

MARJORIE BENEGR

**VIABILIDADE DO CÁLCULO DAS TENSÕES
RESIDUAIS PELA TÉCNICA DE INDENTAÇÃO
INSTRUMENTADA EM FILMES FINOS
DE NITRETO DE TITÂNIO**

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

São Paulo
2005

MARJORIE BENEGR

**VIABILIDADE DO CÁLCULO DAS TENSÕES
RESIDUAIS PELA TÉCNICA DE INDENTAÇÃO
INSTRUMENTADA EM FILMES FINOS
DE NITRETO DE TITÂNIO**

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
2005

A Deus.

Aos meus pais, Valter Benegra e Sônia Maria S. Benegra, que compõe a base da minha existência.

Ao meu filho Bruno Benegra Denadai, que simboliza a extensão do meu ser.

Ao meu marido Giuseppe Pintaúde, pela nossa união construtiva.

Aos meus irmãos, Talita Benegra, Gabriel R. Benegra e Aurineide Maria S. Silva.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, *Prof. Dr. Roberto Martins de Souza*, por todo incentivo, orientação, paciência, apoio, e confiança.

Ao meu companheiro e cúmplice *Giuseppe Pintaúde*, por toda orientação técnica e por tudo o que ele significa pra mim.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (*CNPQ*) pela bolsa que permitiu o desenvolvimento desse projeto.

A todos os amigos e profissionais da equipe do Laboratório de Fenômenos de Superfície (*LFS*) da Escola Politécnica da *USP*, que direta ou indiretamente me ajudaram na conclusão desse trabalho.

À empresa *BRASIMET* Comércio e Indústria S.A, em especial ao *Dr. Paulo Vencovsky*, pela deposição dos filmes de *TiN*.

À *Colorado School of Mines*, em especial ao *Dr. Augusto O. Kunrath*, pela deposição de *TiN* por *sputtering*.

À Comissão Nacional de Energia Atômica, especialmente à *Prof. Dr. Norma Mingolo*, pelas análises de difração por raios-X.

À *UNESP* de Sorocaba, especialmente aos amigos e profissionais *Prof. Dra. Elidiane C. Rangel* e *Prof. Dr. Nilson Cristino da Cruz*, pelas análises de microscopia de força atômica e por toda atenção, paciência e interesse em me ajudar.

Aos amigos e profissionais do Departamento de Engenharia de Materiais da Escola Politécnica da *USP* que me auxiliaram na conclusão desse trabalho.

ABSTRACT

Residual stresses are an inherent consequence of surface treatments, including thin films deposited by *Physical Vapour Deposition – PVD*. The residual stresses modify the tribological behavior (friction, lubrication and wear) of the *PVD* coatings. Thus, the understanding of the causes and the measurement resolution of these stresses are very important. Among techniques to measure residual stress it can be found: (i) X-ray diffraction; (ii) *Raman* spectroscopy; (iii) methods based on the curvature of coated specimen; (iv) extensometer (hole method). Recently, there was a proposal to use instrumented indentation testing to determine the residual stresses values. In this study, it was analyzed residual stresses in thin films of *TiN* (titanium nitride) deposited by many *PVD* processes, in cutting tools of cemented carbide (*WC-Co*) *P20*. The specimens were processed by industrial way and in laboratory, composing a total of 12 specimens. Indentation tests were performed using *Vickers* indenter, with loads varying between 10 and 50 mN, in order to apply the *Suresh* and *Giannakopoulos* proposal. X-ray diffraction technique with grazing method with a low incident angle it was also employed to determine the residual stresses values of the studies films. These values were considered as references, in order to evaluate the viability of the *Suresh* and *Giannakopoulos* proposal. The surface roughness of the films was analyzed using stylus profile. It was verified that the roughness is a variable that can disturb the residual stress measurements by indentation, since the *PVD* coating can copy the roughness of the hard metal inserts. Other inherent variables of indentation technique are disturbers to applying the *Suresh* and *Giannakopoulos* proposal, specially the indentation morphology, which modify considerably the contact area calculation, required to the calculations of mechanical properties of films and, therefore, of the residual stresses of them. The results of stresses obtained by the employed techniques were in the same order of magnitude (*GPa*), however they were not similar, and neither proportional in relation to the same specimens.

RESUMO

Tensões residuais são conseqüências inerentes dos tratamentos de superfície, incluindo filmes finos depositados pelo processo de Deposição Física do Vapor (*Physical Vapour Deposition – PVD*). As tensões residuais interferem no comportamento tribológico (atrito, lubrificação e desgaste) do revestimento depositado. Portanto, o entendimento da origem e a precisão na medição destas tensões são muito importantes. Dentre as técnicas para medir tensão residual pode-se citar: (i) difração por raios-X; (ii) espectroscopia de *Raman*; (iii) métodos baseados na curvatura de uma amostra revestida; (iv) extensometria (método do furo). Mais recentemente, houve uma proposta de utilização da indentação instrumentada para determinar os valores de tensão residual. No presente trabalho, foram analisadas tensões residuais em filmes finos de *TiN* (nitreto de titânio) depositados por diversos processos *PVD*, em ferramenta de corte de metal duro (*WC-Co*) da classe *P20*. As amostras foram processadas de forma industrial e em laboratório, constituindo um total de 12 amostras. Ensaios de indentação foram realizados utilizando-se penetrador *Vickers*, com forças de ensaio variando entre 10 e 50 mN, de modo que a metodologia proposta por *Suresh* e *Giannakopoulos* fosse aplicada. A técnica de difração por raios-X com ângulo rasante também foi empregada para determinação dos valores de tensão residual dos filmes estudados. Estes valores foram considerados como referência, de modo a avaliar a viabilidade da proposta de *Suresh* e *Giannakopoulos*. A rugosidade dos filmes foi avaliada utilizando-se apalpador mecânico. Verificou-se que a rugosidade é uma variável que pode interferir nas medidas de tensão residual por indentação, dado que o filme *PVD* pode copiar a rugosidade das pastilhas de metal duro. Outras variáveis inerentes à técnica de indentação são complicadores para a aplicação da metodologia de *Suresh* e *Giannakopoulos* [58], especialmente a morfologia de impressão, que modifica consideravelmente o cálculo da área de contato, necessária para os cálculos das propriedades mecânicas dos filmes e, portanto, da tensão residual dos mesmos. Os resultados das tensões obtidos pelas técnicas empregadas foram da mesma ordem de magnitude (*GPa*), porém os resultados não foram iguais, nem proporcionais em relação às mesmas amostras.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS

LISTA DE TABELAS

LISTA DE SÍMBOLOS

1. INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 O processo <i>PVD</i>	3
2.1.1 Características do processo.....	3
2.1.2 Tipos de processos <i>PVD</i>	4
2.1.2.1 Processo de <i>sputtering (impacto de íons)</i>	4
2.1.2.2 Processo de evaporação.....	7
2.1.2.3 Deposição a arco catódico.....	8
2.1.3 Influência dos parâmetros de deposição na microestrutura do filme... 8	
2.1.3.1 Modelo de <i>Thorton</i> e os parâmetros de deposição.....	9
2.2 Tensões residuais	11
2.2.1 Tensões epitaxiais.....	12
2.2.2 Tensões térmicas.....	12
2.2.3 Tensões intrínsecas.....	13
2.2.3.1 Tensões intrínsecas compressivas.....	14
2.2.4 Relação entre o parâmetro T/T_m e as tensões	17
2.3 Técnicas para medida das tensões residuais em filmes.....	18
2.3.1 Difração por raios-X.....	18
2.3.2 Indentação instrumentada.....	22
2.3.2.1 – Fundamentos teóricos para o cálculo da área de contato (A_c), módulo de elasticidade (E) e dureza (H) pela técnica da indentação.....	23
2.3.2.1.1 Cálculo da área de contato.....	24

2.3.2.1.2 Cálculo da área de contato ideal.....	27
2.3.2.1.3 Cálculo da área de contato usando a “função de forma do indentador”.....	31
2.3.2.1.4 Área de contato calculada pela metodologia de <i>Suresh & Giannakopoulos</i> [5].....	33
2.3.2.1.5 Cálculo do módulo de elasticidade.....	35
2.3.2.1.6 Cálculo da dureza através da indentação (<i>H</i>).....	38
2.3.2.2 Tensões residuais pela técnica da indentação.....	38
2.3.2.3 Método proposto por <i>Suresh & Giannakopoulos</i> [5].....	41
2.3.2.4 Resultados da metodologia aplicada por outros autores.....	46
2.3.2.5 Fatores limitantes na utilização do método.....	48
3. OBJETIVO	50
4. MATERIAIS E MÉTODOS	51
4.1 Materiais.....	51
4.2 Métodos.....	53
4.2.1 Difração por raios-X.....	53
4.2.2 – Indentação instrumentada.....	54
4.2.3 – Perfis de rugosidade.....	58
4.2.4 Cálculo das tensões residuais.....	59
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	61
5.1 Microestrutura dos filmes.....	61
5.2 Curvas de indentação instrumentada.....	62
5.3 Avaliação das tensões residuais.....	64
5.3.1 Análise quantitativa das tensões residuais	64
5.3.2 Fatores de influência nos cálculos das tensões residuais pela metodologia de <i>Suresh e Giannakopoulos</i> [5].....	70
5.3.2.1 Resultados de profundidade máxima.....	71
5.3.2.1.1 Influência do substrato.....	71
5.3.2.1.2 Influência da rugosidade.....	74
5.3.2.2 Razão $oh/h_{m\acute{a}x}$	77
5.3.2.3 Avaliação qualitativa das tensões residuais.....	81
6. CONCLUSÃO	83

ANEXO A

84

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

87

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	<i>Exemplo de um esquema sputtering, onde o substrato é o anodo e o alvo é o catodo [14].</i>	5
Figura 2	<i>Diagrama do processo sputtering [16].</i>	6
Figura 3.	<i>Esquema de magnetron sputtering. Um imã é alocado atrás do catodo. O campo magnético B confina os elétrons energéticos próximo ao catodo [14].</i>	6
Figura 4.	<i>Configurações para campos magnéticos em “magnetron sputtring” a)imãs balanceados; b)imãs desbalanceado [15].</i>	7
Figura 5.	<i>Diagrama de Thorton, modelo de zonas e estruturas (MZE) [22].</i>	10
Figura 6.	<i>Esquema do fenômeno epitaxia,o filme tenta ajustar sua estrutura cristalina à do substrato.</i>	12
Figura 7.	<i>Esquema de tensão térmica atuando no conjunto amostra/filme fino [28].</i>	13
Figura 8.	<i>Tensão Intrínseca em filmes finos em função do Momento Normalizado P_n (energia cinética total das partículas que atingem o substrato durante o crescimento do filme) [27].</i>	14
Figura 9.	<i>Falha na adesão do filme ao substrato, devido a altas tensões compressivas [29].</i>	15
Figura 10.	<i>Flambagem do revestimento, devido à alta tensão residual compressiva [29].</i>	15
Figura 11.	<i>Evolução do desgaste de revestimentos frágeis submetidos a tensões residuais compressivas, de acordo com o modelo proposto por Gunnars e Alahelisten. [30].</i>	16
Figura 12.	<i>Esquema do processo de implantação por colisão – “knock on implantation” [33].</i>	17

Figura 13	<i>Representação qualitativa das tensões térmicas e intrínsecas como função do parâmetro T/T_m [22].....</i>	18
Figura 14.	<i>Análise convencional de raios-x para amostra feita de nitreto de titânio. a) difração feita no plano hkl 220. b) difração feita no plano hkl 400 [26].....</i>	19
Figura 15.	<i>Método $\text{sen}^2 \Psi$ aplicado para amostra feita de nitreto de titânio. a) difração feita no plano hkl 220. b) difração feita no plano hkl 400 [26].....</i>	20
Figura 16.	<i>Método de incidência rasante aplicado para amostra feita de nitreto de titânio [26].....</i>	21
Figura 17.	<i>Curva característica do ensaio de indentação [39].....</i>	23
Figura 18.	<i>Esquema representativo dos fenômenos sink in e pile-up [34].....</i>	24
Figura 19.	<i>Esquema dos efeitos sink-in e pile-up no perímetro de contato da indentação [50].....</i>	25
Figura 20.	<i>Perfis da superfície antes, durante e após as indentações [39].....</i>	28
Figura 21.	<i>Principais parâmetros geométricos utilizados nas análises das curvas de indentação [39].....</i>	28
Figura 22.	<i>Relação entre a área de contato($A_{m\acute{a}x}$), e a razão ($h_f/h_{m\acute{a}x}$), mostrando o ajuste proposto por Pintaide et al. [35] para os dados apresentados por Suresh e Giannakopoulos [45].....</i>	35
Figura 23.	<i>Esquema de indentação associado com a nomenclatura [5]...</i>	42
Figura 24.	<i>Curva que descreve o comportamento mecânico assumido para os materiais que se enquadram através da “relação de Suresh” no regime de transição elasto-plástica.....</i>	45
Figura 25.	<i>Curva P_xh e sua relação com tensões residuais [5].....</i>	46
Figura 26.	<i>Equipamento para medidas de indentação instrumentada [62].....</i>	55

Figura 27.	<i>Esquema indicativo da seqüência utilizada durante etapa de aproximação em indentações: (a) Aproximação inicial; (b) Posicionamento do anel e (c) Aplicação de pré-força de 0,4 mN [41].....</i>	56
Figura 28 –	<i>Curva resultante do ensaio de indentação instrumentada para a amostra 1 com força de 30mN.....</i>	57
Figura 29.	<i>Curva resultante do ensaio de indentação instrumentada para a amostra 2 com força de 30mN.....</i>	57
Figura 30.	<i>Curva resultante do ensaio de indentação instrumentada para a amostra 10 com força de 10mN.....</i>	57
Figura 31.	<i>Curva resultante do ensaio de indentação instrumentada para a amostra 1 com força de 30mN.....</i>	58
Figura 32.	<i>Esquema ilustrativo das direções que foram utilizadas para os ensaios de rugosidade nas 12 amostras.....</i>	59
Figura 33.	<i>Esquema representativo da rotina de cálculos proposta por Suresh e Giannakopoulos [5] para determinar tensões residuais.....</i>	60
Figura 34.	<i>Micrografias dos filmes depositados no silício, reveladas ao MEV. a) amostra 10 b) amostra 11 c) amostra 12.....</i>	61
Figura 35.	<i>a) Distribuição de alturas de rugosidade da amostra 1, obtidas por rugosímetro de contato mecânico. b) Imagem da superfície da amostra 1 revelada por microscopia de força atômica (área da imagem = 2500 micrometros²).....</i>	76
Figura 36.	<i>a) Distribuição de alturas de rugosidade da amostra 11, obtidas por rugosímetro de contato mecânico. b) Imagem da superfície da amostra 11 revelada por microscopia de força atômica (área da imagem = 2500 micrometros²).....</i>	76

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	<i>Classificação dos processos PVD [1].....</i>	4
Tabela 2.	<i>Constantes elásticas para o TiN [35].....</i>	22
Tabela 3.	<i>Parâmetros de deposição das amostras revestidas na Brasimet S.A.....</i>	52
Tabela 4.	<i>Parâmetros de deposição das amostras revestidas na Colorado School of Mines.....</i>	53
Tabela 5.	<i>Medidas de campo magnético das amostras revestidas.....</i>	63
Tabela 6.	<i>Valores de área máxima, módulo elástico do filme e “relação de Suresh” (definição do tipo de deformação), todos calculados segundo metodologia apresentada na ref. [5].....</i>	65
Tabela 7.	<i>Valores das tensões residuais [GPa] obtidos com a técnica de difração por raios-X e indentação instrumentada com força máxima de 30mN para as amostras revestidas na Brasimet.....</i>	66
Tabela 8.	<i>Valores das tensões residuais [GPa] obtidos com a técnica de difração por raios-X e indentação instrumentada com força máxima de 50mN para as amostras revestidas na Brasimet.....</i>	67
Tabela 9.	<i>Valores das tensões residuais [GPa] obtidos com a técnica de difração por raios-X e indentação instrumentada com força máxima de 10mN para as amostras revestidas na Colorado School of Mines.....</i>	68
Tabela 10.	<i>Valores das tensões residuais obtidos com a técnica de difração por raios-X e indentação instrumentada com força máxima de 20mN para as amostras revestidas na Colorado School of Mines.....</i>	69
Tabela 11.	<i>Restrição recomendada pela ISO para evitar efeito do substrato nas medidas de indentação instrumentadas para as amostras estudadas.....</i>	71

Tabela 12.	<i>Valores de $h_{m\acute{a}x}$ [nm] para as amostras revestidas pela Brasimet, em ensaio de indentao instrumentada com fora mxima de 30mN.....</i>	72
Tabela 13.	<i>Valores de $h_{m\acute{a}x}$ [nm] para as amostras revestidas pela Brasimet em ensaio de indentao instrumentada com fora mxima de 50mN.....</i>	72
Tabela 14.	<i>Valores de $h_{m\acute{a}x}$ [nm], para as amostras revestidas pela Colorado School of Mines utilizando fora mxima de 10mN....</i>	73
Tabela 15.	<i>Valores de $h_{m\acute{a}x}$ [nm], para as amostras revestidas pela Colorado School of Mines utilizando fora mxima de 20mN....</i>	74
Tabela 16.	<i>Valores de rugosidade mdia das amostras revestidas.....</i>	75
Tabela 17.	<i>Valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$, utilizando fora mxima de 30mN, para as amostras revestidas na Brasimet.....</i>	78
Tabela 18.	<i>Valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$ utilizando fora mxima de 50mN para as amostras revestidas na Brasimet.....</i>	79
Tabela 19.	<i>Valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$, utilizando fora mxima de 10mN, para as amostras revestidas no Colorado School of Mines.....</i>	79
Tabela 20.	<i>Valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$, utilizando fora mxima de 20mN, para as amostras revestidas no Colorado School of Mines.....</i>	80

LISTA DE SÍMBOLOS

θ_B	<i>Ângulo de Bragg</i>
$S = dP / dh$	<i>Rigidez de contato</i>
$n = d\sigma / d\varepsilon$	<i>Coefficiente de encruamento</i>
$\sigma_{y,0}^R$	<i>Tensão residual</i>
σ_y^R	<i>Tensão de escoamento associada à tensão residual</i>
σ	<i>Tensão residual</i>
σ_y	<i>Tensão de escoamento</i>
σ_{ii}	<i>Tensão relativa à deformação plástica de aproximadamente 0,29.</i>
θ	<i>Ângulo de incidência</i>
ν	<i>Coefficiente de Poisson do amostra</i>
(Ψ)	<i>Psi - Ângulo formado pela normal da superfície da amostra e a normal do plano hkl difratante</i>
ε_e	<i>Deformação elástica</i>
ν_f	<i>Coefficiente de Poisson do filme</i>
α_f	<i>Coefficiente de dilatação térmica do filme</i>
ν_i	<i>Coefficiente de Poisson do penetrador</i>
α_s	<i>Coefficiente de dilatação térmica do substrato</i>
σ_{th}	<i>Tensão térmica</i>
a	<i>Parâmetro de rede</i>
a	<i>Semi-diagonal residual projetada na superfície</i>
A	<i>Constantes empíricas obtidas após ajuste de dados do descarregamento</i>
a_0	<i>Parâmetro de rede para filmes, na direção sem tensão residual</i>
A_c	<i>Área de contato</i>
A_{ci}	<i>Área de contato ideal</i>
c^*	<i>Constante que depende da geometria do penetrador</i>
CVD	<i>Chemical Vapour Deposition- deposição química do vapor</i>

d	<i>Distância interplanar</i>
d^*	<i>Constante que depende da geometria do penetrador</i>
d^R	<i>Profundidade onde atuam essas tensões residuais no filme</i>
E	<i>Módulo elástico ou de Young</i>
E^*	<i>Módulo elástico combinado</i>
E_f	<i>Módulo de Young (elasticidade) do filme</i>
E_r	<i>Módulo de elasticidade reduzido</i>
h	<i>Profundidade instantânea de penetração</i>
H	<i>Dureza</i>
h_c	<i>Profundidade de contato na indentação</i>
h_f	<i>Profundidade de indentação medida após o descarregamento</i>
hkl	<i>Plano difratante</i>
$h_{máx}$	<i>Profundidade máxima de indentação</i>
h_s	<i>Profundidade de deflexão da superfície ao redor do perímetro de contato penetrador/superfície da amostra</i>
IPT	<i>Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo</i>
LFS	<i>Laboratório de Fenômenos de Superfície</i>
m	<i>Constantes empíricas obtidas após ajuste de dados do descarregamento</i>
MEV	<i>Microscopia eletrônica de varredura</i>
$MZEs$	<i>Modelo de zonas e estruturas do diagrama de Thorton</i>
P	<i>Força normal</i>
pav	<i>Pressão média de contato</i>
$P_{máx}$	<i>Máxima força de ensaio</i>
P_n	<i>Momento normalizado</i>
PVD	<i>(Physical Vapour Deposition), Deposição Física do Vapor</i>
r	<i>Raio do punção cilíndrico</i>
Ra	<i>Rugosidade média</i>
S_1	<i>Constante elástica do TiN</i>
S_2	<i>Constante elástica do TiN</i>
$\text{sen}^2 \Psi$	<i>Método de difração por raios-X</i>
T	<i>Parâmetro de entrada para Equação 16</i>

T (K)	<i>Temperatura absoluta do substrato durante a deposição</i>
TiN	<i>Nitreto de titânio</i>
T_m (K)	<i>Temperatura absoluta do ponto de fusão do revestimento</i>
α	<i>Ângulo de incidência rasante</i>
β	<i>Fator de correção que depende da geometria do penetrador</i>
μ	<i>Módulo do cisalhamento</i>
ω	<i>Constante que depende da geometria do penetrador</i>

CAPÍTULO

1

INTRODUÇÃO

Os filmes finos com espessura de micrometros podem ser utilizados como tratamento superficial de ferramentas, melhorando o seu comportamento tribológico (atrito, lubrificação e desgaste), sem a necessidade de alteração das propriedades no interior das mesmas [1, 2]. Uma das técnicas comumente utilizadas para esse fim é o processo de deposição física de vapor (*Physical Vapour Deposition-PVD*).

Tensões residuais são desenvolvidas em grande parte dos processos de tratamentos de superfícies, incluindo os processos de deposição de filmes, como é o caso do *PVD*. A magnitude e distribuição dessas tensões afetam consideravelmente o comportamento tribológico do componente revestido [3].

Sendo assim, é de extrema importância o aprimoramento na medição das tensões residuais. Alguns métodos são utilizados para esse fim [4], tais como: (i) difração por raios-X; (ii) espectroscopia de *Raman*; (iii) métodos baseados na curvatura de uma amostra revestida; (iv) extensometria (método do furo). Mais recentemente foi proposta uma metodologia por indentação instrumentada [5].

O ensaio de indentação instrumentada consiste em um ensaio de dureza, durante o qual se monitora a força aplicada e a profundidade de penetração. Este tipo de ensaio permite obter propriedades mecânicas de materiais, incluindo filmes finos. Porém, ainda restam dúvidas sobre a precisão dos resultados obtidos através desse tipo de indentação [6].

Neste trabalho foram feitas análises em filmes finos de nitreto de titânio (TiN) depositados por diferentes processos *PVD*, durante os quais houve variação dos parâmetros de deposição. Cálculos das tensões residuais foram feitos com a metodologia proposta por *Suresh e Giannakopoulos* [5]. De modo a analisar a viabilidade desse tipo de medida, foram determinados, também, os valores de tensão residual por meio da técnica de difração por raios-X, considerando-se a mesma como referência.

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 O processo *PVD*

2.1.1 Características do processo

Em 1838, *M. Faraday*, pioneiro no uso da tecnologia do vácuo [7, 8], descobriu, acidentalmente, o processo de Deposição Física do Vapor (*PVD – Physical Vapour Deposition*), observando a deposição de partículas na superfície interna de bulbos de lâmpadas incandescentes [8]. O processo *PVD* transcorre sob vácuo, onde os átomos do material a ser depositado (alvo) são inicialmente evaporados e ionizados positivamente. Posteriormente, são acelerados em direção ao substrato, que pode estar submetido a um potencial negativo (*bias*) [8, 9]. A atmosfera gerada à base de átomos metálicos e de gases reativos, ambos ionizados, denomina-se plasma.

O processo *PVD* permite depositar uma infinidade de metais puros e ligas, bem como uma série de nitretos e outros compostos. A obtenção de filmes compostos é conseguida introduzindo-se gases reativos como: N_2 , C_2H_2 , O_2 , etc, na câmara de deposição, os gases se combinam com o material do alvo, formando, assim, os filmes compostos. Filmes de *TiN* são geralmente obtidos através de um alvo de titânio e um plasma de Argônio e Nitrogênio [10]. Este tipo de deposição é denominado *PVD* reativo.

Existem vários processos de *PVD*, tais como: evaporação, arco catódico e impacto de íons (*sputtering*) [11]. A forma através da qual o material sólido é transformado para a fase vapor é o principal ponto de distinção dos processos. A energia envolvida na deposição também varia muito de um tipo para o outro e a Tabela 1, apresentada por

Oettel e Wiedemann [10], mostra valores de energias típicos para alguns processos PVD.

Tabela 1. Classificação dos processos PVD [10]

Processo PVD	Ordem de magnitude da energia das partículas
Evaporação Térmica	10^{-1} eV
Impacto de íons (<i>Magnetron Sputtering</i>)	10eV
Implantação iônica (<i>Ion Plating</i>)	10^2 eV
Processo assistido por feixe iônico (<i>Ion beam assisted process</i>)	10^3 eV

O PVD geralmente é realizado na faixa de temperaturas entre 250°C a 550°C [12]. Sendo assim, o método é comumente empregado para revestimento de peças em aço ferramenta, pois os riscos de alteração dimensional e de queda na dureza são minimizados [13].

2.1.2 Tipos de processos PVD

2.1.2.1 Processo de *sputtering* (impacto de íons)

O *sputtering* é um fenômeno de “arrancamento” atômico pelo impacto de íons. A Figura 1 esquematiza um exemplo desse processo, onde se observa a existência de um catodo e um anodo alocados dentro de uma câmara de vácuo. Neste caso, o eletrodo superior é o catodo, que se torna o alvo para o impacto dos íons, e o substrato a ser revestido localiza-se no eletrodo inferior, que é o anodo [14].

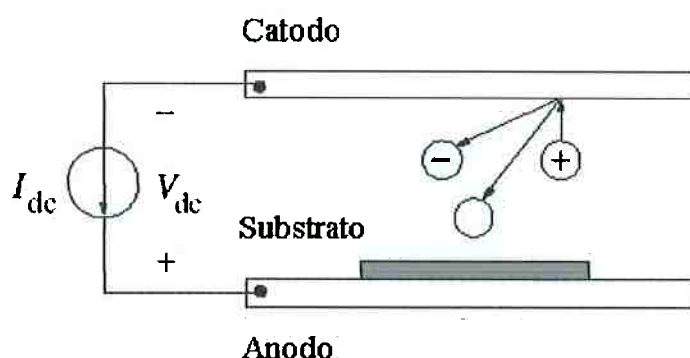


Figura 1. Exemplo de um esquema sputtering, onde o substrato é o anodo e o alvo é o catodo [14].

Gases (geralmente Argônio) são injetados na câmara de maneira controlada, para a formação do plasma, que serve como agente físico na produção dos íons energéticos em torno do alvo (catodo), feito de um dos elementos que se deseja depositar.

Quando os íons positivos bombardeiam o catodo (alvo) negativo, ocorre o fenômeno *sputtering* (arrancamento) de partículas neutras. Ao mesmo tempo elétrons energéticos secundários são igualmente arrancados e sua colisão com átomos de argônio tem a função de manter o plasma [14, 15] (Figura 2). Como essa ionização do Argônio se processa por colisões com elétrons dentro da câmara, é possível aumentar a eficiência do processo confinando-se os elétrons perto da superfície do alvo, por meio de um campo magnético. Nesse caso, a técnica passa a ser designada *magnetron sputtering* (processo de “arrancar” átomos com ímãs), (Figura 3).

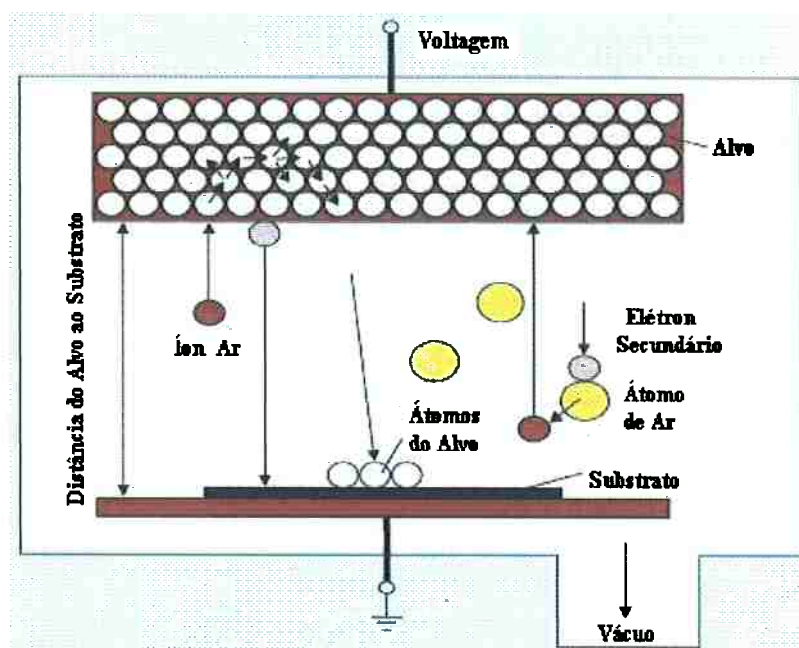


Figura 2. Diagrama do processo sputtering [16].

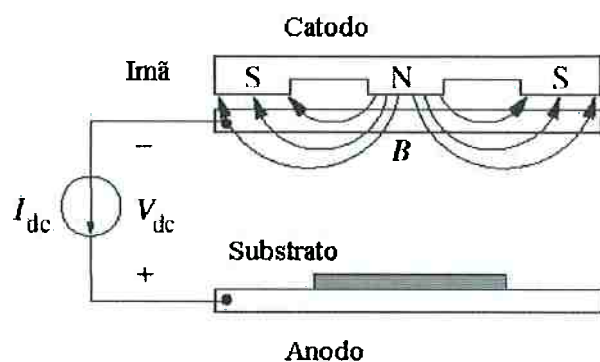


Figura 3. Esquema de magnetron sputtering. Um ímã é alocado atrás do cátodo. O campo magnético B confina os elétrons energéticos próximo ao cátodo [14].

A deposição por *magnetron sputtering* é utilizada desde 1852 [7], e algumas limitações do processo são: baixas taxas de deposição, e baixa eficiência de ionização do plasma. Essas limitações minimizaram-se quando foi desenvolvido o *unbalanced magnetron sputtering* (processo de “arrancar” átomos com ímãs desbalanceados) [15].

A diferença entre os processos balanceado e desbalanceado está na configuração do campo magnético, que pode ser gerado por ímãs permanentes ou eletroímãs [9]. A Figura 4 mostra exemplos das configurações dos ímãs. O campo magnético na configuração balanceada é concentrado em regiões próximas à superfície do alvo, enquanto que, na desbalanceada, parte do campo magnético é direcionado para o substrato, criando um caminho onde o plasma pode alcançar a amostra a ser revestida. Com isso, aumenta-se o bombardeamento de íons no substrato, o que resulta em um revestimento com ótima adesão e densidade. Porém, a amostra que está sendo revestida é mais aquecida pelo aumento no número de partículas que o atingem [15, 17].

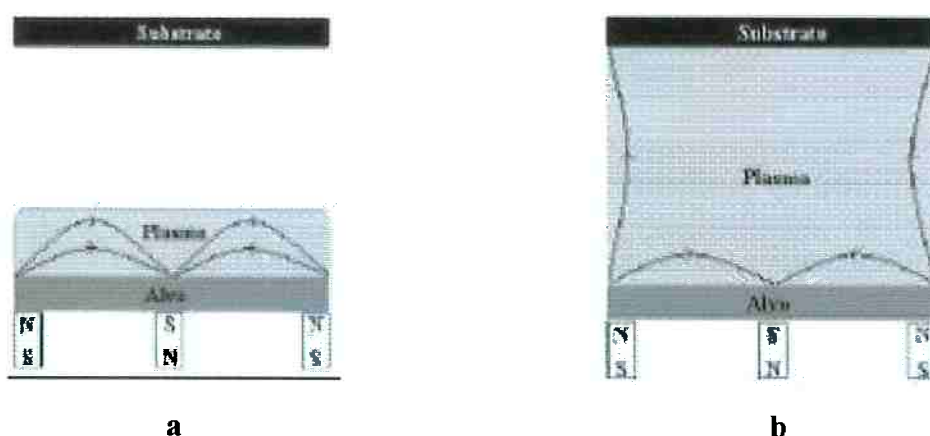


Figura 4. Configurações para campos magnéticos em “magnetron sputtering” a) ímãs balanceados; b) ímãs desbalanceados [15].

2.1.2.2 Processo de evaporação

A evaporação é um processo de deposição por *PVD* onde o material a ser depositado (alvo) é aquecido até o ponto de ser evaporado termicamente em um ambiente a vácuo, sendo posteriormente depositado no substrato e nas paredes da câmara de deposição [18]. O processo de evaporação caracteriza-se pela baixa energia dos átomos incidentes no substrato e o aquecimento que é gerado no mesmo provém do calor de condensação do filme. Logo, é um processo menos agressivo e, por essa razão, permite maior taxa de deposição sem causar danos à superfície do substrato.

Tipicamente, existem três tipos de deposição por evaporação, que se diferenciam pelo método de aquecimento [18]. Os aquecimentos podem ser: resistivo, por feixes de elétrons e indutivo.

No aquecimento resistivo, o material a ser depositado (alvo), é colocado em uma barquinha metálica ou suspenso por um filamento de tungstênio. A passagem de uma corrente no suporte resulta no aquecimento do mesmo, por efeito *Joule*, fundindo, assim, o material que formará o filme [18].

No aquecimento por feixe de elétrons, o material a ser depositado (alvo), é colocado em um cadinho resfriado. O material é aquecido por um feixe de elétrons focalizado sobre o alvo com alta energia (5 a 30 *keV*). O feixe é originado em um anodo e direcionado de maneira controlada sobre o alvo por um campo magnético, bombardeando, assim, somente o material que será evaporado [18].

No aquecimento indutivo, o material a ser depositado (alvo) é geralmente colocado em um cadinho de nitreto de boro, que é normalmente envolto por uma bobina resfriada, à qual se aplica um sinal de rádio frequência (*rf*) [18].

2.1.2.3 Deposição a arco catódico

Na deposição por arco catódico, íons do material a ser depositado (alvo) são evaporados graças a um arco voltaico de alta amperagem, que é gerado entre um anodo e um catodo (alvo). Os íons gerados pelo arco são focalizados por um campo magnético, sendo acelerados em direção ao substrato por uma diferença de potencial entre a câmara e a peça que receberá o recobrimento [19].

2.1.3 Influência dos parâmetros de deposição na microestrutura do filme

Quando se pretende depositar um filme fino, deve-se fazer a escolha de alguns parâmetros de deposição, que determinam a estrutura do revestimento e, conseqüentemente, influenciam as propriedades finais dos mesmos. Além do próprio

tipo de processo, podem ser variados, entre outros parâmetros: a temperatura de deposição, a pressão, e a voltagem negativa aplicada ao substrato (*bias*).

A energia dos átomos ejetados da superfície do alvo (Tabela 1) é um dos parâmetros mais significativos para a formação da microestrutura do filme. A energia dos átomos afeta diretamente a densidade, as tensões residuais, a aderência, a condutividade e os defeitos cristalinos dos filmes [9].

Outros parâmetros também exercem influência na morfologia e microestrutura do revestimento. A polarização, ou seja, a aplicação de voltagem negativa (*bias*) no substrato é uma das maneiras de alterar a energia dos íons dentro da câmara de deposição, alterando o bombardeamento do filme durante o seu crescimento. Essa alteração ocorre porque a tensão negativa atrai os íons positivos que escapam da região de descarga [9]. Mudanças no bombardeamento iônico geralmente resultam em mudanças de natureza física e química dos filmes e, conseqüentemente, influem na formação das tensões residuais.

No trabalho feito por *Mounier e Pauleau* [20], que utilizaram filmes de carbono depositados em substratos de silício por *magnetron sputtering* convencional e por *unbalanced magnetron sputtering*, verificou-se que o fluxo de íons crescia rapidamente com a variação do *bias* de 0 a 40 e 50 V. O estudo de *Carrasco et.al.* [21], feito em filmes de nitreto de titânio, também depositados por *magnetron sputtering*, em um substrato de uma liga de cobre (3% *Ti* – 1% *Cr*), também apresentou aumento no fluxo de íons com o aumento desse parâmetro, ocasionando a geração de altas tensões compressivas no filme.

2.1.3.1 Modelo de *Thorton* e os parâmetros de deposição

O modelo de *Thorton* (Figura 5) é um diagrama simplificado, representado pelo modelo de zonas estruturais (*MZEs*), que relaciona a microestrutura do filme com parâmetros de deposição. Na Figura 5, T é a temperatura absoluta da amostra e T_m é

a temperatura absoluta de fusão do filme. Geralmente, utiliza-se o diagrama de *Thorton* como auxílio na escolha dos parâmetros de deposição, focando a microestrutura desejada [22].

Em cada uma das zonas tem-se:

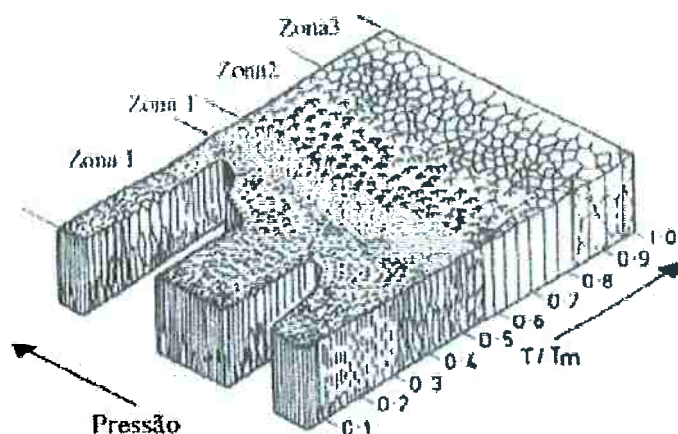


Figura 5. Diagrama de *Thorton*, modelo de zonas e estruturas (MZE) [22].

Zona I ($T/T_m < 0,1$)

Essa região é caracterizada por grãos colunares e há uma grande quantidade de vazios entre as colunas. Esse tipo de estrutura é observado mesmo em filmes depositados com valores mais altos de T/T_m , dependendo da pressão de Argônio que for utilizada no processo. Porém, como a temperatura nesse intervalo é em geral pequena, a mobilidade dos átomos que chegam ao substrato também é pequena, o que contribui para que essa estrutura possua propriedades mecânicas ruins, pois não há temperatura suficiente para proporcionar grande movimentação dos átomos chegando ao substrato, o que igualmente prejudica a aderência [22].

Zona T - Transição ($0,1 < T/T_m < 0,5$)

Essa é uma zona de transição entre a zona I e a zona II. Nesse caso, a mobilidade dos átomos que chegam ao substrato é suficiente para formar uma estrutura densa. Filmes com estrutura característica de zona T geralmente apresentam excelentes propriedades mecânicas, elétricas e ópticas [22].

Zona II ($0,45 < T/T_m < 0,75$)

Nesse intervalo, existe uma considerável mobilidade superficial dos átomos que chegam ao substrato. Logo, o movimento dos contornos de grão e os processos de recristalização se tornam mais viáveis. É uma zona caracterizada por colunas que possuem uma elevada tendência de acabarem sob formas poligonais na superfície, sendo razoavelmente densas [22].

Zona III ($0,75 < T/T_m < 1$)

Por ocorrer em altas temperaturas, essa zona é marcada por alta mobilidade superficial e volumétrica dos átomos que chegam ao substrato. Os grãos resultantes são grandes, epitaxiais ou colunares, dependendo da estrutura cristalina do filme e da tensão desenvolvida no processo de deposição [22].

2.2 Tensões residuais

Mura [23] define tensão residual como “tensões internas existentes num material não submetido a forças externas”. Todos os revestimentos depositados a vácuo possuem tensão residual [22].

Existem três tipos de tensões residuais, classificadas em função do volume de material envolvido na interação [24]: (i) Tensões macroscópicas, que são distribuídas sobre toda área macroscópica do material, (ii) tensões microscópicas I, que são distribuídas sobre áreas microscópicas do material, tais como um grão, ou ao redor de um precipitado, e por fim, (iii) tensões microscópicas II, que são distribuídas em torno de defeitos cristalinos, tais como, discordâncias e lacunas [24]. O primeiro caso é em geral o mais importante do ponto de vista da engenharia [25]. Os itens que seguem apresentam características de como tensões residuais podem se desenvolver em filmes finos.

2.2.1 Tensões epitaxiais

A epitaxia em filmes finos surge quando um filme cresce com sua estrutura cristalina correlacionada com a do substrato. As tensões epitaxiais são geradas quando o filme tenta ajustar sua estrutura à do substrato, como mostra a Figura 6. *Oettel e Wiedemann* [10] afirmam que as características desse tipo de tensão não são bem entendidas, mas podem ser desprezadas em filmes da ordem de micrometros, por possuírem magnitude pequena, ou por serem relaxadas por discordâncias [26]. Na realidade, o fenômeno de epitaxia ocorre nas primeiras camadas de átomos depositados e por essa razão não afetam significativamente a estrutura de revestimentos da ordem de micrometros.

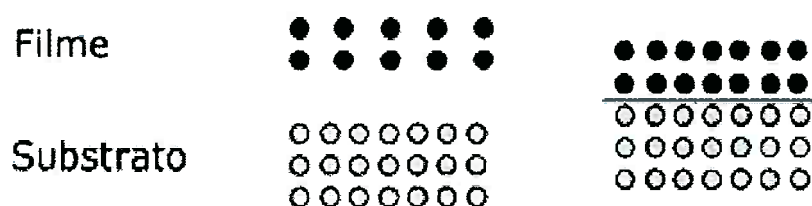


Figura 6. Esquema do fenômeno epitaxia, o filme tenta ajustar sua estrutura cristalina à do substrato.

2.2.2 Tensões térmicas

As tensões térmicas são geradas durante o resfriamento do conjunto filme/substrato, após a deposição do filme fino. Este tipo de tensão residual ocorre por haver uma diferença entre os coeficientes de dilatação térmica do filme e do substrato [27]. Devido a essa diferença, e à existência de uma interface entre o filme e o substrato, nota-se o surgimento de uma deformação biaxial ε , de tensão biaxial com sinais opostos no filme e no substrato. A Figura 7 [28] apresenta um esquema unidirecional da geração desses estados de tensões.

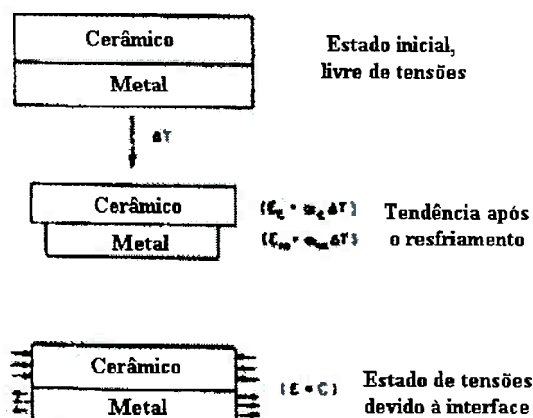


Figura 7. Esquema de tensão térmica atuando no conjunto amostra/filme fino ao longo do resfriamento do conjunto [28].

Se não houver deformação plástica no conjunto durante a variação de temperatura, podemos concluir que a tensão térmica será diretamente proporcional à deformação elástica ε_e , dada pela lei de *Hooke*, para materiais isotrópicos, conforme a Equação (1) [27].

$$\sigma_{th} = [E_f / (1 - \nu_f)] * \varepsilon_e = [E_f / (1 - \nu_f)] * (\alpha_s - \alpha_f) * (T_r - T_s) \quad (1)$$

Na Equação 1, E_f é o módulo de *Young* do filme, ν_f é o coeficiente de *Poisson* do filme, α_s e α_f são os coeficientes de dilatação térmica do substrato e filme, respectivamente, T_s é a temperatura de deposição e T_r a temperatura na medição. O valor positivo da tensão térmica σ_{th} corresponde a uma tensão de tração [27].

2.2.3 Tensões intrínsecas

Tensões intrínsecas podem ser definidas como tensões que surgem durante a deposição do revestimento [22].

Segundo *Pauleau* [27], a magnitude das tensões intrínsecas em filmes finos depositados por *PVD* está relacionada com o momento normalizado (Pn), que é a

energia de impacto, ou seja, a energia cinética total das partículas colidindo com a superfície do filme por átomo condensado e incorporado ao filme.

Para filmes depositados a baixas temperaturas, a relação entre as tensões intrínsecas e o momento normalizado, pode ser representada por uma curva ideal (Figura 8), dividida em três zonas [27].

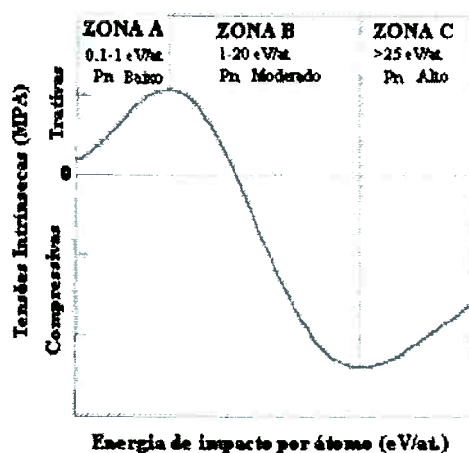


Figura 8. Tensão Intrínseca em filmes finos em função do Momento Normalizado P_n (energia cinética total das partículas que atingem o substrato durante o crescimento do filme) [27].

2.2.3.1 Tensões intrínsecas compressivas

As tensões intrínsecas compressivas representam o fator mais relevante de tensões residuais em filmes depositados por *PVD*, podendo chegar a valores maiores do que 5 *GPa* [10], ao passo que as tensões térmicas em geral não ultrapassam 1 *GPa* [10].

Quando as tensões compressivas são excessivas, alguns efeitos são observados no conjunto filme / substrato, sendo as falhas adesivas (Figura 9) o principal deles. Adicionalmente, dependendo do valor destas tensões, pode haver a flambagem do revestimento, como mostrado na Figura 10.

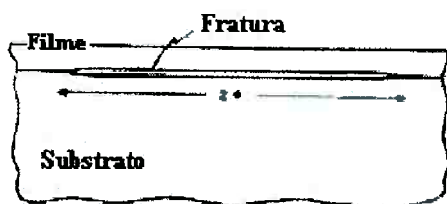


Figura 9. Falha na adesão do filme ao substrato, devido a altas tensões compressivas [29].

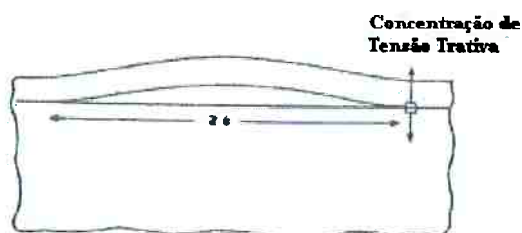


Figura 10. Flambagem do revestimento, devido à alta tensão residual compressivas [29].

Entretanto, deve-se entender que a existência de tensões residuais compressivas não é sempre prejudicial. O modelo proposto por *Gunnars e Alahelisten* [30], dá idéia de que estas tensões podem ser benéficas até um determinado valor. Os autores [30] sugerem que o desgaste de revestimentos submetidos a tensões compressivas ocorre progressivamente ao longo das etapas I, II e III, indicadas na Figura 11 [30]. Na etapa I, a existência de asperezas na superfície leva à concentração de tensões e ao aparecimento de trincas superficiais que tendem a se propagar. Porém, quando a trinca inicia sua propagação, encontra regiões submetidas a tensões de compressão, que tendem a redirecionar a propagação para uma direção paralela à superfície (etapa II). Como resultado, a propagação de trincas paralelas à superfície provoca o aparecimento de superfícies cada vez mais livres de asperezas e que, portanto, devido à diminuição dos fatores concentrados de tensão, apresentam menor probabilidade de nucleação de novas trincas.

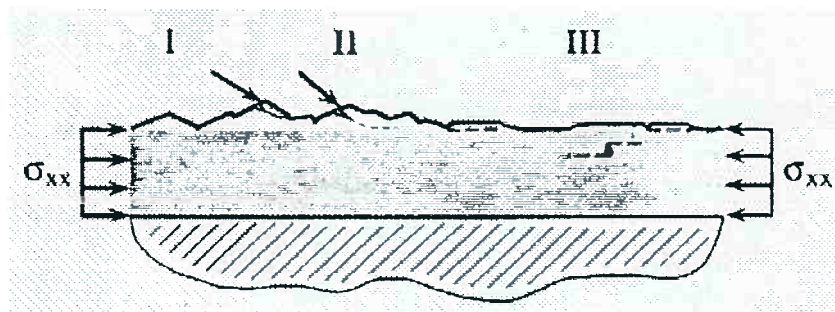


Figura 11. Evolução do desgaste de revestimentos frágeis submetidos a tensões residuais compressivas, de acordo com o modelo proposto por Gunnars e Alahelisten. [30].

Os parágrafos seguintes citarão modelos que explicam a origem das tensões compressivas em filmes finos. Porém, é importante ressaltar que essa questão ainda não é completamente entendida [20].

Segundo *Windischmann*, [31] as tensões compressivas em filmes produzidos por um processo de deposição energético, tal como o *PVD*, crescem linearmente com a raiz quadrada da energia de íon. Contudo, estudos realizados por *Mounier e Pauleau* [20] comprovam que esse fato só ocorre até um certo valor de energia de íon, após o qual as tensões tendem a ficar constantes e até mesmo a decrescer.

Um dos modelos propostos na literatura para explicar esse fenômeno é o modelo de *Davis* [32], que explica de forma qualitativa o comportamento desse tipo de tensão.

As tensões compressivas surgem pelos processos de bombardeamento atômico (*atomic peening*) e implantação por colisão (*knock on implantation*) quando o filme em crescimento é bombardeado por átomos ou íons com energia de dezenas ou centenas de eV. Os íons energéticos transferem energia suficiente para fazerem os átomos do filme serem incorporados em locais abaixo da superfície do mesmo, encontrando volumes atômicos menores do que o usual, ou seja, ficando em posição metaestável [32], conforme mostra a Figura 12. Desta forma os átomos “aprisionados” causam tensões compressivas microscópicas [32].

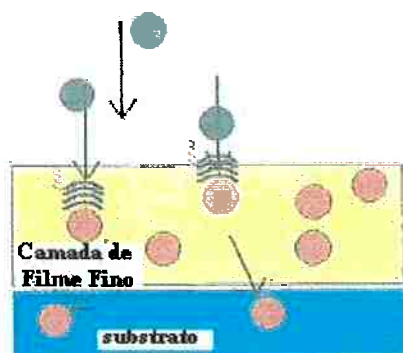


Figura 12. Esquema do processo de implantação por colisão – “knock on implantation” [33].

O modelo de *Davis* [32] igualmente explica os resultados que contradizem a formulação de *Windischmann* [31]. O fato das tensões terem sido observadas decrescendo com a energia de íon crescente, se explica por causa dos picos térmicos (*thermal spikes*) que excitam os átomos implantados e os fazem migrar, promovendo assim a relaxação dessas tensões. O Modelo de *Davis* [32] foi confirmado com o estudo feito por *Mounier e Pauleau* [20], que analisaram a origem das tensões residuais intrínsecas.

2.2.4 Relação entre o parâmetro T/T_m e as tensões

O parâmetro T/T_m , onde T (K) é a temperatura absoluta do substrato durante a deposição e T_m (K) é a temperatura absoluta do ponto de fusão do revestimento, é particularmente importante na classificação quanto a preponderância das tensões térmicas e intrínsecas em diferentes materiais.

Quando tem-se materiais dúcteis com baixo ponto de fusão, o processo de deposição comumente fornece um valor alto para a relação T/T_m . Nessas condições, a difusão se torna relativamente importante com o aumento de T/T_m , relaxando as tensões intrínsecas e prevenindo seu acúmulo. Porém, em materiais com alto ponto de fusão, que envolvem um T/T_m relativamente baixo, as tensões intrínsecas podem se acumular e se sobrepor a todas as tensões térmicas.

A Figura 13 apresenta uma análise qualitativa da evolução das tensões térmicas e tensões intrínsecas em função da razão T/T_m . Na figura, podemos observar que quando o valor da razão T/T_m é pequeno, ou seja, quando a temperatura de fusão do filme é alta, as tensões do tipo intrínsecas são preponderantes sobre as tensões térmicas.

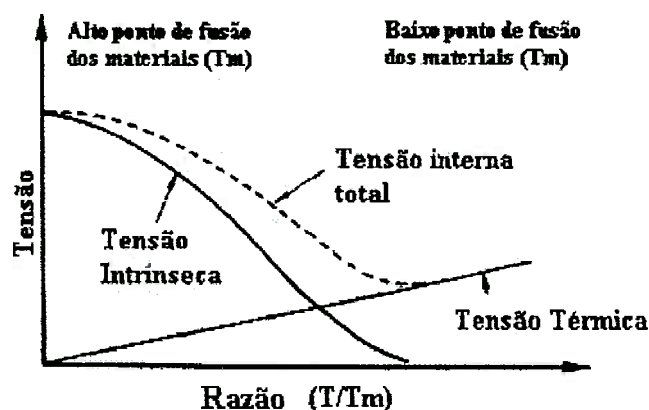


Figura 13. Representação qualitativa das tensões térmicas e intrínsecas como função do parâmetro T/T_m [22].

2.3 Técnicas para medida das tensões residuais em filmes

Existem várias técnicas para medir tensão residual, entre elas pode-se citar: (i) difração por raios-X [5, 25]; (ii) espectroscopia de *Raman* [34]; (iii) métodos baseados na curvatura de uma amostra revestida [5]; (iv) extensimetria (método do furo) [5]; (v) indentação instrumentada [4];

Nos parágrafos que seguem serão abordados dois dos métodos, difração por raios-X e indentação instrumentada.

2.3.1 Difração por raios-X

Há mais de 60 anos, o método de difração por raios-X mostra-se bastante eficiente para caracterização de filmes finos cristalinos [7]. Esse método tem a vantagem de ser um ensaio não destrutivo e de fornecer dados sobre as fases presentes no material, a

proporção relativa dessas fases, a orientação cristalina preferencial, as tensões residuais e micro-deformações [21].

O método de difração baseia-se na lei de *Bragg*. Quando um feixe de raios-X, de comprimento de onda conhecido, é incidido sobre o material ensaiado, a difração (interferência construtiva) ocorrerá para alguns ângulos de incidência (θ), relacionados a alguns espaçamentos interplanares (d) do reticulado cristalino do material. Se o material possuir tensões residuais, essas irão gerar uma alteração nas distâncias interplanares dos planos cristalinos (d), de forma que é possível determinar o valor das tensões através da difração por raios-X. A Figura 14 apresenta um exemplo de difração quando a mesma é feita de maneira dita convencional. Nessa situação, existe um movimento coordenado, tal que o ângulo onde o detector está localizado (2θ) é sempre duas vezes o ângulo de incidência (θ). A Figura 14 mostra que, nesse caso, a difração é detectada somente para famílias de planos que são paralelos à superfície das amostras. Denominando-se *psi* (Ψ) o ângulo formado pela normal da superfície da amostra e a normal do plano *hkl* difratante, na configuração convencional, Ψ é sempre igual a zero.

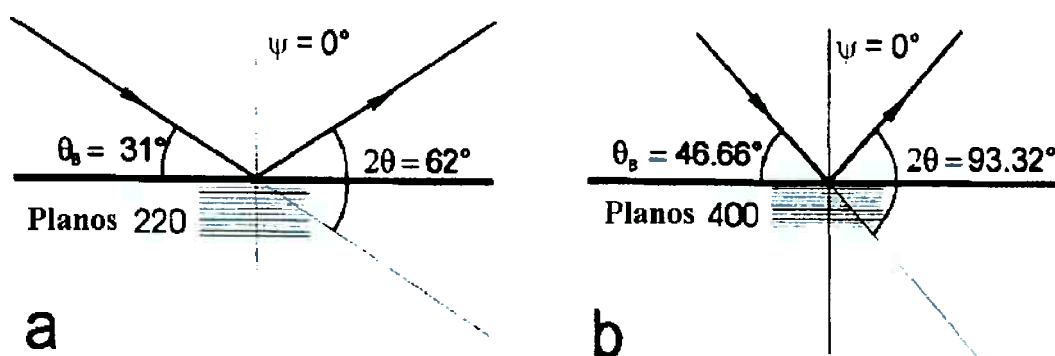


Figura 14. Análise convencional de raios-x para amostra feita de nitreto de titânio. a) difração feita no plano *hkl* 220. b) difração feita no plano *hkl* 400 [26].

Se a amostra for girada, como indica a Figura 15, o ângulo θ é alterado e a difração é detectada para planos que têm normal inclinada de um ângulo ψ (Ψ) em relação à normal da amostra. A medida de tensões residuais, nesse caso, é feita medindo-se o valor de d de uma mesma família de planos, para diferentes ângulos Ψ , motivo pelo qual essa técnica de difração é designada método $\text{sen}^2 \Psi$.

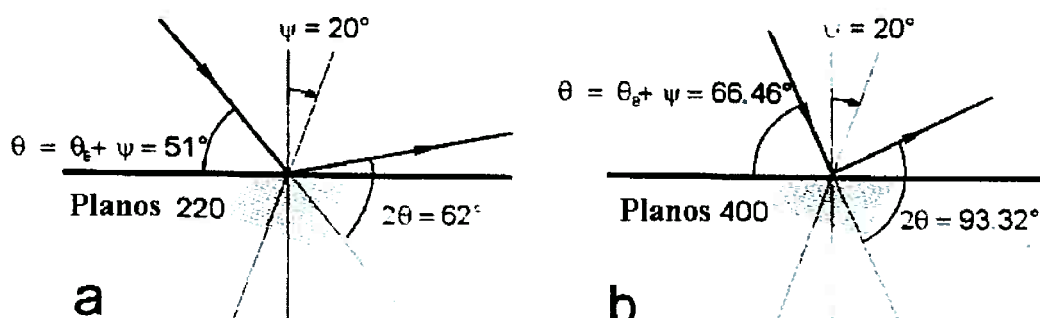


Figura 15. Método $\text{sen}^2 \Psi$ aplicado para amostra feita de nitrato de titânio. a) difração feita no plano hkl 220. b) difração feita no plano hkl 400 [26].

Em geral, para filmes finos com espessura da ordem de micrometros, tem-se utilizado incidência rasante ou método do ângulo rasante [25]. Nesse caso, um ângulo θ , pequeno e constante, é escolhido para a redução da profundidade de penetração dos raios-X nas amostras, minimizando os efeitos do substrato nas medições [21].

A Figura 16 mostra um exemplo da incidência rasante. Nesse caso, a amostra e o ângulo θ são fixos e o detector (2θ) é que se move, registrando picos de difração correspondentes a diferentes planos hkl [21].

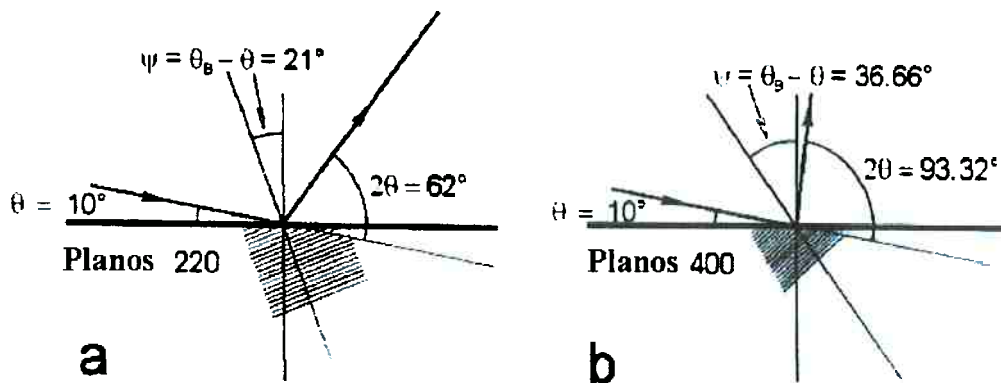


Figura 16. Método de incidência rasante aplicado para amostra feita de nitreto de titânio [26].

Para uma dada posição 2θ do pico de difração correspondente a um plano difratante hkl , o ângulo psi (Ψ) é dado pela Equação 2, onde, θ_B é o ângulo de Bragg da configuração convencional [21].

$$\psi = \theta_B - \theta \quad (2)$$

Assim como na Figura 15, fazendo-se várias análises com diferentes psi (Ψ), pode-se plotar uma reta do parâmetro de rede a em função dos valores de $\sin^2 \Psi$, de forma que a tensão residual é proporcional ao coeficiente linear desta reta. As Equações (3) e (4), utilizadas conjuntamente, fornecem a reta para o cálculo da tensão residual σ [35].

$$a = a_0(\sigma f(\psi) + 1) \quad (3)$$

$$f(\psi) = \frac{1}{2} S_2^{hkl} \sin^2 \psi + 2S_1^{hkl} \quad (4)$$

Na Equação 3, a_0 é o parâmetro de rede na direção onde a tensão é nula, ou seja, considerando-se um estado de tensões biaxiais (plano paralelo à superfície do filme)

para $\psi (\Psi) = 0$. As constantes elásticas $2S_1$ e $\frac{1}{2} S_2$ do *TiN*, para diferentes planos *hkl*, estão apresentadas na Tabela 2 [35].

Tabela 2. Constantes elásticas para o TiN [35]

<i>Planos hkl</i>	$2S_1$ (TPa ⁻¹)	$\frac{1}{2} S_2$ (TPa ⁻¹)
<111> <222>	-1,06	2,06
<200> <400>	-0,68	1,52
<220>	-0,96	1,92
<311>	-0,86	1,77

2.3.2 Indentação instrumentada

O ensaio de indentação instrumentada consiste em fazer indentações em um material, com penetrador de geometria conhecida, aplicando-se uma força conhecida, ou ainda, por meio do controle de uma determinada profundidade de penetração [36].

Um resultado típico desse tipo de ensaio são curvas como a esquematizada na Figura 17, onde $P_{máx}$ corresponde à máxima força de ensaio, $h_{máx}$ à profundidade obtida com a força máxima, h_f à profundidade final, que é a profundidade de indentação após o descarregamento, h_c a profundidade de contato entre o penetrador e amostra e $S = dP / dh$ é a rigidez de contato [37, 38]. Os três primeiros parâmetros são obtidos diretamente das curvas e os valores de profundidade de contato (h_c) e rigidez de contato (S) são obtidos de forma analítica, conforme descrito nos próximos itens.

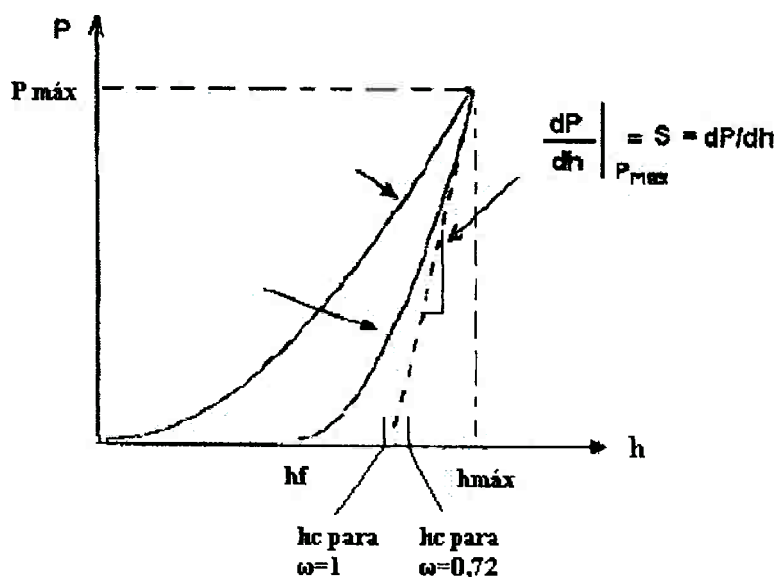


Figura 17. Curva característica do ensaio de indentação [39]

Essas curvas possibilitam o cálculo de propriedades mecânicas do material ensaiado, tais como a dureza e o módulo de elasticidade [37, 39, 40, 41]. Utilizando esse método em revestimentos, tem-se a vantagem de evitar sua remoção, já que, dependendo da força aplicada, os efeitos do substrato podem ser minimizados [36].

Os cuidados necessários para a realização desse tipo de ensaio, conforme a norma *ISO/FDIS 14577-1* [42], estão descritos no Anexo A.

2.3.2.1 – Fundamentos teóricos para o cálculo da área de contato (A_c), módulo de elasticidade (E) e dureza (H) pela técnica da indentação.

Em geral, quando os ensaios de indentação instrumentada são realizados com penetradores do tipo *Vickers* (pirâmide de base quadrada) ou *Berkovich* (pirâmide de base triangular), a metodologia de análise de dados utilizada é a de *Oliver e Pharr* [41], que teve suas origens no trabalho de *Doerner e Nix* [43]. Esses métodos são aceitos pela norma *ISO/FDIS 14577-1* [42] para a análise das curvas de penetração.

A metodologia de *Oliver e Pharr* [41, 44] é uma análise com fácil aplicação, desenvolvida para materiais isotrópicos que: (i) não apresentam deformação

dependente do tempo, e (ii) não apresentem significativamente o fenômeno *pile-up* (empilhamento), representado na Figura 18 [44]. A metodologia é bem descrita quando existe o fenômeno *sink-in* (afundamento) (Figura 18), pois este em geral ocorre quando o contato é elástico [44].

Quando o fenômeno *pile-up* é significativo, a área de contato é maior do que a prevista na teoria do contato elástico (a teoria de contato elástico será apresentada posteriormente no item 2.3.2.1.5), e desse modo subestima a dureza e o módulo de elasticidade que são calculado a partir da área [44]. Desta maneira, a aplicação da técnica mostra-se satisfatória para a maioria dos materiais cerâmicos, metais com elevada dureza e metais encruados de dureza relativamente baixa [41, 44].

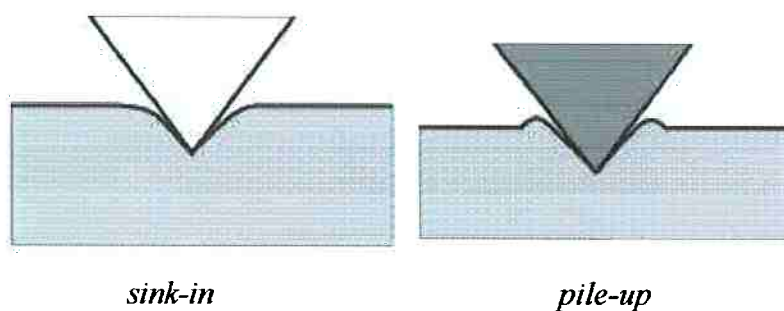


Figura 18. Esquema representativo dos fenômenos *sink in* e *pile-up* [34].

2.3.2.1.1 Cálculo da área de contato

A medida da área de contato é o principal parâmetro para calcular as propriedades mecânicas de um material pela técnica de indentação. Porém, esses valores são fortemente afetados pela morfologia de indentação, incluindo os fenômenos *pile-up* (empilhamento) e *sink-in* (afundamento) [35]. A Figura 19 mostra uma comparação entre o perímetro de contato ideal, e os perímetros que sofreram a influência desses fenômenos [45].

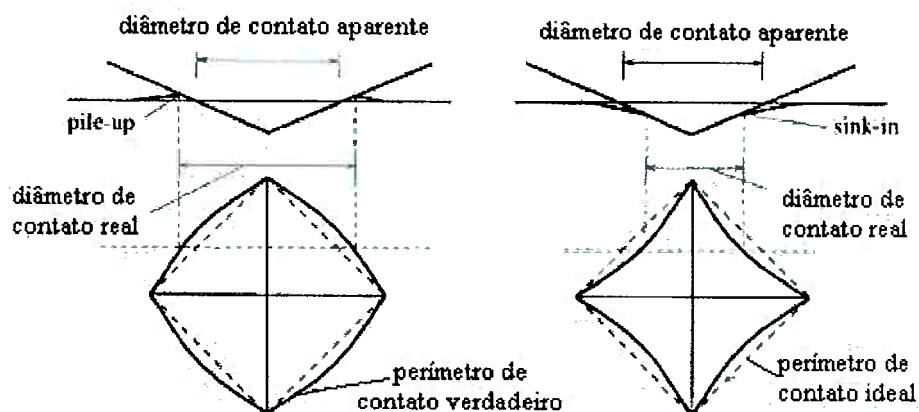


Figura 19. Esquema dos efeitos *sink-in* e *pile-up* no perímetro de contato da indentação[50].

Os fenômenos de *sink-in* e *pile-up* dependem: (i) do coeficiente de encruamento ($n = d\sigma / d\varepsilon$), que afeta a resposta da indentação e o formato da zona plástica na superfície indentada [44] e (ii) da razão entre a tensão de escoamento e módulo de elasticidade (σ_y/E) [44].

Estudos com elementos finitos demonstraram que materiais com um valor significativo do coeficiente de encruamento tendem a apresentar o fenômeno *sink-in*, enquanto o fenômeno *pile-up* começa a ser significativo quando $n = d\sigma / d\varepsilon$ tende a zero [34].

Segundo *Xu* e *Rowcliffe* [46 apud 35], materiais com coeficiente de encruamento maior que 0,3 ($n > 0,3$) não apresentam o fenômeno de *pile-up*. No trabalho de *Cheng* e *Cheng* [47], foi encontrado o fenômeno *sink-in* para todo $n > 0$, quando a razão entre a tensão de escoamento e módulo de elasticidade (σ_y/E) foi elevada. Quando essa razão (σ_y/E) for baixa, pode ocorrer tanto *sink-in* quanto *pile-up*, dependendo do valor de n [39, 47].

Infelizmente, na maioria dos casos a razão σ_y/E não é conhecida para o material em estudo. Esse fato não torna possível a análise qualitativa descrita acima, que indica a tendência do material em apresentar os fenômenos *pile-up* ou *sink-in* [44].

Entretanto, simulações com elementos finitos mostraram que existe uma grande relação entre σ_y/E e a razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ (profundidade final e profundidade máxima de penetração), o que facilita as análises, já que esses parâmetros são obtidos diretamente do ensaio de indentação [44]. Valores baixos na razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ significam que o material possui uma porção elástica maior do que a porção plástica na deformação total. Quando os valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$ forem elevados o oposto acontece, ou seja, o material possui maior porção plástica do que elástica na deformação total [35]. *Suresh e Giannakopoulos* [45] indicaram que quando a razão entre a profundidade residual e a profundidade de indentação máxima ($h_f/h_{m\acute{a}x}$) for maior do que 0,875, é esperado que ocorra o fenômeno *pile-up* [45]. *Xu e Rowcliffe* [46 apud 35] propuseram um valor aproximado para a ocorrência de *pile-up*, que deveria acontecer quando essa relação ($h_f/h_{m\acute{a}x}$) fosse maior do que 0,88. Porém *Pintaúde et al.* [35], encontraram o fenômeno *pile-up* para aço *AISI 52100* temperado e revenido a diferentes temperaturas com a razão $h_f/h_{m\acute{a}x} = 0,8$.

De fato, *Pharr* [44] recomenda não calcular a área de contato através da indentação quando a relação $h_f/h_{m\acute{a}x} > 0,7$, e sim utilizar o cálculo da área de contato (A_c) por imagem. No entanto, se a razão $h_f/h_{m\acute{a}x} < 0,7$ o *pile-up* é mínimo, e pode ser insignificante dependendo do coeficiente de encruamento. Desta forma, a área de contato (A_c) calculada pela metodologia de *Oliver e Pharr* [39, 44] pode ser utilizada. Geralmente, são observados valores menores do que 0,7 para materiais cerâmicos e metais de elevada dureza [44].

Deve-se levar em conta, também, a rugosidade do material ensaiado, pois essa variável pode afetar a área de contato (A_c) [44]. Quanto menores forem as profundidades de penetração, maior é a possibilidade de dispersão das medidas. Quando a rugosidade é suficientemente elevada, e a profundidade de penetração não supera as alturas entre picos e vales de rugosidade, existe a possibilidade da área de contato ser superestimada ou subestimada, dependendo de onde ocorrer a penetração. Se a indentação for feita em vales a área de contato pode ser superestimada e se for feita em picos ocorre o contrário, subestima-se a área de contato real.

2.3.2.1.2 Cálculo da área de contato ideal

A área de contato ideal pode ser considerada como uma primeira aproximação para cálculo das propriedades mecânicas, quando tem-se profundidades de penetração maiores do que $6 \mu m$ [42].

A área de contato ideal é a área projetada obtida quando considera-se o equipamento possua um indentador ideal, ou seja, sem imperfeição no penetrador. Para penetradores *Vickers* e *Berkovich*, a área de contato ideal (A_{ci}) é dada pela Equação 5.

$$A_{ci} = 24,5 \cdot h_c^2 \quad (5)$$

Para obter o valor da área de contato ideal (A_{ci}), deve-se determinar a profundidade de contato (h_c). Quando o contato é elástico, a profundidade de penetração (h_c) é menor do que ($h_{máx}$), como mostram as Figuras 20 e 21. Portanto com base nessas figuras, pode-se escrever:

$$h_c = h_{máx} - h_s \quad (6)$$

onde,

$h_{máx}$ = máxima profundidade de penetração

a = semi –diagonal residual projetada na superfície

h_f = profundidade residual ou final

h_c = profundidade de contato ou profundidade plástica

h_s = profundidade de deflexão da superfície ao redor do perímetro de contato penetrador / superfície da amostra

e o valor de h_s depende da geometria do penetrador [39]. Logo, sabendo-se h_s , fica fácil determinar h_c .

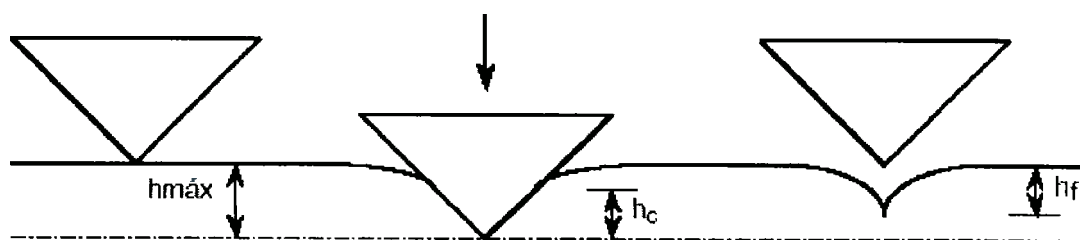


Figura 20. Perfis da superfície antes, durante e após as indentações [39].

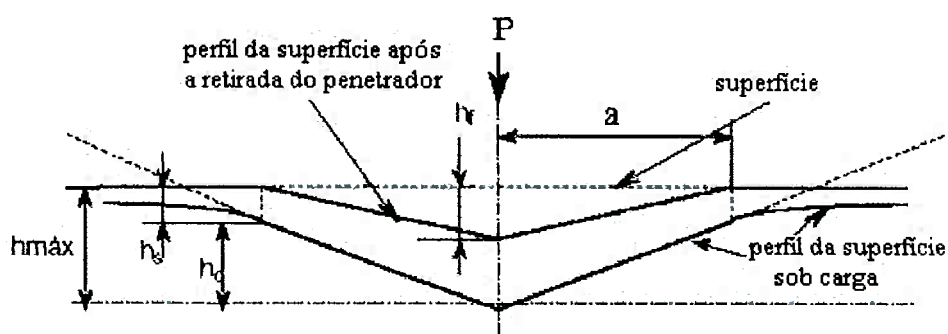


Figura 21. Principais parâmetros geométricos utilizados nas análises das curvas de indentação [39].

Partindo-se da premissa de que no descarregamento a variação de $h_{máx}$ para h_f é elástica, a solução de *Sneddon* [48] para penetradores cônicos mostra que a profundidade do perímetro de contato em relação á superfície é dada pela Equação 7. Neste caso, a força (P) se relaciona com a profundidade elástica de acordo com a Equação 8.

$$h_s = \left(\frac{\pi - 2}{\pi} \right) (h - h_f) \quad (7)$$

$$(h - h_f) = 2 \frac{P}{S} \quad (8)$$

onde, S é a rigidez de contato, cujo procedimento analítico de cálculo será descrito no decorrer deste item.

Substituindo a Equação 7 na Equação 8 e fazendo $P=P_{m\acute{a}x}$ obtém-se as relações mostradas na Equação 9.

$$h_s = \left[\frac{2(\pi - 2)}{\pi} \right] \frac{P_{m\acute{a}x}}{S} \quad \text{ou}$$

$$h_s = \omega \frac{P_{m\acute{a}x}}{S} \quad (9)$$

onde,

ω é uma constante que depende da geometria do penetrador, sendo:

$\omega = 0,7268$ para penetradores cônicos [49]

$\omega = 0,75$ para qualquer parabolóide de revolução [49]

$\omega = 1,00$ para penetradores de base circular [49]

Então, substituindo-se a equação 9 em 6 tem-se que:

$$h_c = h_{m\acute{a}x} - \omega \frac{P_{m\acute{a}x}}{S} \quad (10)$$

Deve-se notar que a Equação 10 não leva em conta o fenômeno *pile-up*, pois sua definição é baseada no contato elástico, onde somente o fenômeno *sink-in* ocorre [44].

Doerner e Nix [43] assumem que, diferente do esquematizado na Figura 17, a curva de descarregamento é linear. Para esses autores, a rigidez de contato (S) é obtida através da porção inicial da curva de descarregamento, traçando-se uma tangente no ponto de força máxima e extrapolando-se essa linha até a força zero. Para utilizar esse método é necessário admitir que, durante o descarregamento inicial, a área de contato entre o penetrador e a amostra permaneça constante, o que implica no descarregamento linear [39]. Porém, *Oliver e Pharr* [39] mostraram que há restrições

na metodologia de *Doener e Nix* [43], em virtude da maioria dos materiais não apresentar descarregamento linear [39].

Em sua metodologia, *Oliver e Pharr* relacionam os parâmetros P , h e h_f , durante o descarregamento, conforme a Equação 11:

$$P = A(h - h_f')^m \quad (11)$$

onde,

P = força de ensaio

m e A = constantes empíricas obtidas após ajuste de dados do descarregamento

h_f' = profundidade de penetração final ajustada

h = profundidade instantânea

A rigidez de contato (S), é obtida derivando a Equação 11 e fazendo-se $h = h_{máx}$.

$$S = \frac{dP}{dh} = mA(h_{máx} - h_f')^{m-1} \quad (12)$$

Pharr [44] constatou, através de experimentos, que a Equação 11 não é adequada para todo o descarregamento. Embora não deixe explicitado o motivo, menciona que este fato ocorre especialmente quando se trata de filmes finos depositados sobre substratos. Considerando essas observações, a rigidez de contato (S), que deriva da Equação 11, também consistirá em erros, se todo o descarregamento for utilizado. Desta maneira, para o cálculo da rigidez de contato (S) é recomendado que os ajustes dos dados da porção inicial do descarregamento correspondam a no mínimo 25% e no máximo a 50% dos pontos, partindo-se da força máxima.

Após determinada a rigidez de contato (S), pode-se calcular a profundidade de contato (h_c) através da Equação 10 e a área de contato ideal, substituindo-se o valor de h_c na Equação 5.

2.3.2.1.3 Cálculo da área de contato usando a “função de forma do indentador”

Quando as profundidades de penetração forem menores do que $6 \mu m$, não é correto assumir que a área de contato é ideal, e deve-se levar em conta as imperfeições que existem no penetrador, como, por exemplo, resíduos e arredondamento da ponta do mesmo [42].

Oliver e Pharr [39, 44] sugeriram um procedimento geral para o cálculo da área de contato, levando em conta essas imperfeições. Por esse procedimento, a área é calculada através de uma função específica para cada penetrador, que, no presente trabalho, será definida como “função de forma do indentador”.

Deve-se assumir, primeiramente, que o módulo de elasticidade (E) é independente da profundidade de penetração (h) e que o material a ser ensaiado está livre de quaisquer tipos de resíduos (oxidação, poeira, etc), para não comprometer as medições. Além disso, o fenômeno de *pile-up* também deve ser o menor possível, uma vez que o método é baseado nas equações de contato elástico.

É essencial que a deflexão elástica (*compliance*, dh/dP recíproco da rigidez de contato S) da máquina seja conhecida (a descrição para determinação da deflexão elástica está disponível na *Ref.* [44]). Para o caso em que não é possível a determinação da deflexão elástica através da *Ref.* [44], ou quando a área ideal não é conhecida, uma solução alternativa e mais complexa se encontra na *Ref.* [39].

O procedimento para a determinação da função de forma do penetrador consiste em fazer-se várias indentações com faixa de valores de profundidade (h) que englobem

desde a mínima profundidade possível para o equipamento até a máxima possível, em um material com propriedades elásticas conhecidas [44].

Após os ensaios terem sido feitos, os dados de força–profundidade de penetração serão usados para a determinação da rigidez de contato (S) e da profundidade de contato (h_c), conforme as Equações 12 e 10, respectivamente. A partir desses valores, e sabendo-se as propriedades elásticas do material que está sendo utilizado para a calibração, o módulo de elasticidade do penetrador e seu coeficiente de *Poisson*, pode-se determinar a área de contato, conforme Equação 13 [44]:

$$A_c = \frac{\pi}{4} \left(\frac{S}{\beta E_r} \right)^2 \quad (13)$$

onde β é um fator de correção que depende da geometria do penetrador (alguns valores para esse fator estão disponíveis no item 2.3.2.1.6) e E_r é o módulo de elasticidade reduzido, que pode ser calculado segundo a Equação 14:

$$E_r = \left[\frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_{in}^2}{E_{in}} \right]^{-1} \quad (14)$$

onde,

E = módulo de elasticidade da amostra

E_i = módulo de elasticidade do penetrador

ν = coeficiente de *Poisson* do amostra

ν_i = coeficiente de *Poisson* do penetrador

Utilizando-se a Equação 13 é possível, então, construir um gráfico com os valores das áreas de contato (A_c) em função dos valores da profundidade de contato (h_c), gerando uma representação gráfica da função de área do indentador, que pode, geralmente, ser ajustada através da Equação 15 [44]:

$$A_c \approx C_1 h_c^2 + C_2 h_c + C_3 h_c^{1/2} + C_4 h_c^{1/4} + C_5 h_c^{1/8} + \dots \quad (15)$$

O número de termos deve ser escolhido de forma a obter-se um bom ajuste da curva, para toda a faixa de profundidades de contato (h_c) [44].

2.3.2.1.4 Área de contato calculada pela metodologia de *Suresh & Giannakopoulos* [5]

Se houver qualquer erro na profundidade de contato (h_c), a área de contato será consideravelmente afetada [45]. Porém, nos cálculos propostos por *Doerner e Nix* [43] e *Oliver e Pharr* [39], A_c é o parâmetro de entrada para obtenção das propriedades mecânicas [35, 45].

Com o intuito de evitar esse erro, *Suresh e Giannakopoulos* [45] elaboraram procedimentos de cálculos baseados em simulações por elementos finitos, que utilizam parâmetros medidos diretamente das curvas de carregamento e descarregamento do ensaio de indentação, baseando-se na razão entre a profundidade de indentação final (h_f) e a profundidade de indentação máxima ($h_{máx}$). Sendo assim, teoricamente não há restrições quanto à relação $h_f/h_{máx}$ e, com base no que foi apresentado no item 2.3.2.1.1, pode-se levar em conta os efeitos de *pile-up* e *sink-in* [35, 45].

Pela metodologia de *Suresh e Giannakopoulos* [5], um polinômio de quarto grau foi proposto para o cálculo da área de contato conforme a Equação 16:

$$\frac{A_{máx}}{h_{máx}^2} = 9,96 - 12,64(1-T) + 105,42(1-T)^2 - 229,57(1-T)^3 + 157,67(1-T)^4 \quad (16)$$

sendo,

$$T = \frac{P_{av}}{E^*}$$

onde,

p_{av} = pressão média de contato, que pode ser definida como:

$$p_{av} = \frac{P_{máx}}{A_{máx}}$$

e

E^* = módulo elástico combinado, que os autores definiram segundo a Equação 17

$$E^* = \frac{1}{c^* \cdot \sqrt{A_{máx}}} * S \quad (17)$$

onde,

c^* = constante que depende da geometria do penetrador, que assume os seguintes valores: $c^* = 1,142$ para penetradores *Vickers*, $1,167$ para penetradores *Berkovich* e $1,128$ para penetradores cônicos.

Os autores [45] estabelecem uma relação entre as profundidades h_f e $h_{máx}$ obtidas no ensaio de indentação com as propriedades mecânicas, conforme a Equação 18. Essa relação permite calcular o valor de T , que é um parâmetro de entrada na Equação 16, evitando-se o cálculo de E^* .

$$\frac{h_f}{h_{máx}} = 1 - d^* \cdot \frac{P_{av}}{E^*} = 1 - d^* \cdot T \quad (18)$$

sendo, $d^* = 5$ para penetrador *Vickers* e $d^* = 4,678$ para penetrador *Berkovich*.

Os pontos apresentados na Figura 22 mostram os valores de $A_{máx}/h_{máx}^2$ (Tabela 1 da Ref. [45]) obtidos com as simulações por elementos finitos e a Equação 16 é o ajuste polinomial proposto por *Suresh* e *Giannakopoulos* [45] para esses pontos. Ajustes analíticos mais precisos podem ser obtidos para resultados encontrados na Tabela 1

da *Ref.* [45], utilizando-se polinômios de alta ordem ou outras aproximações funcionais.

Pintaide et al. [35] propuseram uma outra função de ajuste, ao invés da Equação 16, e, assim, construíram a curva apresentada na Figura 22.

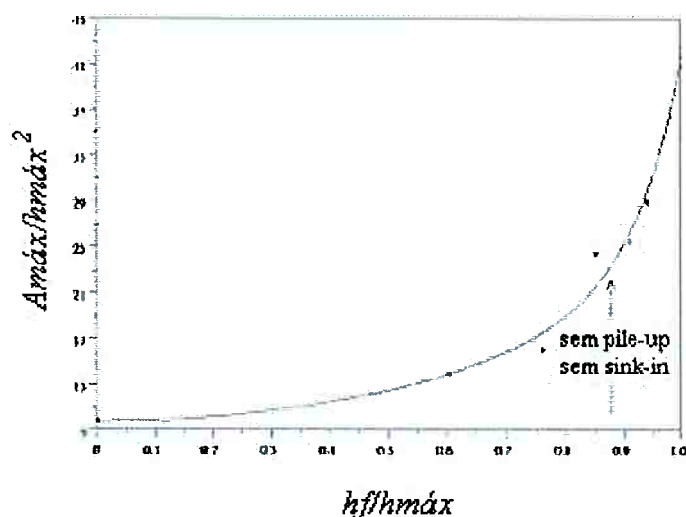


Figura 22. Relação entre a área de contato ($A_{máx}$), e a razão ($hf/h_{máx}$), mostrando o ajuste proposto por *Pintaide et al.* [35] para os dados apresentados por *Suresh e Giannakopoulos* [45].

Através da Figura 22, nota-se que a faixa de aplicação para os cálculos da área de contato por esse procedimento é limitada, tendo maior precisão quando a relação ($hf/h_{máx}$) for maior do que 0,75. Para valores menores do que 0,75, os resultados tornam-se menos precisos, devido à falta de pontos disponíveis no trabalho de *Suresh & Giannakopoulos* [45].

2.3.2.1.5 Cálculo do módulo de elasticidade

Quando estudam-se os dados de descarregamento em função profundidade de indentação (Figura 16), deve-se fazer a consideração fundamental de que durante todo o descarregamento a recuperação do material é elástica [36, 50]. Assim, as equações da mecânica do contato (teoria do punção elástico) [36, 51] podem ser utilizadas para o cálculo do módulo de elasticidade (E) do filme fino.

Considera-se também que, durante o descarregamento inicial, a área de contato entre o penetrador e a amostra permanece constante [43]. Satisfazendo essas duas condições, verifica-se que as soluções das equações de *Sneddon* [48] se aproximam de um comportamento elástico para o caso de indentação feita em um semi-espaço elástico por um punção cilíndrico. Então, tem-se uma das soluções de *Sneddon* [48], que relaciona a força P com a profundidade de penetração elástica h , como mostrado na Equação 19:

$$P = \frac{4\mu r}{1-\nu} h \quad (19)$$

onde,

r = raio do punção cilíndrico

μ = módulo de cisalhamento

ν = coeficiente de Poisson

h = profundidade de penetração instantânea

O módulo de cisalhamento se relaciona com o módulo de elasticidade E , segundo a Equação 20:

$$E = 2\mu(1+\nu) \quad (20)$$

Adicionalmente, sabe-se que a área de contato projetada do círculo (Ac_{cir}) na superfície é dada pela Equação 21:

$$Ac_{cir} = \pi r^2 \quad (21)$$

Substituindo as equações 4 e 5 em 3 tem-se a Equação 22:

$$P = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{Ac} \frac{E}{(1-\nu^2)} h \quad (22)$$

Derivando-se a Equação 22 em função da profundidade de penetração (h) obtém-se a rigidez de contato (S) apresentada na Equação 23:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{Ac} \frac{E}{(1-\nu^2)} \quad (23)$$

Como o módulo de elasticidade do penetrador não é infinito, a Equação 23 deve ser expressa em termos do módulo de elasticidade do conjunto amostra/penetrador (E_r), conforme Equação 24:

$$\boxed{E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{Ac}}} \quad (24)$$

A Equação 24 foi determinada por *Sneddon* [48] para penetradores simétricos, ou seja, é aplicada somente para contato circular. Para penetradores sem simetria axial, *King* [52] introduziu um fator de correção β , que depende da geometria do penetrador. Assim, reescreve-se a Equação 24 na forma da Equação 25.

$$Er = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{Ac}} \quad (25)$$

Alguns valores para o fator β são apresentados a seguir:

$\beta = 1,0124$ para penetradores *Vickers* (pirâmide de base quadrada)

$\beta = 1,034$ para penetradores *Berkovich* (pirâmide de base triangular)

$\beta = 1,00$ para penetradores de base circular (esferas, cones)

O uso combinado das Equações 25 e 14 permite determinar o valor do módulo de elasticidade do material ensaiado. Segundo *Doerner e Nix* [43], não é necessário ter grande precisão do valor do coeficiente de *Poisson* do material ensaiado para se obter valores adequados de módulo elástico.

2.3.2.1.6 Cálculo da dureza através da indentação (H)

Usualmente, a dureza dos materiais é obtida por meio de ensaios convencionais tais como *Vickers* e *Rockwell*. Por esses métodos, a dureza é obtida diretamente por imagens ópticas do tamanho da impressão, ou é obtida indiretamente através da profundidade máxima de penetração de um penetrador com geometria conhecida [53]. Mais recentemente, muita atenção tem sido dispensada ao método da indentação instrumentada [53].

A dureza (H) pode ser definida como a medida da resistência do material à deformação permanente [42]. No caso de ensaio instrumentado, a dureza (H) é calculada pela razão entre a máxima força aplicada ($P_{máx}$) e a área de contato projetada entre o penetrador e a amostra (A_c), sob força máxima, como mostra a Equação 26 [39].

$$H = \frac{P_{máx}}{A_c} \quad (26)$$

Os cálculos para a determinação da área de contato (A_c), foram descritos nos itens 2.3.2.1.2 e 2.3.2.1.3.

2.3.2.2 Tensões residuais pela técnica da indentação

Desde a década passada (~1995), estudos vêm sendo desenvolvidos para medir tensão residual baseando-se no método da indentação [6]. Entre os trabalhos pioneiros nesse aspecto pode-se citar o de *Tsui et al.* [38], que foi motivado por trabalhos anteriores de outros pesquisadores, onde já tinha sido documentado que a dureza de metais e ligas, medidas por técnicas convencionais, dependiam do estado de tensões dos materiais [54, 55].

Em seu estudo, *Tsui et al.* [38] observou três características comuns em tais testes: (i) Aplicando tensão nas amostras, raramente observou-se variação na dureza de mais

que 10%, portanto, os efeitos de tensão são pequenos; (ii) tensões trativas diminuíam a dureza, enquanto tensões compressivas aumentavam e (iii) foi notado que esses efeitos eram mais pronunciados no caso de tensões trativas, quando a tensão era predominantemente uniaxial.

Uma das pesquisas que incentivaram *Tsui et al.* [38] foi a de *La Fontaine et al.* [56], onde filmes finos de alumínio, processados termicamente para geração de uma tensão trativa biaxial de 380MPa , foram examinados por indentação para obtenção da dureza. Análises de difração por raios-X mostraram que, à temperatura ambiente, em um período aproximado de 100 h, as tensões eram relaxadas em 50% e ensaios de indentação feitos nesse período comprovaram que a dureza teve um aumento de 2 vezes. Porém, em outro trabalho, os mesmos autores registraram, em filmes finos de cobre, um decréscimo de dureza através da indentação, causado por tensões compressivas biaxiais que foram relaxadas [57].

Para tentar sanar a contradição descrita acima, *Tsui et al.* [38] usaram uma barra de liga de alumínio 8009 (*Fe*, *Si* e *Zn* como principais elementos de liga) e impuseram tensões uni e bi-axiais, pelo dobramento por intermédio de um aparato especial, tomando o cuidado para não ultrapassarem a tensão de escoamento. Nessas amostras foram feitas indentações com penetrador do tipo *Berkovich*. Os dados obtidos foram analisados com base no método proposto por *Oliver e Pharr* [39], para a determinação da dureza (H), do módulo de elasticidade (E) e da área de contato.

Analisando-se os dados de *Tsui et al.* [38] verifica-se que, para ambas as condições de tensão, a medida da dureza aparentemente cresceu com a tensão de compressão e decresceu com a tensão de tração. Adicionalmente, observou-se que a máxima variação na dureza relativa ao estado sem tensão varia de 10 a 20%, que é um valor um pouco maior do que o encontrado no trabalho de *LaFontaine et al.* [56]. Os dados também indicaram que a influência da tensão na dureza é um pouco maior para tensões bi-axiais e para tensões uniaxiais os efeitos de tensões trativas são mais pronunciados que para tensões compressivas. Dessa forma, o trabalho de *Tsui et al.* [38] está qualitativamente de acordo com um dos trabalhos de *LaFontaine et al.* [56].

Porém, resultados inesperados foram encontrados no cálculo do módulo de elasticidade, que pareceu variar com as tensões, de maneira similar à dureza. Fisicamente não se espera que o módulo de elasticidade de um material metálico tensionado em regime elástico tenha variações.

Como o módulo de elasticidade é calculado com base na área de contato e no módulo de rigidez, e este último foi verificado que se mantém quase que constante, *Tsui et al.* [38] imaginaram que a área de contato podia estar errada. Obviamente se a área de contato estivesse errada a dureza também estaria.

Com o intuito de explorar a hipótese da área de contato não estar correta, as impressões de contato produzidas nos testes uniaxiais foram observadas em microscopia óptica com alto aumento, para serem comparadas com as obtidas através da técnica de indentação. No entanto, não foram encontrados efeitos nas medidas de áreas das imagens com tensões e sem tensões. O que pôde ser observado na micrografia das amostras é que os efeitos de *pile-up* pareceram ser mais pronunciados em amostras com tensões compressivas.

A conclusão que foi chegada por *Tsui et al.* [38] é que as áreas determinadas opticamente para as amostras da liga 8009 não sofreram influência de tensões. As áreas calculadas através da técnica da indentação só estiveram quantitativamente de acordo com a área real (calculada opticamente) nas amostras com tensões trativas altas, sendo que nos outros casos o procedimento subestimou a área de contato, em mais de 15% [38].

Lepienski et al. [6] analisaram os dados de *Tsui et al.* [38] e relataram que a mudança na área não era real, mas sim um artifício experimental causado pela influência da tensão na geometria do *pile-up* em torno da impressão. Essas conclusões foram verificadas em simulações com elementos finitos na indentação com cone rígido [59]. Esse foi o motivo que levou *Suresh e Giannakopoulos* [5, 45] a sugerir o método

descrito a seguir, baseado na diferença das áreas de contato do material com e sem tensão, indentados com a mesma profundidade, por um penetrador *Berkovich*.

2.3.2.3 Método proposto por *Suresh & Giannakopoulos* [5]

Suresh & Giannakopoulos [5] propuseram uma metodologia que leva ao cálculo de tensões residuais elásticas e fornecem também procedimentos para o cálculo da magnitude de deformações residuais plásticas na superfície.

Essa metodologia teoricamente permite o cálculo de tensões residuais em filmes finos e materiais volumétricos (*bulk*) com propriedades mecânicas conhecidas, ou desconhecidas, sem a necessidade de efetuar indentações em materiais virgens, ou seja, livre de tensões. Foi desenvolvida originalmente para materiais elasto-plásticos e isotrópicos [5, 34].

Os autores [5] descrevem passo a passo o procedimento para cálculo das tensões residuais elásticas ou deformação residual plástica, porém não é explicitada a origem de parte das equações.

A descrição a seguir refere-se somente aos cálculos das tensões residuais em filmes finos com propriedades mecânicas desconhecidas.

Suresh & Giannakopoulos [5] fizeram as seguintes considerações: entre o penetrador e a amostra não existe atrito, a indentação é quase estática, em um substrato elasto-plástico indentado por um penetrador elástico. O filme ensaiado pode sofrer encruamento isotrópico. O filme possui tensões e essas devem ser equibiaxiais e uniformes ao longo de toda a profundidade " d^p " (como mostrado na Figura 23), que deve ser pelo menos três vezes o diâmetro de contato do penetrador, preferivelmente sete vezes maior.

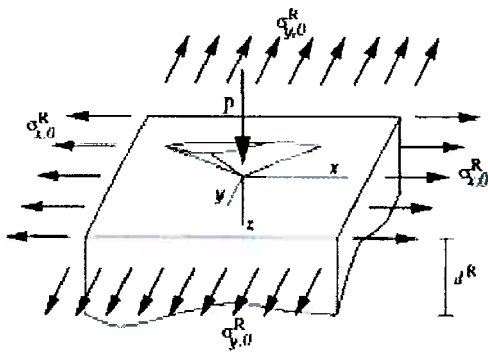


Figura 23. Esquema de indentação associado com a nomenclatura [5].

Na Figura 23, P corresponde a força aplicada no ensaio, $\sigma_{x,0}^R$ e $\sigma_{y,0}^R$ são as tensões residuais bi-axiais presentes no material ensaiado, e d^R é a profundidade onde atuam essas tensões.

Se somente tensões residuais elásticas estiverem atuando no filme, então, $|\sigma_{x,0}^R| = |\sigma_{y,0}^R| \leq \sigma_y$, onde σ_y é a tensão de escoamento inicial do revestimento indentado, ou seja, sem nenhuma deformação ou tensão residual. A deformação residual elástica equi-biaxial ($\varepsilon_{x,0}^R = \varepsilon_{y,0}^R$) no filme é dada pela Equação 27, sendo ν o coeficiente de *Poisson* e E o módulo de elasticidade do filme.

$$\varepsilon_{x,0}^R = \varepsilon_{y,0}^R = \frac{\sigma_{x,0}^R}{E}(1-\nu) = \frac{\sigma_{y,0}^R}{E}(1-\nu) \quad (27)$$

Se, por outro lado, a superfície tiver campos de deformação residual plástica atuando, uma nova tensão de escoamento é assumida, onde, σ_y^R é a nova tensão de escoamento da superfície indentada, levando em conta que o filme possua deformações plásticas equi-biaxiais (ε_0^{pl}), que implica em $\varepsilon_{x,0}^{pl} = \varepsilon_{y,0}^{pl}$. Considera-se, ainda a deformação efetiva de *Von Mises* ($\varepsilon_{e,0}^{pl}$), definida pela Equação 28 [5].

$$\varepsilon_{e,0}^{pl} = \frac{\sqrt{2}}{3} \sqrt{(\varepsilon_{x,0}^{pl} - \varepsilon_{y,0}^{pl})^2 + (\varepsilon_{y,0}^{pl} - \varepsilon_{z,0}^{pl})^2 + (\varepsilon_{z,0}^{pl} - \varepsilon_{x,0}^{pl})^2} \quad (28)$$

Satisfazendo a conservação do volume na deformação plástica, tem-se que $\varepsilon_{z,0}^{pl} = -2\varepsilon_{x,0}^{pl} = -2\varepsilon_{y,0}^{pl}$. Desta maneira $\varepsilon_{e,0}^{pl}$ pode ser escrito como mostra a Equação 29.

$$\varepsilon_{e,0}^{pl} = 2|\varepsilon_{x,0}^{pl}| = 2|\varepsilon_{y,0}^{pl}| \quad (29)$$

De maneira similar, define-se a tensão residual biaxial na superfície indentada, $\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R = \sigma_{e,0}^R$, onde $\sigma_{e,0}^R$ é a tensão efetiva de *von Mises* representada pela Equação 30, sendo $\sigma_{z,0}^R = 0$.

$$\sigma_{e,0}^R = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_{x,0}^R - \sigma_{y,0}^R)^2 + (\sigma_{y,0}^R - \sigma_{z,0}^R)^2 + (\sigma_{z,0}^R - \sigma_{x,0}^R)^2} \quad (30)$$

Como consequência das Equações 28 e 30, a nova tensão de escoamento para o material com deformação residual plástica antes do ensaio de indentação, pode ser escrita em função dessa deformação como indica a Equação 31.

$$\sigma_{e,0}^R = \sigma_y^R = F(\varepsilon_{e,0}^{pl}) \quad (31)$$

Suresh e Giannakopoulos [5] sugeriram que o parâmetro $\frac{P_{máx}}{A_{máx} \cdot E \cdot \tan \alpha}$, que será tratado como “relação de *Suresh*”, define a transição elasto – plástica, que está relacionada com o tipo da deformação residual. De forma que:

$$\text{Se } \frac{P_{máx}}{A_{máx} \cdot E \cdot \tan \alpha} \leq 0,1 \quad (32)$$

as deformações plásticas são muito pequenas se comparadas as elásticas. Então, nesse caso, a tensão de escoamento para o material sem tensão residual (σ_y), a tensão para 29% de deformação (σ_u) e a nova tensão de escoamento para o material com

deformação plástica (σ_y^R) podem ser consideradas semelhantes e ambas são definidas pela Equação 33.

$$\sigma_u \approx \sigma_y \approx \sigma_y^R \approx \frac{P_{m\acute{a}x}}{2,80.A_{m\acute{a}x}} \quad (33)$$

Porém,

$$\text{se } \frac{P_{m\acute{a}x}}{A_{m\acute{a}x}.E.\tan\alpha} > 0,1$$

as deformações residuais plásticas são significativas e podem ser calculadas combinando as Equações (34) e (35):

$$(\sigma_u - \sigma_y^R) = 0,29E \left[1 - 0,1419 \left(\frac{h_f}{h_{m\acute{a}x}} \right) - 0,9568 \left(\frac{h_f}{h_{m\acute{a}x}} \right)^2 \right] \quad (34)$$

$$\frac{P_{m\acute{a}x}}{h_{m\acute{a}x}^2} = \frac{c^*}{\tan^2 \alpha} (\sigma_u + \sigma_y^R) \left[1 + \ln \left(\frac{E.\tan\alpha}{3\sigma_y^R} \right) \right] \quad (35)$$

onde,

- c^* é uma constante que depende da geometria do penetrador, para *Vickers*, $c^* = 1,220$ e para *Berkovich* $c^* = 1,273$

- α é o ângulo formado entre as diagonais do penetrador

Os passos sugeridos pelos autores para calcular a tensão residual em filmes finos com propriedades mecânicas desconhecidas são:

1° - Obter a curva completa (carregamento e descarregamento) do ensaio de indentação. Como mostrado na Figura 17.

2° - Determinar a área de contato no item 2.3.2.1.4.

3° - Efetuar o cálculo com a Equação 32, que define a transição elasto-plástica, para saber qual a condição que se encontra o material tensionado.

4° - Se o resultado da Equação 32 for menor do que 0,1, o material está classificado no regime de transição elasto-plástica, desta forma, deve-se utilizar a Equação 33 para determinar as seguintes tensões: $\sigma_y^R \sim \sigma_y \sim \sigma_u$. Se o resultado da Equação 32 for maior do que 0,1, o material está classificado no regime de deformação plástica e deve-se combinar as Equações 34 e 35, para determinar a nova tensão de escoamento do material σ_y^R .

5° O cálculo da tensão residual para os materiais classificados no regime elasto-plástico, é feito assumindo que o comportamento mecânico desse material pode ser descrito pela curva representada na Figura 24.

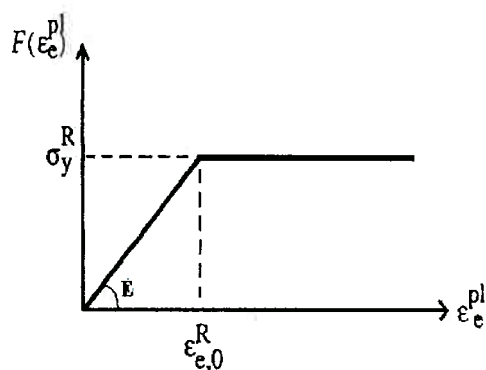


Figura 24. Curva que descreve o comportamento mecânico assumido para os materiais que se enquadram através da “relação de Suresh” no regime de transição elasto-plástica.

Portanto, a tensão ($\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$) residual definida pela Equação 27, mostra que

$\sigma_{x,0}^R = \frac{E}{(1-\nu)} \varepsilon_{x,0}^R$. Além disso sabe-se que $\varepsilon_{x,0}^R = \frac{\varepsilon^{pl}}{2}$, definido na Equação 29. Desta

forma, juntamente com o auxílio da lei de *Hooke* ($\sigma_y^R = E\varepsilon^{pl}$), determina-se a tensão residual.

Para os materiais classificados no regime de deformação plástica, é definido que a tensão residual coincide com a nova tensão de escoamento. Portanto o resultado já é obtido diretamente no 4º item .

De acordo com *Suresh & Giannakopoulos* [5] a avaliação qualitativa das tensões residuais também pode ser verificada. Os autores baseiam-se no fato de que tensões compressivas necessitam de maiores forças para obter-se a mesma profundidade de penetração h_{max} , como sugere a Figura 25.

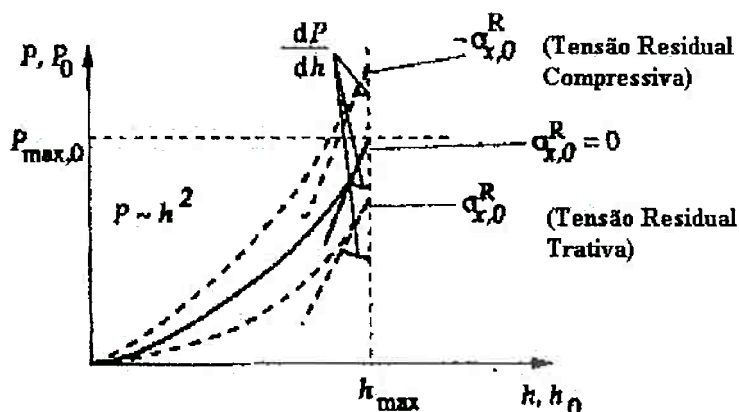


Figura 25. Curva Pxh e sua relação com tensões residuais [5]

2.3.2.4 Resultados da metodologia aplicada por outros autores

O método de *Suresh & Giannakopoulos* [5] foi experimentado por outros pesquisadores, que obtiveram resultados de tensões residuais e compararam com resultados obtidos através de métodos usualmente empregados para medir essas tensões.

Erdem et al. [4] fizeram a comparação das tensões obtidas pelo método de *Suresh & Giannakopoulos* [5] com cálculos de tensões obtidos através da difração por raios-X.

Os ensaios foram feitos em quatro filmes finos cerâmicos com espessuras variando entre 1,7 e 3 μm , depositados por arco catódico, em ferramentas de aço. Os ensaios de indentação foram feitos com penetrador *Vickers* em um equipamento *Fischerscope HP 100 XY – PROG*, aplicando-se força de 25 *mN*. Os resultados obtidos através do ensaio de indentação foram tensões residuais compressivas aproximadamente três vezes maiores do que as obtidas pelo método de difração por raios-X [4].

Taylor et al. [34] também fizeram medidas de tensões residuais pela técnica da indentação instrumentada utilizando o método proposto por *Suresh e Giannakopoulos* [5] e compararam os resultados com medidas obtidas analiticamente. Em seu experimento, filmes de carbono foram depositados por deposição química do vapor (*CVD Chemical Vapour Deposition*) em barras de quartzo com 3 *mm* de diâmetro. As espessuras dos filmes depositados estavam entre 150 e 600 *nm*. A força aplicada foi de 50 *mN* e o cálculo da área de contato foi feito seguindo o procedimento sugerido por *Oliver e Pharr* [39]. Os cálculos analíticos das tensões foram baseados na teoria elástica aplicada à geometria cilíndrica e forneceram valores para as tensões axiais e tangenciais. Os resultados das tensões residuais pelo método da indentação foram 20% maiores do que as tensões tangenciais e 50% maior do que as tensões axiais, calculadas analiticamente.

Os autores atribuíram essas diferenças a alguns possíveis erros como:

- (i) Amostras com tensões trativas tenderem a apresentar o fenômeno *sink-in*, o que pode subestimar a profundidade de contato e, conseqüentemente, os parâmetros calculado através dessa profundidade;
- (ii) A superposição na distribuição das tensões térmicas e microestruturais ocasionadas no processo *CVD* podem ocasionar essas diferenças;
- (iii) Variações locais na microestrutura dos filmes e propriedades mecânicas foram observadas pelos autores durante os ensaios de indentação, devido ao tamanho das amostras, que eram pequenas e as distâncias das

indentações talvez não fossem suficientes para obtenção de um bom resultado;

- (iv) Para filmes muito finos, a probabilidade de haver influência do substrato é maior, e pode estar havendo alteração na medida por essa razão. Com o intuito de minimizar ao máximo os efeitos do substrato nas medidas, é recomendado pela norma *ISO/FDIS 14577-1* [42] que a espessura do filme deva ser pelo menos dez vezes maior do que a profundidade de indentação ou três vezes o diâmetro de indentação;
- (v) Profundidades grandes de indentação conduzem a melhores resultados, pois minimizam os efeitos de rugosidade, porosidade, variação microestrutural. Segundo a norma *ISO/FDIS 14577-1* [42] para a incerteza dos resultados ser menor do que 5% a profundidade de indentação h , deve ser pelo menos vinte vezes maior do que a média aritmética de rugosidade Ra . No caso, os filmes eram muito finos, de modo que a profundidade no ensaio não podia ser grande para não haver efeitos do substrato.
- (vi) Algumas propriedades do material encontradas na literatura diferem das calculadas através da indentação.

2.3.2.5 Fatores limitantes na utilização do método

Lepienski et al. [6] fizeram experimentos com filmes de cromo altamente tensionados para ilustrar a sensibilidade das medidas em relação à rugosidade. Também desenvolveram resultados experimentais e simulações com elementos finitos para apontar algumas dificuldades que advém da influência do substrato nas medidas. Nesse trabalho [6], os autores concluíram que existe um grande obstáculo para aplicação da técnica proposta por *Suresh & Giannakopoulos* [5] em filmes finos.

Conforme observado por *Lepienski et al.* [6], o fato é que a influência das tensões na área de contato aparente são pequenas, *Tsui et al.* [38] demonstrou que não excedem 10% de variação. Dessa forma, esse método se torna prático somente quando a tensão residual é próxima à tensão de escoamento e quando os efeitos de *pile-up* são

apreciáveis, por exemplo, em metais dúcteis [6, 53]. Por essa razão, segundo *Lepienski et al.* [6], é improvável que o método seja útil em geral.

Taljat e Pharr [59] consideraram a hipótese de utilizar penetrador do tipo esférico, para tentar a obtenção de melhores resultados. Estudos com elementos finitos revelaram um efeito significativo no comportamento das tensões biaxiais com a indentação. Porém, isso só foi observado na transição entre a deformação elástica com pequenas profundidades de penetração e no comportamento plástico com grandes profundidades de penetração, no chamado regime de transição elasto-plástico. Para examinar se esses efeitos eram experimentalmente mensuráveis, *Swadener et al.* [53] fizeram experimentos com penetrador esférico em diversas amostras de discos polidos de alumínio, que podiam ser tensionados com tensões biaxiais de tração e compressão. Analisando os dados experimentais, *Swadener et al.* [53] concluíram que o método de indentação podia ser utilizado para medir tensão residual de 10 a 20%. Entretanto, seus experimentos foram feitos no próprio substrato (*bulk*), que tem como referência o estado livre de tensões, e não apresenta influência de outro material (no caso de ensaios com filmes finos deve-se levar em conta os efeitos do substrato nas medições). Por essas razões *Lepienski et al.* [6] questionam se o método de *Suresh e Giannakopoulos* [5] é válido para filmes finos.

CAPÍTULO

3

OBJETIVO

O objetivo deste estudo é verificar a viabilidade da medida de tensões residuais em filmes finos pela técnica de indentação instrumentada. Como indicado na revisão bibliográfica, existem alguns métodos comumente utilizados para esse fim, porém, recentemente, um novo método foi sugerido por *Suresh & Giannakopoulos* [5]. Alguns autores já tentaram reproduzi-lo e o compararam com os procedimentos usuais. Existem autores que criticam o método e apontam algumas restrições.

No presente estudo serão analisadas doze amostras de metal duro revestidas com TiN , depositados pelo processo de deposição física do vapor- *PVD*, variando-se alguns parâmetros de deposição. Nove amostras foram revestidas comercialmente pela *Brasimet S.A.* Indústria e Comércio e as outras três foram revestidas na *Colorado School of Mines*. Análises de difração por raios-X e indentação instrumentada foram feitas e os resultados comparados com o intuito de avaliar a capacidade da metodologia sugerida por *Suresh & Giannakopoulos* [5].

CAPÍTULO 4

4

MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

Foram estudadas doze amostras comerciais de metal duro *WC-Co*, classe *ISO P20* (cobalto entre 8 e 10% e Carboneto de Tungstênio entre 85 e 90%) com geometria triangular positiva de arestas de 16mm, espessura 3mm e raio de ponta de 0,8 mm (geometria TPGN 160308). Estes insertos foram revestidos com *TiN* (Nitreto de Titânio) em dois locais diferentes, sendo eles: *Brasimet S.A Indústria e Comércio* e o *Advanced Coatings and Surface Engineering Laboratory (ACSEL) da Colorado School of Mines*.

A deposição feita pela *Brasimet S.A Indústria e Comércio* utilizou a técnica de *PVD* em três formas de deposição diferentes, ou seja, variando-se parâmetros de deposição, tais como equipamento de deposição, pressão, temperatura, processo *PVD*, entre outros. As amostras foram numeradas de um a nove, sendo que as de número um, dois e três foram revestidas pelo processo designado *A*, as de numeração quatro, cinco e seis pelo processo designado *B*, e as de numeração sete, oito, nove, pelo processo designado *C*. A Tabela 3 apresenta os diferentes processos de *PVD* utilizados e seus respectivos parâmetros de deposição.

Tabela 3. Parâmetros de deposição das amostras revestidas na Brasimet S.A

Amostras Comerciais – Revestidas pela Brasimet S.A.		
Processo A Amostras 1,2,3	Processo B Amostras 4,5,6	Processo C Amostras 7,8,9
<i>PVD</i> Evaporação por feixe de elétrons	<i>PVD</i> Arco catódico a baixa temperatura	<i>PVD</i> Arco catódico a alta temperatura
Pressão $\approx 1,5$ mTorr	Pressão ≈ 15 mTorr	Pressão ≈ 15 mTorr
Temperatura ≈ 480 °C	Temperatura ≈ 250 °C	Temperatura ≈ 450 °C
Tensão Bias ≈ -50 V	Tensão Bias ≈ -100 V	Tensão Bias ≈ -250 V
Espessura do filme $\approx 3\mu\text{m}$	Espessura do filme $\approx 3\mu\text{m}$	Espessura do filme $\approx 3\mu\text{m}$

As amostras revestidas na *Colorado School of Mines*, numeradas de 10 a 12, foram igualmente revestidas com a técnica de *PVD*. Nesses casos, inicialmente houve uma limpeza ultrassônica com acetona e etanol nos substratos de metal duro classe *P20*. Em seguida, as deposições foram conduzidas por *sputtering* com ímãs desbalanceados, (Figura 4) utilizando-se alvo de titânio e atmosfera de nitrogênio e argônio. Durante essas deposições, os substratos foram montados distando 127 mm do alvo, a pressão de base foi sempre inferior a $5 \times 10^{-4}\text{ Pa}$ ($4 \times 10^{-6}\text{ Torr}$) e os substratos foram primeiramente bombardeados com argônio a $8,7\text{ Pa}$ (65 mTorr) e 400 V durante 20 minutos. Posteriormente, uma primeira etapa camada foi cumprida com pressão de argônio de $2,4 \times 10^{-1}\text{ Pa}$ ($1,8\text{ mTorr}$) e potência de 1000 W aplicada ao alvo de titânio por 1 minuto, resultado em uma camada de titânio para melhorar a aderência do filme de *TiN*. Três diferentes corridas de deposição foram conduzidas de acordo com esse procedimento preparatório e, para formar o filme de nitreto de titânio, esse procedimento foi seguido da mudança da atmosfera no interior da câmara, que passou a ter mistura de 30% N_2 e 70% *Ar*. Nos três casos, o tempo de deposição foi de uma hora, e aplicou-se potência de 1000 W no alvo. Em cada uma dessas deposições uma condição diferente de voltagem negativa (*bias*) foi aplicada ao substrato, como indicado na Tabela 4.

Tabela 4. Parâmetros de deposição das amostras revestidas na Colorado School of Mines

Amostras Comerciais – Revestidas no Colorado		
Amostra 10	Amostra 11	Amostra 12
Bias = 0	Bias = -50V	Bias = -100V
P = 1000W	P = 1000W	P = 1000W
Espessura ≈ 1,18μm	Espessura ≈ 1,17μm	Espessura ≈ 0,33μm

As amostras 10,11 e 12 foram posteriormente analisadas por microscopia eletrônica de varredura (*MEV*), de modo a revelar as espessuras dos filmes e a sua microestrutura. As análises foram realizadas no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da *USP*. Como os insertos são ferramentas de difícil fratura, em cada corrida de deposição foram posicionadas pequenas amostras de silício, e a fratura das mesmas possibilitou a revelação da seção transversal. Um ângulo de 12° foi utilizado na câmara do *MEV* para a visualização dos revestimentos. No caso das amostras fabricadas pela *Brasimet* não foi possível analisá-las ao *MEV*, pois não foram colocadas no reator amostras de silício no momento da deposição.

As amostras revestidas nos dois lugares foram analisadas por microscopia de força atômica (*AFM*) na *UNESP* – Unidade diferenciada Sorocaba/Iperó, no equipamento *Nanoindentador Hysitron Triboindenter*.

4.2 Métodos

4.2.1 Difração por raios-X

As medidas e análises de difração por raios-X foram feitas na *Comisión Nacional de Energía Atómica* (Argentina). As tensões residuais foram determinadas com base no método do ângulo rasante, como descrito no item 2.3.1. Considerando-se estado de tensão bi-axial nos filmes. Os valores dos parâmetros de rede a_{hkl} foram obtidos experimentalmente através de diagramas de difração, que foram ajustados mediante as

funções de *Pseudo-Voight* com o software *PowderCell* [61]. Posteriormente, as Equações 3 e 4 permitiram calcular o parâmetro de rede a_0 e a tensão residual σ [21].

O equipamento utilizado foi um difratrômetro *Philips PW3710* com radiação *CuK α* . As análises foram feitas com incidência rasante e o ângulo de incidência θ foi, em geral, de 2° para todas as amostras, com exceção da número 12, onde utilizou-se $\theta = 1^\circ$, obtendo-se uma melhor resolução para o pico de *TiN*. Nestes tipos de radiação e filme, as profundidades de penetração foram calculadas em $0,15 \mu\text{m}$ para $\theta = 1^\circ$ e $0,31 \mu\text{m}$ para $\theta = 2^\circ$. O gerador foi utilizado a 40kV e 30mA , a faixa de varredura de 2θ foi de 30° a 90° , foi considerado um passo de $0,03^\circ$ para as amostras 1, 4, 7, 10, 11 e 12 para analisar as fases do sistema. No restante das amostras, a varredura 2θ foi selecionada torno dos picos correspondentes aos planos de reflexão $\langle 111 \rangle$, $\langle 200 \rangle$, $\langle 220 \rangle$, $\langle 311 \rangle$ e $\langle 222 \rangle$ e usou-se passo de $0,04^\circ$. Em todos os casos, a contagem de tempo foi de 25 s por passo 2θ , de maneira a fornecer picos nítidos.

4.2.2 – Indentação instrumentada

Realizaram-se 23 indentações em cada uma das amostras. O equipamento utilizado foi *Fischerscope* modelo *H100V* (apresentado na Figura 26), pertencente ao Laboratório de Fenômenos de Superfície (*LFS*) do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da *USP*. Para as indentações, utilizou-se um penetrador com geometria *Vickers*.



Figura 26. Equipamento para medidas de indentação instrumentada [62]

No caso das amostras revestidas na *Brasimet* a seqüência de indentação consistiu em aproximação, carregamento até a força máxima de 30 *mN* ou 50 *mN*, em sessenta incrementos de 0,5 *s*, manutenção da aplicação da força máxima por 20 *s* e descarregamento em cem incrementos de 0,5 *s*.

Para as amostras revestidas na *Colorado School of Mines* a seqüência de indentação consistiu em aproximação, carregamento até a força máxima de 10 *mN* ou 20 *mN*, em sessenta incrementos de 0,5 *s*, manutenção da aplicação da força máxima por 20 *s* e descarregamento total em cem incrementos de 0,5 *s*.

Em ambos os casos os valores da força aplicada foram escolhidos com o intuito de minimizar os efeitos do substrato e superar a rugosidade do filme.

Na etapa de aproximação, o posicionamento do penetrador no local da indentação é precedido pelo posicionamento de um anel, como esquematizado na Figura 27.

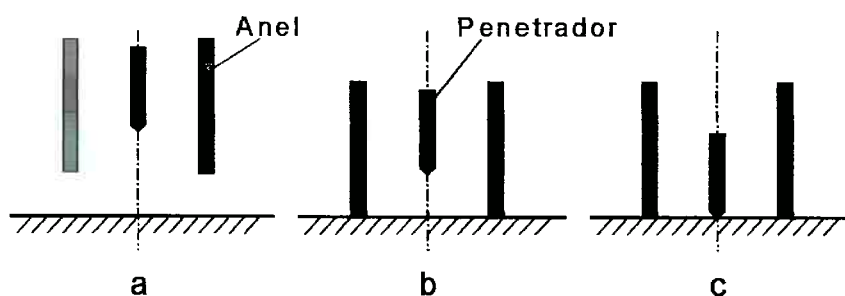


Figura 27. Esquema indicativo da seqüência utilizada durante etapa de aproximação em indentações: (a) Aproximação inicial; (b) Posicionamento do anel e (c) Aplicação de pré-força de 0,4 mN [41]

Se a amostra for magnética, pode haver interferência do anel, que é de aço inoxidável, nos resultados. Por essa razão, foi medido o campo magnético das amostras no Laboratório de Materiais Eletromagnéticos do IPT - Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo. Para as medições utilizou-se o transdutor de campo magnético *Globalmag*, e o sistema de medição quase-estático.

As curvas de indentação foram analisadas inicialmente de forma qualitativa. Existe uma série de fatores que podem alterar este tipo de curva, mesmo que o ensaio tenha seu ciclo de ‘aplicação-remoção’ de força completo. Alguns efeitos revelam a irregularidades das curvas, como, por exemplo:

- início da aplicação da força com profundidade diferente de zero;
- perda de contato mecânico entre o penetrador e a amostra;
- taxa de aplicação e/ou remoção da forças diferentes ao longo do ensaio;
- descontinuidades ao longo da curva e;
- valores negativos de profundidade.

As Figuras 28, 29, e 30 representam exemplos de curvas irregulares resultantes dos ensaios de indentação. Por outro lado, a Figura 31 apresenta um exemplo de curva “qualitativamente” adequada, ou seja, curvas que se assemelham às clássicas de indentação instrumentada.

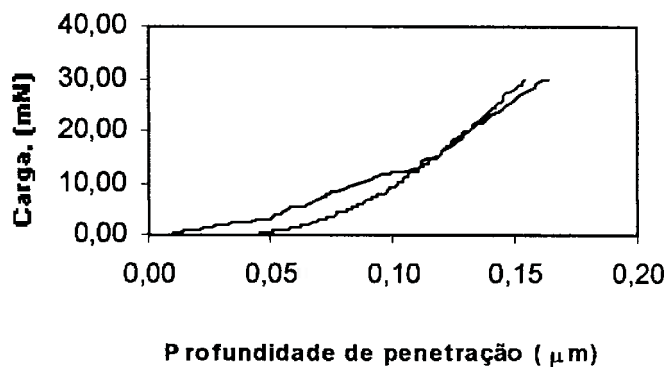


Figura 28. Curva resultante do ensaio de indentação instrumentada para a amostra 1 com força de 30 mN.

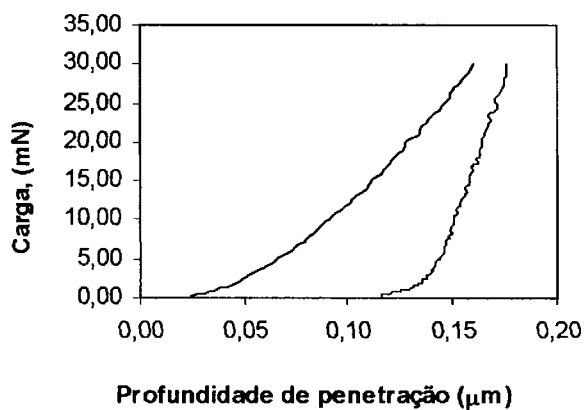


Figura 29. Curva resultante do ensaio de indentação instrumentada para a amostra 2 com força de 30 mN.

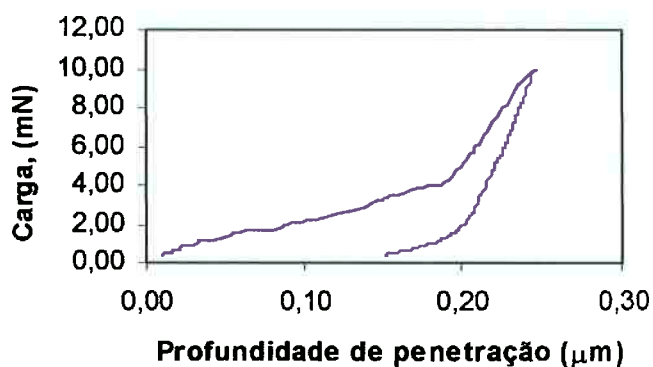


Figura 30. Curva resultante do ensaio de indentação instrumentada para a amostra 10 com força de 10 mN.

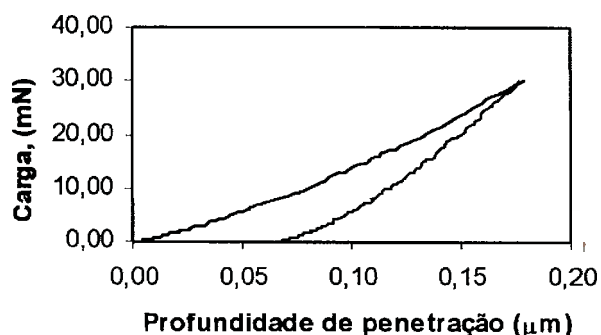


Figura 31. Curva resultante do ensaio de indentação instrumentada para a amostra 1 com força de 30 mN.

4.2.3 – Perfis de rugosidade

Considerando-se as observações feitas por *Lepienski et al* [6], de que a rugosidade dos filmes pode ser um dos fatores que invalidam os cálculos das tensões residuais através da técnica de indentação, foram analisados os perfis de rugosidade em todas as amostras com os revestimentos e, em uma delas, sem aplicação do filme fino. Além disso, a *ISO 14577-1* [42] prevê que a rugosidade afeta os resultados de indentação, restringindo a relação entre a profundidade máxima de penetração e a rugosidade média expressa pelo parâmetro *Ra*.

A rugosidade dos corpos de prova foi medida no Laboratório de Superfícies e Contato (*LASC*) do *CEFET-PR*. O equipamento utilizado foi o *Surtronic 3+* da *Taylor-Hobson*. O comprimento amostral selecionado foi de 4 mm, sendo que, para cada amostra, três perfis foram analisados, em 3 direções diferentes de cada amostra. Estas direções estão apresentadas na Figura 32. Posteriormente, os perfis foram analisados utilizando o programa *Mountains*, acoplado ao rugosímetro; programa que permite a seleção de filtros de rugosidade, além da seleção de diferentes seções de análise para um mesmo comprimento amostral. Além do parâmetro de rugosidade média *Ra*, calculado por meio deste programa, foram analisadas as frequências de distribuições de alturas da rugosidade das amostras.

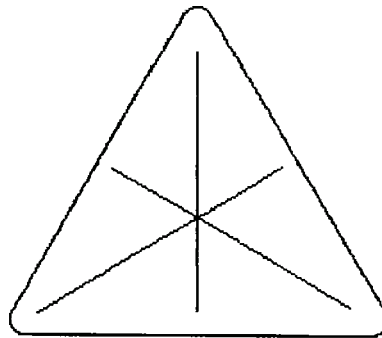


Figura 32. Esquema ilustrativo das direções que foram utilizadas para os ensaios de rugosidade nas 12 amostras.

4.2.4 Cálculo das tensões residuais

As tensões residuais por indentação instrumentada foram obtidas seguindo-se a metodologia sugerida por *Suresh & Giannakopoulos* [45, 5], como descrito no item 2.3.2.3, cuja rotina de cálculos está representada na Figura 33.

Para as análises, alguns parâmetros de entrada deveriam ser conhecidos, sendo eles:

- E_i \Rightarrow Módulo de Elasticidade do material do indentador;
- ν_i \Rightarrow Coeficiente de Poisson do material do indentador;
- ν_f \Rightarrow Coeficiente de Poisson do material ensaiado;

O penetrador *Vickers* era de diamante, portanto, $E_i = 1141\text{GPa}$ e $\nu_i = 0,07$, [50] e adotou-se o valor de 0,19 para o coeficiente de *Poisson* do material ensaiado (*TiN*), já que na literatura encontrou-se valores de 0,19 [63] e 0,25 [64] para este material. Deve-se ressaltar que o módulo de elasticidade do material ensaiado (E) foi calculado com os valores de $\nu = 0,19$ e $\nu = 0,25$, não observando-se grande variação, como era previsto por *Doerner e Nix* [43].

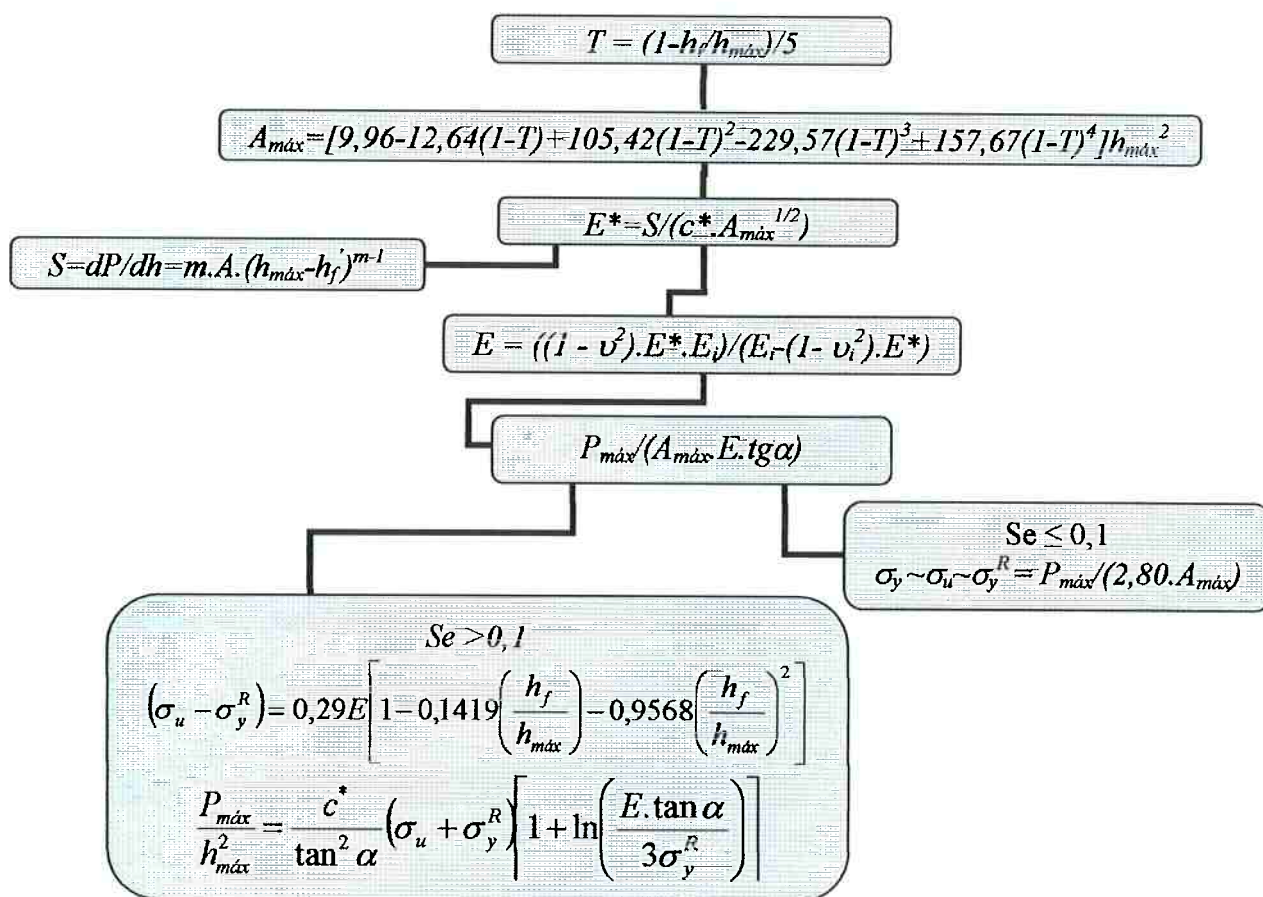


Figura 33. Esquema representativo da rotina de cálculos proposta por Suresh e Giannakopoulos [5] para determinar as tensões residuais.

Após seguir a rotina de cálculos representada na Figura 33, o passo 5º do item 2.3.2.3 foi utilizado para determinar as tensões residuais.

CAPÍTULO 5

5

RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Microestrutura dos filmes

A Figura 34 apresenta as micrografias reveladas por *MEV* das amostras 10, 11 e 12, revestidas na *Colorado School of Mines*. As espessuras dos revestimentos estão indicados junto às micrografias, sendo aproximadamente $1,18 \mu\text{m}$ para a amostra 10, $1,17 \mu\text{m}$ para a amostra 11 e $0,33 \mu\text{m}$ para a amostra 12.

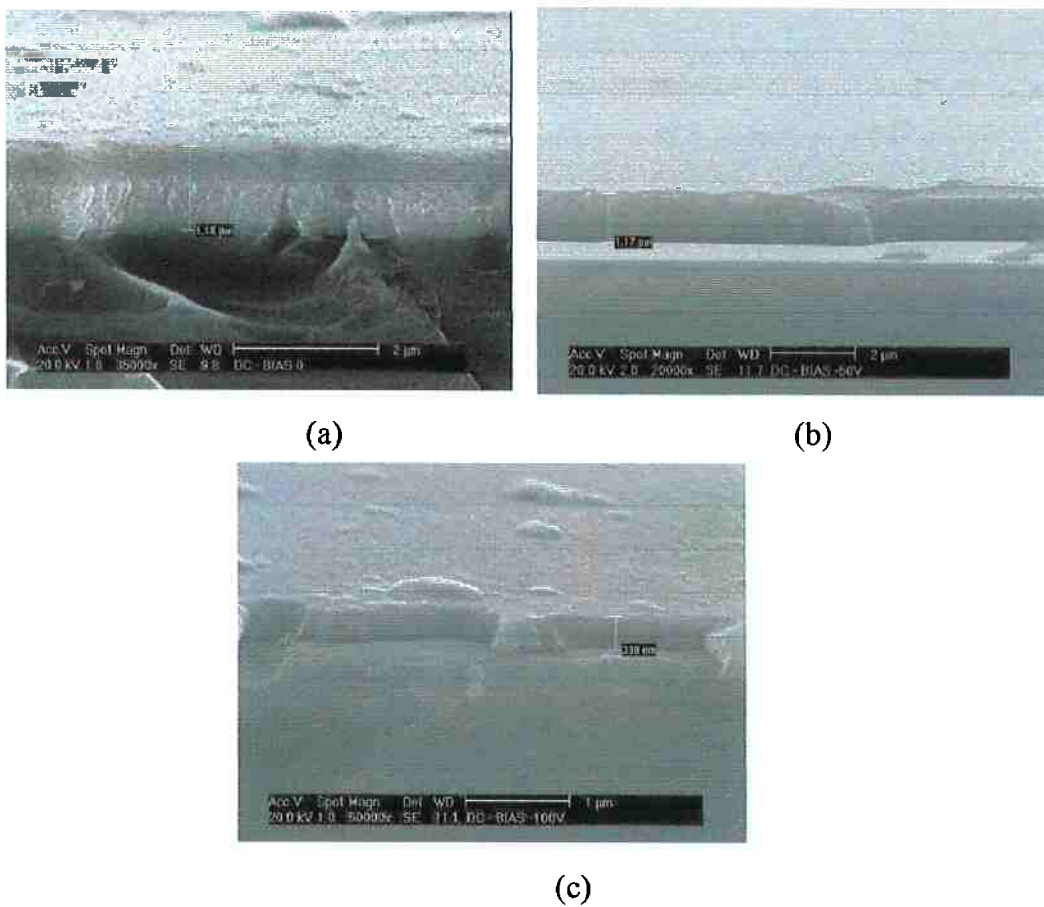


Figura 34. Micrografias dos filmes depositados no silício, reveladas ao *MEV*. a) amostra 10 b) amostra 11 c) amostra 12

Nota-se que para as amostras 10 e 11, as espessuras são aproximadamente iguais, diferindo da medida para a amostra 12, que apresentou um valor menor. Acredita-se que essa variação tenha ocorrido pelo aumento da voltagem negativa (*bias*) na deposição da amostra 12, o que aumentou o bombardeamento no substrato e pode ter causado *sputtering* do próprio filme. O indicativo disso é que a amostra 12 teve a menor espessura de revestimento com o maior valor da voltagem negativa (*bias*) e também teve os maiores valores de rugosidade média *Ra* (Tabela 15, do item 5.3.2.1.2), que foram aproximadamente o dobro dos obtidos para as amostras 10 e 11, revestidas pelo mesmo processo.

A Figura 34 revela, também, que as estruturas dos filmes são colunares. Esse resultado possui relação com a razão entre a temperatura de deposição e a temperatura de fusão do revestimento (T/T_m). Em geral, a temperatura de deposição por *PVD* situa-se entre 250 °C e 550 °C [12]. Para alguns casos de deposição por *sputtering* pode haver temperaturas menores, por exemplo, 100 °C. A temperatura de fusão do *TiN* é 2949 °C [64]. Neste caso, a razão T/T_m obtida enquadra-se na faixa T do diagrama de *Thorton* [22] (Figura 5), onde os filmes caracterizam-se por estruturas densas, colunares e possuem excelentes propriedades mecânicas, como tinha sido objetivado.

As microestruturas dos revestimentos fabricados na *Brasimet* não foram analisados no *MEV*, por falta de amostras disponíveis. Porém, acredita-se que suas estruturas sejam colunares e também possuam boas propriedades mecânicas, pelo fato de serem fruto de processo comercial otimizado para esse fim.

5.2 Curvas de indentação instrumentada

Avaliando-se todas as curvas de indentação instrumentada, percebeu-se que, para as amostras revestidas na *Brasimet*, existiu uma quantidade maior de resultados irregulares (~ 66% para a força de 30mN e ~ 61% para a força de 50mN) do que para

as amostras revestidas na *Colorado School of Mines*, onde, inclusive, foram obtidos valores negativos de profundidade final (h_f), fisicamente sem significado.

Observando-se as curvas das Figuras, 28 e 29, verifica-se que há uma descontinuidade entre o ciclo de aplicação-remoção de força, como se o penetrador perdesse o contato com a superfície. Esse fenômeno não foi observado nas amostras revestidas na *Colorado School of Mines* e, portanto, considera-se que o problema esteja nas amostras comerciais, apesar da causa ser desconhecida.

Observando-se a Figura 30, que se refere à uma amostra revestida na *Colorado School of Mines*, atribui-se o problema das curvas irregulares (~56% para a força de 10mN e ~48% para a força de 20mN) à baixa força de indentação, visto que para a força maior (20 mN) houve diminuição do número de curvas irregulares. Baixas forças de indentação são mais susceptíveis às dispersões. Estas dispersões podem ser atribuídas às baixas profundidades de indentação que não superam os valores de rugosidade, o que será discutido posteriormente no item 5.3.2.1.2.

Foram investigadas outras possíveis causas das curvas irregulares. Uma delas é o fato do penetrador do equipamento *Fischerscope* possuir um anel de posicionamento (Figura 27), que pode ter interagido magneticamente com as amostras, causando alterações nas curvas. Por essa razão, mediu-se o campo magnético das 12 amostras. A Tabela 5 apresenta esses valores.

Tabela 5. Medidas de campo magnético das amostras revestidas.

Medidas do Campo Magnético (μT)												
Amostra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Campo Magnético	1,0	0	0,1	0	0,6	0,7	1,3	0	0,6	2,1	0	1,4

Observando-se os resultados da Tabela 5, nota-se que os baixos valores de campo magnético indicam que a possibilidade de interferência desta variável sobre o ensaio de indentação é pequena. Em algumas amostras, houve a tentativa de desmagnetização das mesmas, mas o valor do campo magnético após a

desmagnetização não foi reduzido, ou seja, os valores apresentados podem ser considerados como residuais. O campo magnético pode estar associado às regiões da matriz de cobalto do metal-duro (substrato), de pequena fração volumétrica nesse tipo de material.

Deve-se salientar que todos os valores apresentados nos itens seguintes foram selecionados baseando-se nos resultados dos ensaios de indentação que forneceram curvas “qualitativamente” adequadas (por exemplo, Figura 31).

5.3 Avaliação das tensões residuais

5.3.1 Análise quantitativa das tensões residuais

A Tabela 5 apresenta os parâmetros utilizados para os cálculos das tensões residuais pela técnica de indentação instrumentada. Os valores de área de contato e módulo de elasticidade foram obtidos conforme Figura 33, apresentada no item 4.2.4, e os valores da “relação e *Suresh*” foram calculados através da Equação 32.

Os resultados assinalados em vermelho são menores do que 0,1. Portanto, como indica a Equação 32, nesses casos as amostras se enquadrariam no regime de transição elásto-plástico.

Tabela 6. Valores de área máxima, módulo elástico do filme e “relação de Suresh” (definição do tipo de deformação), todos calculados segundo metodologia apresentada na ref. [5].

Amostra	Força (N)	$h/h_{máx}$	$A_{máx}$ (m ²)	E_{filme} (Pa) $\nu = 0,19$	“Relação de Suresh”
1	0,03	0,35	6,16E-13	1000E+09	0,12
1	0,05	0,43	1,42E-12	679E+09	0,13
2	0,03	0,34	7,67E-13	588E+09	0,16
2	0,05	0,38	1,50E-12	631E+09	0,13
3	0,03	0,43	9,96E-13	723E+09	0,10
3	0,05	0,61	3,07E-12	293E+09	0,14
4	0,03	0,45	1,54E-12	527E+09	0,09
4	0,05	0,55	3,78E-12	451E+09	0,07
5	0,03	0,41	9,44E-13	737E+09	0,11
5	0,05	0,46	1,86E-12	728E+09	0,09
6	0,03	0,48	1,94E-12	402E+09	0,09
6	0,05	0,41	2,59E-12	563E+09	0,08
7	0,03	0,39	9,70E-13	668E+09	0,11
7	0,05	0,43	2,20E-12	751E+09	0,07
8	0,03	0,37	8,63E-13	663E+09	0,13
8	0,05	0,34	1,75E-12	668E+09	0,11
9	0,03	0,40	1,25E-12	580E+09	0,10
9	0,05	0,43	1,34E-12	880E+09	0,11
10	0,01	0,33	1,59E-13	844E+09	0,18
10	0,02	0,50	1,42E-12	396E+09	0,09
11	0,01	0,28	2,96E-13	494E+09	0,17
11	0,02	0,34	5,91E-13	535E+09	0,16
12	0,01	0,45	9,22E-13	294E+09	0,09
12	0,02	0,53	1,74E-12	392E+09	0,07

Observando-se a “relação de Suresh” das amostras 4, 6 e 12, nota-se que, para ambas as forças aplicadas, os valores são menores do que 0,1, enquadrando-se no regime de transição elasto-plástica. Enquanto que, para as amostras 5, 7 e 10, para a força de 30 mN, os resultados ultrapassaram 0,1 e, para a força de 50 mN os resultados se encontraram abaixo de 0,1, ou seja, para a mesma amostra, a “relação de Suresh” indica duas rotinas de cálculos para obtenção da tensão residual.

Na verdade, a coluna da “relação de Suresh” mostra que todos os valores não distam significativamente do valor adotado para definir a transição elasto-plástica, ou seja,

menores do que 0,1. Por essa razão, para os resultados maiores do que 0,1, considerou-se conveniente o cálculo das tensões residuais pelas duas rotinas de cálculos descritas na Figura 33 do item 4.2.4.

As Tabelas 07, 08, 09 e 10 apresentam as tensões residuais determinadas através da técnica de difração por raios-X e as calculadas pelo método de indentação instrumentada. Os resultados dividem-se em três colunas. A primeira coluna corresponde aos valores de difração por raios-X, a segunda aos determinados pela técnica de indentação considerando-se regime plástico de deformação e a terceira aos resultados obtidos por indentação, considerando-se o regime de transição elasto-plástico.

As amostras 3, 6 e 8 foram embutidas por outros pesquisadores, o que impossibilitou a análise de difração por raios-X.

Tabela 07. Valores das tensões residuais [GPa] obtidos com a técnica de difração por raios-X e indentação instrumentada com força máxima de 30mN para as amostras revestidas na Brasimet.

Processo de Deposição	Amostra	DRX (GPa)	$\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ com def. plástica (GPa)	$\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ com def. elasto-plástica (GPa)
A	1	7,08	321	10
	2	7,79	178	9
	3	-----	235	7
B	4	10,17	-----	4
	5	8,26	239	7
	6	-----	-----	3
C	7	7,76	215	7
	8	-----	210	7
	9	6,35	179	5

Tabela 08. Valores das tensões residuais [GPa] obtidos com a técnica de difração por raios-X e indentação instrumentada com força máxima de 50mN para as amostras revestidas na Brasimet.

Processo de Deposição	Amostra	DRX (GPa)	$\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ com def. plástica (GPa)	$\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ com def. elasto-plástica (GPa)
A	1	7,08	208	8
	2	7,79	199	7
	3	-----	87	4
B	4	10,17	-----	3
	5	8,26	-----	6
	6	-----	-----	4
C	7	7,76	-----	5
	8	-----	219	6
	9	6,35	285	8

Os valores das tensões residuais calculadas através da difração por raios-X, apresentados nas Tabelas 7 e 8, mostram uma tendência, porém não se pode afirmar qual dos processos apresenta maior tensão residual, pois esses valores estão muito próximos. Além disso, nos processos de deposição feitos na *Brasimet*, foram variados vários parâmetros (Tabela 3). O processo *A* teve a maior temperatura de deposição, fator que contribuiria para minimizar as tensões residuais, pois possibilita maior movimentação atômica e, portanto, maior possibilidade de arranjo atômico. Esse processo também contou com o menor valor da voltagem negativa (*bias*), indicando que foi a corrida de deposição menos energética. Em vista dessas duas observações, era esperado que os valores das tensões residuais nas amostras revestidas pelo processo *A* fossem os menores. Quanto aos processos *B* e *C*, fica difícil dizer o que era esperado, pois há a diminuição de temperatura em relação ao processo *A*, e, ao mesmo tempo, há aumento da voltagem negativa (*bias*); parâmetros esses que, de alguma forma, devem se compensar, para resultar em valores de tensão residual próximos.

Os resultados das Tabelas 7 e 8 também mostram que os valores calculados considerando-se deformação plástica são cerca de uma ordem de grandeza maiores do que os valores de tensão determinados na análise de difração por raios-X. Por sua

vez, os valores calculados considerando-se o regime de transição elasto-plástico são da mesma ordem de grandeza que os determinados pela análise de difração por raios-X, apesar de não serem proporcionais.

A diferença entre os dois valores das tensões calculadas pela indentação foi atribuída ao fato dos resultados da “relação de *Suresh*” que ultrapassaram 0,1 ficarem muito próximos a esse valor. Para as amostras 5, 7, 10, dependendo da força aplicada, esse número ficou tanto abaixo de 0,1 como acima de 0,1, indicando os dois regimes para a mesma amostra, o que fisicamente não deveria acontecer. Por essas razões e considerando-se a imprecisão do ensaio, pôde-se supor que, apesar da “relação de *Suresh*” ultrapassar o valor proposto de 0,1, deve-se adotar o regime de transição elasto-plástico em todos os casos.

Os resultados das tensões residuais calculadas através da técnica de indentação deveriam ser os mesmos para ambas as forças aplicadas. Porém, nota-se que existe uma variação aleatória desses valores, ou seja, para algumas amostras existe um aumento de tensão com o aumento da força e, para outras, observa-se que, aumentando a força, a tensão diminui. Percebe-se que esse fato ocorre até para as amostras revestidas pelo mesmo processo de deposição.

Tabela 09. Valores das tensões residuais [GPa] obtidos com a técnica de difração por raios-X e indentação instrumentada com força máxima de 10mN para as amostras revestidas na Colorado School of Mines.

Amostra	DRX (GPa)	$\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ com def. plástica (GPa)	$\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ com def. elasto-plástica (GPa)
10	3,69	251	1
11	6,61	150	7
12	10,29	-----	-----

Tabela 10. Valores das tensões residuais obtidos com a técnica de difração por raios-X e indentação instrumentada com força máxima de 20mN para as amostras revestidas na Colorado School of Mines.

Amostra	DRX (GPa)	$\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ com def. plástica (GPa)	$\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ com def. elasto-plástica (GPa)
10	3,69	-----	3
11	6,61	165	7
12	10,29	-----	-----

As Tabelas 9 e 10 mostram que, para as amostras revestidas na *Colorado School of Mines*, os valores de tensão residual obtidos com a técnica de difração por raios-X estão na ordem de *GPa*, que são valores esperados para esse tipo de deposição (*PVD*) [1]. Nota-se que os valores de tensão residual crescem com o aumento do *bias*, o que está de acordo com os dados da literatura, pois aumentando a energia dos íons ocorre maior quantidade de defeitos pontuais, confirmando os resultados obtidos por *Mounier e Pauleau* [20], assim como os de *Carrasco et al.* [21].

Da mesma maneira que ocorreu com as amostras revestidas pela *Brasimet*, os valores calculados com base nos dados de indentação instrumentada, considerando-se deformação plástica, são cerca de uma ordem de grandeza maiores que os valores de tensão determinados na análise de difração por raios-X. E os valores calculados considerando-se o regime de transição elasto-plástico são da mesma ordem de grandeza que os determinados pela análise de difração por raios-X, apesar de não serem proporcionais.

Nota-se (Tabela 6) que, para a amostra 10, a deformação considerada plástica ocorre com a menor força aplicada (10mN) e a deformação no regime elasto-plástico ocorre com o acréscimo da força (20mN). Pela lógica o contrário seria esperado. Essa discrepância é atribuída a uma série de fatores, entre eles: força de ensaio ser muito baixa, causando dispersão nos valores de $h_{máx}$, influência da rugosidade, do substrato e arredondamento da ponta do penetrador.

Considerando-se a amostra 11, a análise feita no parágrafo acima está de acordo com o esperado. Adicionalmente, as tensões calculadas para o regime de transição elasto-plástico são iguais, independentemente da força aplicada, o que fisicamente está correto. Apesar deste fato, deve-se levar em conta que inúmeras influências são exercidas, como já mencionado, e, na análise geral de todas as amostras não houve nenhum caso como esse. Então se conclui que pode ter havido uma coincidência para esta amostra.

Para a amostra 12, não foi possível o cálculo das tensões residuais através da técnica de indentação. Com força de ensaio de $20mN$, muitos dos valores obtidos de $h_{máx}$ ultrapassam a espessura do filme. Por essa razão não há como comparar as tensões obtidas por indentação para essa amostra.

Nos itens que seguem serão detalhados alguns dos possíveis problemas que puderam ter influenciado nos resultados dos cálculos de tensão residual pela técnica de indentação instrumentada.

5.3.2 Fatores de influência nos cálculos das tensões residuais pela metodologia de Suresh e Giannakopoulos [5]

Algumas considerações devem ser feitas quando se calcula tensão residual pela técnica de indentação instrumentada. Existem fatores que podem influir nos resultados, ocasionando erros. Entre eles pode-se citar:

- influência do substrato [6]
- influência da rugosidade [6]
- influência dos fenômenos *sink-in* e *pile-up* [44]

Através dos valores de profundidade máxima ($h_{máx}$), pode-se avaliar qualitativamente a influência do substrato e da rugosidade. Esse parâmetro, segundo Suresh e Giannakopoulos [5], também possibilita fazer uma análise qualitativa das tensões residuais, como será visto no item 5.3.2.1.3. A razão $h/h_{máx}$ é um indicativo da

influência dos fenômenos *sink-in* e *pile-up*. Nos parágrafos que seguem serão discutidos esses dois parâmetros e suas influências no caso em estudo.

5.3.2.1 Resultados de profundidade máxima

5.3.2.1.1 Influência do substrato

A Tabela 11 apresenta as espessuras dos 12 filmes ensaiados e os valores de $h_{máx}$ recomendados pela *ISO 14577-1* [42], para que os efeitos do substrato possam ser desprezados nos resultados de indentação.

Tabela 11. Restrição recomendada pela ISO para evitar efeito do substrato nas medidas de indentação instrumentadas para as amostras estudadas.

Amostra	Espessura do Filme	Valor de $h_{máx}$ recomendado ($\leq 10\%$ da espessura do filme)
1 a 9	$\approx 3 \mu\text{m}$	$h_{máx} \leq 0,3 \mu\text{m} = 300\text{nm}$
10	$\approx 1,18 \mu\text{m}$	$h_{máx} \leq 0,18 \mu\text{m} = 180\text{nm}$
11	$\approx 1,17 \mu\text{m}$	$h_{máx} \leq 0,17 \mu\text{m} = 170\text{nm}$
12	$\approx 0,33 \mu\text{m}$	$h_{máx} \leq 0,033 \mu\text{m} = 33\text{nm}$

As Tabelas 12, 13, 14 e 15 mostram os valores de $h_{máx}$, em nanômetros, obtidos nos ensaios de indentação para as 12 amostras, com as diferentes forças de penetração. Para melhor visualização, foram destacadas em vermelho as profundidades máximas que estão fora da especificação prevista na Tabela 11.

Tabela 12. Valores de $h_{m\acute{a}x}$ [nm] para as amostras revestidas pela Brasimet, em ensaio de indentação instrumentada com força máxima de 30mN.

Amostra	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Força Máxima 30mN	177	260	295	259	218	367	251	250	215
	153	264	229	185	198	280	241	165	249
	191	197	169	196	168	356	197	193	157
	182	173	193	201	283	242	216	222	184
	209	134	187	214	242	348	239	259	207
	167	-----	378	191	274	342	-----	-----	315
	218	-----	194	439	176	242	-----	-----	188
	-----	-----	194	201	327	312	-----	-----	255
	-----	-----	212	638	164	-----	-----	-----	176
	-----	-----	-----	236	189	-----	-----	-----	225
	-----	-----	-----	282	-----	-----	-----	-----	-----
Média	185	206	228	277	224	311	229	218	217
Desvio	23	56	67	140	56	51	22	39	47

Tabela 13. Valores de $h_{m\acute{a}x}$ [nm] para as amostras revestidas pela Brasimet em ensaio de indentação instrumentada com força máxima de 50mN.

Amostra	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Força Máxima 50mN	243	368	389	412	295	455	408	235	284
	217	283	393	463	245	349	300	280	254
	376	214	354	408	281	420	383	430	277
	245	316	364	436	417	276	350	226	278
	259	239	328	414	308	381	240	272	216
	213	-----	339	-----	323	360	358	489	280
	263	-----	391	-----	289	306	432	262	241
	265	-----	387	-----	-----	443	438	-----	273
	248	-----	356	-----	-----	301	238	-----	259
	230	-----	383	-----	-----	423	284	-----	229
	300	-----	384	-----	-----	-----	312	-----	327
	230	-----	390	-----	-----	-----	-----	-----	-----
	-----	-----	393	-----	-----	-----	-----	-----	-----
Média	257	284	373	427	308	371	340	313	265
Desvio	44	61	22	23	54	63	71	103	30

Os valores de $h_{m\acute{a}x}$ apresentados nas Tabelas 12 e 13 (amostras revestidas na Brasimet) são coerentes no que diz respeito à força de ensaio, ou seja, para cada amostra, quanto maior a força de ensaio, maior foi o valor médio de $h_{m\acute{a}x}$. O incremento dos valores médios de $h_{m\acute{a}x}$ com a força aplicada foi aproximadamente

semelhante em todos os casos, em torno de 30%, com exceção das amostras 6 e 9, nas quais foram observados incrementos em torno de 17%.

Considerando-se os processos de fabricação das amostras (Tabela 3, item 4.1), pôde-se observar que as amostras do processo A foram as que tiveram menores valores de profundidade máxima, enquanto que nas fabricadas pelo processo B foram observados os maiores valores. Estes valores ($h_{máx}$) sugerem uma tendência, mas não se pode concluir nada, dada a dispersão dos resultados.

Tabela 14. Valores de $h_{máx}$ [nm], para as amostras revestidas pela Colorado School of Mines utilizando força máxima de 10mN.

Amostra	10	11	12
Força Máxima 10mN	94	172	252
	94	245	283
	73	116	108
	86	106	265
	141	103	105
	96	78	397
	91	81	288
	103	-----	232
	96	-----	96
	72	-----	212
	-----	-----	197
	-----	-----	166
Média	95	129	217
Desvio	19	60	89

Tabela 15. Valores de $h_{m\acute{a}x}$ [nm], para as amostras revestidas pela Colorado School of Mines utilizando força máxima de 20mN.

Amostra	10	11	12
Força Máxima 20mN	122	136	593
	126	227	354
	137	225	281
	139	136	365
	148	183	216
	152	294	229
	387	163	248
	356	148	235
	383	174	378
	384	172	113
	390	143	150
	393	-----	265
	-----	-----	273
Média	260	182	285
Desvio	128	49	121

Os valores de $h_{m\acute{a}x}$ apresentados nas Tabelas 14 e 15 (amostras revestidas na Colorado School of Mines) são coerentes no que diz respeito à força de ensaio, ou seja, para cada amostra, quanto maior a força de ensaio, maior foi o valor médio de $h_{m\acute{a}x}$. Este incremento é aproximadamente o mesmo para as amostras 11 e 12 e chama a atenção o grande incremento na média de $h_{m\acute{a}x}$ para a amostra 10.

Para a amostra 12, em todos os casos as profundidades de penetração máximas ultrapassam os valores especificados na Tabela 11, e para a força de 20mN, alguns valores ultrapassam a espessura do filme. Desta forma, para essa amostra não foi possível utilizar os dados de indentação obtidos com força de 20 mN, já que, obviamente, a leitura dos resultados inclui os efeitos do substrato.

5.3.2.1.2 Influência da rugosidade

A Tabela 15 apresenta os valores de rugosidade média Ra para as 12 amostras.

Tabela 16. Valores de rugosidade média das amostras revestidas.

RUGOSIDADE MÉDIA (μm)												
amostra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Ra	0,105	0,16	0,117	0,15	0,112	0,167	0,22	0,19	0,17	0,077	0,064	0,164
Ra	0,109	0,15	0,163	0,14	0,183	0,18	0,21	0,211	0,23	0,042	0,087	0,136
Ra	0,105	0,17	0,139	0,15	0,183	0,192	0,22	0,205	0,16	0,053	0,075	0,131
Média	0,106	0,16	0,140	0,147	0,159	0,18	0,217	0,202	0,187	0,057	0,075	0,144

Os valores de Ra apresentados na Tabela 16 mostram que a rugosidade média possui valores elevados se comparados aos valores obtidos de $h_{máx}$. Sendo assim, a rugosidade pode influenciar significativamente os resultados obtidos através do ensaio de indentação. A norma *ISO 14577-1* [42] prevê que, para obter-se resultados confiáveis, a relação $h_{máx} \geq 20 Ra$ (rugosidade média) deve ser cumprida, ou um grande número de medições deve ser efetuado. De fato, *Lepienski et al.* [6] indicaram esse parâmetro como um dos fatores que podem inviabilizar os cálculos de tensão residual pela metodologia proposta por *Suresh e Giannakopoulos* [5].

Outro fator a considerar é que os valores da Tabela 16 foram afetados pela distribuição irregular das alturas de rugosidade, ou seja, esses resultados de Ra apresentados na Tabela 16 são médias dos picos e vales do revestimento, que possuem valores variando até $\sim 1,16 \mu\text{m}$. As Figuras 35 e 36 apresentam a distribuição de alturas para as amostras 1 e 11, respectivamente. Conjuntamente a estas figuras estão apresentadas micrografias das superfícies das amostras 1 e 11, reveladas por microscopia de força atômica (*AFM*).

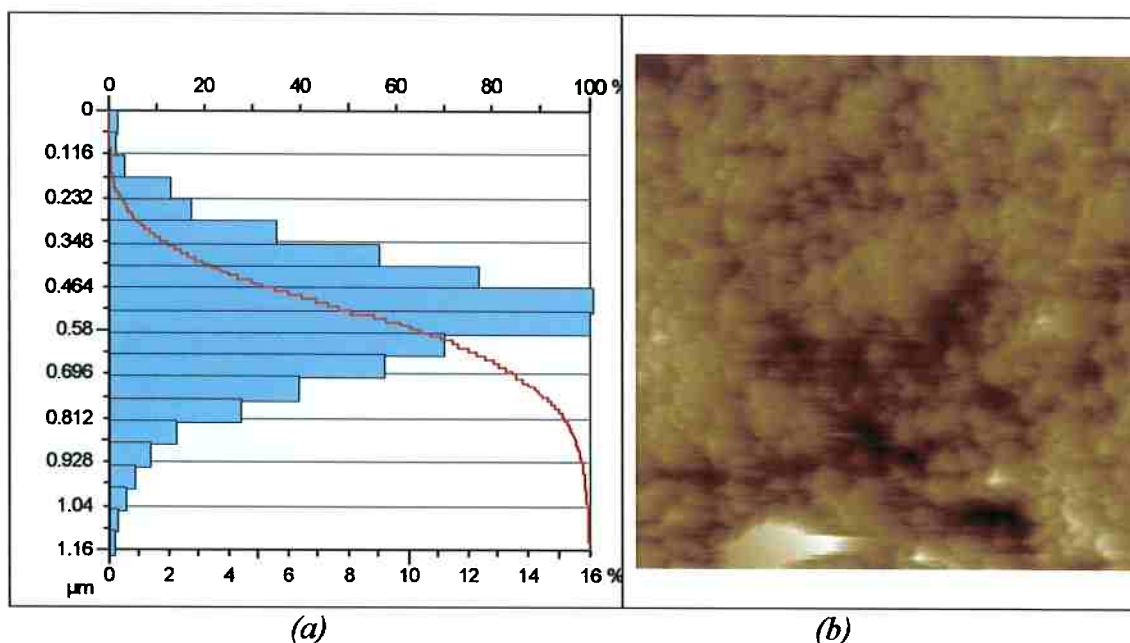


Figura 35. a) Distribuição de alturas de rugosidade da amostra 1, obtidas por rugosímetro de contato mecânico. b) Imagem da superfície da amostra 1 revelada por microscopia de força atômica (área da imagem = 2500 micrometros²).

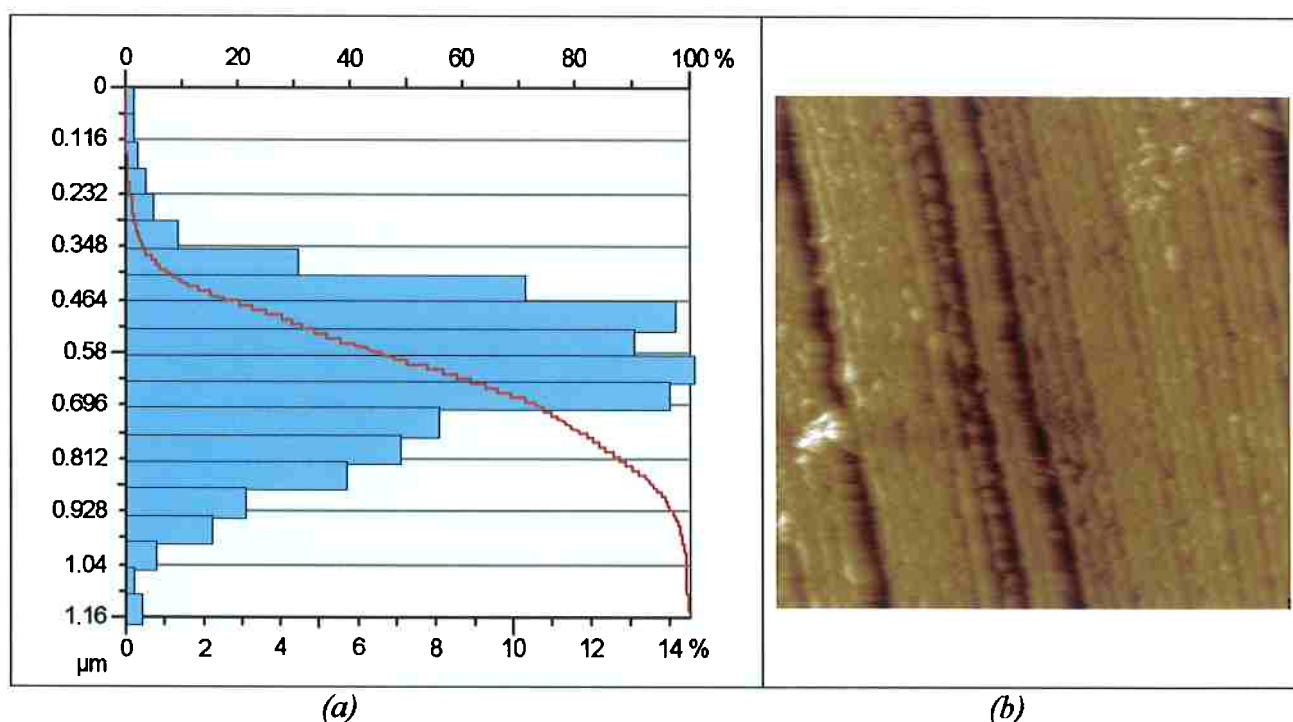


Figura 36. a) Distribuição de alturas de rugosidade da amostra 11, obtidas por rugosímetro de contato mecânico. b) Imagem da superfície da amostra 11 revelada por microscopia de força atômica (área da imagem = 2500 micrometros²).

Vale lembrar que o valor médio de profundidade máxima para a amostra 1 foi de 185 nm com a força de 30mN e 257nm para a força de 50 mN. E, para a amostra 11, o valor médio da profundidade máxima foi de 129nm para a força de 10mN e 182nm para a força de 20mN. Ambos os valores para as duas amostras ensaiadas são menores do que as alturas de rugosidade observadas nas Figuras 35 e 36. A variação das alturas de rugosidade pode estar associada aos seguintes fatores:

- textura do filme, como mostra a Figura 35 (b).
- “cópia” da rugosidade do substrato pelo filme, como mostra a Figura 36 (b).

Para efeito comparativo, mediu-se o Ra de uma pastilha sem recobrimento e obteve-se $Ra = 0,171$, que é um valor semelhante aos obtidos na Tabela 16.

Como as profundidades de penetração máxima ($h_{máx}$) não cumpriram a relação $h_{máx} \geq 20 Ra$, levou-se em conta a recomendação da *ISO 14577-1* [42], que menciona que, quando essa relação não é cumprida, o número de medidas no ensaio de indentação pode ser um fator de influência nos resultados. Por essa razão, os resultados de *Katsuragi* [40] foram analisados. Este, realizou ensaios com força máxima de 30mN na amostra 3 deste trabalho, obtendo um valor médio para profundidade máxima relativo a 100 pontos de indentação de 249 ± 81 nm, o que equivale a um coeficiente de dispersão de 32,5%. Comparando-se este valor com o valor médio apresentado na Tabela 12, percebe-se uma diferença de apenas 8% entre os valores obtidos nesse trabalho e que o coeficiente de dispersão apresentado na Tabela 12 foi menor – 29,4% - para um menor número de ensaios, 9. Desta forma, conclui-se que para o caso em estudo, os resultados de $h_{máx}$ (parâmetro de entrada para os cálculos de tensão residual) não variam consideravelmente, mesmo para um número grande de ensaios.

5.3.2.2 Razão $h_f/h_{máx}$

O parâmetro $h_f/h_{máx}$ indica se o material ensaiado se comporta como elástico perfeito (valores iguais a zero) ou plástico perfeito (valores iguais a 1). A literatura [46 apud 35, 44, 45] também aponta que este parâmetro pode ser utilizado como indicativo da

ocorrência dos fenômenos *sink-in* e *pile-up*, associados com a variação da área real de contato durante um ensaio de indentação. A literatura [46 apud 35, 45] indica que, quando $h_f/h_{m\acute{a}x} < \sim 0,88$, espera-se que ocorra o fenômeno *sink-in* e, quando $h_f/h_{m\acute{a}x} > \sim 0,88$, espera-se que ocorra o fenômeno *pile-up*. *Phaar* [44] sugere que quando $h_f/h_{m\acute{a}x} < 0,7$, o fenômeno *pile-up* pode ser insignificante, dependendo do coeficiente de encruamento do material. (item 2.3.2.1.1).

As Tabelas 17, 18, 19 e 20 apresentam os valores da razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ para as 12 amostras em estudo, em função da força máxima de carregamento utilizada nos ensaios de indentação.

Tabela 17. Valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$, utilizando força máxima de 30mN, para as amostras revestidas na Brasimet.

Amostra	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Força Máxima (P _{máx}) = 30mN	0,39	0,45	0,31	0,34	0,25	0,61	0,40	0,55	0,42
	0,30	0,43	0,35	0,20	0,40	0,24	0,38	0,36	0,54
	0,31	0,35	0,35	0,34	0,17	0,63	0,30	0,45	0,26
	0,25	0,33	0,33	0,51	0,48	0,38	0,39	0,18	0,46
	0,52	0,16	0,47	0,45	0,53	0,55	0,49	0,31	0,47
	0,32	-----	0,61	0,40	0,58	0,66	-----	-----	0,42
	0,34	-----	0,47	0,67	0,39	0,42	-----	-----	0,45
	-----	-----	0,45	0,55	0,40	0,37	-----	-----	0,36
	-----	-----	0,54	0,74	0,40	-----	-----	-----	0,23
	-----	-----	-----	0,50	0,45	-----	-----	-----	0,37
	-----	-----	-----	0,28	-----	-----	-----	-----	-----
	Média	0,35	0,34	0,43	0,45	0,41	0,48	0,39	0,37
Desvio	0,09	0,11	0,10	0,16	0,12	0,15	0,07	0,14	0,10

Tabela 18. Valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$ utilizando força máxima de 50mN para as amostras revestidas na Brasimet

Amostra	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Força Máxima (P _{máx}) = 50mN	0,45	0,56	0,63	0,50	0,39	0,34	0,41	0,34	0,48
	0,41	0,33	0,64	0,32	0,43	0,48	0,54	0,40	0,33
	0,62	0,37	0,58	0,63	0,42	0,52	0,34	0,21	0,50
	0,38	0,37	0,60	0,64	0,60	0,38	0,24	0,20	0,53
	0,47	0,27	0,59	0,65	0,57	0,58	0,48	0,43	0,45
	0,30	-----	0,56	-----	0,45	0,61	0,43	0,44	0,36
	0,46	-----	0,65	-----	0,34	0,29	0,60	0,35	0,40
	0,48	-----	0,63	-----	-----	0,31	0,40	-----	0,47
	0,46	-----	0,55	-----	-----	0,34	0,51	-----	0,31
	0,41	-----	0,64	-----	-----	0,29	0,43	-----	0,37
	0,45	-----	0,60	-----	-----	-----	0,39	-----	0,48
	0,31	-----	0,64	-----	-----	-----	-----	-----	-----
	-----	-----	0,65	-----	-----	-----	-----	-----	-----
Média	0,43	0,38	0,61	0,55	0,46	0,41	0,43	0,34	0,43
Desvio	0,08	0,11	0,03	0,14	0,09	0,12	0,10	0,10	0,07

Em princípio, quanto menor a força de ensaio, menor deve ser a razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$, ou seja, para uma mesma amostra, o valor apresentado na Tabela 17 deve ser menor que o valor da Tabela 18. Isto foi confirmado para a maioria dos casos, com exceção das amostras 6 e 8, as quais tiveram valores médios de $h_f/h_{m\acute{a}x}$ semelhantes com as forças diferentes.

Tabela 19. Valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$ utilizando força máxima de 10mN, para as amostras revestidas no Colorado School of Mines.

Amostra	10	11	12
Força Máxima (P _{máx}) = 10mN	0,38	0,30	0,53
	0,42	0,62	0,38
	0,28	0,25	0,44
	0,25	0,23	0,22
	0,37	0,32	0,34
	0,25	0,18	0,57
	0,39	0,09	0,80
	0,38	-----	0,41
	0,32	-----	0,32
	0,27	-----	0,29
	-----	-----	0,55
	-----	-----	0,56
Média	0,33	0,28	0,45
Desvio	0,06	0,17	0,16

Tabela 20. Valores de $h_f/h_{m\acute{a}x}$, utilizando força máxima de 20mN, para as amostras revestidas no Colorado School of Mines.

Amostra	10	11	12
Força Máxima (Pmáx) = 20mN	0,30	0,29	0,78
	0,33	0,30	0,66
	0,46	0,40	0,32
	0,44	0,28	0,78
	0,31	0,45	0,60
	0,44	0,34	0,40
	0,63	0,35	0,55
	0,55	0,31	0,56
	0,64	0,41	0,70
	0,60	0,34	0,24
	0,64	0,27	0,26
	0,65	-----	0,48
	-----	-----	0,53
Média	0,50	0,34	0,53
Desvio	0,14	0,06	0,18

Como analisado para as amostras *Brasimet* (Tabelas 17 e 18), os valores $h_f/h_{m\acute{a}x}$ para todas as amostras revestidas na *Colorado School of Mines* (Tabela 19 e 20) foram menores para os ensaios realizados com forças de indentação menores.

A razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$ é um dado de entrada para o cálculo da área de contato, segundo a metodologia proposta por *Suresh e Giannakopoulos* [5]. Estes pesquisadores apresentaram um conjunto de pontos (Figura 21), que, por sua vez, permitem a definição de uma equação de ajuste para o cálculo da área de contato. Nota-se nessa figura que há uma maior quantidade de pontos acima do valor 0,75 para a razão $h_f/h_{m\acute{a}x}$. Isto significa que a determinação da área de contato deve ser mais próxima da real nos casos em que há ocorrência do fenômeno *pile-up*. Considerando-se os valores apresentados nas Tabelas 17, 18, 19 e 20 não deve ter ocorrido *pile-up* nas amostras ensaiadas, e sim o fenômeno *sink-in* [44], podendo ser uma fonte de erro no cálculo da área de contato.

Adicionalmente, os resultados obtidos para os módulos de elasticidade são um forte indicativo de que houve erros nos cálculos de área de contato. A literatura fornece alguns valores para o módulo de elasticidade do *TiN*, sendo eles: 417 (111) [67]; 440

[64]; 450 ± 100 [68]. Observando-se a Tabela 6, nota-se que muitos resultados de módulo estão fora das faixas encontradas na literatura e, como a área de contato é o parâmetro de entrada para esses cálculos, conclui-se que pode ter havido erros.

Corroborando com esta consideração, o trabalho de *Lepienski et al.* [6], que concluíram que o método para os cálculos de tensão residual sugerido por *Suresh e Giannakopoulos* [5] só seria útil quando o fenômeno de *pile-up* fosse apreciável.

5.3.2.3 Avaliação qualitativa das tensões residuais

A avaliação qualitativa foi baseada no método proposto por *Suresh e Giannakopoulos* [5], que indicam que valores de $h_{máx}$ tendem a diminuir com o aumento das tensões compressivas e a aumentar com o aumento das tensões trativas.

Considerando-se os resultados de $h_{máx}$ para as amostras revestida na *Brasimet* (1 a 9) fica difícil dizer qual dos processos apresenta maior tensão residual, baseando-se somente na profundidade de indentação. Diversos parâmetros foram variados durante a deposição (Tabela 3), e não sabe-se o quanto a variação de um afeta o outro, o que inviabiliza esse tipo de análise.

O que pode ser notado é que, para ambas as forças aplicadas, a amostra 1 permanece com a menor média de $h_{máx}$ e a amostra 4 permanece com a maior média de $h_{máx}$, indicando assim, que através da metodologia proposta por *Suresh e Giannakopoulos* [5] a amostra 1 deveria apresentar maior tensão residual e a amostra 4 a menor. Nos ensaios de difração por raios-X ocorre exatamente o contrário, ou seja, a amostra 1 apresenta um dos menores valores de tensão residual e a amostra 4 apresenta o maior valor. Porém, como os resultados de difração fornecem somente uma tendência, os mesmos não permitem conclusões seguras. Obviamente, os resultados de tensão residual calculados pela indentação estarão de acordo com as análises de $h_{máx}$, pois usam esse parâmetro como entrada dos dados. Desta forma, mais uma vez confirma-se a inviabilidade deste tipo de análise, para o material em estudo.

Quanto aos revestimentos obtidos na *Colorado School of Mines*, pode-se notar que as amostras 10 e 11 parecem estar de acordo com a lógica, já que a amostra 10 apresenta valores de $h_{máx}$ maiores do que a 11 e a 10 apresenta menor valor de tensão compressiva do que a 11. Para a amostra 12, nota-se que esta apresenta os maiores valores de $h_{máx}$, porém para ambas as forças aplicadas esses valores são maiores do que os 10% da espessura do filme, e até mesmo ultrapassam essa espessura. Conclui-se que o substrato está sendo medido também. Por essa razão, não é viável fazer essa análise para essa amostra.

Deve-se lembrar que *Tsui et al.* [38] observaram que a influência das tensões na área de contato era pouca. Em sua pesquisa, não encontraram mais de 10% na variação da dureza, o que significa que os efeitos de tensão foram pequenos. Além desta consideração, deve-se levar em conta todos os obstáculos discutidos, que podem afetar os resultados.

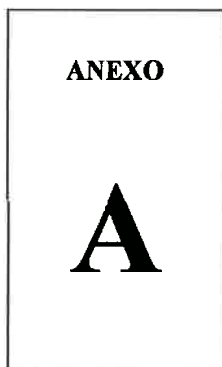
CAPÍTULO 6

6

CONCLUSÃO

- ✓ Os resultados obtidos nas análises de difração por raios-X, mostraram que a magnitude das tensões residuais está de acordo com os valores encontrados na literatura para filmes depositados por *PVD* [10].
- ✓ Os resultados obtidos pelo ensaio de difração por raios-X para as amostras revestidas pela *Colorado School of Mines* mostraram aumento nos valores de tensão residual com o aumento do “*bias*”, o que confirma os resultados obtidos por *Mounier e Pauleau* [20], assim como os de *Carrasco et al.* [21].
- ✓ Através da avaliação dos parâmetros $h_f/h_{máx}$, conclui-se que as amostras tendem a apresentar o fenômeno *sink-in*.
- ✓ A área de contato sugerida por *Suresh e Giannakopoulos* não é aconselhável no caso em estudo, já que as amostras possuem valores de $h_f/h_{máx}$ menores do que 0,75.

Conclui-se que os fatores rugosidade e influência do substrato, podem ser alguns dos possíveis problemas para justificar as diferenças encontradas entre os valores de tensões residuais obtidas através da difração por raios-X e pela técnica de indentação, como previsto *Lepienski et al.* [6]. Adicionalmente, conclui-se que as análises qualitativa e quantitativa, baseadas no método sugerido por *Suresh e Giannakopoulos*, foram inviáveis no caso em estudo.



CUIDADOS AO REALIZAR OS ENSAIOS DE INDENTAÇÃO

O ensaio de indentação é classificado pela norma *ISO/FDIS 14577-1* [42] segundo as faixas de aplicação conforme descrito na Tabela 1.

Tabela 1 – Faixas de aplicação dos ensaios de indentação instrumentada

Faixa Macro	Faixa Micro	Faixa Nano
$2N \leq F \leq 30kN$	$2N > F; h > 0,2\mu m$	$h \leq 0,2\mu m$

Cuidados devem ser tomados ao realizar esse tipo de ensaio. As amostras ensaiadas devem estar livres de quaisquer resíduos. A rugosidade da amostra pode influir no resultado final, por causar uma variação na área de contato, isso acontece devido à pequena profundidade de indentação. Para a incerteza dos resultados ser menor do que 5%, a profundidade de indentação h , deve ser pelo menos vinte vezes maior do que a Ra , como indica a equação 1 [42].

$$h \geq 20 Ra \quad (1)$$

Caso isso não ocorra é recomendado que o número de medidas seja elevado, para melhor análise estatística.

A espessura do filme, também tem que ser levada em conta, para a obtenção de resultados confiáveis. Com o intuito de minimizar ao máximo os efeitos do substrato nas medidas, é recomendado pela norma *ISO/FDIS 14577-1* [42] que a espessura do filme deva ser pelo menos dez vezes maior do que a profundidade de indentação ou três vezes o diâmetro de indentação. Para materiais cerâmicos e metais, as distâncias

entre as indentações devem ser pelo menos cinco vezes o maior diâmetro de indentação.

Geralmente os testes de indentação devem ser realizados em temperatura ambiente entre 10°C a 35°C [65]. Porém, a estabilidade da temperatura durante o teste é mais importante do que a temperatura ambiente. A norma *ISO/FDIS 14577-1* [42] recomenda que ensaios para as faixas micrométricas e nanométricas sejam efetuados entre $(23\pm 5)^{\circ}\text{C}$, e umidade relativa menor do que 50%. Vibrações, choques, movimento do ar e variações de temperatura também causam influência nos resultados.

Como as medições são sensíveis, a precisão do equipamento é fundamental. Por exemplo, o ângulo formado entre as faces opostas da pirâmide *Vickers*, deve estar entre $136^{\circ}\pm 0,3^{\circ}$ como mostra a Figura 1.

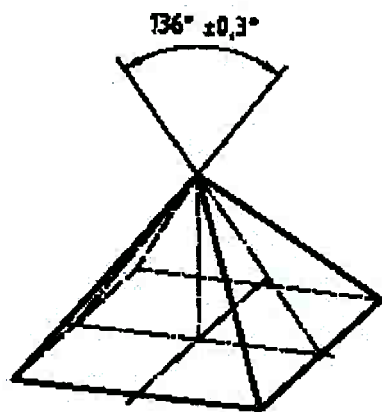


Figura 1. Ângulo da pirâmide de diamante do penetrador *Vickers* [66]

As quatro faces da pirâmide *Vickers* se encontram em um ponto X como mostrado na Figura 2.

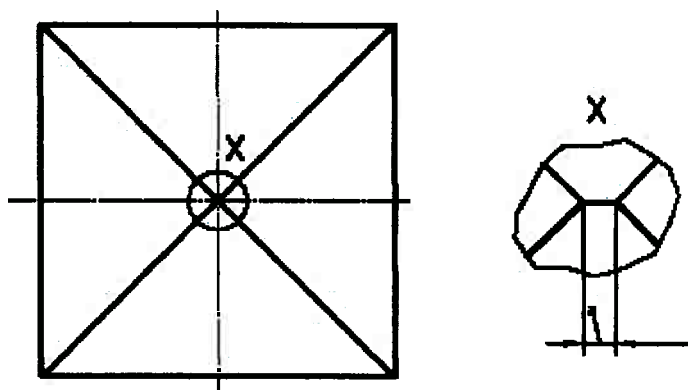


Figura 2. Esquema da junção das faces da pirâmide Vickers [66]

O comprimento máximo da junção das faces da pirâmide (X) para ensaios em que a profundidade de indentação h deve ser menor do que $6 \mu\text{m}$ é $0,5^b \mu\text{m}$, onde b é um fator de correção de forma do indentedor.

O arredondamento da ponta do penetrador esquematizado na figura 3, também não deve ultrapassar $0,2 \mu\text{m}$ para ensaios na faixa de nanométrica.

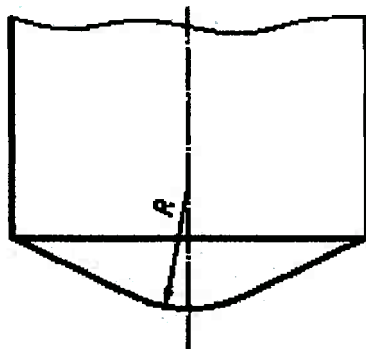


Figura 3. Raio da ponta do penetrador [66]

REFERÊNCIAS

- [1] PÉREZ-R., E. A. **Estudo das tensões de contato durante sucessivas indentações de sistemas contendo filmes resistentes ao desgaste e substratos com diferentes propriedades mecânicas**, São Paulo, 2004. 138 p. Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- [2] ABADIAS, G., TSE, Y. Y. Determination of intrinsic stresses in textured and epitaxial TiN thin films deposited by dual ion beam sputtering, **SURF. COATINGS TECHNOL.**, Vol. 180, p. 33-40, 2004.
- [3] LEONI, M., SCARDI, P., ROSSI, S., FEDRIZZI, L., MASSIANI, Y. (Ti,Cr)N and Ti/TiN PVD coatings on 304 stainless steel substrates: Texture and residual stress, **THIN SOLID FILMS**, Vol. 345, p. 263-9, 1999.
- [4] ATAR, E., SARIOGLU, C., DEMIRLER, U., KAYALI, S., CIMENOGLU, H. Residual stress estimation of ceramics thin films by X-ray diffraction and indentation techniques, **SCRIPTA MATERIALIA**, Vol. 48, p.1331-6, 2003.
- [5] SURESH, S., GIANNAKOPOULOS, A. E. A new method for estimating residual stress by instrumented sharp indentation, **ACTA MATER.**, Vol. 46, p. 5755-67, 1998.
- [6] C.M. LEPIENSKI, C. M., PHARR, G. M., PARK, Y. J., WATKINS, T. R., MISRA, A., ZHANG, X. Factors limiting the measurement of residual stress in thin films by nanoindentation, **THIN SOLID FILMS**, Vol. 447-448, p. 251-7, 2004.
- [7] **History of PVD Coatings.** Disponível em <http://www.pvd-coatings.co.uk/history-of-pvd-coatings.htm#Physical_Vapour_Deposition>. Acesso 27 de novembro de 2005.
- [8] **O que é PVD.** Disponível em <<http://www.brasimet.com.br>>. Acesso 28 de novembro de 2005.
- [9] CÂNDIDO-R., A.A. **Deposições reativas por Triodo-Magnetron-Sputtering: efeitos da malha da tela no processo de envenenamento do alvo e nas**

- propriedades de filmes de TiN**, Joinville, 2004, 58 p. Dissertação (Mestrado), Universidade do Estado de Santa Catarina – UDESC.
- [10] OETTEL, H., WIEDMANN, R. Residual stress in PVD hard coatings, **SURF. COAT. TECHNOL.**, Vol. 76-77, p. 265-273, 1995.
- [11] DONALD L. SMITH, **Thin Film Deposition: principles and practice**, McGraw-Hill, New York, 1976.
- [12] HOGMARK, S., JACOBSON, S., LARSSON, M. Design and evaluation of tribological coatings, **WEAR**, Vol. 246, p. 20-33, 2000.
- [13] VENCOVSKY, P. **Revestimentos em Ferramentas – processo PVD**.
Disponível em <http://www.brasimet.com.br>. Acesso em 25 de julho de 1999.
- [14] GYLFASSON, K. B. **Observation of solitons in a pulsed magnetron sputtering discharge**, Reykjavík, 2003. 54 p. Master Thesis – Faculty of Engineering, University of Iceland.
- [15] KELLY, P. J., ARNELL, R. D. Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications, **VACUUM**, Vol. 56, p. 159-172, 2000.
- [16] **Devising an APC strategy for metal sputtering using residual gas analyzers**.
Disponível em <<http://www.micromagazine.com/archive/02/07/rampf.html>>. Acesso 28 de novembro de 2005.
- [17] **X-ray Generation Forum**. Disponível em
<http://www.industrycommunity.com/myforum/alex_yuan_next1/messages/176.html> Acesso 15 de outubro de 2005.
- [18] MAISSEL, GLAND, **Handbook of thin film technology**, McGraw-Hill, New York 1970.
- [19] **Heat Treatments**. Disponível em <<http://www.grupttc.com/pvd-grupttc.pdf>>. Acesso em 15 de setembro 2005.
- [20] MOUNIER, E., PAULEAU, Y. Mechanisms of intrinsic stress generation in amorphous carbon thin films prepared by magnetron sputtering, **DIAM. AND RELATED. MATER.**, Vol. 6, p. 1182–91, 1997.
- [21] CARRASCO, C. A., V. VERGARA S., R. BENAVENTE G., MINGOLO, N., RÍOS, J. C. The relationship between residual stress and process parameters in

- TiN coatings on copper alloy substrates, **MATER. CHARACTER.**, Vol. 48, p.81–8, 2002.
- [22] THORTON, J. A., HOFFMAN, D.W. Stress-related effects in thin films, **THIN SOLID FILMS**, Vol. 171, p. 5-31, 1989.
- [23] MURA, T. **Micromechanics of defects in solids**, Martinus Nijhoff Publishers The Hange, Netherlands, 1982.
- [24] SILVA, P.S.C.P. **Comportamento Mecânico e Fratura de Componentes e Estruturas Metálicas**, Apostila da Universidade Federal do Paraná., Vol. 5 p.75-90 1999.
- [25] PERRY, A. J., SUE, J. A., MARTIN, P. J. Practical measurement of the residual stress in coatings, **SURF. COAT. TECHNOL.**, Vol. 81, p. 17-28, 1996.
- [23] SOUZA, R. M. **Finite Element Modeling of contact stress during the indentation of wear resistant coatings on soft substrates**, Colorado, 1999. 152 p. PhD Thesis - Colorado School of Mines.
- [27] PAULEAU, Y. Generation and evolution of residual stress in physical vapour-deposited thin films, **VACUUM**, Vol. 61, p. 175–181, 2001.
- [28] HSUEH, C.H., EVANS, A.G. Residual stresses in metal/ceramic bonded strips, **Journal of the American Ceramic Society**, Vol. 68 p. 241-248, 1985.
- [29] THOULESS, M. D. Some mechanics for the adhesion of thin films, **THIN SOLID FILMS**, Vol. 181, p. 397-406, 1989.
- [30] GUNNARS, J., ALAHELISTEN, A. Thermal stress in diamond coatings and their influence on coatings wear and failure, **SURF. COAT. TECHNOL.**, Vol. 80, p. 303–312, 1996.
- [31] WINDISCHMANN, H. Intrinsic stress in sputter-deposited thin films, **CRITICAL REVIEWS IN SOLID STATE AND MATERIALS SCIENCES**, Vol. 17, p. 547–596, 1992.
- [32] DAVIS, C. A. A simple model for the formation of compressive stress in thin films by ion bombardment, **THIN SOLID FILMS**, Vol. 226, p. 30–4, 1993.
- [33] **Knock on Implantation**. Disponível em <<http://www.iue.tuwien.ac.at/56.0.html>>. Acesso em 17 julho de 2005.

- [34] TAYLOR, C. A., WAYNE, M. K. F., CHIU, W. K. S. Residual stress measurements in thin carbon films by Raman spectroscopy and nanoindentation, **THIN SOLID FILMS**, Vol. 429, p. 190–200, 2003.
- [35] PINTAÚDE, G., CUPPARI, M.G. DI V., SCHON, C.G., SINATORA, A., SOUZA, R. M. A review of reverse analysis for mechanical properties extraction using instrumented Vickers indentation, **Zeitschrift für Metallkunde**, v. 2005/11, p. 1252-5, 2005.
- [36] FRANCO Jr., A. R., PINTAÚDE, G., SINATORA, A., PINEDO, C. E., TSCHIPTSCHIN, A. P. The use of a Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and Vickers hardness. **Materials Research**, vol.7, 2004, p.483-491.
- [37] PHARR, G. M., OLIVER, W.C., BROTZEN, F. R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation. **J. MATER. RESEARCH**, Vol. 7, p. 613-7, 1992.
- [38] TSUI, T. Y., OLIVER, W. C., PHARR, G. M. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I. Experimental studies in an aluminum alloy, **J. MATER.RESEARCH**, Vol. 11, p. 752-9, 1996.
- [39] OLIVER, W.C., PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, **J. MATER. RESEARCH**, Vol. 7, p. 1564–83, 1992.
- [40] KATSURAGI, G. **Mapeamento de Tensões Residuais em Ferramentas de Corte Utilizando Método de Indentação**, Iniciação científica, Departamento de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 2003.
- [41] SOUZA, R. M., QUEIROZ, A. A. P., A. SINATORA, A. Estudo da distribuição de tensões residuais em filmes finos resistentes ao desgaste depositados em ferramenta de corte. In: Anais do III Simpósio de Tratamentos Superficiais para Ferramentas, Gramado/RS, 2000.

- [42] ISO - INTERNATIONAL Organization for Standardization. **ISO/FDIS 14577-1 - Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters, Part 1 – test method**. Geneva, Switzerland, 2002.
- [43] DOERNER M. F., NIX. W. D., A method for interpreting the data depth sensing indentation instruments, **J. OF MATER. RESEARCH**, Vol. 1, p. 601–9, 1986.
- [44] PHARR, G. M. Instrumented Indentation Testing, ASM Handbook, Mechanical Testing and Evaluation. Vol. 8, p. 231-242, 2002.
- [45] GIANNAKOPOULOS, A. E., SURESH, S. Determination of elastoplastic properties by instrumented sharp indentation, **SCRIPTA MATERIALIA**, Vol. 40, p. 1191–8, 1999.
- [46] Z.-H XU, Z.-H., ROWCLIFFE, D. Method to determine the plastic properties of bulk materials by nanoindentation, **PHILOSOPHICAL MAGAZINE A**, Vol. 82, p. 1893-1901, 2002.
- [47] CHENG, Y-T., CHENG, C-H. Scaling dimensional analysis, and indentation measurements, **REPORTS: A REVIEW JOURNAL**, Vol. 44, p. 91–149, 2004.
- [48] SNEDDON, I. N. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, **INTERN. J. of SCIENCE ENGINEERING**, Vol. 3, p. 47-57, 1965.
- [49] VANLANDINGHAM, M.R., VILLARRUBIA, J.S., GUTHRIE, W.F., MEYERS, G.F. Nanoindentation of polymers: an overview. In: reprinted from recent advances in scanning probe microscopy, **Proceedings**, paper 220, 2001.
- [50] FRANCO. Jr., A., **Obtenção de revestimentos dúplex por nitretação e plasma e PVD – TiN em aços – ferramenta AISI H13 e AISI D2**, São Paulo, 2003. 178 p. Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- [51] FISCHER-CRIPPS, A. C. A review of analysis methods for sub-micron indentation testing, **VACUUM**, Vol. 80 p. 569-585, 2000.

- [52] KING, R. B. Elastic analysis of some punch problem for a layered medium. **INTERN. J. of SOLIDS STRUCTURES**, Vol. 23, p. 1657-1664, 1987.
- [53] SWADENER, J. G., TALJAT, B., PHARR, G. M. Measurement of residual stress by load depth sensing indentation with spherical indenters, **J. MATER. RES.**, Vol. 16, p. 2091-2102, 2001.
- [54] SINES, G., CARLSON, R. ASTM Bulletin, Vol. 180 (1952), 35
- [55] RAMAN, V., BERRICHE, R. An investigation of the creep processes in tin and aluminum using a depth-sensing indentation technique, **J. MATER. RES.** Vol. 7, p. 627-638, 1992.
- [56] LAFONTAINE, W. R., YOST, B., LI, C-H. Effect of residual stress and adhesion on the hardness of copper films deposited on silicon, **J. MATER. RES.** Vol. 5, p. 776-783, 1990.
- [57] LAFONTAINE, W.R, B.YOST, CHE-YU LI, Residual stress measurements of thin aluminum metallizations by continuous indentation and x-ray stress measurement techniques, **J. MATER. RES.** Vol. 6, p. 2084-2090, 1991.
- [58] BOLSHAKOV, A., OLIVER, W. C., PHARR, G. M. Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation. 2. Finite element simulations, **J. MATER. RES.** Vol. 11, p. 760-8, 1996.
- [59] B.TALJAT, B., PHARR, G.M., Measurement of residual stresses by load and depth sensing spherical indentation, **Materials Research Society Symposium - Proceedings 594**, p. 519-524, 2000.
- [61] W. KRAUS, G. NOLZE. PodwerCell 2.4 (Windows version 2.4). Federal Institute for Materials Research and Testing, Berlin, Germany, 2000.
- [62] QUEIROZ, A. A. P. **Método de medida de tensões residuais em filmes finos através de nanoindentação**, São Paulo, 2002. Trabalho de Formatura - Departamento de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo.
- [63] SLOOF, W. G., KOOL, B. J., DELHEZ, R., De KEIJSER, T. H., MITTEMEIJER, E. J. **Diffraction analysis of nonuniform stresses in surface layers: Application to cracked TiN coatings chemically vapor deposited on Mo**, **J. MAT. RES.** Vol. 11, p. 1440-1457, 1996.

- [64] BUNSHAH, R. F, **Handbook of hard coatings, deposition technologies, proprieties and Applications**, Willian Andrew, Califórnia, p. 109-228, 1999.
- [65] ISO - INTERNATIONAL Organization for Standardization. **ISO/FDIS 14577-1 - Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters, Part 3 – Calibration of reference blocks**. Geneva, Switzerland, 2002.
- [66] ISO - INTERNATIONAL Organization for Standardization. **ISO/FDIS 14577-1 - Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters, Part 2 – Verification and calibration of testing machines**. Geneva, Switzerland, 2002.
- [67] ZHANG, M. HE, J., Ab-initio calculation of elastic constant of TiN, **SURF. COAT. TECHNOL.**, Vol. 142, p. 125-131, 2001.
- [68] LARSSON, M., HEDENQVIST, P., HOGMARK, S. Deflection Measurement as method to determine residual stress in thin hard coatings on tool materials, **SURF. ENG.**, Vol. 12, p. 43-48, 1996.