates tensile radial stresses at film surface (point c) and compressive stresses at the interface (point d). Following an analogy with a bar that is bended, higher tensile stresses should be expected either when the amount of bending is increased or when the bending curvature is decreased. During an indentation, the amount of bending is mainly controlled by the height of indentation pile-up, and curvature is also affected by indenter diameter. An analysis of the conditions along the secondary diagonal Tab. (1), which had a similar behavior in terms of the amount of circular cracks, indicates that the pile-up height was similar in the three load-diameter combinations. This fact suggests that, when compared to normal load and indenter diameter, pile-up height is the predominant factor in determining the tensile radial stresses and, consequently, the amount of indentation circular cracks.

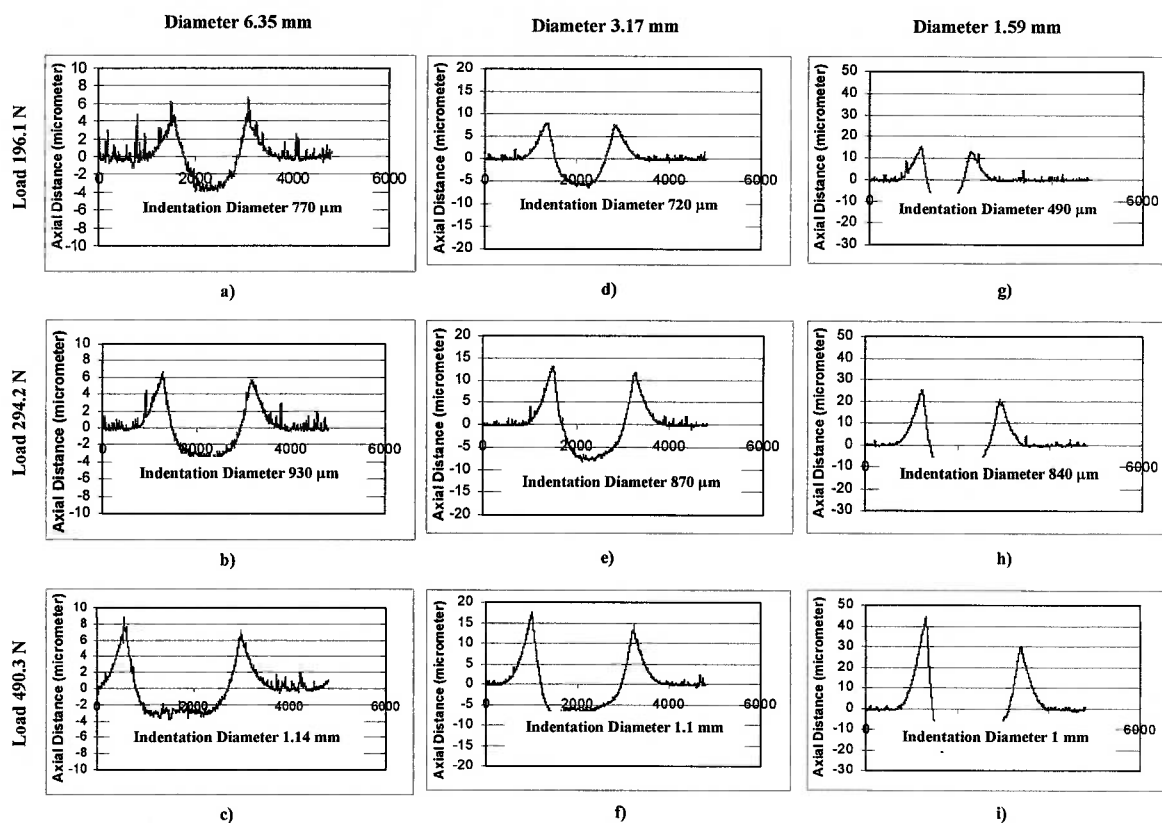


Figure 8. Quantification of pile-up generated in each one of the indenter-load combinations. a) Diameter of 6.35 mm and load of 196.1 N b) Diameter of 6.35 mm and load of 294.2 N c) Diameter of 6.35 mm and load of 490.3 N d) Diameter of 3.17 mm and load of 196.1 N e) Diameter of 3.17 mm and load of 294.2 N f) Diameter of 3.17 mm and load of 490.3 N g) Diameter of 1.59 mm and load of 196.1 N h) Diameter of 1.59 mm and load of 294.2 N i) Diameter of 1.59 mm and load of 490.3 N

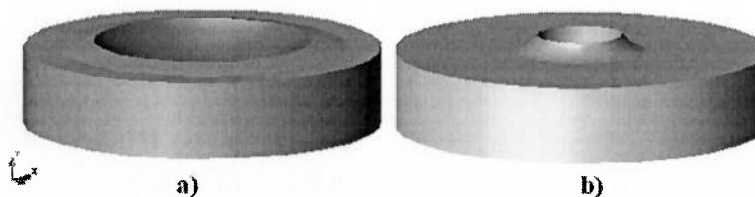


Figure 9. Representation of pile-up height. Load of 196.1 N a) Diameter of 6.35 mm b) Diameter of 1.59 mm

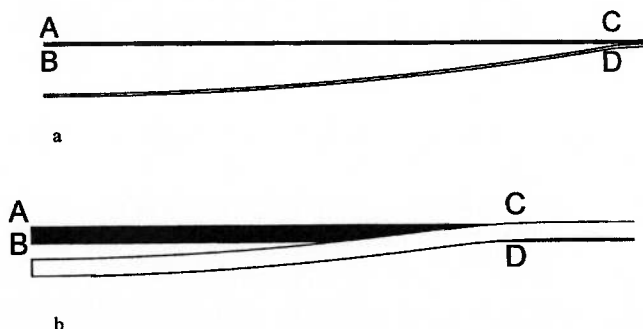


Figure 10 Bending of the film. FEM results obtained during the 50 N normal indentation of a system with different wear resistant films and an elastic-plastic 6061 aluminum substrate. Original (black) and displaced (white); (a) Thickness $t = 0.6 \mu\text{m}$ and (b) Thickness $t = 4.6 \mu\text{m}$ (Souza, 1999).

4. Conclusions

This work confirmed that the indentation of coated systems with substrates presenting an elastic-plastic behavior can result in series of circular cracks inside the contact region of the indentation. The number of circular cracks was related to different factors, such as the diameter of the indenter and the applied normal load.

For the load-diameter combinations studied in this work, the height of the indentation pile-up was the most important factor that determined the amount of circular cracks that propagated in each case.

5. Acknowledgements

The authors would like to thank BRASIMET Comércio e Indústria S.A for the help in the deposition of (CrN) thin films. The authors of this work Patricia B. G. de Lamadrid and Eduardo A. Pérez R, acknowledge the São Paulo Research Support Foundation (FAPESP) for the financial support through processes 02/02579-1 and 01/10864-5, respectively.

6. References

- Abdul-Baqi, A., Van der Giessen E., 2002, "Numerical analysis of indentation-induced cracking of brittle coatings on ductile substrate", *International Journal of Solids and Structures*, Vol. 39, pp. 1427-1442
- Begley, M.R., Evans, A.G., Hutchinson, J.W., 1999, "Spherical impression of thin elastic films on elastic-plastic substrates", *International Journal of Solids and Structure*, Vol. 36, pp. 2773-2788
- Gan, L., Ben-Nissan, B., Ben-David, A., 1996, "Modelling and finite element analysis of ultra-microhardness indentation of thin films", *Thin Solid Films*, Vol. 290-291, pp. 362-366
- Hainsworth, S.V., Soh, W.C., 2003, "The effect of the substrate on the mechanical properties of TiN coatings", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 163-164, pp. 515-520
- Karimi, A., Wang, Y., Cselle, T., Morstein, M., 2002, "Fracture mechanisms in nanoscale layered hard thin films", *Thin Solid Films*, Vol. 420-421, pp. 275-280
- Kodali, P., Walter, K.C., Nastasi, M., 1997, "Investigation of mechanical and tribological properties of amorphous diamond-like carbon coatings", *Tribology International*, Vol. 30, pp. 591-598
- Li, X., Diao, D., Bhushan, B., 1997, "Fracture mechanisms of thin amorphous carbon films in nanoindentations", *Acta Materialia*, Vol. 45, pp. 4453-4461
- Li, X., Bhushan, B., 1998, "Measurement of fracture toughness of ultra-thin amorphous carbon films", *Thin Solid Films*, Vol. 315, pp. 214-221
- Li, X., Bhushan, B., 1999, "Evaluation of fracture toughness of ultra-thin amorphous carbon coatings deposited by different deposition techniques", *Thin Solid Films*, Vol. 355-356, pp. 330-336
- Ma, K.J., Bloyce, A., Bell, T., 1995, "Examination of mechanical properties and failure mechanisms of TiN and Ti-TiN multiplayer coatings", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 76-77, pp. 297-302
- Simunková, S., Bláhová, O., Stepánek, I., 2003, "Mechanical properties of thin film-substrate systems", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 133, pp. 189-194
- Souza, R.M., 1999, "Finite Element Modeling of contact stresses during the indentation of wear resistant coatings on soft substrates", Ph. D. Thesis, Colorado School of Mines
- Souza, R.M., Sinatora, A., Mustoe, G.G.W., Moore, J.J., 2001, "Numerical and experimental study of the circular cracks observed at the contact edges of the indentations of coated systems with soft substrates", *Wear*, Vol. 251, pp. 1337-1346
- Thomsen, N.B., Fischer-Cripps, A.C., Swain, M.V., 1998, "Crack formation mechanisms during micro and macro indentation of diamond-like carbon coatings on elastic-plastic substrates", *Thin Solid Films*, Vol. 332, pp. 180-184
- Weppelmann, E., Swain, M.V., 1996, "Investigation of the stresses and stress intensity factors responsible for fracture of thin protective films during ultra-micro indentation test with spherical indenters", *Thin Solid Films*, Vol. 286, pp. 111-121

7. Copyright Notice

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.

ANEXO

D

Análise Numérica e Experimental das Tensões de Contato Desenvolvidas Durante Simples e Sucessivas Indentações em Sistemas Revestidos

**Numerical and Experimental Analyses on the Contact Stresses Developed
during Single and Successive Indentations of Coated Systems**

E.A. Pérez R¹, R.M. Souza¹

¹Surface Phenomena Laboratory, Department of Mechanical Engineering, Polytechnic School of the University of São Paulo, Av. Prof. Mello Moraes 2231, 05508-900, São Paulo, SP, Brazil

Abstract

The mechanical behavior of materials is commonly characterized through the indentation test, during which complex stress and strain fields are developed. In this work, the single and successive spherical indentation of coated systems was studied through experimental and finite element method (FEM) analyses, with emphasis on the causes of the contact stresses at the indentation edge. Considering a system with an AA 6061 substrate and a chromium nitride (CrN) film, a series of single indentations was initially simulated varying the normal load and the diameter of the sphere. These FEM analyses provided values such as the height of indentation pile-up and the distribution of radial stresses along the film surface. In both cases, FEM values could be associated with experimental results, by direct measurement of pile-up heights and by the amount of circular cracks that propagated during single indentations, respectively. The results indicated that pile-up height plays an important role on the stresses responsible for the propagation of indentation circular cracks. However, a direct correlation between the amount of substrate plastic deformation and pile-up height was not possible. The numerical and experimental analyses of successive indentations provided further insights on the propagation of circular cracks and its relation with the stress fields and the height of pile-ups.

Introduction

Currently, the use of wear resistant coatings is a common practice to improve the tribological behavior of several mechanical components. Numerous coatings have been developed and applied onto materials with different mechanical behavior, providing a wide variety of coated systems [1].

Frequently, the selection of the most adequate coated system (substrate + coating architecture) for a given application requires the knowledge of the mechanical characteristics of the system, which may be strongly influenced by the substrate properties [2,3]. Many procedures have been developed to determine the mechanical properties of engineering materials and a simple and widely used method is the indentation test [4-20], where indenters with different geometries are used, such as pyramids, cones or spheres. As a consequence of the indentation process, complex stress and strain fields are developed within the tested specimen. In coated systems, these contact stresses can cause the system to fail through the nucleation and propagation of cracks located along the film/substrate interface (adhesive cracks) or entirely in the film (cohesive cracks). Usually, arrangements of indentation cohesive cracks are observed near the perimeter of the impression [3,12,13,15] and, in many situations, circular cracks are the preferred cohesive fracture pattern, especially in systems with hard thin films deposited onto a ductile substrate [9, 12,15].

Other features observed during an indentation refer to the deformation occurring at the indentation edge, where pile-up or sink-in morphologies may be observed [6,13,19]. During the indentation of a coated system, it is possible to associate the amount of indentation pile-up with the amount of film bending occurring at the indentation edge. Therefore, in some cases, the presence of a series of film circular cracks has been associated with the amount of substrate indentation pile-up [13, 19].

In recent works [19,21,22], the spherical indentation of a system with an AA 6061 aluminum substrate and a chromium nitride (CrN) film was studied. In those cases, both numerical [19,22] and experimental [21] studies were able to analyze how film cohesive cracks or pile-up formation were affected by indentation parameters, such as load, indenter diameter and number of indentation cycles. In this work, further numerical and experimental analyses were conducted on the coated system

mentioned above, in order to understand the indentation contact stresses in more detail.

Finite element modeling

The software ABAQUS[®] was used to run a series of finite element method (FEM) analyses. Fig. 1 shows a schematic of the geometry considered and presents the axisymmetric mesh of quadrilateral elements used in these simulations. The parameters used in the FEM analyses were similar to those used in previous works [7-9,19,23] and are presented in Table 1. One exception refers to the plastic behavior of the aluminum substrate. In this work, the AA 6061 aluminum was considered to be in the overaged condition, which is different from the T6 condition adopted previously [7-9,19]. Another exception refers to film cracks in the FEM mesh [7-9], which were not considered in this work, such that no limit was imposed to the increase of the contact stresses. An additional characteristic of the simulations refer to the contact between the indenter and the film, which was defined with a friction coefficient of $\mu = 0.3$ [15].

Different steps were used to load the system. Initially, a uniform biaxial stress was imposed on the film elements to account for the intrinsic stresses that result from the film processing. A compressive value of 1 GPa was selected, although it is recognized that larger values were reported for PVD processes [23,24]. In the second loading step, it was assumed that the temperature reached during deposition was 498 K. Thermal residual stresses were then calculated when the system was cooled to room temperature (298 K). In the third step, a normal load was gradually applied on a reference node on the indenter. Loads of 196.1, 294.2 and 490.3 N were selected, which, in conjunction with the three indenter diameters (1.59, 3.18 and 6.35 mm) provided a total of nine single indentation analyses. In the case of load equal to 196.1 N and diameter of indenter equal to 1.59 mm, the third step was repeated for five times, in order to understand how the contact stresses vary for this number of indentations at a given location.

Experimental procedure

Substrates of AA 6061 T6 aluminum with dimensions of 16.6 x 12 x 3 mm were obtained with one of the surfaces polished until mirror finish. Previous results [23] have indicated that the coating procedure causes the aluminum to overage, which was the state used to define the plastic behavior of the substrate in the FEM analyses. A film layer of chromium nitride (CrN) was deposited onto the polished surface of the substrate at Brasimet Comércio e Indústria S.A, São Paulo, Brazil, following the company commercial procedure for an arc process at low temperature.

Indentations were conducted in a BUEHLER VMT-7 hardness tester. A total of nine combinations of load and indenter diameter was used for the single indentation of the coated system, which are the same as those described for the FEM analyses. Similarly, five successive indentations were conducted at a given location of the film surface, selecting a normal load of 196.1 N and an indenter diameter of 1.59 mm.

The amount of pile-up after single and successive indentation cycles was evaluated with a roughness equipment SURFCODER IF 1700 α . This equipment was set at a roughness measurement configuration, which allows the quantification of indentation pile-ups, but prevents the direct measurement of the indentation depth. An estimation of the amount of circular cracks that propagated during the indentation tests was conducted in a scanning electron microscope (SEM).

Results

FEM results of single and successive indentations

Fig. 2 presents the axial displacement (u_z) of the nodes located along the film surface, calculated as a function of the radial distance (r). The values were obtained at maximum load for all load/indenter diameter combinations. In Figs. 2a, 2b and 2c, it is possible to identify the presence of pile-ups developed close to the indentation edge, which are presented in more detail in Figs. 2d, 2e and 2f and in Table 2. Lower pile-ups were observed when the indenter diameter was increased and, independently of indenter diameter, all indentations obtained with the same load resulted in cavities with similar radii.

Fig. 3 shows the equivalent plastic strain [7] calculated along the substrate side of the film/substrate interface, at maximum indentation load. In this figure, it is possible to

observe that lower levels of substrate plastic deformation were obtained using larger indenter diameters. In addition, for each indenter diameter, only minimal differences were observed in the level of plastic deformation, when the normal load was increased (Fig. 3a, 3b and 3c).

Fig. 4 presents the distribution of radial stresses along the film surface, which indicates that higher loads lead to higher values of radial stress for the same indenter diameter. Additionally, it is possible to observe that, for the same level of normal load, the values of radial stresses had a strong dependence on the indenter diameter. As expected, the larger the diameter the lower the radial stresses.

Fig. 5 shows the values of u_z for the nodes located along the film surface after one, two and five indentation cycles. The pile-up height calculated for successive indentations was approximately the same (8 μm) in all situations.

Fig. 6a presents the results of equivalent plastic strain for the successive indentations, calculated along the substrate side of the film/substrate interface. In the figure, it is possible to observe that as the indentation cycles proceed the substrate equivalent plastic strain tends to increase, especially at the indentation edge ($r \approx 0.27$).

The successive indentations results in terms of the radial stresses along the film surface are presented in Figs. 6b and 6c. Once again, the values were calculated at maximum load. Fig 6b indicates that, similarly to the equivalent plastic strain (Fig. 6a), an increase in the number of indentation cycles resulted in a increase radial stresses at the model axis ($r = 0$). On the other hand, slightly lower radial stresses were obtained at the indentation edge, as the number of cycles increased.

Experimental results of single and successive indentations

Fig. 7 shows the height of the pile-ups, measured after the nine load-diameter combinations of single indentations. Table 2 presents an estimative of the number of circular cracks that propagated in each of these conditions. Fig. 7 indicates that similar pile-up heights were measured for the conditions along the secondary diagonal of the figure (Figs. 7c, 7e and 7g), which also presented a similar amount of circular cracks, as indicated in Fig 8.

Fig 9 shows the height of the pile-ups measured after one, two and five indentation cycles using a diameter of 1.59 mm (1/6") and a normal load of 196.1 N. The results

indicated that the pile-up height was similar (approximately 18 μm), independently of the number of indentations. The circular cracks followed the same behavior and no significant increase in the number of cracks was observed as the number of cycles increased.

Discussion

The previous section provides a series of numerical and experimental results of single and multiple indentation of a system composed by a wear resistant thin film and a soft substrate. Initially, it is probably important to mention that it would be extremely difficult for the two methods to provide the exact pile-up height results when a given situation was analyzed. One reason is related to the fact that FEM results were calculated at maximum load and measurements were conducted after the load was released. Besides, values selected as inputs for the simulations, such as film thickness, film elastic modulus, or even the plastic behavior of the substrate, would certainly be able to result in pile-up variations on the order of the pile-up height (micrometers), in a system that presents overall dimensions on the order of millimeters. In spite of these limitations, the previous section indicates that good qualitative agreement was obtained when the results from the two methods were compared. In both cases, the height of the pile-ups increased as the load increased or as the indenter diameter decreased (Figs. 2 and 7).

Similarities were also found in terms of the relation between the height of the pile-ups and the contact stresses. As shown in Table 2, for single indentation analyses, FEM results indicated that the peak in radial stresses at the indentation edge was higher in analyses with higher pile-ups. Similarly, the number of circular cracks observed experimentally (Tab. 2) also had a direct relation with the height of the pile-ups presented in Tab. 2 and Fig. 7. These results suggest that substrates that present lower tendency for pile-up formation [6] would be less prone for the development of high radial stresses at the indentation edge and, consequently, less prone for the propagation of circular cracks.

The FEM analyses conducted in this work also attempted to explain pile-up formation based on the plastic deformation of the substrate, which was calculated for all single indentation analyses (Fig. 3). Surprisingly, an increase in load only resulted

in minimal differences in terms of the equivalent plastic strain for the nodes located immediately below the film/substrate interface. Therefore, no direct relation could be established between the equivalent plastic strain and the pile-up heights (Fig. 2) and, consequently, with the peak in radial stresses at the indentation edge (Fig. 4). These results were not expected, especially when one observes that an increase in load results in an increase in the diameter of the indentation cavity (Fig. 2). Further work is still necessary to explain these results.

The analysis of successive indentations provided further agreement between FEM and experimental results. No significant difference in the number of circular cracks was experimentally measured after the first, second and fifth indentation cycles and the FEM calculation of the peak radial stress values ($r \approx 0.27$) did not increase (Figs 6b and 6c). Both results are in accordance with the idea that the first indentation cycle is responsible for most of the system plastic deformation and that the behavior in the following cycles is almost entirely elastic [22]. Once again, since no significant increase in pile-up height was experimentally observed through the five indentation cycles, the absence of further crack propagation in these cases supports the good correlation between pile-up height and the level of radial stresses at the indentation edge. On the other hand, an opposite trend was obtained during the FEM analyses, where calculations after the fifth cycle indicated a slight increase in pile-up height (Fig. 5) and a decrease in the peak of radial stresses at the indentation edge (Figs. 6b and 6c).

The limited amount of results of successive indentations prevents a detailed analysis of this result, but one possible explanation may be obtained following an analogy with a bar that is bended. In this case, the peak in radial stresses would be a result of not only bending amplitude, which is determined by the height of the pile-up, but also by the film curvature. Thus, even presenting a higher amplitude, bending stresses would be reduced by a decrease in curvature (Fig. 5).

One additional aspect of the FEM calculation considering successive indentations refers to the results presented in Fig. 6. Variations in the equivalent plastic strain were observed as the number of indentation cycles increased, which were particularly perceptible between the first and second indentation cycles and almost uniformly distributed along the indentation cavity. As indicated in the cases of single

indentations, this trend was not followed by the radial stresses, which presented significant differences only for the stresses at the model axis ($r = 0$) and for those at the indentation edge ($r \approx 0.27$).

Conclusions

In this work, numerical and experimental techniques were used to analyze the single and multiple indentation of a system composed by an AA 6061 substrate and a chromium nitride thin film. Good agreement was obtained between the results provided by both methods.

In the case of the single indentation of the coated system, different combinations of normal load and indenter diameter were tested and results indicated that the height of indentation pile-up increased when the indenter diameter decreased or the load increased. Both methods also made possible to associate increases in pile-up heights with increases in the film radial stresses at the indentation edge. In this particular group of analysis, FEM results did not allow a direct correlation between the amount of substrate equivalent plastic strain and the height of the pile-ups.

In terms of the successive indentation of that particular coated system, experimental and FEM analyses provided further indication that a low (< 10) number of indentation cycles does not result in significant differences in the contact stresses developed from the end of one indentation cycle to the end of the next. No significant difference was also observed in terms of the height of the pile-ups, but a tendency for the reduction in the peak radial stress values was observed in the FEM analyses.

Acknowledgements

The author Eduardo A. Pérez Ruiz recognizes the Sao Paulo Research Support Foundation (FAPESP) for the financial support through process No. 01/10864-5 and BRASIMET Comércio e Indústria S.A Brazil for the help in the deposition of (CrN) thin films.

References

- [1] K. Holmberg, A. Mathews, H. Ronkainen, *Trib. Internat.*, Vol. 31 (1998) 107-120
- [2] S.V. Hainsworth, W.C. Soh, *Surf. Coat. Technol* 163-164 (2003) 515-520
- [3] J. Jiang, R.D. Arnell, J. Tong, *Trib. Internat.*, Vol. 30 (1997) 613-625
- [4] E. Weppelmann, M.V. Swain, *Thin Solid Films.*, 286 (1996) 111-121
- [5] N. Huber, Ch. Tsakmakis, *J. Eng. Mat. and Technol.*, Vol. 120 (1998) 143-148
- [6] A. Bolshakov, G.M. Pharr, *J. Mater. Res.*, 13 (1998) 1049-1058
- [7] R.M. Souza, G.G.W. Mustoe, J.J. Moore, *Thin Solid Films.*, 355-356 (1999) 303-310
- [8] R.M. Souza, G.G.W. Mustoe, J.J. Moore, *Thin Solid Films.*, 392 (2001) 65-74
- [9] R.M. Souza, A. Sinatora, G.G.W. Mustoe, J.J. Moore, *Wear.*, 251 (2001) 1337-1346
- [10] A. Abdul-Baqi, E. Vander Giessen, *Int. J. Solids Struct.*, 39 (2002) 1427-1442
- [11] S. Simunková, O. Bláhová, I. Stepánek, *J. Mat. Process Tech.*, 133 (2003) 189-194
- [12] K.J. Ma, A. Bloyce, T. Bell, *Surf. Coat. Technol.*, 76-77 (1995) 297-302
- [13] N. B. Thomsen, A.C. Fischer-Cripps, M.V. Swain, *Thin Solid Films.*, 332 (1998) 180-184
- [14] M.V. Swain, *Mat. Sci. Eng.*, A253 (1998) 160-166
- [15] M. R. Begley, A. G. Evans, J. W. Hutchinson, *Int. J. Solids Struct.*, 36 (1999) 2773-2788
- [16] K.C. Tang, R.D. Arnell, *Thin Solid Films.*, 355-356 (1999) 263-369
- [17] A. Karimi, Y. Wang, T. Cselle, M. Morstein, *Thin Solid Films.*, 420-421 (2002) 275-280
- [18] K. Sriram, R. Narasimhan, S.K. Biswas, *Eng. Fract. Mech.*, 70 (2003) 1323-1338
- [19] E.A. Pérez R, R.M. Souza, *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, "In press"
- [20] L. Gan, B. Ben-Nissan, A. Ben-David, *Thin Solid Films.*, 290-291 (1996) 362-366

- [21] P.G. Lamadrid, E.A. Pérez R, R.M. Souza, in: C. Pesce, P. Miyagi, J. Okamoto, A. Fleury (Eds.), 17th Brazilian Congress of Mechanical Engineering, FMS 06, Contact Mechanics, 2003.
- [22] E.A. Pérez R, R.M. Souza, in: C. Pesce, P. Miyagi, J. Okamoto, A. Fleury (Eds.), 17th Brazilian Congress of Mechanical Engineering, FMS 06, Contact Mechanics, 2003.
- [23] R.M. Souza, PhD Thesis, Finite Element Modeling of Contact Stresses During the Indentation of Wear Resistant Coatings on Soft Substrate, Colorado School Mines, 1999
- [24] H. Oettel, R. Wiedemann, Surf. Coat. Technol., 76-77 (1995) 265

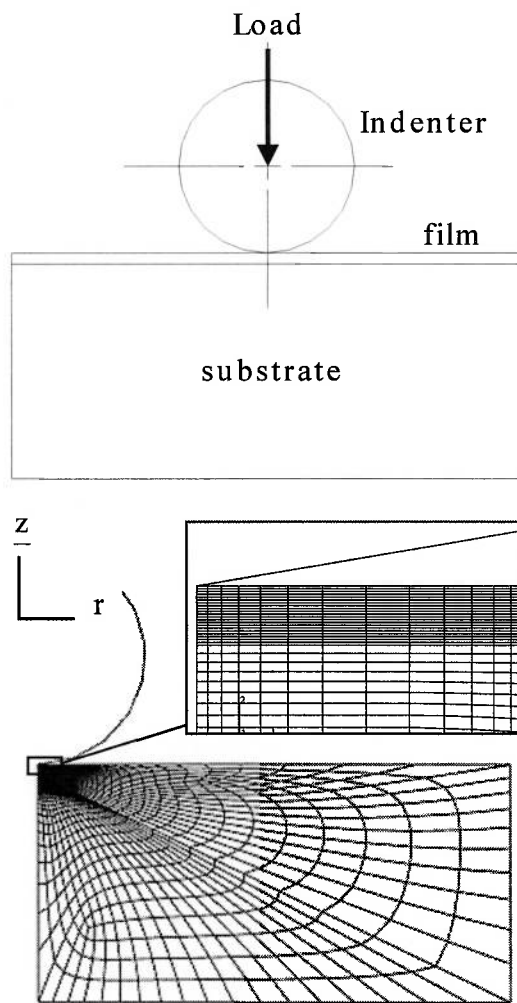


Figure 1

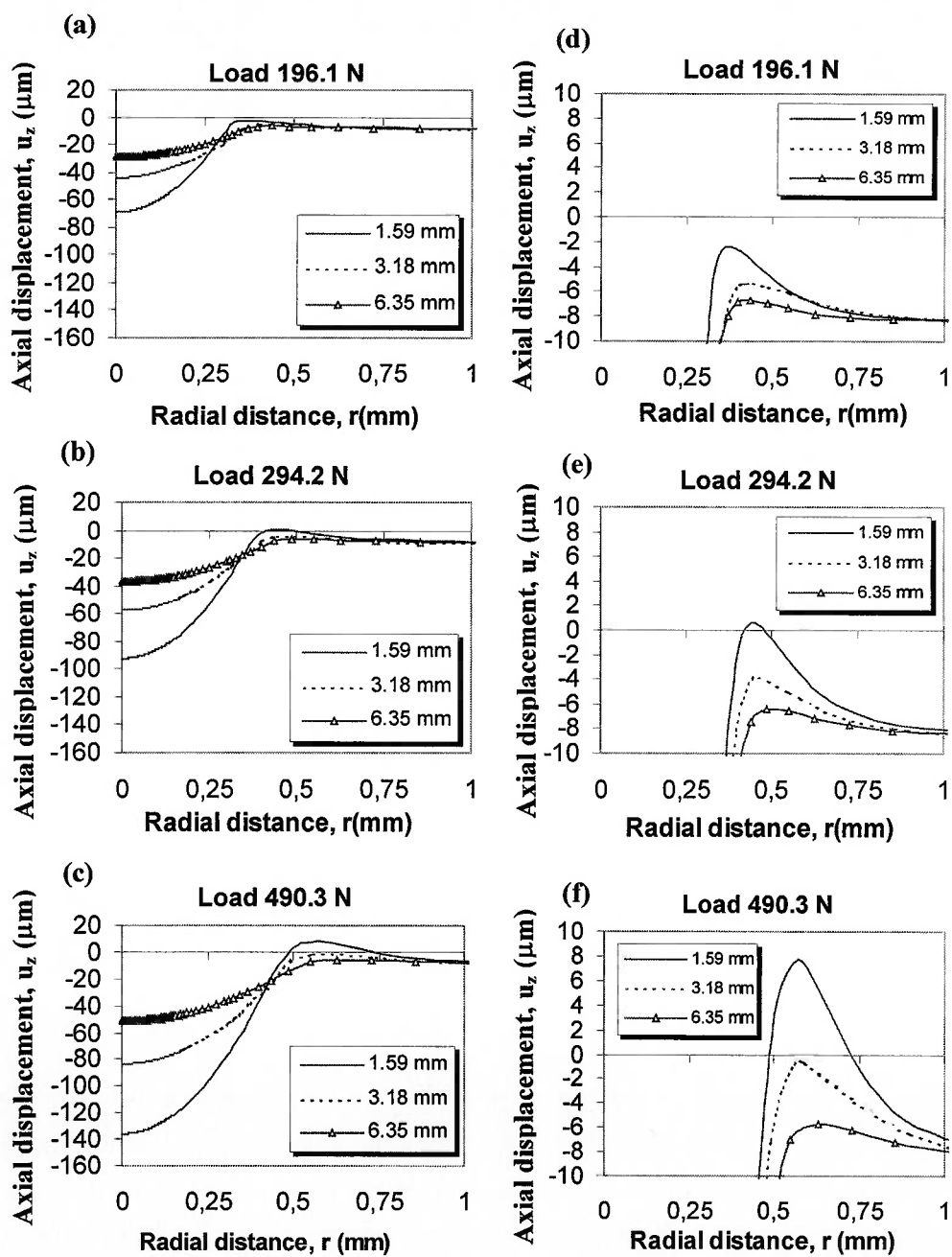


Figure 2

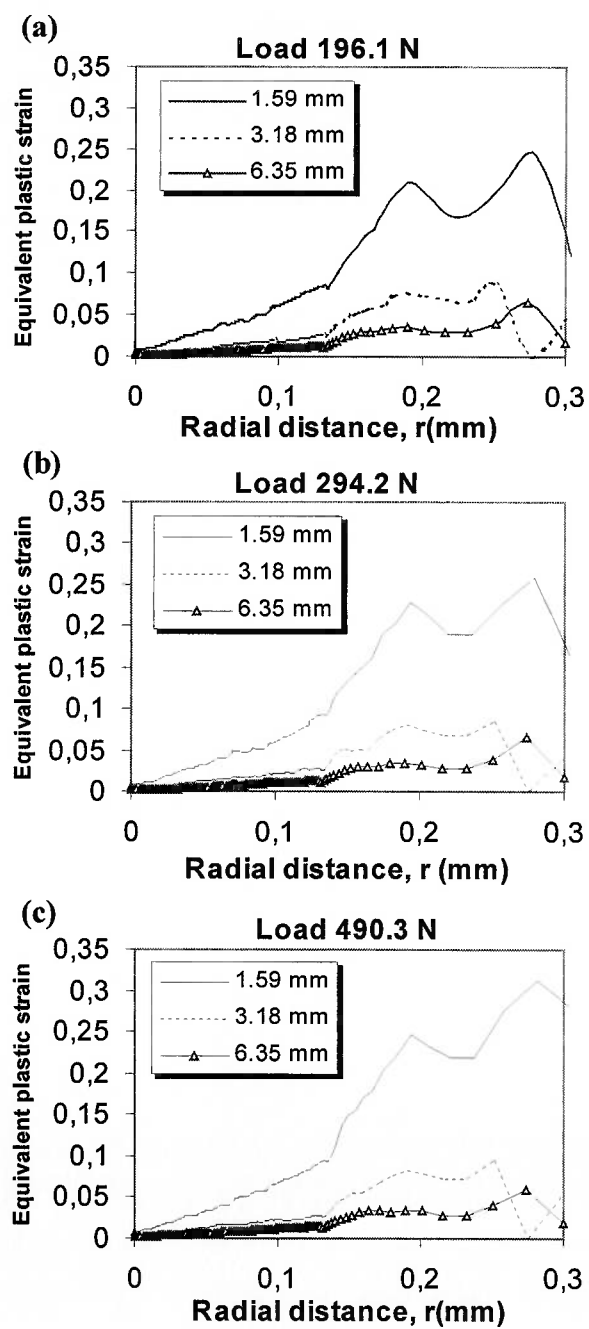


Figure 3

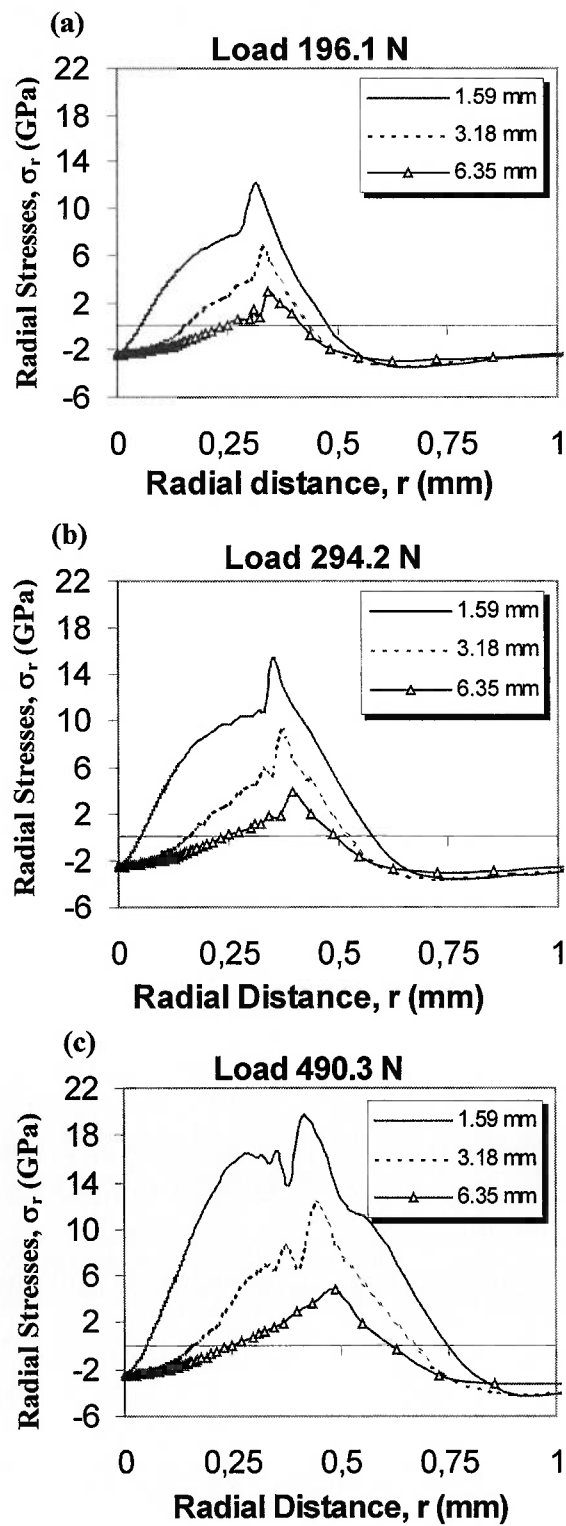


Figure 4

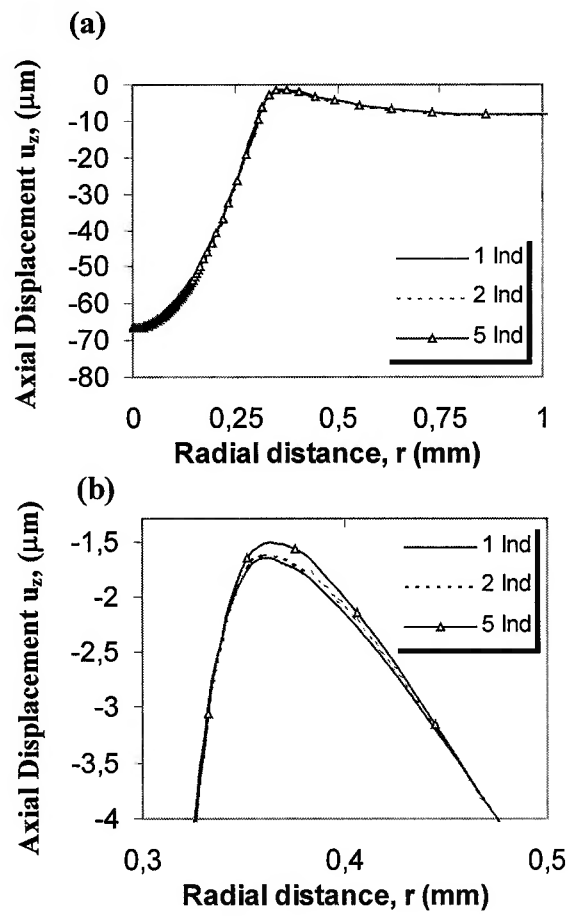


Figure 5

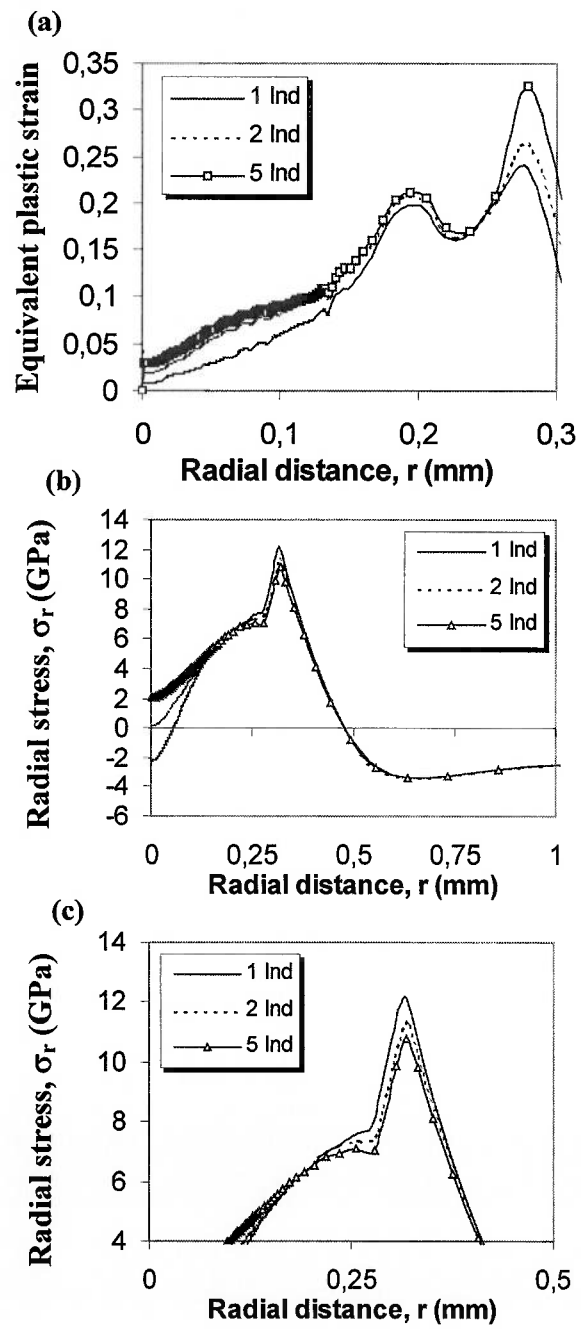


Figure 6

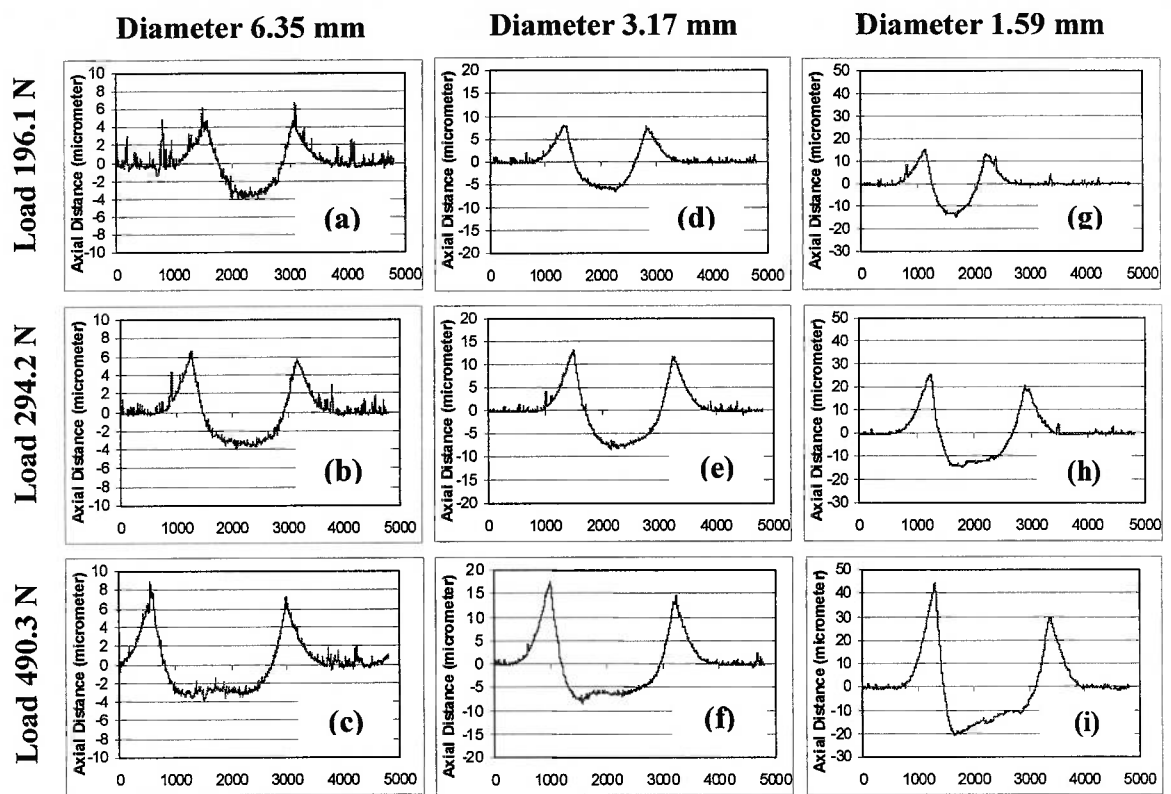


Figure 7

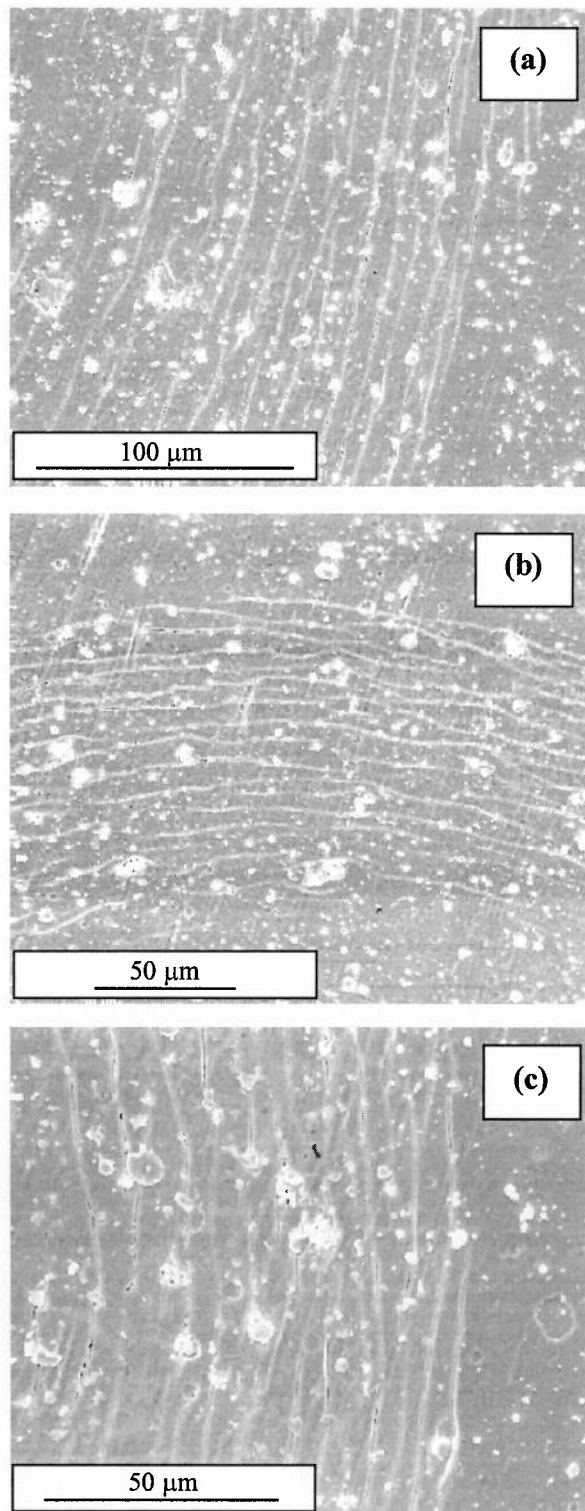


Figure 8

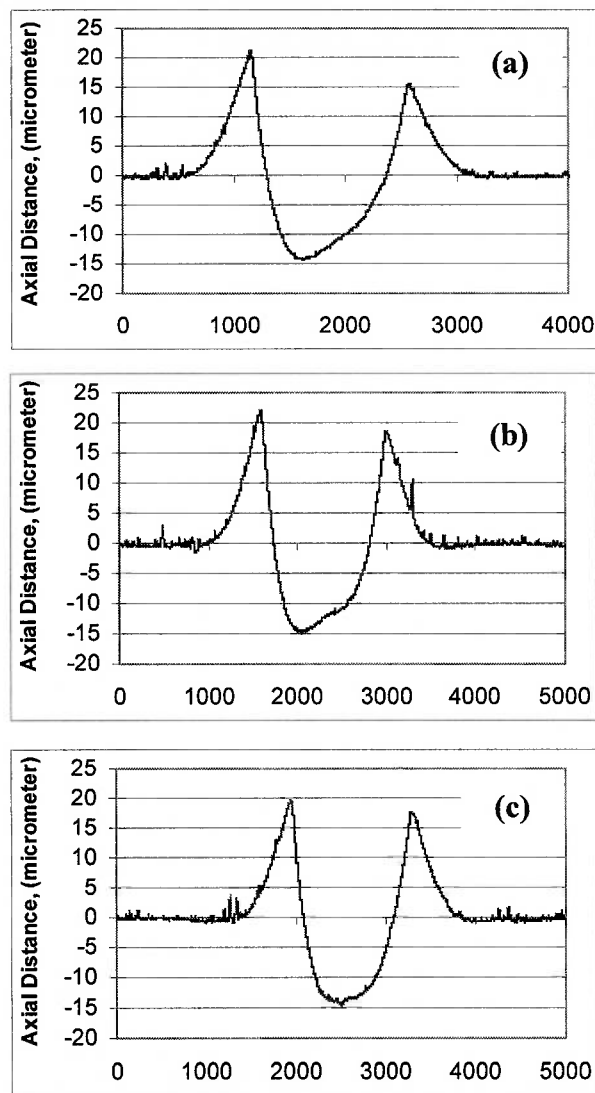


Figure 9

LIST OF FIGURE CAPTIONS

Figure 1. Schematic of the geometry and the axisymmetric mesh of quadrilateral elements used in the FEM analyses.

Figure 2. Displacements in axial direction (u_z) calculated during single indentation of the coated system. Values obtained along the film surface, at maximum load and for three different indenter diameters. (a) Normal load of 196.1 N; (b) Normal load of 294.2 N; (c) Normal load of 490.3 N. (d) Detail of pile-up for normal load of 196.1 N; (e) Detail of pile-up for normal load of 294.2 N; (f) Detail of pile-up for normal load of 490.3 N.

Figure 3. Equivalent plastic strain calculated during single indentation of the coated system. Values calculated along the substrate side of the film/substrate interface for three different indenter diameters. (a) Normal load of 196.1 N; (b) Normal load of 294.2 N; (c) Normal load of 490.3 N

Figure 4. Radial stresses (σ_r) calculated during single indentation of coated system. Values calculated along of film surface, at maximum load and for three different indenter diameters: (a) Normal load of 196.1 N; (b) Normal load 294.2 N; (c) Normal load 490.3 N.

Figure 5. Displacements in axial direction (u_z) calculated during successive indentation of the coated system. Values obtained at maximum load for one, two and five indentation cycles. (a) Displacement in axial direction of the nodes along the film surface; (b) Detail of the pile-ups.

Figure 6. Results calculated during successive indentation of the coated system. Values obtained for one, two and five indentation cycles. (a) Equivalent plastic strain for the nodes along the substrate side of the interface; (b) Radial stresses for the nodes along the film surface; (c) Detail of the results presented in (b).

Figure 7. Measurement of pile-up height after the single indentation of the coated system. X-axis refers to radial distance (r) in μm . a) Diameter of 6.35 mm and load of 196.1 N b) Diameter of 6.35 mm and load of 294.2 N c) Diameter of 6.35 mm and load of 490.3 N d) Diameter of 3.17 mm and load of 196.1 N e) Diameter of 3.17 mm and load of 294.2 N f) Diameter of 3.17 mm and load of 490.3 N g) Diameter of 1.59 mm and load of 196.1 N h) Diameter of 1.59 mm and load of 294.2 N i) Diameter of 1.59 mm and load of 490.3 N.

Figure 8. SEM analysis of single indentation of the coated system. Circular cracks observed inside the indentation cavity. (a) Cracks obtained with indenter diameter of 6.3 mm and 490.3 N; (b) Cracks obtained with indenter diameter of 3.2 mm and 294.2 N; (c) Cracks obtained with indenter diameter of 1.59 mm and 196.1 N

Figure 9. Measurement of pile-up height after the successive indentation of the coated system. X-axis refers to radial distance (r) in μm . (a) After one indentation; (b) After two indentations; (c) After five indentations.

Table 1. Characteristics of the FEM analysis

Film	Substrate (Aluminum AA 6061)	Indenter
Elastic	Elastic-Plastic	Rigid
E = 280 GPa	E = 68.9 GPa	-
$\nu = 0.3$	$\nu = 0.33$	-
-	Yield stress* $\sigma_y = 110$ MPa	-
Thermal properties	Thermal properties	-
$\alpha = 9.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	$\alpha = 23.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	-
Thickness	Overall Dimensions	Diameters
2.1 μm	3.48 x 1.74 mm	1.59; 3.18; 6.35 mm

*Plastic properties based on tensile test [23]

Table 2. Numerical and experimental values obtained during single indentation of the coated system

Analysis	Load (N)	Diameter (mm)	Pile-up height (μm)	Number of circular cracks	Peak of radial stresses (GPa)
FEM	196.1	1.59	6	-	12
		3.18	3.6	-	6.5
		6.35	2	-	3.5
	294.2	1.59	9	-	15
		3.18	4.2	-	9
		6.35	2	-	4
	490.3	1.59	15.7	-	20
		3.18	8	-	12
		6.35	2	-	5
Experimental	196.1	1.59	12	10-15	-
		3.18	8	<5	-
		6.35	5	<5	-
	294.2	1.59	22	>30	-
		3.18	12	10-15	-
		6.35	6	<5	-
	490.3	1.59	35	>30	-
		3.18	15	>30	-
		6.35	8.5	10	-

ANEXO

E

*Análise Numérica e Experimental da
Indentação de Sistemas Revestidos
Contendo Substrato com Diferentes
Propriedades Mecânicas*

Numerical and Experimental Analyses on the Indentation of Coated Systems with Substrates with Different Mechanical Properties

L.A. Piana ^a; E.A. Pérez R ^b; R.M. Souza ^b; A.O. Kunrath ^c; T.R. Strohaecker ^a

^aPhysical Metallurgy Laboratory, Department of Metallurgical Engineering, Federal University of Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brazil. ^bSurface Phenomena Laboratory, Department of Mechanical Engineering, Polytechnic School of the University of São Paulo, Av. Prof. Mello Moraes 2231, São Paulo, SP 05508-900, Brazil

^cDepartment of Mechanical Engineering, Federal University of Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brazil

Abstract

In this work, the indentation of coated systems was studied in terms of the effect of the mechanical properties of the substrate on the film fracture behavior. Both experimental and finite element modeling analyses were conducted to study the phenomena that occurs when an indenter with Rockwell C geometry applies normal loads of 400 and 1500 N on systems with titanium nitride (TiN) films deposited onto two different steel substrates: AISI 4140 with a hardness of 240 HV and AISI M2 with hardness of 260 HV and 850 HV. Experimental results indicated the formation of circular cracks close to the contact edge of specimens with 4140 substrates and radial cracks close to the contact edge of the other specimens, independently of the M2 substrate hardness. Both finite element and experimental (including profilometry) analyses were able to correlate these results with the amount of substrate pile-up close to the indentation edge, which affects the contact stress distribution during indentation.

Introduction

Recently, surface engineering became a subject of increasing industrial importance, since aspects such as tool life are crucial to reduce production time and costs. An important aspect in surface engineering is the deposition of hard coatings with the

objective of improving the corrosive and tribological behavior of different components and parts [1].

Physical vapor deposition (PVD) and chemical vapor deposition (CVD) are the most used techniques for the deposition of thin films. In cutting tools coated through the PVD process, three types of layers are traditionally used: titanium nitride (TiN), titanium carbo nitride (TiCN) and titanium aluminum nitride (TiAlN). These layers are characterized by high hardness, excellent adherence, low porosity and high chemical and thermal stability, among other characteristics [2].

The use of advanced coatings in engineering applications needs a clear understanding of the failure mechanisms during film use and several experimental techniques were developed towards the characterization of film mechanical properties, including indentation tests [3].

The indentation of coated systems is usually related with the development of arrangements of cracks that propagate entirely in the film (cohesive cracks), or along the substrate-coating interface (adhesive cracks) [3]. In terms of the cohesive cracks, two different behaviors are usually observed, depending on the characteristics of the system and the indentation. An arrangement of circular cracks is developed under the action of radial stresses and, if the tangential (hoop) stresses predominate, radial cracks will be the preferred pattern.

In some cases, substrate hardness is used as an indicator of which type of cohesive crack will propagate. Experiments [1, 3, 4] have shown that soft substrates favour the propagation of circular cracks, while the tendency for the presence of radial cracks increases as the hardness of the substrate increases (Fig. 1)[3].

In theory, one should expect the type of cohesive cracks to be related with the amount of pile-up at the edges of the indentation [5,6]. Higher amounts of pile-up should result in an increase in film bending at the contact edges, which would increase the radial stresses at film surface, and, consequently, the tendency for the propagation of circular cracks [1,7]. However, the amount of indentation pile-up is not a function of the material hardness, but of a combination of the yield stress (σ_y) and the work hardening exponent (n) [5].

In this work, thin films of titanium nitride (TiN) were deposited onto two types of steel substrates, each one with different plastic behavior, identified by differences in

the stress-strain curves. The steel substrates were AISI 4140 with a hardness of 240 HV and AISI M2 tool steel with hardness of 260 HV and 850 HV. The objective of this study was to determine the influence of the mechanical properties of the substrate on the fracture behavior of the thin coating when the system was submitted to the Rockwell C adhesion test [8]. Moreover, the experimental analyses were numerically reproduced in finite element method (FEM) simulations, as an attempt to evaluate the stress fields generated in each case.

Experimental procedure

Prior to deposition, specimens of 4140 steel, in the annealed condition, and M2, in the annealed and quenched and tempered conditions were characterized in a Buehler 1600-6100 microhardness tester using a Vickers indenter and loads of 1, 2, 3, 5 and 10 N. Results indicated that the 4140 steel substrate presented a hardness of 240 HV (2.35 GPa), the annealed M2 substrate presented a hardness of 260 HV (2.55 GPa), and the hardened M2 substrate presented a hardness of 850 HV (8.34 GPa).

The mechanical behavior of the 4140 and the annealed M2 substrates were also evaluated through tensile tests, which provided the curves presented in Fig. 2. Based on the results of hardness and tensile test, it is possible to observe that the two low hardness steel allowed the comparison of systems with substrates of similar hardness, but with different plastic behavior (Fig. 2). Additionally, the different heat treatments in the M2 steel allowed the comparison of systems with substrates presenting the same chemical composition, but different hardness.

Before deposition, specimens of the three substrates, with dimensions of ($\phi 25 \times 7$ mm), were polished until $\sim 0.03 \mu\text{m } Ra$ and submitted to ultrasonic cleaning in alcohol. A TEC VAC IPL35L equipment was used to deposit the TiN coatings through a PVD thermal evaporation process. During the deposition process, the substrate was initially cleaned by electron bombardment for 30 minutes. Later, the voltage was set to 1000V and a tungsten filament was heated to provide electrons for a more intense bombardment of the samples causing the heating of the substrate until the process temperature (773 °K) was reached. The deposition process was initiated and maintained in pure argon for 4 minutes to obtain an interlayer film of Ti. Nitrogen

was then introduced and the deposition was carried out for 20 minutes. The film thickness obtained in the deposition of the titanium nitride was 2.0 μm . (Fig. 3).

As previously mentioned, AISI 4140 and AISI M2 steels were used to evaluate the influence of the substrate mechanical properties on film fracture under standard Rockwell C hardness test, which were conducted in a WOLPERT D6700 Hardness tester.

The measurement of the coating thickness and the morphology of the fracture obtained through the indentation procedure were conducted through optical and scanning electron microscopy (SEM Philips XL20 microscope).

The measurement of the amount of pile-up obtained at the contact edges after indentation was conducted through a profilometry technique.

Finite element modeling

The indentation procedure, described in the previous section, was simulated using the FEM software ABAQUS. Fig 4 presents the axisymmetric mesh of 13167 four-noded quadrilateral elements used in the simulations.

The indenter was assumed to be rigid and to apply normal loads on the coated system. The dimensions of the indenter were those of a standard Rockwell C test. The indenter was conical with a 120° angle and presented a spherical tip with diameter of 0.2 mm. Normal loads of 1500 N were considered in the analyses, which is the load of a Rockwell C test. Additionally, simulations with loads of 400 N were also conducted, as an attempt to evaluate results at an earlier stage of the indentation. During modeling, substrates with the characteristics of the 4140 and annealed M2 steel were considered and, in these cases, both were assumed to present an elastic-plastic behavior, which was defined through the tensile tests presented in Fig. 2. In the case of the hardened M2 substrate, the behavior was assumed to be elastic. The elastic properties were assumed to be the same for the three types of substrates ($E = 210 \text{ GPa}$, $\nu = 0.33$) and were obtained from the literature [9].

The material of the wear resistant film was assumed to be elastic in all cases and presented $E = 675 \text{ GPa}$ and $\nu = 0.3$. The value of the elastic modulus was selected based on measurements conducted in a previous work [10]. In the simulations the total thickness of the coating was 2.1 μm .

Different steps were used to load the system. Initially, a uniform biaxial stress was imposed on the film elements to account for the intrinsic stresses that result from the film processing. A compressive value of 1 GPa was selected, although it is recognized that larger values were reported for PVD processes. In the second loading step, it was assumed that the nodes in the entire FEM mesh were at the deposition temperature. Thermal residual stresses were then calculated when the system was cooled to room temperature (298 K). In the third step, a normal load was gradually applied on a reference node of the rigid indenter. The stresses during indentation were calculated both at maximum load and after the system was unloaded.

Results and discussion

Experimental results

Fig. 5 shows the cavities obtained after the Rockwell C indentation of systems with AISI 4140 and AISI M2 steel substrates.

Figs. 5a and 5b indicate that different crack patterns were obtained for the materials with similar hardness. A more pronounced circular crack pattern was obtained with the 4140 substrate, when compared with that of the annealed M2 substrate. Therefore, hardness may not be the unique parameter to determine the morphology of cohesive cracks formed during the indentation of coated systems.

Fig. 6 presents the profilometry analyses conducted across the indentation region of the surfaces of the three coated systems. This technique allowed the observation and measurement of the pile-ups formed at each indentation edge.

Higher pile-ups (up to 0.27 mm above the surface of the coated system) were observed in the specimen with AISI 4140 substrate. The annealed M2 substrate presented a pile-up height of 0.17 mm and the pile-up in the hardened M2 substrate reached the height of 0.15 mm.

Considering that higher pile-ups should increase film curvature at the indentation edge [11] and, consequently, the radial stresses at film surface, it is not surprising that the material with the highest amount of pile-up (AISI 4140) showed a more pronounced circular crack pattern, while the materials with lower amounts of pile-up (AISI M2) showed radial cracks patterns.

According to Gan et al [6], the stress distribution in thin films submitted to indentation is affected by the ratio (E/σ_y) between the Young's modulus (E) and the yield stress (σ_y) of the substrate. A high value of this ratio is characteristic for soft materials, while low values are characteristic for hard materials [5]. The tendency for the plastic deformation of the substrate in the form of a pile-up should be favored by high values of E/σ_y [5, 6].

It is interesting to observe, that the 4140 substrate presents a yield stress higher than that of the annealed M2, but with a lower value of the work hardening exponent (Fig. 2). In this case, and for specimens with similar hardness, the amount of pile-up is influenced by the plastic deformation of the substrate, characterized not only by the values of the yield stress (σ_y) but also by the work hardening exponent (n) [5], which are related to the strain (ε) through the Ramberg-Osgood stress-strain law [12].

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + \alpha \frac{\sigma_y}{E} \left(\frac{\sigma}{\sigma_y} \right)^n$$

The similarity in the hardness of the 4140 and annealed M2 substrates may be understood based on Tabor's observations that the Vickers hardness of metals is proportional to the flow stress at a characteristic strain, usually in the range from 8 to 20% [13]. For materials with large (E/σ_y) ratio, such as soft metals, the Tabor relation ($H \cong C\sigma_{8-10\%}$) works reasonably well [5].

Result for the finite element analyses

Fig. 7 presents the axial displacement (u_z) of the nodes located along the film surface. Fig 7a presents the results after normal loads of 400 N were applied and released on substrates with similar hardness, and considering two different values of the friction coefficient between the indenter and film surface. Similar results are presented in Fig. 7b, but for loads of 1500 N. Fig. 7b also presents the axial displacement (u_z) for the specimen that presented the hardened M2 substrate at the condition of maximum (1500 N) load.

Fig. 7 provides two types of information. Higher pile-ups were obtained when the value of the friction coefficient was set at zero. This result is in agreement with the

idea that values of μ different from zero prevent the sliding of material on the sides of the indenter thus reducing the amount of pile-up [12]. Additionally, Fig. 7 also indicates that higher pile-ups were obtained for specimens with 4140 substrate, which is in agreement with the experimental results presented in this work.

Fig. 8 presents the distribution of the equivalent plastic deformation as a function of the load and friction coefficient. When the load was set at 400 N, the plastic zone was more intense in a small region between the model axis and the edge of indentation. With the increase in load, the distribution in plastic deformation became more complex. Clearly, in the cases studied, a spherical shape was not obtained for the plastic zone, as indicated in works found in the literature [14]. Another interesting point in Figs. 8a and 8b (400 N) is the presence of higher plastic deformations in regions close to the indentation edge of the analysis with the 4140 substrate. This result may provide further indication of the higher pile-up in specimen with 4140 substrate.

Fig. 9 shows the behavior of stresses calculated along the contact line at the condition of maximum indentation load. This figure shows that, without friction, the levels of radial and tangential stresses were higher at the model axis ($r=0$), and diminished in regions close to the edge of the indentation. When a friction coefficient different from zero was considered, the level of stresses at $r=0$ decreased, which is in agreement with literature results [12]. However, no significant difference was obtained in terms of the stresses calculated for systems presenting the two types of soft substrates. Therefore, in spite of the higher pile-ups calculated for specimens with 4140 substrates, the simulations were unable to explain the different crack behaviors obtained experimentally (Fig. 5). In all cases radial stresses were equal or higher than the tangential stresses, which was also previously presented in the literature [12]

Finally, Figs 9c and 9d indicate a different stress distribution for systems with hardened M2 substrate, which can be explained by the assumption of elastic behavior undertaken during the definition of the substrates analyzed in these simulations. Since loads of 1500 N were used, the overall results in this case, even when calculated at film elements, present little effect of film characteristics and stress become similar to those in the classical Hertzian contact analysis [14].

Conclusions

In this work, experimental results have confirmed the influence of the substrate mechanical properties on the thin film fracture behavior during an indentation. The presence of circular cracks was favored by increased amounts of pile-up formed at the edges of the indentation. By its turn, the formation of pile-up was associated with the elastic and plastic properties of the substrate particularly in terms of the elastic modulus (E), the yield stress (σ_y) and the strain hardening exponent (n).

When two materials have similar elastic modulus and similar values of Vickers hardness, the material with lower σ_y will present a higher strain hardening exponent, since the similar value of Vickers hardness may be explained by similar values of flow stress at $\approx 10\%$ strain. In this case, experimental and numerical results indicated that the substrate with higher σ_y will present higher pile-ups.

The finite element analyses were able to reproduce the higher amount of pile-up for systems with 4140 substrates. On the other hand, the FEM analyses were unable to explain the formation of different crack morphologies in specimens with the two types of soft substrates.

Acknowledgements

The author of this work Eduardo A. Pérez R would like to acknowledge to the São Paulo Research Support Foundation (FAPESP) for the financial support through process 01/10864-5.

References

- [1] N. B. Thomsen, A.C. Fischer-Cripps, M.V. Swain, *Thin Solid Films.*, 332 (1998) 180-184
- [2] H. G. Prengel, W. R. Pfouts, A. T. Santhanam, *Surface and Coatings Technology.*,102 (1998) 183-190.

- [3] K. J. Ma, A. Bloyce, T. Bell, *Surface and Coatings Technology.*, 76-77 (1995) 297-302
- [4] A. Karimi, Y. Wang, T. Cselle, M. Morstein, *Thin Solid Films.*, 420-421 (2002) 275-280
- [5] A. Bolshakov and G.M. Pharr: *J. Mater. Res.*, 13 (1998) 1049
- [6] L. Gan, B. Ben-Nissan, A. Ben-David, *Thin Solid Films.*, 290-291 (1996) 362-366
- [7] E. Weppelmann, M. V. Swain, *Thin Solid Films.*, 286 (1996) 111-121
- [8] P.C Jindal, D.T. Quinto, G.J Wolfe, *Thin Solid Films.*, 154 (1987) 361-375
- [9] ASM Committee on Aluminum Alloys, in: *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Pure Metals*, ASM Handbook Committee, *Metals Handbook*, Vol. 2, ASM International, Materials Park, 1970, p. 115
- [10] L.A. Piana, MSc Thesis, Engineering School of Federal University of Rio Grande do Sul., Porto Alegre, Brazil 2001
- [11] R.M. Souza, G.G.W. Mustoe and J.J. Moore: *Thin Solid Films* Vol. 355-356 (1999) 303
- [12] M. R. Begley, A. G. Evans, J. W. Hutchinson, *International journal of solids and structures.*, 36 (1999) 2773-2788
- [13] D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Oxford University Press, London, 1951
- [14] K.L. Johnson: *Contact mechanics*, Cambridge University Press, Cambridge 1997

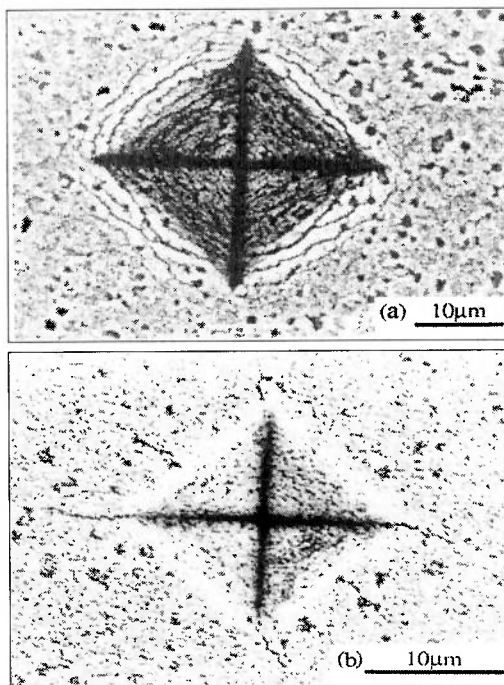


Figura 1

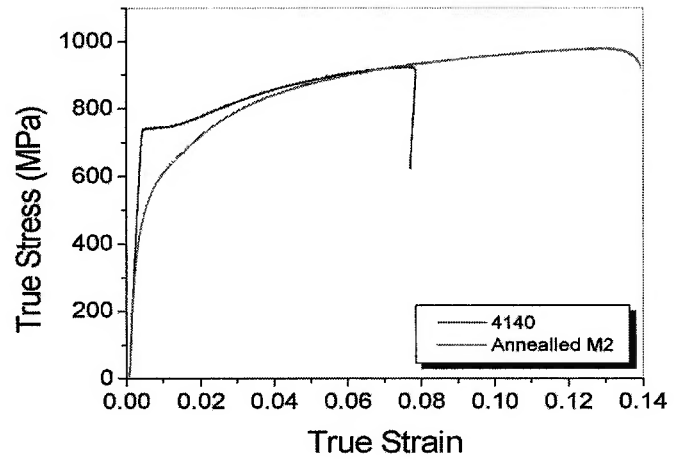


Figura 2

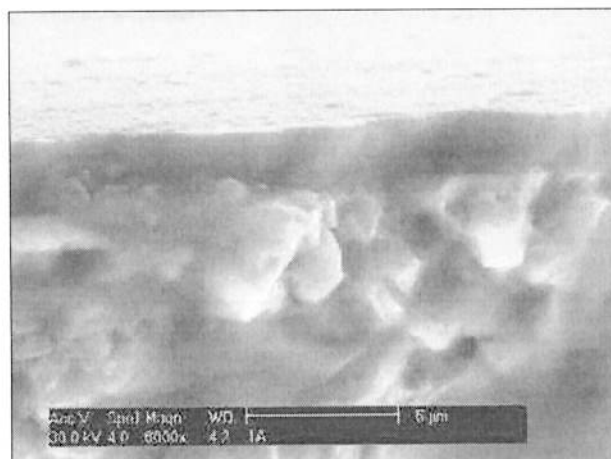


Figura 3

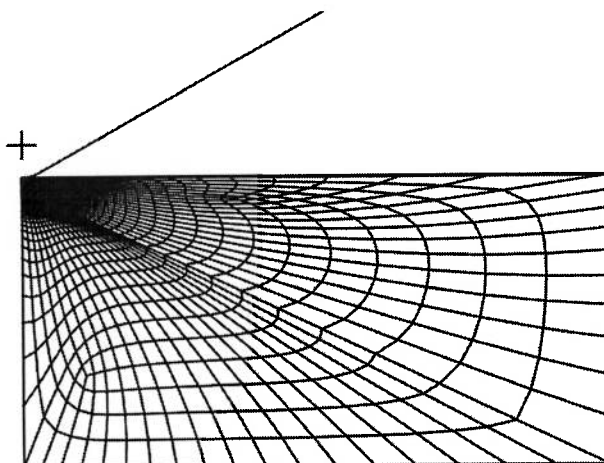


Figura 4

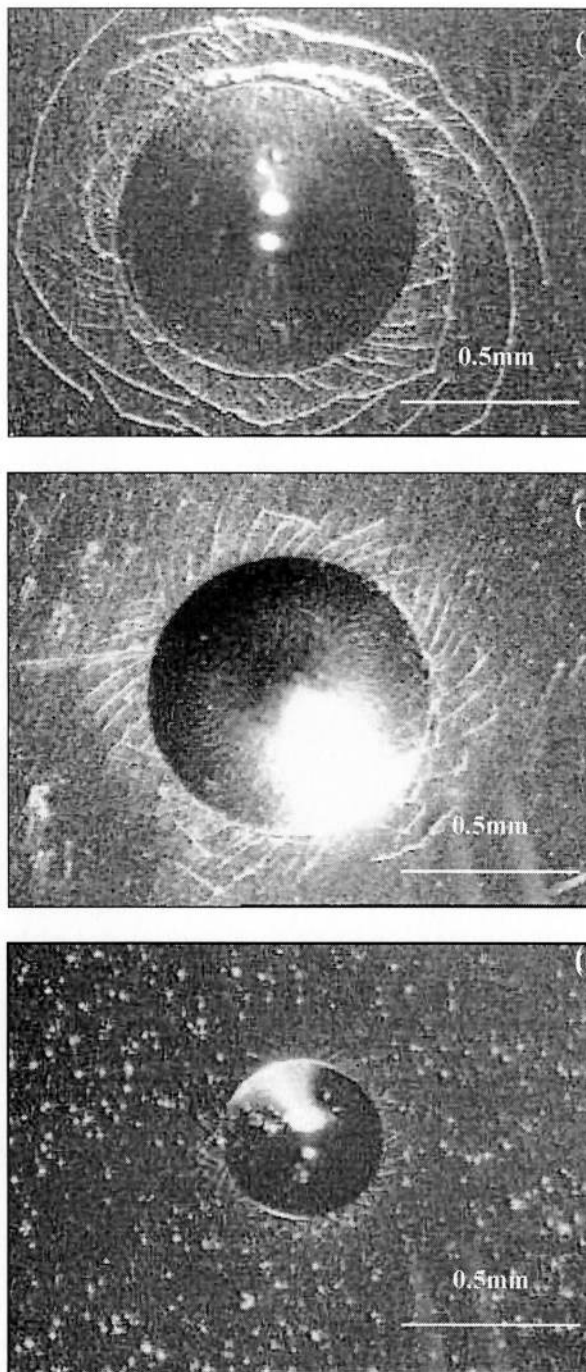
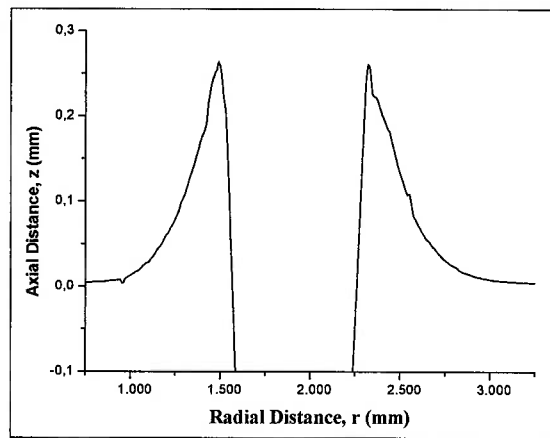
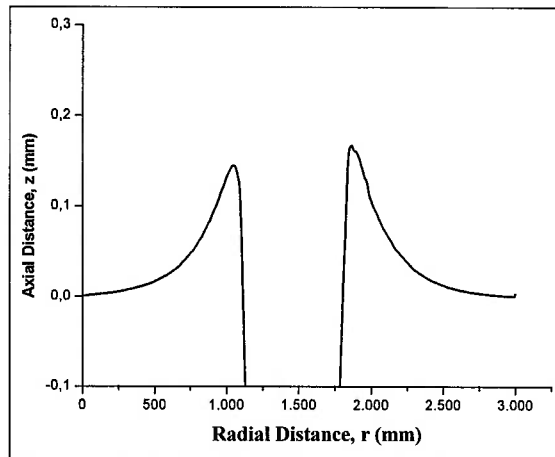


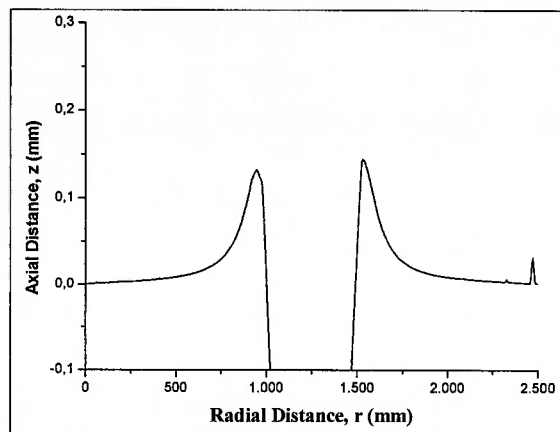
Figura 5



(a)



(b)



(c)

Figura 6

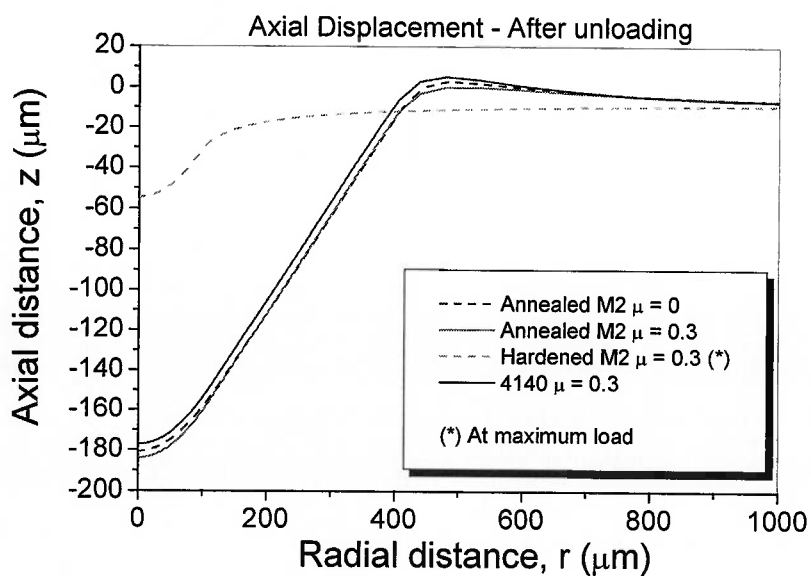
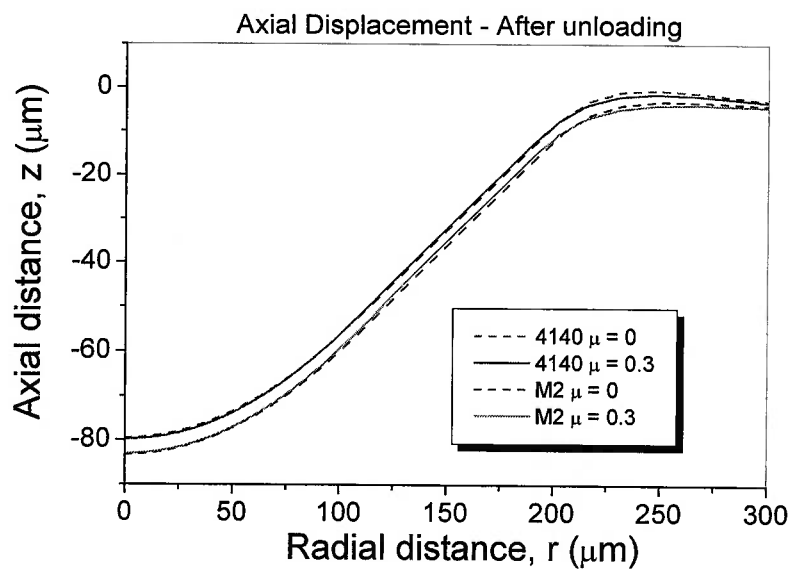


Figura 7

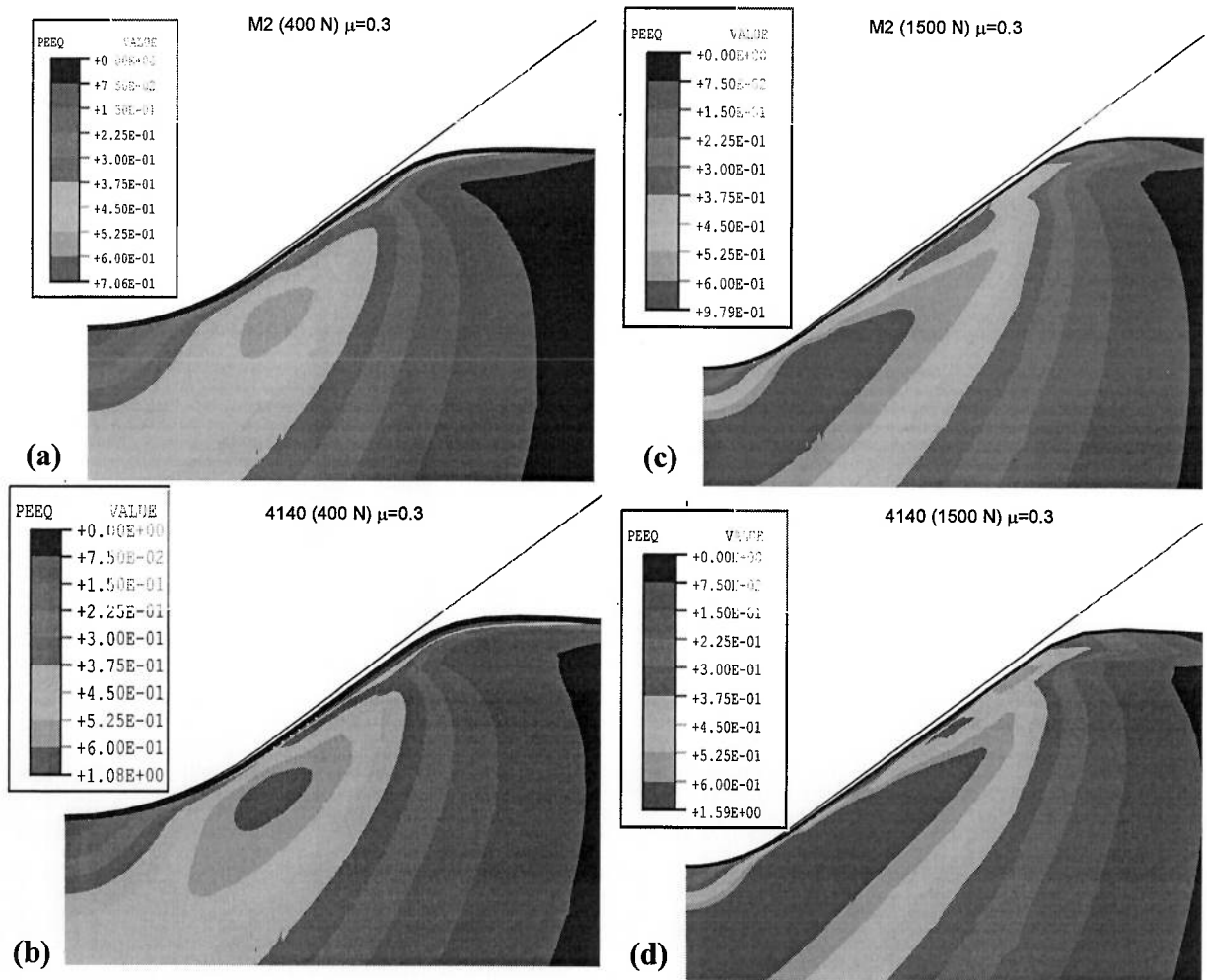


Figura 8

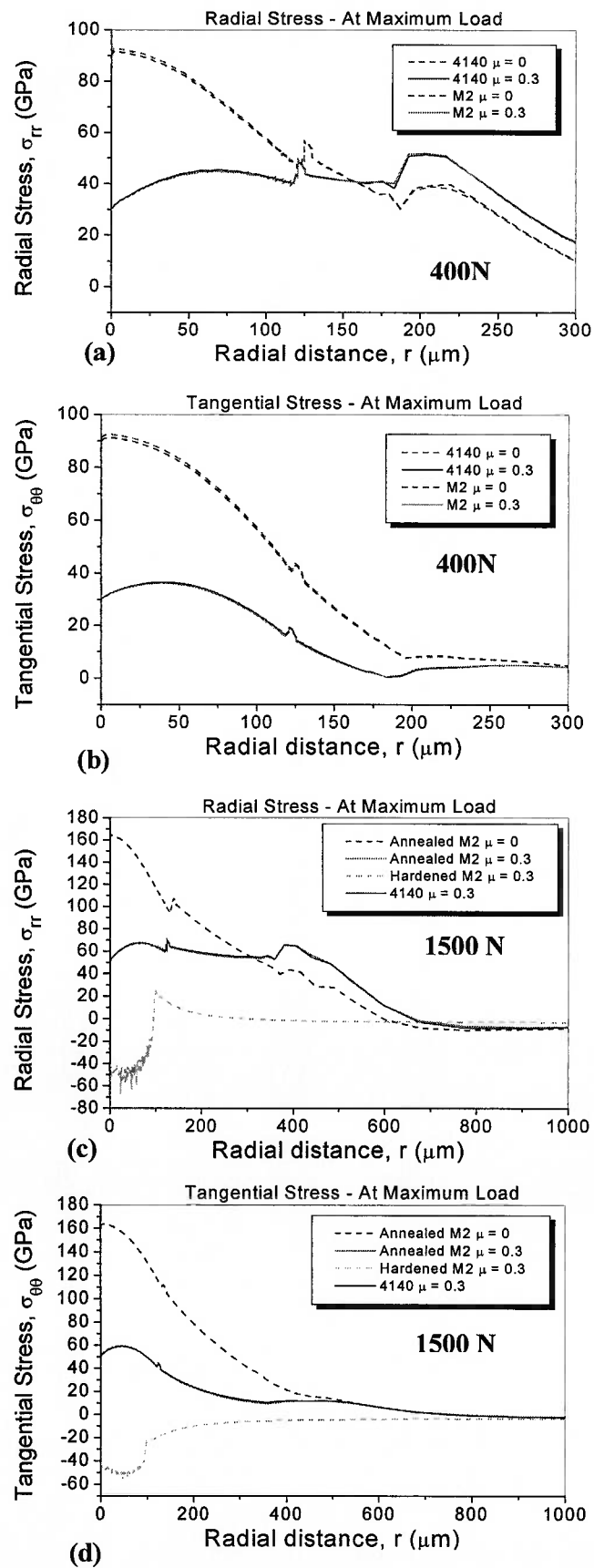


Figura 9

REFERÊNCIAS

- [1] I.M. HUTCHINGS, *Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials*, Edward Arnold, London, 1992
- [2] K. HOLMBERG, Reliability aspects of tribology, *TRIBOLOGY INTERNATIONAL.*, Vol. 34 (2201) 801-808
- [3] K. HOLMBERG, A. MATTHEWS, H. RONKAINEN, Coatings tribology-contact mechanisms and surface design, *TRIBOLOGY INTERNATIONAL.*, Vol. 31 (1998) 107-120
- [4] E. RABINOWICZ, *Friction and Wear Materials*, John Wiley & Sons, Inc., New York NY, 1995
- [5] B. PUGH, *Friction and Wear*, Butterworth & Co Ltd, London, 1973
- [6] C. SUBMANIAN, K.N. STRAFFORD, T.P. WILKS, L.P. WARD, On the design of coating systems: metallurgical and other considerations *J. MAT. PROCESS. TECHNOL.*, Vol. (56) 1996 385-397
- [7] J.S. WANG, Y. SUGIMURA, A.G. EVANS, W.K. TREDWAY, The mechanical performance of DLC films on steel substrates, *THIN SOLID FILMS.*, Vol. 325 (1998) 163-174
- [8] K.N. STRAFFORD, P.K. DATTA, J.S. GRAY (Eds.), *Surface Engineering: Fundamentals, Process and Applications*, Ellis Horwood, Chichester, U.K. (1990)
- [9] R.M. SOUZA, **Finite Element Modeling of contact stresses during the indentation of wear resistant coatings on soft substrates**, PhD Thesis, Colorado School of Mines, (1999)
- [10] S. HOGMARK, S. JACOBSON, M. LARSSON, Design and evaluation of tribological coatings, *WEAR.*, Vol. 246 (2000) 20-33
- [11] H.G. PRENGEL, W.R. PFOUTS, A.T. SANTHANAM, State of the art in hard coatings for carbide cutting tools, *SURF. COAT. TECHNOL.*, Vol. 102 (1998) 183-190
- [12] FRANCO. JR ADONIAS, **Obtenção de revestimentos duplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços-ferramenta AISI H13 e AISI D2**, tese de doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2003

- [13] H. OETTEL, R. WIEDEMANN, Residual stresses in PVD hard coatings, **SURF. COAT. TECHNOL.**, Vol. 76-77 (1995) 265-273
- [14] D.A. YUHARA, Aplicação de revestimentos por deposição física a vapor, **MÁQUINAS E METAIS MM.**, Vol. 423 (2001) 148-160
- [15] E. WEPPELMANN, M.V. SWAIN, Investigation of the stresses and stress intensity factors responsible for fracture of thin protective films during ultra-micro indentation tests with spherical indenters, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 286 (1996) 111-121
- [16] O'NEILL, *The Hardness of Metals and its Measurements*, London, 1934
- [17] A. IOST, R. BIGOT, Hardness of coatings **SURF. COAT. TECHNOL.**, Vol. (1996) 117-120
- [18] M. KUNERT, **Mechanical properties on nanometer scale and their relations to composition and microstructure**, PhD Thesis, Max-Planck-Institut für Metallforschung, 2000
- [19] M.V. SWAIN, Mechanical property characterisation of small volumes of brittle materials with spherical tipped indenters, **MAT. SCI. ENG.**, A253 (1998) 160-166
- [20] ZHI-HUI XU, D. RWCLIFFE, Finite element analysis of substrate effects on indentation behaviour of thin films, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 447-448 (2004) 399-405
- [21] ZHI-HUI XU, D. RWCLIFFE, Nanoindentation on diamond-like carbon and alumina coatings, **SURF. COAT. TECHNOL.** Vol. 161 (2002) 44-51
- [22] ZHI-HUI XU, D. RWCLIFFE, Deriving mechanical properties of soft coatings using nanoindentation: an application of mechanism-based strain gradient plasticity, **SURF. COAT. TECHNOL.** Vol. 157 (2002) 231-237
- [23] CHUNG-JEN LU, D.B. BOGY, The effect of tip radius on nano-indentation hardness tests, **INT. J. SOLIDS. STRUCT.**, Vol. 32 (1995) 1759-1770
- [24] C. FRIEDRICH, G. BERG, E. BROSZEIT, C. BERGER, Measurement of the hardness of hard coatings using a force indentation function, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 290-291 (1996) 216-220
- [25] F.R. BROTZEN, Mechanical Testing of Thin Films, **INT. MAT. REVIEW.**, Vol 39 (1994) 24-45

- [26] A. BOLSHAKOV, G.M. PHARR, Influences of Pileup on the Measurement of Mechanical Properties by Load and Depth Sensing Indentation Techniques, **J. MATER. RES.**, Vol. 13 (1998) 1049-1058
- [27] K.C. TANG, R.D. ARNELL, Determination of coating mechanical properties using spherical indenters, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 355-356 (1999) 263-269
- [28] N. HUBER, CH. TSAKMAKIS, A finite element analysis of the effect of hardening rules on the indentation test, **J. ENG. MAT AND TECHNOL.**, Vol. 120 (1998) 143-148
- [29] K.J. MA, A. BLOYCE, T. BELL, Examination of mechanical properties and failure mechanisms of TiN and Ti-TiN multilayer coatings, **SURF. COAT. TECHNOL.**, Vol. 76-77 (1995) 297-302
- [30] K-D. BOUZAKIS, N. MICHAELIDIS, G. ERKENS, Thin hard coatings stress-strain curve determination through a FEM supported evaluation of nanoindentation test results, **SURF. COAT. TECHNOL.**, Vol. 142-144 (2001) 102-109
- [31] N.B. THOMSEN, A.C. FISHER-CRIPPS, M.V. SWAIN, Crack formation mechanisms during micro and macro indentation of diamond-like carbon coatings on elastic-plastic substrates, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 332 (1998) 180-184
- [32] E.R. KRAL, K. KOMVOPOULOS, D.B. BOGY, Finite Element Analysis of Repeated Indentation of an Elastic-Plastic Layered Medium by a Rigid Sphere, **JOURNAL OF APPLIED MECHANICS.** Vol. 62 (1995) 20-28
- [33] L. GAN, B. BEN-NISSAN, A. BEN-DAVID, Modelling and finite element analysis of ultra-microhardness indentation of thin films, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 290-291 (1996) 362-366
- [34] M.R. BEGLEY, A.G. EVANS, J.W. HUTCHINSON, Spherical impression of thin elastic films on elastic-plastic substrates, **INT. J. SOLIDS STRUCT.**, Vol. 36 (1999) 2773-2788
- [35] R.M. SOUZA, G.G.W. MUSTOE, J.J. MOORE, Finite-element modeling of the stresses and fracture during the indentation of hard elastic films on elastic-plastic aluminum substrates, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 355-356 (1999) 303-310
- [36] N. SCHWARZER, H. DJABELLA, F. RICHTER, R.D. ARNELL, Comparison between analytical and FEM calculations for the contact problem of spherical indenters on layered materials, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 270 (1995) 279-282

- [37] H. HERTZ, J. MATH (Crelle's J.), 92 (1881); **GESAMMELTE WERKE**, Vol. 1, Leipzig, 1895, p.155
- [38] R.M. SOUZA, A. SINATORA, G.G.W. MUSTOE, J.J. MOORE, Numerical and experimental study of the circular cracks aboserved at the contact edges of the indentations of coated systems with soft substrates, **WEAR.**, Vol. 251 (2001) 1337-1346
- [39] S. SIMUNKOVÁ, O. BLÁHOVÁ, I. STEPÁNEK, Mechanical properties of thin film-substrate systems, **J. MAT. PROCESS. TECHNOL.** Vol. 133 (2003) 189-194
- [40] A. KARIMI, Y. WANG, T. CSELLE, M. MORSTEIN, Fracture mechanisms in nanoscale layered hard thin films, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 420-421 (2002) 275-280
- [41] S. BHOWMICK, A.N. KALE, V. JAYARAM, S.K. BISWAS, Contact Damage in TiN Coatings on Steel, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 436 (2003) 250-258
- [42] S.V. HAINSWORTH, W.C. SOH, The effect on the substrate on the mechanical properties of TiN coatings, **SURF. COAT. TECHNOL.** Vol. 163-164 (2003) 515-520
- [43] K.L. JOHNSON, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, Cambridge, 1997
- [44] S.P. TIMOSHENKO, J.N.GOODIER, *Theory of Elasticity*, McGraw-Hill, New York, 1970
- [45] R.M. SOUZA, G.G.W. MUSTOE, J.J. MOORE, Finite element modeling of the stresses, fracture and delamination during the indentation of hard elastic films on elstic-plastic soft substrates, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 392 (2001) 65-74
- [46] W. ZHANG, G. SUBHASH, Finite element analysis of interacting Vickers indentations on brittle materials, **ACTA MATER.** Vol. 49 (2001) 2961-2974
- [47] R. SAHA, Z. XUE, Y. HUANG, W.D. NIX, Indentation of a soft metal film on a hard substrate: strain gradient hardening effects, **J. MECH. PHYS. SOLIDS.**, Vol. 49 (2001) 1997-2014
- [48] A. ABDUL-BAQI, E. VANDER GIESSEN, Numerical analysis of indenttion-induced cracking of brittle coatings on ductile substrates, **INT. J. SOLIDS STRUCT.**, Vol. 39 (2002) 1427-1442

- [49] K. SRIRAM, R. NARASIMHAN, S.K. BISWAS, A numerical fracture analysis of indentation into thin hard films on soft substrates, **ENG. FRACT. MECH.**, Vol. 70 (2003) 1323-1338
- [50] JONG-JIN KIM, JEUNG-HYUN JEONG, KWANG-RYEOL LEE, DONGIL KWON, A new indentation cracking method for evaluating interfacial adhesion energy of hard films, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 441 (2003) 172-179
- [51] J.L. BUCAILLE, S. STAUSS, E. FELDER, J. MICHLER, Determination of plastic properties of metals by instrumented indentation using different sharp indenters, **ACTA MATER.**, Vol. 51 (2003) 1663-1678
- [52] M. WITTLING, A. BENDAVID, P.J. MARTIN, M.V. SWAIN, Influence of thickness and substrate on the hardness and deformation of TiN films, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 270 (1995) 283-288
- [53] H. DJABELLA, R.D. ARNELL, Finite element analysis of the contact stresses in an elastic coating on an elastic substrate, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 213 (1992) 205-219
- [54] H. DJABELLA, R.D. ARNELL, Finite element analysis of the contact stresses in elastic coating/substrate under normal and tangential loads, **THIN SOLID FILMS.**, Vol. 213 (1993) 98-108
- [55] E.A. PÉREZ R, R.M. SOUZA, Finite element analysis on the effect of indenter diameter and load on the contact stresses during indentation of coated systems, **JOURNAL OF METASTABLE AND NONCRYSTALLINE MATERIALS.**, In press
- [56] E.A. PÉREZ R, R.M. SOUZA, Numerical Analysis on the Propagation of Circular Crack During Cyclic Indentation of Coated Systems, in: C. Pesce, P. Miyagi, J. Okamoto, A. Fleury (Eds.), **17TH BRAZILIAN CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING**, FMS 06, Contact Mechanics, 2003
- [57] E.A. PÉREZ R, R.M. SOUZA, Numerical and Experimental Analyses on the Contact Stresses Developed during Single and Successive Indentations of Coated Systems, **SURF. COAT. TECHNOL.**, In press.
- [58] P.G. LAMADRID, E.A. PÉREZ R, R.M. SOUZA, Effect of load and indenter diameter on the amount of film cracks developed during the indentation of coated systems in: C. Pesce, P. Miyagi, J. Okamoto, A. Fleury (Eds.), **17TH BRAZILIAN**

**CONGRESS OF MECHANICAL ENGINEERING, FMS 06, Contact Mechanics,
2003**