

**PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ**  
**ESCOLA POLITÉCNICA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**JOSÉ ELOIR KRUPCHACKE**

**INCERTEZA DE MEDIÇÃO DA DUREZA E DO MÓDULO DE  
ELASTICIDADE REDUZIDO DETERMINADOS POR  
NANOINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA**

**Curitiba**

**2014**

**JOSÉ ELOIR KRUPCHACKE**

**INCERTEZA DE MEDIÇÃO DA DUREZA E DO MÓDULO DE  
ELASTICIDADE REDUZIDO DETERMINADOS POR  
NANOINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA**

Tese de Doutorado apresentada como requisito parcial ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Escola Politécnica da Pontifícia Universidade Católica do Paraná. Área de Concentração: Fabricação.

Orientador: Professor Dr. Ricardo Diego Torres  
Coorientador: Professor Dr. Alexandre Mikowski

**Curitiba**

**2014**

Dados da Catalogação na Publicação  
Pontifícia Universidade Católica do Paraná  
Sistema Integrado de Bibliotecas – SIBI/PUCPR  
Biblioteca Central

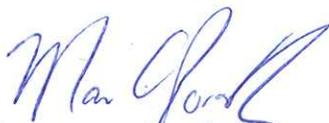
K94i 2014	<p>Krupechacke, José Eloir</p> <p>Incerteza de mediação da dureza e do módulo de elasticidade reduzido determinados por nanoindentação instrumentada / José Eloir Krupechacke ; orientador, Ricardo Diego Torres ; coorientador, Alexandre Mikowski. – 2014. 178 f. : il. ; 30 cm</p> <p>Tese (doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2014</p> <p>Bibliografia: f. [147]-150</p> <p>1. Engenharia mecânica. 2. Elasticidade. 3. Dureza. 4. Teoria dos erros. I. Torres, Ricardo D., 1961-. II. Mikowski, Alexandre. III. Pontifícia Universidade Católica do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. IV. Título.</p> <p>CDD 20. ed. – 620.1</p>
--------------	---

## TERMO DE APROVAÇÃO

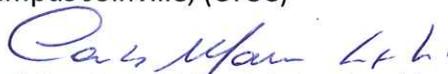
**José Eloir Krupechacke**

### **Incerteza de Medição da Dureza e do Módulo de Elasticidade Reduzido Determinados por Nanoindentação Instrumentada**

Tese aprovada como requisito parcial para obtenção do grau de doutor no Curso de Doutorado em Engenharia Mecânica, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, do Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, pela seguinte banca examinadora:



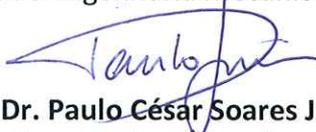
**Prof. Dr. Maurício de Campos Porath**  
Campus Joinville, (UFSC)



**Prof. Dr. Carlos Mauricio Lepienski**  
Departamento de Física, (UFPR)



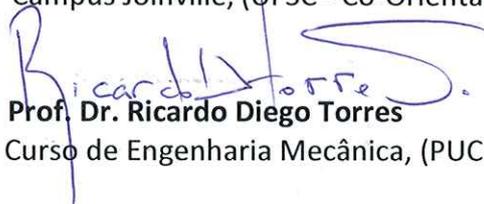
**Prof. Dr. João Elias Abdalla Filho**  
Curso de Engenharia Mecânica, (PUCPR)



**Prof. Dr. Paulo César Soares Junior**  
Curso de Engenharia Mecânica, (PUCPR)



**Prof. Dr. Alexandre Mikowski**  
Campus Joinville, (UFSC - Co-Orientador)



Presidente: **Prof. Dr. Ricardo Diego Torres**  
Curso de Engenharia Mecânica, (PUCPR - Orientador)

Curitiba, 07 de agosto de 2014

*Dedicado a quem amo.*

## AGRADECIMENTOS

*As Instituições pela contribuição financeira e técnica:*

*Pontifícia Universidade Católica do Paraná  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica  
Laboratório de Caracterização e Ensaio de Materiais*

*Universidade Federal do Paraná  
Departamento de Física  
Laboratório de Propriedades Nanomecânicas de Superfícies e Filmes Finos  
Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais  
Centro de Microscopia Eletrônica*

*O tempo é orientado por Pessoas marcantes em nossa vida:*

*À meu núcleo familiar Seu Alfredo, Dona Wanda, Helena, Cristiane, Marcelo, Carlos e Juliano.*

*A Sra. Laurita Pedon Foggatto, quem me ensinou as primeiras letras.*

*A Sra. Irene M. Kolakowski, quem me mostrou como dedicar-se aos estudos.*

*À Sr. Helio do Nascimento, pela oportunidade técnica do trabalho voltado ao estudo.*

*A Sra. Maria Lúcia Santanna, quem me ensinou o que é o amar.*

*À Professor Elmo Brito, quem me ensinou as primeiras lições de matemática superior.*

*A Professora Maria Antônia Schwartz, quem me ensinou a ensinar.*

*À Professor Sérgio Ricardo Sheneider, quem me preparou para ensinar.*

*À Professor Nelson Boreiko, quem me pôs a ensinar.*

*À Professor Doraldo Milward, pelas lições de vida e conselhos.*

*A Doutora Zélia Milén Pavão, quem me lapidou para o ensino superior.*

*À Doutor Flávio Bertoluzzi por seu valeroso apoio nos momentos difíceis.*

*A Doutora Regiane de Medeiros Cervi pela simplicidade em mostrar o caminho.*

*Aos Anjos Gabriel e Leticia, que me mostraram que a vida é contínua e eterna.*

*Ao Doutor Ricardo Diego Torres, por me mostrar a Luz.*

*Ao Doutor Paulo Cesar Soares Filho, pelas valerosas contribuições.*

*Ao Doutor Alexandre Mikowski, pela ajuda e parceria na jornada.*

*Ao Doutor Carlos Maurício Lepiński, por sempre ensinar muito.*

*Ao Doutor Roberto Dalledone Machado, por sua didática (invejável).*

*Ao Doutor João Elias Abdalla Filho, por seu profissionalismo.*

*A Doutora Viviana Cecco Mariani, por sua serenidade.*

*A Doutora Michelle Sostag Meruvia, por mostrar que sempre tem mais a aprender.*

*Ao Doutor Sérgio Aparecido Ignácio, pelo ombro amigo, sempre.*

*Ao Amigo Emílio Eiji Kawamura, pelo seu desprendimento incondicional em ajudar.*

*Ao Amigo Ricardo Diego Torres, por continuar tentando me converter em um gremista.*

*As amigas reforçadas durante o curso:*

*Florentino Augusto Fagundes*

*Jefferson Furmann*

*José Carlos Laurindo*

*Luiz Fernando Crema*

*Luiz Vasconcelos da Silva*

*Renato Machniewicz*

*Ricardo José Bertin*

*Ruy Mario Schubak*

*Sara Massardo*

*Vanessa Terezinha Ales*

*Wadilson Kleber Fabri Pereira*

*Wilson Gorges*

*Aos Eternos Amigos:*

*Antônio Neri Löff*

*Celina Gonçalves*

## RESUMO

O atual interesse científico e comercial no desenvolvimento de materiais que apresentam melhores propriedades físicas tem impulsionado uma demanda prática sobre o desempenho mecânico de componentes industriais, com um crescente interesse em suas propriedades mecânicas, especialmente a dureza e o módulo de elasticidade. As medidas dessas propriedades mecânicas são determinadas pela técnica de nanoindentação instrumentada com o método de Oliver e Pharr, o mais difundido da atualidade. Os resultados das medidas podem ser influenciados por erros sistemáticos ou por erros aleatórios, oriundos das amostras, do equipamento e do ambiente. Foram escolhidos os seguintes materiais para simular os erros: sílica como amostra de referência, o vidro lixado para avaliar a rugosidade, o policarbonato para avaliar a recuperação elástica lateral e o grafite submetido a cargas distintas para estudar a influência das trincas e fratura na superfície. O objetivo deste trabalho é investigar e estabelecer uma expressão analítica experimental da propagação dos erros nos resultados das medidas do módulo de elasticidade reduzido e de dureza. A expressão analítica desenvolvida para esse problema é fundamentada na teoria de erros. Sua aplicação com espécimes selecionados com características de erros na superfície como rugosidade, recuperação elástica lateral e fratura demonstrou resultados satisfatórios na simulação dos erros. A metodologia descrita pelo modelo analítico estabeleceu para o vidro lixado indicativo no fator área de contato. Com o policarbonato mostrou a subestimação da dureza e do módulo de elasticidade. Com o grafite apresentou indicativo de fratura na superfície. A capacidade do modelo estabelece um grau de qualidade quando comparado a uma amostra de referência indicando a compatibilidade do material ser avaliado pela técnica de nanoindentação instrumentada com o método de Oliver e Pharr.

Palavras-chave: Nanoindentação instrumentada. Método de Oliver e Pharr. Teoria dos erros aplicada. Módulo de Elasticidade. Dureza.

## ABSTRACT

Current scientific and commercial interest in the development of materials having improved physical properties is a practical demand driven the mechanical performance of industrial components with a growing interest in their mechanical properties, especially the hardness and modulus of elasticity. The mechanical properties of these measures are determined by instrumented nanoindentation technique with the more widespread today Oliver and Pharr method. Measurement results can be influenced by systematic errors or random, coming from the samples, equipment and environmental errors. The following materials were chosen to simulate errors silica as the reference sample, to evaluate the surface roughness sanded glass, polycarbonate for evaluating the elastic recovery and the side graphite subjected to different loads to study the influence of surface cracks and fractures. The objective of this work is to investigate and establish an experimental analytical expression of the propagation of errors in the results of measurements of the reduced elasticity modulus and hardness. The analytical expression for this problem is developed based on the theory of errors. Its application with selected specimens with characteristics of errors in surface roughness and lateral elastic recovery and fracture demonstrated satisfactory results in simulation errors. The methodology described by the analytical model established for the sanded glass indicative factor in the area of contact. With the polycarbonate showed underestimation of the hardness and modulus of elasticity. With graphite presented indicative of fracture surface. The ability of the model establishes a level of quality compared to a reference sample indicate suitability of the material to be measured by the nanoindentation technique instrumented to the method of Oliver & Pharr.

Key words: instrumented Nanoindentation. Method of Oliver and Pharr. Theory of enforced errors. Module of Elasticity. Hardness.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema de inter-relacionamento dos tópicos estudados. ....	20
Figura 2 – Esquema para os conceitos de acurácia, exatidão, precisão. ....	24
Figura 3 – Esquema da distribuição do erro sistemático (a) e a da distribuição do erro aleatório (b). ....	26
Figura 4 – Esquema da transferência das incertezas com uma variável influente. ....	30
Figura 5 – Esquema da transferência das incertezas com duas variáveis influentes. ....	31
Figura 6 – Evolução do parâmetro $\xi(n)$ para medidas de tendência central. ....	34
Figura 7 – Evolução do parâmetro $\xi(n)$ para medidas de variabilidade. ....	35
Figura 8 – Representação da técnica de indentação – ponta – amostra – impressão residual. ....	37
Figura 9 – Esquema do processo do uso da técnica de indentação instrumentada. ....	38
Figura 10 – Representação da área projetada na superfície e área em contato com o material. ....	40
Figura 11 – Representação física e esquemática de um indentador Cônico. ....	41
Figura 12 – Representação física e esquemática de uma ponta Berkovich. ....	42
Figura 13 – Descarregamento linear como proposta da metodologia de Doerner e Nix. ....	45
Figura 14 – Descarregamento não linear como proposta da metodologia de Oliver e Pharr. ....	46
Figura 15 – Esquema das vistas de perfil e superior de uma superfície para um ciclo do teste de indentação. ....	47
Figura 16 – Diagrama da carga aplicada em função da profundidade de indentação. ....	48
Figura 17 – Parâmetro da geometria da ponta <i>versus</i> expoente da função potência. ....	51
Figura 18 – Esquema do perfil de indentação ideal por um indentador Cônico. ....	52
Figura 19 – Determinação da rigidez elástica do contato. ....	56
Figura 20 – Diagrama módulo de elasticidade <i>versus</i> densidade para diferentes classes de materiais. ....	58
Figura 21 – Métodos para a medição da dureza. ....	60
Figura 22 – Tipos de trincas e sua morfologia durante ensaios de penetração. ....	64
Figura 23 – Esquema de situações possíveis entre o indentador e a superfície. ....	65
Figura 24 – Três abordagens na interpretação da área de contato projetada na superfície no cálculo da dureza. ....	67
Figura 25 – Esquema (a) do perfil, (b) da impressão residual em (c) espécimes com empilhamento lateral (alumínio) e com recuperação elástica lateral (acrílico). ....	68
Figura 26 – Esquema para a correção da área de contato projetada na superfície. ....	70
Figura 27 – Tolerância do semiângulo apical e do ângulo da base da ponta Berkovich. ....	71
Figura 28 – Esquema entre eixo real e o eixo de simetria de uma ponta. ....	72
Figura 29 – Foto do aquário de isolamento térmico para o nanoindentador. ....	81
Figura 30 – Esquema de funcionamento do nanoindentador para realizar o teste. ....	82
Figura 31 – Diagrama sistêmico do funcionamento do nanoindentador. ....	83
Figura 32 – Foto do gabinete de isolamento acústico e habitáculo do equipamento. ....	84
Figura 33 – Fotos do porta-amostra com espécimes e interface do software <i>TestWorks</i> ® 4. ....	85
Figura 34 – Parametrização do nanoindentador – LabNano – UFPR. ....	86
Figura 35 – Imagem por SEM da geometria física da ponta Berkovich. ....	86
Figura 36 – Comportamento do módulo de elasticidade e da dureza em função da profundidade de contato. ....	89
Figura 37 – Matriz das indentações da sílica com ampliação de 200 vezes por microscopia óptica. ....	90
Figura 38 – Microscópio óptico <i>Olympus</i> modelo BX-60. ....	91

Figura 39 – Impressão residual da Amostra #1 de sílica com ampliação de 2500 vezes por microscopia ótica auxiliada pelo programa <i>analySIS</i> 5.1. ....	91
Figura 40 – Microscópio eletrônico de varredura <i>Jeol</i> JSM 6360LV. ....	92
Figura 41 – Microscópio de força atômica <i>Shimadzu</i> SPM 9500. ....	93
Figura 42 – Representação da parcela de erro do efeito de cada variável influente por material. ....	109
Figura 43 – Módulo de elasticidade reduzido <i>versus</i> tamanho das amostras para a sílica. ....	112
Figura 44 – Dureza <i>versus</i> o tamanho das amostras para a sílica. ....	112
Figura 45 – Variação relativa do módulo de elasticidade reduzido <i>versus</i> o tamanho das amostras para a sílica. ....	113
Figura 46 – Variação relativa da dureza <i>versus</i> o tamanho das amostras para a sílica. ....	113
Figura 47 – Módulo de elasticidade reduzido <i>versus</i> o tamanho das amostras para sílica. ....	115
Figura 48 – Dureza <i>versus</i> o tamanho das amostras para a sílica. ....	115
Figura 49 – Variação relativa para o módulo de elasticidade reduzido <i>versus</i> o tamanho das amostras para sílica. ....	116
Figura 50 – Variação relativa da dureza <i>versus</i> o tamanho das amostras para sílica. ....	116
Figura 51 – Módulo de elasticidade reduzido <i>versus</i> o tamanho das amostras para o vidro lixado. ...	121
Figura 52 – Dureza <i>versus</i> o tamanho das amostras para o vidro lixado. ....	122
Figura 53 – Variação relativa <i>versus</i> o tamanho das amostras para o vidro lixado. ....	122
Figura 54 – Imagem por AFM para a superfície lixada do vidro com lixa 1000. ....	123
Figura 55 – Imagem por SEM para a superfície lixada do vidro com lixa 1000. ....	124
Figura 56 – Módulo de elasticidade reduzido <i>versus</i> o tamanho das amostras para o policarbonato. ....	125
Figura 57 – Dureza <i>versus</i> o tamanho das amostras para o policarbonato. ....	125
Figura 58 – Variação relativa <i>versus</i> o tamanho das amostras para o policarbonato. ....	126
Figura 59 – Imagem da impressão residual em policarbonato por ponta Berkovich e área de contato projetada na superfície. ....	126
Figura 60 – Módulo de elasticidade reduzido <i>versus</i> o tamanho das amostras para o grafite. ....	128
Figura 61 – Dureza <i>versus</i> o tamanho das amostras para o grafite. ....	128
Figura 62 – Variação relativa <i>versus</i> o tamanho das amostras para o grafite. ....	129
Figura 63 – Dureza <i>versus</i> o tamanho das amostras para o grafite. ....	129
Figura 64 – Módulo de elasticidade reduzido <i>versus</i> o tamanho das amostras para o grafite. ....	130
Figura 65 – Variação relativa <i>versus</i> o tamanho das amostras para o grafite. ....	130
Figura 66 – Curva típica de carga em função da profundidade e respectiva impressão residual por microscopia eletrônica de varredura com carga aplicada de 4 mN. ....	132
Figura 67 – Curva típica de carga em função da profundidade e respectiva impressão residual por microscopia eletrônica de varredura com carga aplicada de 4 mN. ....	132
Figura 68 – Interpretação geométrica da definição de diferencial no plano. ....	152
Figura 69 – Interpretação geométrica da definição de diferencial no espaço. ....	153

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Resumo das especificações técnicas dos experimentos.....	94
Tabela 2 – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para a sílica.....	103
Tabela 3 – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para o vidro lixado. ....	104
Tabela 4 – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para o policarbonato. ....	105
Tabela 5 – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para o grafite carga 1 mN.....	106
Tabela 6 – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para o grafite carga 4 mN.....	107
Tabela 7 –Efeito na participação do erro relativo quadrado, por material, por variável influente...	108
Tabela 8 – Dados simulados para a sílica. ....	118
Tabela 9 – Dados simulados para o vidro lixado.....	119
Tabela 10 – Dados simulados para o grafite .....	120
Tabela 11 – Elementos característicos das pontas Vickers e Knoop.....	157
Tabela 12 – Elementos característicos das pontas Canto de Cubo e Berkovich.....	158
Tabela 13 – Elementos característicos das pontas Cônica e Esférica.....	159
Tabela 14 – Dados do nanoindentador – espécime de sílica fundida – LabNano da UFPR. ....	167
Tabela 15 – Dados do nanoindentador – espécime de vidro lixado 1100 – LabNano da UFPR. ....	169
Tabela 16 – Dados do nanoindentador – espécime de policarbonato – LabNano da UFPR. ....	171
Tabela 17 – Dados do nanoindentador – espécime de grafite (Carga 1 mN) – LabNano da UFPR.	173
Tabela 18 – Dados do nanoindentador – espécime de grafite (Carga 4 mN) – LabNano da UFPR.	175
Tabela 19 – Compilação para o módulo de elasticidade e dureza (com e sem correção do thermal drift – DC: Drift Correction) para a sílica, vidro lixado e policarbonato.....	177

## LISTA DE ABREVIACOES, NOTACOES E CONVENCOES

$a, b, z, h, l, r$  : comprimentos [mencionadas explicitamente em uso]

$a$  : raio de contato do indentador ou da semiaresta projetada na superfcie

$A_{\circ}$  : rea da circunferncia

$A_s$  : rea da superfcie em contato (rea da superfcie lateral)

$A_i$  : rea de contato projetada na superfcie ideal

$A_c$  : rea de contato projetada na superfcie pelo indentador

$A_{\Delta}$  : rea do tringulo

$A$  : rea genrica (rea projetada na superfcie ou rea real)

$e$  : ngulo entre o eixo real e o eixo de simetria de uma ponta

$E$  : mdulo de elasticidade do material

$E_i$  : mdulo de elasticidade do indentador

$E_f$  : frequncia esperada [mencionada explicitamente em uso]

$E_r$  : mdulo de elasticidade reduzido

$E_r = f(S, A_c)$  : funcional do mdulo de elasticidade reduzido

$F(\alpha, \varphi_n, \varphi_d)$  : distribuio de probabilidade F de Snedecor

$g$  : geratriz de um cone

$h$  : profundidade de indentao genrica

$h_e$  : deslocamento da recuperao elstica

$h_s$  : deslocamento da superfcie no permetro de contato

$h_c$  : profundidade de contato na indentao

$h_s$  : profundidade de deflexo da superfcie ao redor do permetro de contato do indentador

$h_f$  : profundidade final (deformao plstica residual)

$h_{max}$  : profundidade mxima de indentao

$H$  : dureza

$H = f(P_{max}, A_c)$  : funcional da dureza

$k_{\alpha}$  : fator de abrangncia

$k$  : parmetro empiricamente determinado pelo ajuste da curva

$m$  : parmetro empiricamente determinado pelo ajuste da curva

$n$  : tamanho da série estatística

$O_i$  : frequência observada [mencionada explicitamente em uso]

$P$  : carga aplicada genérica

$P_{max}$  : carga máxima

$PR(\cdot)$  : Precisão requerida

$R$  : matriz R dos coeficientes de correlação entre duas variáveis [mencionada explicitamente em uso]

$r_{XY}$  : coeficiente de correlação entre duas variáveis [mencionada explicitamente em uso]

$R$  : raio da ponta esférica

$R^2$  : coeficiente de explicação ou determinação entre as duas variáveis

$R_a$  : rugosidade aritmética

$R_q$  : rugosidade quadrática

$R_{ms}$  : desvio padrão da rugosidade aritmética

$s_X$  : desvio padrão com fator de correção de tamanho da variável X

$s_X^2$  : variância com fator de correção de tamanho da variável X

$S$  : rigidez elástica do contato

$t$  : tempo

$t(\alpha, \varphi)$  : distribuição de probabilidade t de *Student*

$\bar{X}$  : melhor valor da variável X ou média estimada

$w$  : variável auxiliar

$\alpha$  : semiângulo por norma da ponta Berkovich [mencionada explicitamente em uso]

$\alpha$  : nível de significância

$\beta_X$  : erro sistemático associado à variável X

$\beta_X \%$  : erro sistemático relativo associado à variável X

$\beta_{E_r} \%$  : erro sistemático relativo identificado para o módulo de elasticidade reduzido

$\beta_{E_r}$  : erro sistemático identificado para o módulo de elasticidade reduzido

$\beta_H \%$  : erro sistemático relativo identificado para a dureza

$\beta_H$  : erro sistemático identificado para a dureza

$\beta$  : fator de correção da geometria do indentador por King

$\Gamma(n)$  : função gama da variável n

$\xi(n)$  : parâmetro do erro estatístico em função do tamanho da amostra

$\delta_X$  : erro total da variável X

$\delta_i$  : resíduo

$\delta_X \%$ : erro relativo

$\varepsilon$ : fator de intercepção que depende da geometria do indentador

$\varepsilon$ : deformação sofrida pelo material [mencionada explicitamente em uso]

$\varepsilon_X$ : erro aleatório ou erro estatístico da variável X

$\mu_X$ : o valor verdadeiro da variável X

$\sigma$ : tensão exercida [mencionada explicitamente em uso]

$\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z, \dots$ : desvio padrão para a variável indicada

$\sigma_x^2, \sigma_y^2, \sigma_z^2, \dots$ : variância para a variável indicada

$\sigma_{xy}, \sigma_{yz}, \sigma_{xz}, \dots$ : covariância entre as variáveis indicadas

$\chi^2(\alpha, \varphi)$ : distribuição de probabilidade Chi-quadrado de Fischer

$\Sigma$ : matriz de covariâncias

$\zeta_X$ : coeficiente de variação para a variável X (erro relativo)

$\nu$ : razão de Poisson do material

$\nu_i$ : razão de Poisson do indentador

$\varphi$ : grau de liberdade [mencionada explicitamente em uso]

$\varphi$ : semiângulo (combinação entre indentador e a impressão residual)

$\theta$ : semiângulo apical

$\phi$ : ângulo auxiliar

$Cov(X, Y)$ : operador covariância entre as variáveis X e Y

$E(X) :: \mu(X)$ : operador esperança matemática da variável X

$Var(X) :: \sigma^2(X)$ : operador variância da variável X

$\mu(\cdot)$ : operador esperança da variável genérica

$\sigma^2(\cdot)$ : operador variância da variável genérica

$\zeta(\cdot)$ : operador coeficiente de variação da variável genérica

$\gamma_1(\cdot)$ : operador coeficiente de assimetria da variável genérica

$\gamma_2(\cdot)$ : operador coeficiente de curtose da variável genérica

$\#n$ : número n ou quantidade n

$\infty$ : símbolo de designação de tendência ao infinito

$\gg$ : símbolo de muito maior

$\cong$ : símbolo de aproximadamente igual

$\overset{\Delta}{=} \overset{def}{=}$ : igual por definição

## LISTA DE SIGLAS

ABNT: Associação Brasileira de Normas Técnicas.

AFM: *Atomic Force Microscopy* (Microscopia de Força Atômica).

ASIS: *American Iron and Steel Institute* (Instituto Americano para o Ferro e Aço).

ASTM: *American Society for Testing and Materials* (Sociedade Americana para Testes em Materiais).

BIPM: *Bureau International des Poids et Mesures* (Agência Internacional de Pesos e Medidas).

DIN: *Deutsches Institut für Normung* (Instituto Alemão de Normatização).

GUM: *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (Normas para Expressão da Incerteza de Medição).

IBGE: Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística.

IIT: *Instrumented Indentation Test* (Teste de Indentação Instrumentada).

INMETRO: Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia.

ISO: *International Organization for Standardization* (Organização Internacional para Padrões).

JCGM: *Joint Committee for Guides in Metrology* (Comitê Conjunto para Normas em Metrologia).

MPIF: *Metal Powder Industries Federation* (Federação das Indústrias de Metal em Pó).

OM: *Optical Microscopy* (Microscopia Óptica).

SEM: *Scanning Electron Microscopy* (Microscopia Eletrônica de Varredura).

## SUMÁRIO

<b>Termo de Aprovação</b> .....	<b>1</b>
<b>Agradecimentos</b> .....	<b>3</b>
<b>Resumo</b> .....	<b>5</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>6</b>
<b>Lista de Figuras</b> .....	<b>7</b>
<b>Lista de Tabelas</b> .....	<b>9</b>
<b>Lista de Abreviações, Notações e Convenções</b> .....	<b>10</b>
<b>Lista de Siglas</b> .....	<b>13</b>
<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>17</b>
<b>2 REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	<b>22</b>
2.1 TEORIA DOS ERROS .....	22
2.1.1 Erros e conceitos associados .....	23
2.1.2 Tipos de erros experimentais.....	25
2.1.3 Objetivos da Teoria de Erros.....	27
2.1.4 Incerteza e conceitos associados.....	28
2.1.5 Classificação dos componentes de incerteza .....	28
2.1.6 Transferência da incerteza .....	29
2.1.7 Aproximação linear .....	31
2.1.8 Comportamento do erro aleatório ou estatístico .....	32
2.2 INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA .....	36
2.2.1 Considerações para a seção .....	39
2.3 ÁREA DE CONTATO PROJETADA NA SUPERFÍCIE DO MATERIAL.....	40
2.3.2 Cálculo da área de contato projetada na superfície com a ponta Cônica .....	41
2.3.3 Cálculo da área de contato projetada na superfície com a ponta Berkovich ....	42
2.3.4 Forma ideal para o indentedor .....	44
2.4 MÉTODO DE OLIVER E PHARR .....	45

2.4.1 Cálculo da rigidez elástica do contato por Sneddon .....	52
2.4.2 Cálculo do módulo de elasticidade por Oliver e Pharr.....	55
2.4.3 Considerações para a seção .....	57
2.5 MÓDULO DE ELASTICIDADE .....	58
2.7 DUREZA.....	60
2.8 ERROS ASSOCIADOS À INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA .....	62
2.8.1 Preparação da amostra .....	62
2.8.2 Calibração do instrumento .....	62
2.8.3 Profundidade inicial do indentador .....	62
2.8.4 Flutuação térmica .....	63
2.8.5 Efeito do tamanho da indentação .....	63
2.8.6 Fratura.....	64
2.8.7 Rugosidade da superfície.....	65
2.8.8 Análise da impressão residual .....	66
2.8.9 Empilhamento lateral e recuperação elástica lateral.....	67
2.8.10 Geometria da ponta do indentador.....	69
2.8.11 Eixo do indentador.....	71
2.8.12 Incerteza de medição do módulo de elasticidade e da dureza .....	72
2.9 CONSIDERAÇÕES PARA O CAPÍTULO 2 .....	75
<b>3 METODOLOGIA .....</b>	<b>76</b>
3.1 MODELOS MATEMÁTICOS .....	76
3.1.1 Metodologia proposta – Teoria dos Erros .....	77
3.1.2 Metodologia convencional – Estatística Descritiva.....	79
3.2 TESTES DE NANOINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA E ASSOCIADOS.....	81
3.2.1 Nanoindentador e interface de análise .....	81
3.2.2 Materiais selecionados .....	87
3.2.3 Especificação técnica dos experimentos e condições experimentais.....	88
3.2.4 Amostragem .....	93
3.3 CONSIDERAÇÕES PARA O CAPÍTULO 3 .....	94
<b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>95</b>
4.1 CONSTRUÇÃO DAS EXPRESSÕES DE PROPAGAÇÃO DE ERROS – METODOLOGIA PROPOSTA .....	95

4.1.1 Módulo de elasticidade reduzido .....	95
4.1.2 Dureza .....	98
4.1.3 Variáveis de entrada.....	101
4.1.4 Cálculo das variáveis de entrada .....	102
4.2 VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA PROPOSTA .....	111
4.2.1 Comparação entre a metodologia proposta e a metodologia convencional.....	111
4.2.2 Comparação entre a metodologia proposta e a metodologia de Hsu et al. ....	114
4.2.3 Simulações com a metodologia proposta.....	117
4.3 APLICAÇÃO DA METODOLOGIA PROPOSTA PARA ANÁLISE DE ERROS NA DUREZA E NO MÓDULO DE ELASTICIDADE REDUZIDO EM DIFERENTES MATERIAIS .....	121
4.3.1 Erro associado à rugosidade .....	121
4.3.2 Erro associado a recuperação elástica lateral da superfície.....	124
4.3.3 Erro associado ao processo de fraturas.....	127
4.4 CONSTRUÇÃO DAS EXPRESSÕES DE PROPAGAÇÃO ERROS PARA A ÁREA DE CONTATO PROJETADA NA SUPERFÍCIE .....	134
4.4.1 Ponta Berkovich – Idealizada .....	134
4.4.2 Ponta Berkovich Modificada – Idealizada.....	136
4.4.3 Ponta Berkovich Modificada – com correção da ponta .....	137
4.4.4 Ponta Canto de Cubo .....	138
4.4.5 Ponta Esférica .....	139
4.4.6 Ponta Cônica .....	140
4.4.7 Ponta Cilíndrica Plana.....	141
4.5 CONSIDERAÇÕES PARA O CAPÍTULO 4 .....	142
<b>5 CONCLUSÕES .....</b>	<b>143</b>
<b>Referências.....</b>	<b>147</b>
<b>Apêndices.....</b>	<b>151</b>
<b>A. Determinação da Variação Infinitesimal .....</b>	<b>151</b>
<b>B. Dedução das Fórmulas de Propagação de Erros.....</b>	<b>154</b>
<b>C. Características Técnicas de Indentadores .....</b>	<b>157</b>
<b>D. Parâmetros Característicos e suas Propriedades.....</b>	<b>160</b>
<b>Anexos .....</b>	<b>166</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Nos últimos 20 anos, os pesquisadores têm estado cada vez mais interessados nas propriedades mecânicas e tribológicas de volumes cada vez menores. O uso de filmes finos usados para melhorar a resistência ao desgaste têm estimulado estudos sobre o módulo de elasticidade  $E$  e a dureza  $H$  destes materiais.

O módulo de elasticidade é a medida de rigidez elástica do material. A dureza é um teste empírico para comparar a resistência do material à deformação plástica. O módulo de elasticidade reduzido é estabelecido sem considerar o coeficiente de Poisson do material testado, é usado pela praticidade. As unidades de medidas para a dureza, módulo de elasticidade e módulo de elasticidade reduzido estão em GPa.

O módulo de elasticidade e a dureza podem ser determinados utilizando o método de Oliver e Pharr, apresentado em (1992) [1] e atualizado em (2004) [2]. Através da detecção da profundidade de penetração de uma ponta dura em um material em escala nanométrica e por microcargas, o método baseia-se na definição da profundidade de contato estimada por meio do registro da curva de descarregamento da técnica de indentação instrumentada.

A técnica de nanoindentação instrumentada é assim denominada devido à resolução do deslocamento estar em escala nanométrica. Se trata de um procedimento consolidado para a determinação do módulo de elasticidade e da dureza, que atualmente, também é o de maior interesse em pesquisa pela simplicidade e rapidez.

A incerteza de medição da dureza e do módulo elasticidade reduzido é causada por perturbações na técnica de nanoindentação instrumentada e ou pela precisão de medição do método de Oliver e Pharr.

O **objetivo geral** do trabalho é investigar a propagação de erros nas definições de módulo de elasticidade reduzido e de dureza, e apresentar uma expressão analítica experimental para os estimadores do intervalo para o módulo de elasticidade reduzido e da dureza.

Tem-se como **objetivos específicos**:

- a) Estabelecer modelos analíticos baseados na teoria da propagação de erros;
- b) Validar os modelos analíticos através da confrontação com dados experimentais;
- c) Simular o erro experimental para diferentes situações de erros sistemáticos.

A **motivação do trabalho** consiste em que nenhuma medida experimental é perfeita, pelo contrário, a medição de qualquer variável contém imprecisões em algum grau. Assim, dá-se a importância de estabelecer um modelo analítico para compreender as fontes potenciais e magnitudes de erros que podem influenciar as medições, em especial o módulo de elasticidade reduzido e a dureza calculados pela técnica de nanoindentação instrumentada com o método de Oliver e Pharr.

A originalidade deste trabalho é estabelecida por até então não existir outro que considere a dependência conjunta entre as variáveis influentes que estabelecem a determinação da dureza e do módulo de elasticidade. As variáveis denominadas influentes são: carga máxima, área de contato projetada na superfície e rigidez elástica do contato.

A contribuição do modelo analítico proposto ou metodologia para determinar a propagação dos erros é estabelecer uma avaliação particular da variação de cada variável influente na determinação da dureza e do módulo de elasticidade reduzido.

O modelo analítico usa os resultados da técnica de nanoindentação instrumentada, e pelo reprocessamento das cargas e deslocamentos são determinados a dureza e o módulo de elasticidade reduzido, pelo conjunto de variáveis influentes adquiridos.

A metodologia convencional usa os resultados da técnica de nanoindentação instrumentada em que os dados são interpretados pelo método de Oliver Pharr apresentando uma dureza e um módulo de elasticidade por indentação, caracterizados pela média e desvio padrão ao final do processo.

Então, o avanço do conhecimento, dado pela metodologia proposta é de comparar a metodologia convencional e estabelecer um grau de qualidade na compatibilidade dos dados do material testado, através da avaliação dos efeitos particulares de cada variável influente, para a determinação da dureza e do módulo de elasticidade reduzido.

Os conceitos e aplicação da técnica de nanoindentação instrumentada e do método de Oliver e Pharr [1,2] como se apresenta no sítio da *Web of Science* [3], são estudados e discutidos em vários artigos científicos publicados em periódicos de relevância

internacional, como também em revisões de literatura de várias dissertações e teses, demonstrando-se então, a sua devida importância.

Os erros associados estão vinculados à técnica de nanoindentação instrumentada e causam perturbações nas medidas. Fatores que afetam direta ou indiretamente, de forma significativa o teste, resumidamente são [4,5,6]:

- a) Preparação da amostra;
- b) Calibração do instrumento;
- c) Profundidade inicial do indentador (ponta ou penetrador);
- d) Flutuação térmica;
- e) Efeito do tamanho da indentação;
- f) Análise da impressão residual;
- g) Geometria da ponta do indentador;
- h) Empilhamento lateral do contato entre o indentador e a superfície;
- i) Recuperação elástica lateral do contato entre o indentador e a superfície;
- j) Rugosidade da superfície;
- k) Fratura.

A precisão das medidas determinadas pelo método de Oliver e Pharr, bem como evidenciar a propagação dos erros no módulo de elasticidade reduzido e na dureza são explorados pela Teoria dos Erros [7]. Os itens de interesse neste trabalho sobre propagação de erros são sobre:

- a) O módulo de elasticidade reduzido em função da rigidez elástica do contato e da área de contato projetada na superfície  $E_r = E_r(S, A_c)$ ;
- b) A dureza em função da carga máxima e da área de contato projetada na superfície  $H = H(P_{max}, A_c)$ ;
- c) A área de contato projetada na superfície em função da profundidade de contato  $A_c = A_c(h_c)$ .

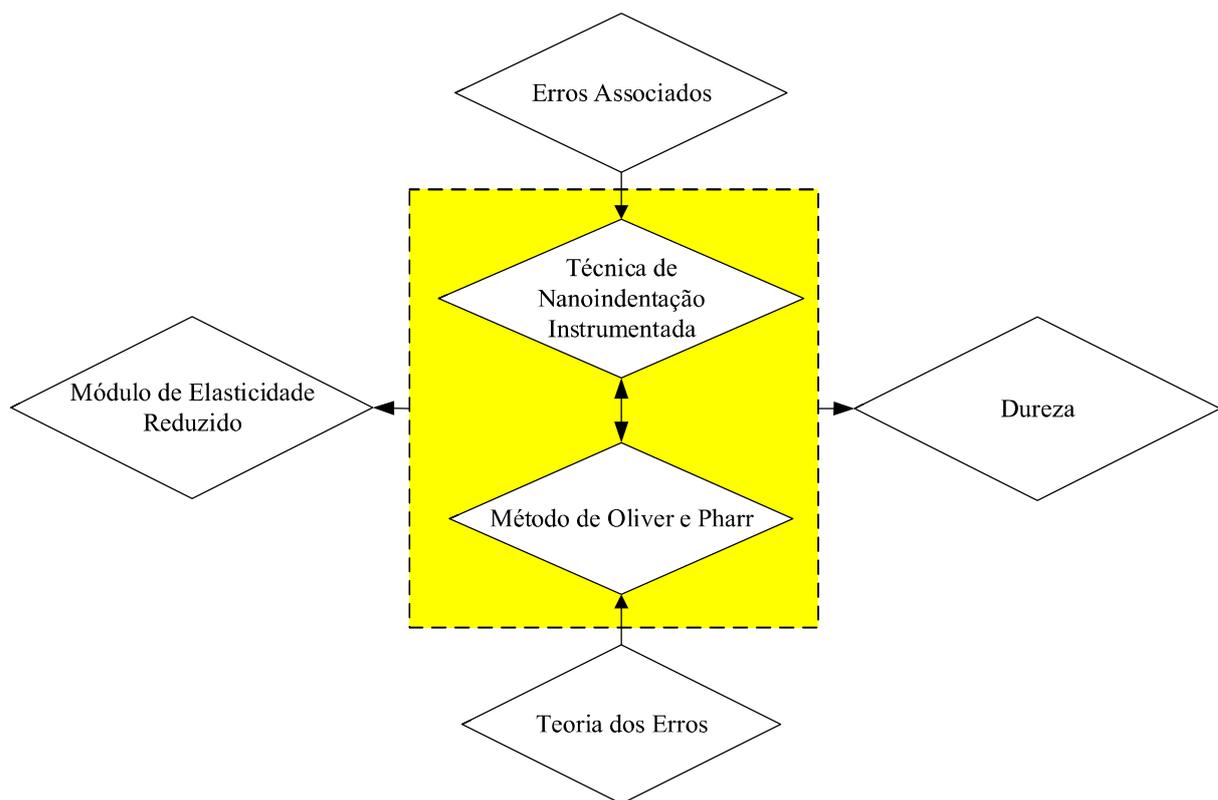
Para simular erros foram escolhidos os seguintes materiais: sílica como amostra de referência, o vidro lixado para avaliar a rugosidade, o policarbonato para avaliar a recuperação elástica lateral e o grafite considerado em duas cargas para avaliar a fratura.

O **documento** está dividido em cinco capítulos para os assuntos indicados. O trabalho de tese é essencialmente composto de um capítulo de revisão da literatura, um capítulo para a metodologia, um para os resultados e discussão, e, um último para

conclusão e sugestões para trabalhos futuros. E ainda, quatro apêndices, a saber: da determinação do diferencial, da dedução das fórmulas de propagação de erros, das características técnicas de indentadores e sobre os parâmetros característicos e suas propriedades. Também um anexo contendo os dados do estudo organizados em tabelas.

No Capítulo 2 é apresentada uma **revisão da literatura** de conceitos fundamentais, de modo a preparar uma base teórica para uma melhor compreensão dos estudos realizados no presente trabalho. Os conceitos que englobam este capítulo são: teoria dos erros, indentação instrumentada, área de contato projetada na superfície do material, método de Oliver e Pharr, módulo de elasticidade reduzido, dureza e erros associados à indentação instrumentada.

A **Figura 1** apresenta um esquema de inter-relacionamento entre os assuntos que são reapresentados resumidamente para formalizar os estudos de revisão.



**Figura 1** – Esquema de inter-relacionamento dos tópicos estudados.

Fonte: Krupechacke (2014).

A **Figura 1** é um esquema que contextualiza a incerteza de medição da dureza e o módulo de elasticidade reduzido determinados por nanoindentação instrumentada. A técnica é combinada com o método para determinar o módulo de elasticidade reduzido e a dureza. As perturbações na técnica influenciam a interpretação do método e são indicados pelos erros associados. A incerteza de medição do método é explorada pela teoria de erros.

No Capítulo 3 apresenta-se a **metodologia da pesquisa** com o modelo matemático os testes de nanoindentação instrumentada e associados na caracterização mecânica e no procedimento experimental de preparação e análise das amostras estudadas.

No Capítulo 4, dos **resultados e discussão** do trabalho, onde se demonstra as expressões analíticas obtidas, a comparação dos resultados analíticos com os experimentais do estudo realizado.

Finalmente, o Capítulo 5, o da **conclusão e sugestão para trabalhos futuros**.

O trabalho é encerrado com quatro apêndices e um anexo.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

Este capítulo tem como objetivo fornecer elementos para compreensão dos capítulos subsequentes. Para tal finalidade, os seguintes conceitos relevantes ao trabalho foram abordados e revisitados: a teoria dos erros, a técnica de nanoindentação instrumentada, a área de contato projetada na superfície do material, o método de Oliver e Pharr, o módulo de elasticidade reduzido, a dureza e os erros associados à indentação na medição dos mesmos.

Alguns conceitos matemáticos foram expostos e detalhados para justificar o propósito de pesquisa e inovação do trabalho.

### 2.1 TEORIA DOS ERROS

Quando se relata o resultado de medição de uma grandeza física deve-se sempre dar alguma indicação quantitativa da qualidade do resultado, de forma que aqueles que o utilizam possam avaliar sua confiabilidade. Sem essa indicação, resultados de medição não podem ser comparados, seja entre eles mesmos ou com valores de referência fornecidos numa especificação ou numa norma. É, portanto, necessário que exista um procedimento que seja de pronta aplicação, fácil compreensão e ampla aceitação para caracterizar a qualidade de um resultado de uma medição, isto é, para avaliar e expressar sua incerteza. [8]

O conceito de incerteza como um atributo quantificável é relativamente novo na história da medição, embora erro e análise de erro tenham sido, há muito, uma parte da prática da ciência da medição ou metrologia. É agora amplamente reconhecido que, quando todos os componentes de erro conhecidos ou presumidos tenham sido avaliados e as correções adequadas tenham sido aplicadas, ainda permanece uma incerteza sobre quão correto é o resultado declarado, isto é, uma dúvida acerca de quão corretamente o resultado da medição representa o valor da grandeza que está sendo medida. [8]

### 2.1.1 Erros e conceitos associados

Os conceitos e definições apresentados a seguir foram sintetizados e estão baseados nas referências [7,9]:

A **medição** é o conjunto de operações que têm por objetivo determinar o valor verdadeiro de uma grandeza.

Denomina-se de **erro** ao afastamento entre o valor “verdadeiro” (ou esperado)  $E_i$  de uma grandeza e um valor observado  $O_i$  desta mesma grandeza. Como normalmente o valor verdadeiro de uma grandeza não é conhecido conseqüentemente o erro é desconhecido.

O **resíduo**  $\delta_i$  é a diferença entre um valor observado [ $O_i$ : experimental] e o valor esperado [ $E_i$ : teórico] de uma grandeza, ou seja [10]:

$$\delta_i = O_i - E_i \quad (1)$$

O **valor mais provável** de uma grandeza é o valor resultante de algum tratamento matemático das observações que se realizaram. O valor médio de um conjunto de observações é, normalmente, um exemplo de um valor mais provável e é possível demonstrar que a média aritmética de um conjunto de observações é um estimador consistente do seu valor verdadeiro [9].

A **acurácia** é a propriedade de uma grandeza física que foi obtida por processos ou por instrumentos isentos de erros. Consiste na repetição da avaliação, e é uma medida da correlação entre o valor estimado e os valores das fontes de informação, ou seja, mede o quanto a estimativa obtida está relacionada com o verdadeiro valor do parâmetro.

A **exatidão** é a conformidade com o valor real.

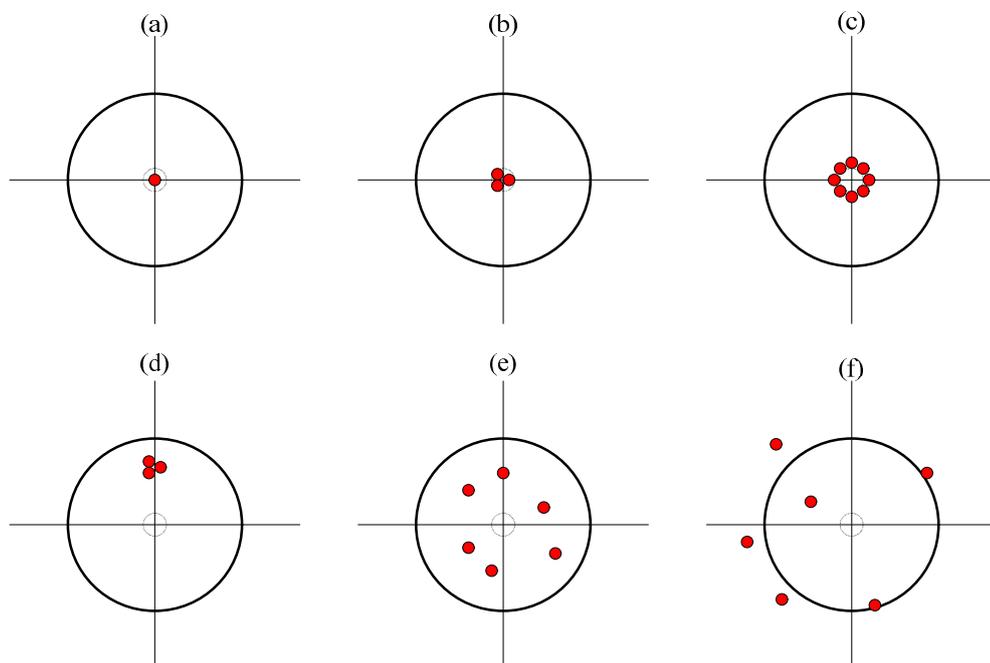
A **precisão** é o grau de variação de resultados de uma medição. A precisão tem como base o desvio padrão de uma série de repetições da mesma análise. O desvio padrão amostral é a quantidade utilizada para expressar a precisão de um grupo de medidas.

O desvio padrão experimental da média aritmética ou média de uma série de observações não é o erro aleatório da média, embora ele assim seja designado em algumas publicações. Ele é, em vez disso, uma medida da incerteza da média devida a efeitos aleatórios. O valor exato do erro na média, que se originam destes efeitos, não é conhecido [8].

A **precisão requerida** é o grau de variação de resultados de uma medição, baseados em uma amostra. O erro padrão associado em termos da teoria das probabilidades é a quantidade utilizada para expressar a precisão requerida ou intervalo de confiança de um grupo de medidas.

O **intervalo estatístico de abrangência** é o intervalo sobre o qual se pode dizer que contém, com um dado nível de confiança, pelo menos uma proporção especificada da população.

A **Figura 2** sintetiza esquematicamente os conceitos associados à teoria dos erros. A acurácia é representada pela intersecção entre os eixos horizontal e vertical. As circunferências grande e pequena representam a tolerância e a precisão respectivamente. Em (a) tem-se a situação ideal para exatidão; em (b) os resultados são precisos e exatos; em (c) os resultados são exatos porque em média estão próximos do valor verdadeiro, mas não são precisos pela dispersão. Em (d) os resultados são precisos porque estão próximos entre si, mas não são exatos porque estão distantes do valor verdadeiro. Em (e) nem precisos nem exatos e em (f) os resultados fora da faixa de tolerância (precisão requerida).



**Figura 2** – Esquema para os conceitos de acurácia, exatidão, precisão.

Fonte: Adaptado e ampliado de Vuolo [7].

### 2.1.2 Tipos de erros experimentais

Indicando por  $\mu_X$  o valor verdadeiro  $E_i$  (esperado: média da população – em geral desconhecida) e por  $\bar{X}$  o melhor valor  $O_i$  (observado: estimativa da média da população tomando como base a média de amostras), o **erro** ou erro total (também considerado desconhecido) é definido por [7,10]:

$$\delta_X = \bar{X} - \mu_X \quad (2)$$

O melhor valor e a respectiva incerteza só podem ser obtidos e interpretados em termos de probabilidades. Na prática se trata da precisão requerida [7,10].

O **erro total**  $\delta_X$  de uma medida experimental, definido como a diferença entre o valor real e o valor medido é composto por dois componentes: erro aleatório  $\varepsilon_X$  e erro sistemático  $\beta_X$  [7]:

$$\delta_X = \varepsilon_X + \beta_X \quad (3)$$

O **erro aleatório**  $\varepsilon_X$  (ou estatístico aleatório ou erro de precisão) resulta de variações aleatórias no resultado da medição, devido a fatores que não podem ser controlados. Geralmente o erro estatístico não é eliminado, porém pode ser reduzido [7,9,10].

O erro sistemático, a média que resultaria de um número infinito de medições do mesmo mensurando, efetuadas sob condições de repetitividade menos o valor verdadeiro do mensurando [8]. Conforme a **Equação 2**.

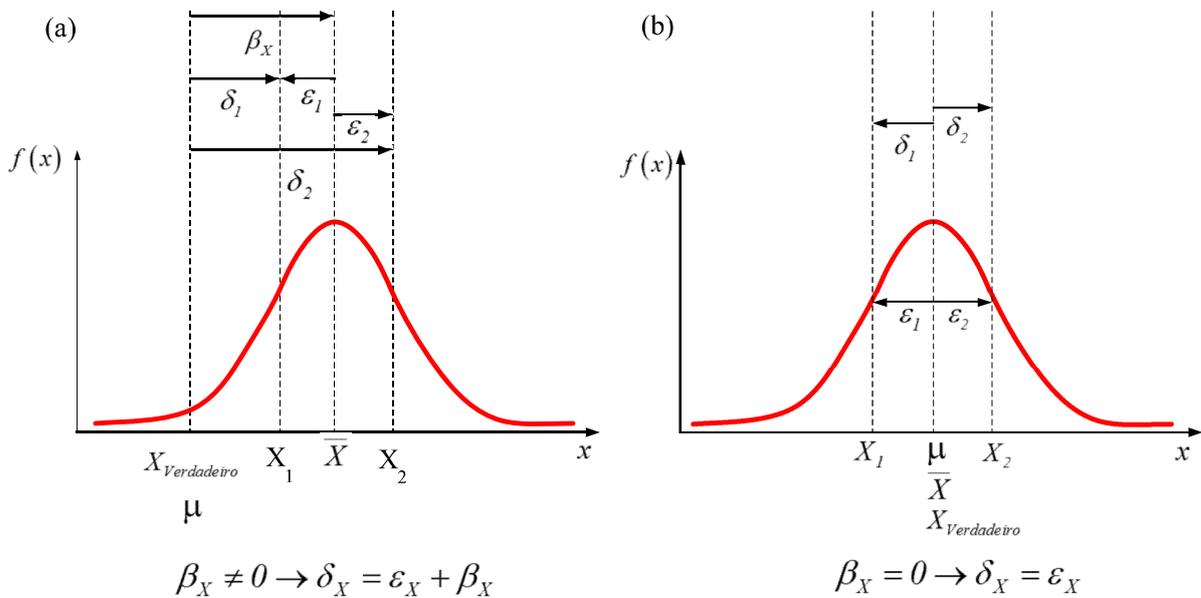
O **erro sistemático**  $\beta_X$  (ou erro viés também conhecido como o erro corrigido) é o componente **fixo** do erro total. As fontes de erro viés geralmente consistem daqueles devido à calibração de instrumentos, aquisição de dados e redução de dados [7].

As principais categorizações e causas associadas dos erros sistemáticos são:

- a) Erro sistemático instrumental é o erro que resulta da calibração do instrumento de medição;
- b) Erro sistemático ambiental é o erro devido a efeitos do ambiente sobre a experiência;

- c) Erro sistemático observacional é um erro devido a pequenas falhas de procedimento ou limitações do próprio observador;
- d) Erro sistemático teórico é o erro que resulta do uso de fórmulas teóricas aproximadas para obtenção dos resultados;
- e) Erro sistemático residual de qualquer tipo, que não podem ser reduzidos a um valor baixo ou não é possível fazer correções.

A **Figura 3** detalha as distribuições de erro sistemático e aleatório. Na ilustração (a) é possível verificar que o erro total  $\delta_X$  é composto pela associação dos erros sistemático  $\beta_X$  e aleatório  $\varepsilon_X$ . Quando o valor verdadeiro é a esperança matemática o erro sistemático  $\beta_X$  é nulo como na ilustração (b). Para a composição de variáveis  $X_i$  é comum expressar com a notação  $\varepsilon_{X_i} = \varepsilon_i$  e  $\delta_{X_i} = \delta_i$ .



**Figura 3** – Esquema da distribuição do erro sistemático (a) e a da distribuição do erro aleatório (b).

Fonte: Adaptada de Vuolo [7].

O **erro absoluto** é definido como:

$$|\delta_X| = |\bar{X} - \mu_X| \quad (4)$$

O **erro relativo** é definido por:

$$\delta_X \% = \frac{|\delta_X|}{|\mu_X|} = \frac{|\bar{X} - \mu_X|}{|\mu_X|} \quad (5)$$

É o erro de medição dividido por um valor verdadeiro do mensurando [8].

Em geral,  $\delta_x\%$  é estimado [7].

Se  $\delta_x \cong \sigma_x$  então  $\delta_x\% = \zeta_x$  assume a caracterização do coeficiente de variação.

### 2.1.3 Objetivos da Teoria de Erros

Uma grandeza experimental deve ser determinada a partir de medições e os resultados são uma aproximação para o valor verdadeiro da grandeza.

Os objetivos da Teoria de Erros consistem em determinar o melhor valor possível para a grandeza oriundo das medições e em determinar quanto o melhor valor obtido pode ser diferente do valor verdadeiro [7,10].

A finalidade da propagação de erros consiste em:

- a) Quantificar a precisão dos resultados;
- b) Identificar a principal fonte de erro e sugerir melhorias;
  - Se  $s_x \rightarrow \sigma_x$ , adota-se o desvio padrão  $\sigma_x$ ;
  - Se  $s_x \gg \sigma_x$ , os valores são irreais [7];
- c) Justificar o desvio padrão observado;
  - Se  $0 < |O_i - E_i| \leq s_x \Rightarrow$  indicativo de erro aleatório;
  - Se  $|O_i - E_i| \gg s_x \Rightarrow$  indicativo de erro sistemático [10].

O desvio padrão pode assumir valores positivos ou negativos, pois trata-se da raiz quadrada de uma média quadrática, implicando então que o erro por definição é a diferença entre os valores observados e esperados é estabelecida em valor absoluto. O significado do desvio padrão é que ele indica o erro em uma única observação.

Da finalidade da propagação de erros pode-se esclarecer que a principal fonte de erro é atenuada quando o desvio padrão da amostra tende a um valor próximo ao desvio padrão populacional, isto é, uma aproximação requerida, pode-se assumir que o desvio padrão é principal fonte de erro (erro aleatório). Quando os valores são dispares, o desvio padrão da amostra é de uma ordem de grandeza maior que o da população, implicando em resultados irreais, possível indicativo de erro sistemático associado.

#### 2.1.4 Incerteza e conceitos associados

A **incerteza** é a falta de conhecimento *a priori* do resultado de uma medição ou do efeito de uma condição.

A **incerteza padrão** do resultado de uma medição expressa por um desvio padrão.

Esta é a maneira mais usada atualmente. Incerteza padrão é definida como o desvio padrão da distribuição de erros [7].

A **incerteza padrão combinada** é a incerteza-padrão do resultado de uma medição, quando este resultado é obtido pela combinação de várias outras grandezas é igual à raiz quadrada da soma de termos, que são constituídos pelas variâncias e covariâncias destas outras grandezas, ponderadas de acordo com o quanto o resultado da medição varia com mudanças destas grandezas.

A **incerteza expandida** é a quantidade que define um intervalo em torno do resultado de uma medição, com o qual se espera abranger uma grande fração da distribuição dos valores que podem ser razoavelmente atribuídos ao mensurando.

O **fator de abrangência**  $k_\alpha$  é um fator numérico utilizado como um multiplicador da incerteza-padrão combinada, de modo, a obter uma incerteza expandida.

#### 2.1.5 Classificação dos componentes de incerteza

O propósito da classificação Tipo A e Tipo B é indicar as duas maneiras diferentes de avaliar os componentes da incerteza e serve apenas para discussão; a classificação não se propõe a indicar que haja qualquer diferença na natureza dos componentes resultantes dos dois tipos de avaliação. Ambos os tipos de avaliação são baseados em distribuições de probabilidade e os componentes das incertezas resultantes de cada tipo são quantificados por variâncias ou desvios padrão [8].

A avaliação do **Tipo A** da incerteza padrão é baseada em qualquer método válido para o tratamento estatístico dos dados. Por exemplo: o cálculo do desvio padrão da média de uma série de observações independentes, utilizando o método dos mínimos quadrados para ajustar uma curva aos dados, a fim de estimar os parâmetros da curva e os seus desvios padrão, e realizar uma análise de variância (ANOVA) a fim de identificar e quantificar os efeitos aleatórios em determinados tipos de medidas [7].

A avaliação do **Tipo B** da incerteza padrão dada na forma de desvio padrão e avaliada por qualquer método que não seja estatístico. A incerteza padrão tipo B é a incerteza correspondente aos erros sistemáticos residuais, para os quais se considera que não é possível nenhuma correção posterior [7].

A avaliação do Tipo A da incerteza padrão, por ser baseada em qualquer método válido, para o tratamento estatístico dos dados é utilizada na proposta do trabalho.

### 2.1.6 Transferência da incerteza

Inicialmente conceitua-se variáveis influentes ou agentes quais estão relacionadas às variáveis livres ou independentes, porém, não necessariamente independentes entre si. A variável dependente é denominada de influenciável ou variável que se quer conhecer ou analisar [9].

A aplicação da propagação de erros na análise de dados experimentais é considerar o que frequentemente ocorre com a grandeza  $y$  quando é definida como função de uma variável influente  $x$ . Assumindo que  $f(x)$  é a parte funcional e  $y_0$  é a parte residual em  $y = f(x) + y_0$ , e ambas as grandezas,  $x$  e  $y$ , contêm erros experimentais associados às duas variáveis [7] que reescrita implica em:

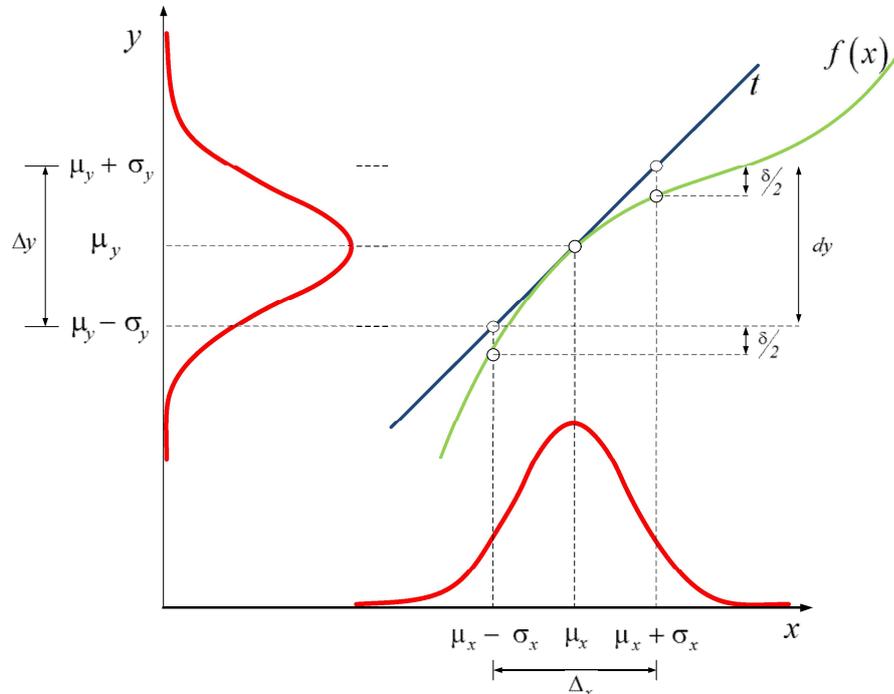
$$y = f(x) + y_0 \Rightarrow \sigma_y^2 = \left( \frac{d}{dx} f \right)^2 \cdot \sigma_x^2 + \sigma_{y_0}^2 \quad (6)$$

Declarando que  $\sigma_x$  é o desvio padrão (incremento ou infinitésimo ou erro aleatório) da variável influente  $x$ ; e  $\sigma_{y_0}$  é o desvio padrão (erro inicial) associado somente a variável  $y$ , portanto, a covariância entre as variáveis é  $\sigma_{xy_0} = 0$ .

Para a função  $y = f(x)$  definida em um ponto específico  $U(\mu_x, \mu_y)$ . Ao calcular o diferencial nesse ponto é assumindo a existência de erros tão pequenos quanto se queiram [11] pelo conceito de limite no ponto. Conseqüentemente, pode-se então estabelecer uma estimativa do erro para a função definida.

A **Figura 4** ilustra a ideia de propagação do erro pelo conceito de diferencial, que ao estabelecer a tangente em um ponto, dá-se a aproximação linear, e a diferença entre o incremento e o infinitesimal, embute-se um erro  $\delta = |\Delta y - dy|$ , que somente aumentará se

a função for estritamente crescente, isto é,  $\frac{d}{dx} f(\mu_x) = \pm\infty$  para o intervalo de  $[\mu_x - \sigma_x \leq x \leq \mu_x + \sigma_x]$ .



**Figura 4** – Esquema da transferência das incertezas com uma variável influente.

Fonte: Krupechacke (2014).

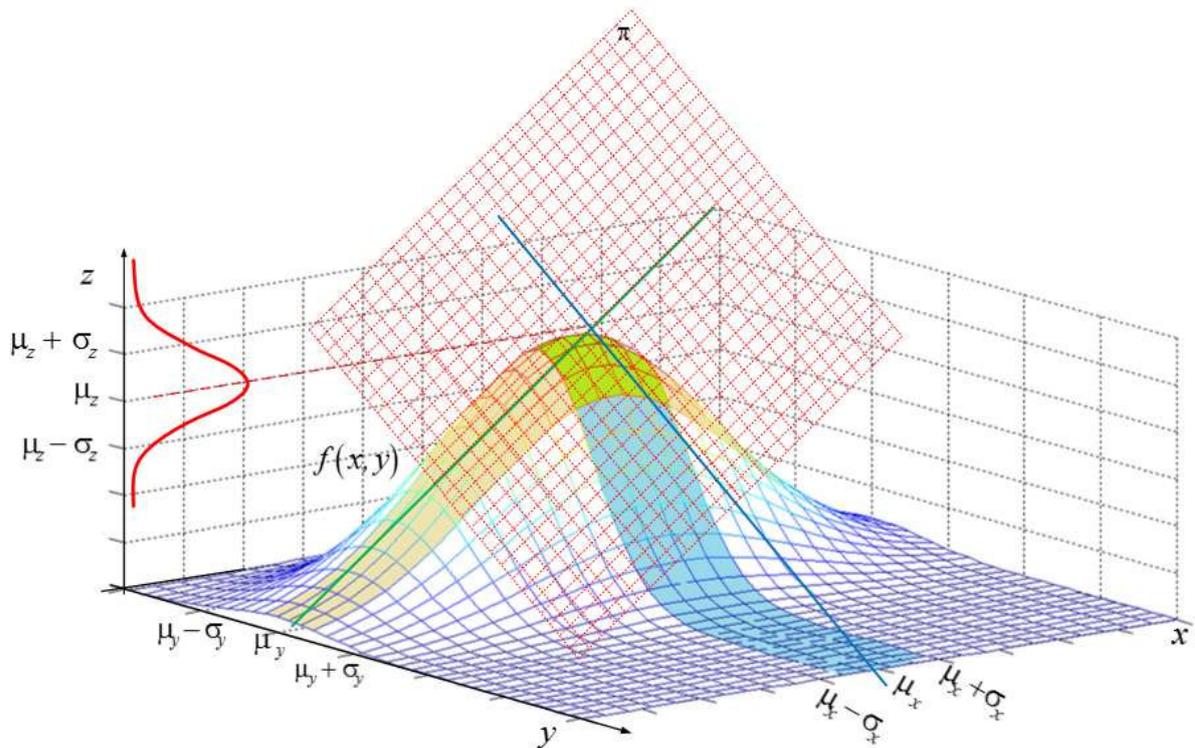
Considerando que a grandeza  $z$  é definida em função de duas variáveis,  $x$  e  $y$ , e determinadas como variáveis influentes para  $z = f(x, y)$ , porém não necessariamente independentes entre si. Assumindo que  $f(x, y)$  é a parte funcional e que  $z_0$  é a parte residual associada exclusivamente a variável que se quer conhecer  $z$ , independente das variáveis influentes  $x$  e  $y$ . Então em  $z = f(x, y) + z_0$  estão associadas às incertezas para as três variáveis e reescrita por:

$$z = x(x, y) + y(x, y) + z_0 \Rightarrow \sigma_z^2 = \left(\frac{\partial}{\partial x} z\right)^2 \cdot \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial}{\partial y} z\right)^2 \cdot \sigma_y^2 + 2 \cdot \frac{\partial}{\partial x} z \cdot \frac{\partial}{\partial y} z \cdot \sigma_{xy} + \sigma_{z_0}^2 \quad (7)$$

O desvio padrão da variável influente  $x$  é  $\sigma_x$  (incremento ou infinitésimo ou erro aleatório) analogamente para  $\sigma_y$ ; E  $\sigma_{z_0}$  também é o desvio padrão (erro inicial) associado

somente a variável  $z$ . A covariância entre as variáveis influentes é  $\sigma_{xy}$ . As covariâncias entre as outras variáveis são  $\sigma_{xz_0} = 0$  e  $\sigma_{yz_0} = 0$ .

A **Figura 5** ilustra para duas variáveis influentes com grau de dependência entre si de  $\sigma_{xy}$  [12].



**Figura 5** – Esquema da transferência das incertezas com duas variáveis influentes.

Fonte: Krupechacke (2014).

Se  $z_0 = \beta_z$  então  $\sigma_{z_0}^2 = 0$ , isto é, se for uma constante então sua variância é nula.

A transferência da incerteza é uma combinação linear (curva suave no plano) do valor infinitésimo da taxa de variação da variável pelo respectivo erro total calculado ou estimado. [Detalhes das propriedades de variância no **Apêndice D**]

### 2.1.7 Aproximação linear

Do cálculo diferencial e integral estabelece-se o conceito de diferencial total,  $dw = \frac{\partial w}{\partial x} \cdot dx + \frac{\partial w}{\partial y} \cdot dy + \frac{\partial w}{\partial z} \cdot dz + \dots$  é uma função linear que se aproxima de uma superfície por uma tangente em um ponto dado da superfície [11].

Quando se usa as diferenças finitas, em vez de diferenciais, de modo que  $\Delta w = \frac{\partial w}{\partial x} \cdot \Delta x + \frac{\partial w}{\partial y} \cdot \Delta y + \frac{\partial w}{\partial z} \cdot \Delta z + \dots$ , e que quando os incrementos são suficientemente pequenos, o processo funciona bem, mesmo quando funções altamente curvas são quase lineares sobre uma região suficientemente pequena. A função linear fracionada (erro relativo) [7] é dada por  $\frac{\Delta w}{w} = \frac{1}{w} \cdot \left( \frac{\partial w}{\partial x} \cdot \Delta x + \frac{\partial w}{\partial y} \cdot \Delta y + \frac{\partial w}{\partial z} \cdot \Delta z + \dots \right)$ .

Uma grandeza  $w$ , que é calculada como função de outras grandezas  $x, y, z, \dots$ , é representada por  $w = w(x, y, z, \dots)$ .

As grandezas  $x, y, z, \dots$  são admitidas como grandezas experimentais, e  $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z, \dots$  são as incertezas padrão correspondentes:  $x \rightarrow \sigma_x, y \rightarrow \sigma_y, z \rightarrow \sigma_z, \dots$ .

Se os erros nas variáveis  $x, y, z, \dots$  são completamente independentes entre si, a incerteza padrão em  $w$  é, em primeira aproximação dada pelo primeiro bloco de somas, caso contrário (completamente ou parcialmente dependentes) pela expressão como um todo [7].

$$\sigma_w^2 = \underbrace{\left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)^2 \cdot \sigma_x^2 + \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 \cdot \sigma_y^2 + \dots}_{1^\circ \text{ bloco}} + \underbrace{\frac{\partial w}{\partial x} \cdot \frac{\partial w}{\partial y} \cdot \sigma_{xy} + \frac{\partial w}{\partial x} \cdot \frac{\partial w}{\partial z} \cdot \sigma_{xz} + \dots}_{2^\circ \text{ bloco}} \quad (8)$$

A variância de  $w = f(x, y)$  envolvendo o cálculo de derivadas parciais é um conceito importante e é conveniente na construção dos modelos propostos neste trabalho. [Deduções nos **Apêndice A** e **Apêndice B**]

### 2.1.8 Comportamento do erro aleatório ou estatístico

Se o erro sistemático é provavelmente nulo então o erro total é o erro aleatório.

O erro aleatório  $\varepsilon_x$  em função do tamanho da amostra  $n$  é representado pela expressão  $\varepsilon_x(n)$ , assumindo que  $\xi(n)$  é um parâmetro estimado por uma distribuição de probabilidade e  $\sigma_x$  é o desvio padrão da variável em estudo [10], então o erro aleatório pode ser estimado por:

$$\varepsilon_X(n) = \xi(n) \cdot \sigma_X \quad (9)$$

Da formalização da distribuição por amostragem das médias amostrais o parâmetro  $\xi(n)$  é estimado em conformidade com o tamanho da amostra.

E,  $\xi(n) \cdot \sigma_X$  é também chamado de erro amostral. Como também  $\frac{\sigma_X}{\sqrt{n}}$  é denominado de erro padrão.

Determinado os limites inferior e superior por:

$$\xi_{inf}(n) = -\frac{t\left(\frac{\alpha}{2}; n-1\right)}{\sqrt{n}} \quad (10)$$

$$\xi_{sup}(n) = \frac{t\left(\frac{\alpha}{2}; n-1\right)}{\sqrt{n}} \quad (11)$$

Apresentando  $t(\alpha; \varphi)$  como a distribuição de probabilidade *t-Student* (Bilateral) que é baseada no nível de significância  $\alpha$  e no grau de liberdade  $\varphi$  (no caso  $\varphi = n-1$ ).

A distribuição de probabilidade *t-Student* é indicada para tamanhos de amostra inferiores a trinta elementos ( $n < 30$ ) e, em caso contrário, o uso da distribuição normal de Gauss.

Para as medidas de variabilidade como a variância o parâmetro  $\xi(n)$  é estimado em conformidade com o tamanho da amostra por:

$$\xi_{inf}(n) = \frac{n-1}{\chi^2\left(1-\frac{\alpha}{2}; n-1\right)} \quad (12)$$

$$\xi_{sup}(n) = \frac{n-1}{\chi^2\left(\frac{\alpha}{2}; n-1\right)} \quad (13)$$

Apresentando  $\chi^2(\alpha; \varphi)$  como a distribuição de probabilidade Chi quadrado de Fischer que é baseada no nível de significância  $\alpha$  e no grau de liberdade  $\varphi$ .

A **Figura 6** e a **Figura 7** apresentam o comportamento do parâmetro  $\xi(n)$  em função do tamanho da amostra selecionada aleatoriamente, este fator de correção serve

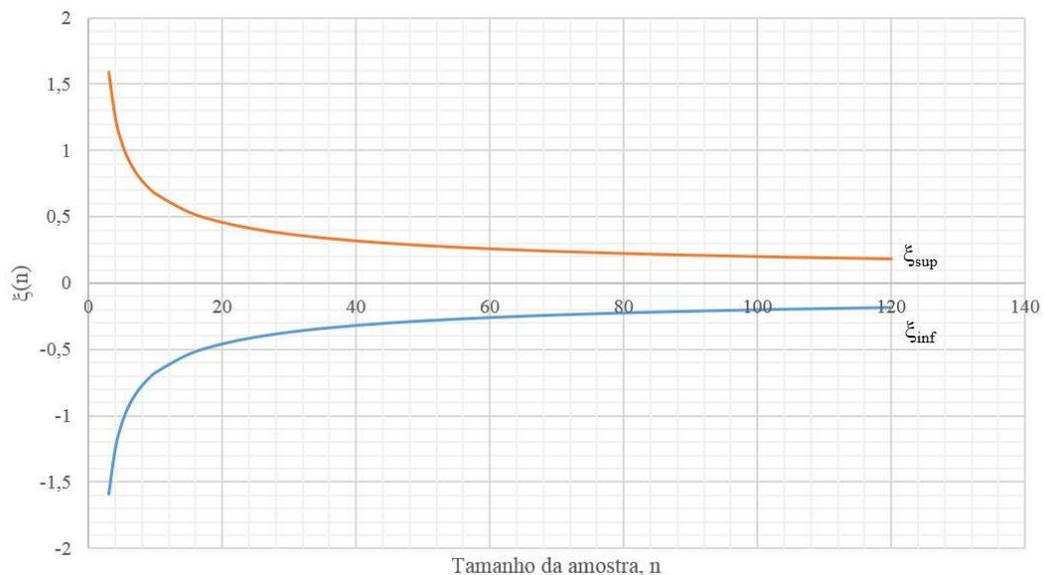
para garantir que o desvio padrão pertença a um intervalo, ou seja, esteja estabelecido por uma precisão requerida.

O  $\xi(n)$  na distribuição amostral tende a diminuir quando o tamanho da amostra tende a aumentar.

Para as medidas de tendência central tem-se que  $\lim_{n \rightarrow \infty} \xi(n) = 0$  e para as medidas de variabilidade, tem-se que  $\lim_{n \rightarrow \infty} \xi(n) = 1$ .

Em Estatística o nível de significância  $\alpha = 5\%$  é um erro aleatório estabelecido como padrão universal, que para as medidas de tendência central, a evolução do parâmetro  $\xi(n)$  está indicada na **Figura 6** pela expressão nos respectivos limites inferior e superior:

$$\xi(n) = \xi_{inf}(n) = -\xi_{sup}(n) = \frac{t(2,5\%; n-1)}{\sqrt{n}} \quad (14)$$



**Figura 6** – Evolução do parâmetro  $\xi(n)$  para medidas de tendência central.

Fonte: Krupechacke (2014).

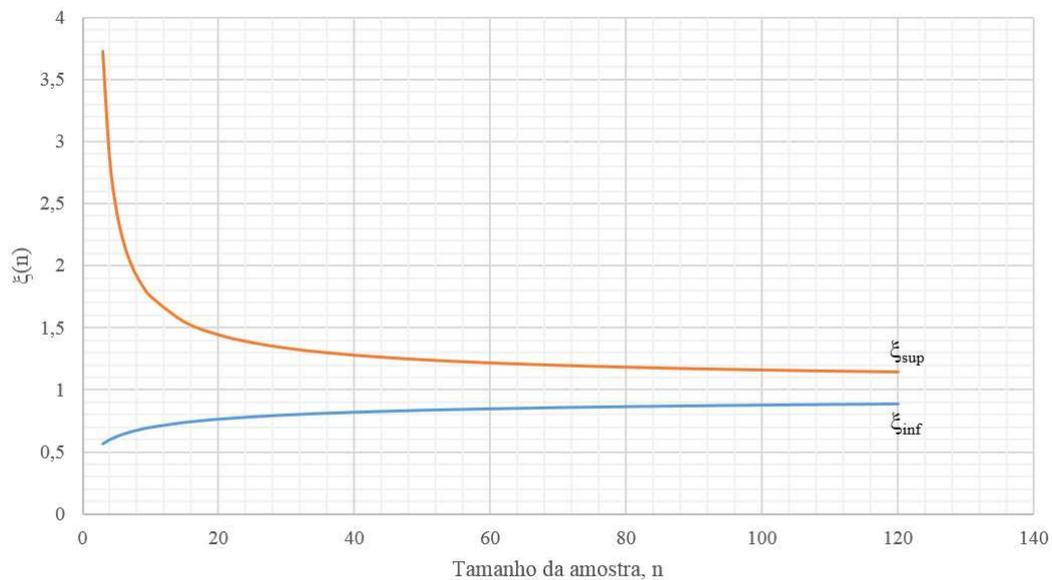
Assumindo que o desvio padrão depois de calculado é uma constante, então, a multiplicação  $\xi(n) \cdot \sigma_x$  tende a diminuir o erro aleatório quando o tamanho da amostra cresce. A associação da diminuição do erro só é possível se for conhecido todos os integrantes da série de dados (população), o que provavelmente é irreal. [9]

Esta consideração somente é válida quando a distribuição amostral dos parâmetros tem comportamento gaussiano para as medidas de tendência central e são conhecidos seus parâmetros: tamanho, média e variância [9].

E, na **Figura 7**, a evolução do parâmetro para medidas de variabilidade como o desvio padrão, os limites inferior e superior da função são dados pelas expressões:

$$\xi_{inf}(n) = \sqrt{\frac{n-1}{\chi^2(97,5\%;n-1)}} \quad (15)$$

$$\xi_{sup}(n) = \sqrt{\frac{n-1}{\chi^2(2,5\%;n-1)}} \quad (16)$$



**Figura 7** – Evolução do parâmetro  $\xi(n)$  para medidas de variabilidade.

Fonte: Krupechacke (2014).

Analogamente ao caso anterior,  $\xi(n) \cdot \sigma_X$  tende a diminuir o erro aleatório quando o tamanho da amostra cresce, e somente é válida quando a distribuição amostral dos parâmetros tem comportamento gaussiano e são conhecidos seus parâmetros: tamanho e variância [9].

No caso de medidas de variabilidade, as grandezas  $\xi_{inf}(n) \cdot \sigma_X$  e  $\xi_{sup}(n) \cdot \sigma_X$  correspondem aos limites inferior e superior para o intervalo de confiança do desvio padrão ao nível de confiança e grau de liberdade estabelecidos.

## 2.2 INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Certos materiais quando se encontram sob a forma de filmes finos, apresentam propriedades diferentes de quando são volumétricos. Em alguns casos, tais propriedades só aparecem quando as espessuras destes materiais são de apenas algumas camadas atômicas [13]. Por este fato, as aplicações industriais de filmes finos têm progredido continuamente, assim como, uma série de ensaios experimentais têm sido desenvolvidos com o objetivo de verificar as propriedades mecânicas destes materiais em condições práticas [13].

A indentação instrumentada é uma técnica versátil. É uma ferramenta útil para medir propriedades mecânicas de materiais com superfícies modificadas, filmes finos ou revestimentos [13].

Denomina-se de **nanoindentação instrumentada** simplesmente por:

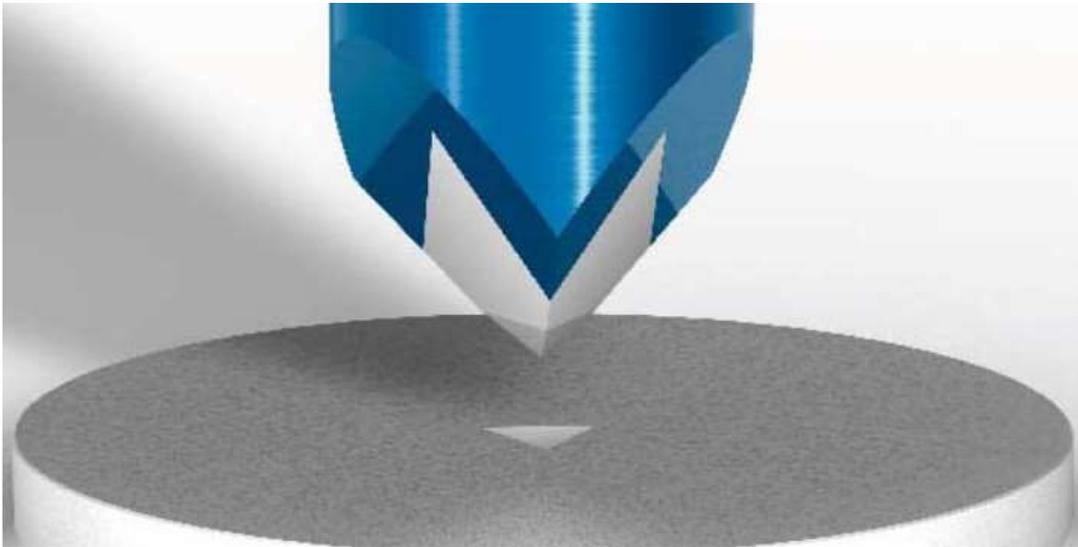
- a) Nanoindentação: devido à resolução do deslocamento estar em escala nanométrica;
- b) Instrumentada: dado que a força e o deslocamento são medidos continuamente, armazenados e gerenciados eletronicamente (assistidos por sensoriamento instrumentado) durante um ciclo completo de carregamento e descarregamento.

As principais vantagens da técnica da nanoindentação instrumentada com relação aos métodos convencionais de medição são [13]:

- a) De dispensar a visualização da impressão residual plástica para a medição da área real do contato;
- b) Da capacidade de medir em baixas cargas tanto as deformações plásticas como as deformações elásticas do material testado;
- c) De estabelecer um controle da penetração em relação à espessura dos filmes;
- d) De possuir alta resolução no posicionamento em teste de pequenos volumes e em testes de uma mesma região em profundidades diferentes;
- e) Do controle preciso do tempo de teste na medida de propriedades dependentes do tempo e medida de grandezas relacionadas à energia ( $P \times h$ ).

Além da dureza e do módulo de elasticidade, a técnica também pode ser empregada para caracterizar a fluência, a tenacidade à fratura de materiais frágeis, o nível de tensão residual, o limite de escoamento, o coeficiente de encruamento do material e a viscoelasticidade de polímeros [13,14].

A técnica consiste em penetrar uma ponta de diamante no material (carregamento), controlando e registrando os valores da carga aplicada e da profundidade de indentação por meio de sensores. A carga máxima é mantida constante por alguns segundos e após esse tempo ser transcorrido ela é retirada. O tempo, em segundos, é controlado em três estágios: no carregamento, em carga máxima e no descarregamento. A **Figura 8** ilustra o contexto do conceito.



**Figura 8** – Representação da técnica de indentação – ponta – amostra – impressão residual.

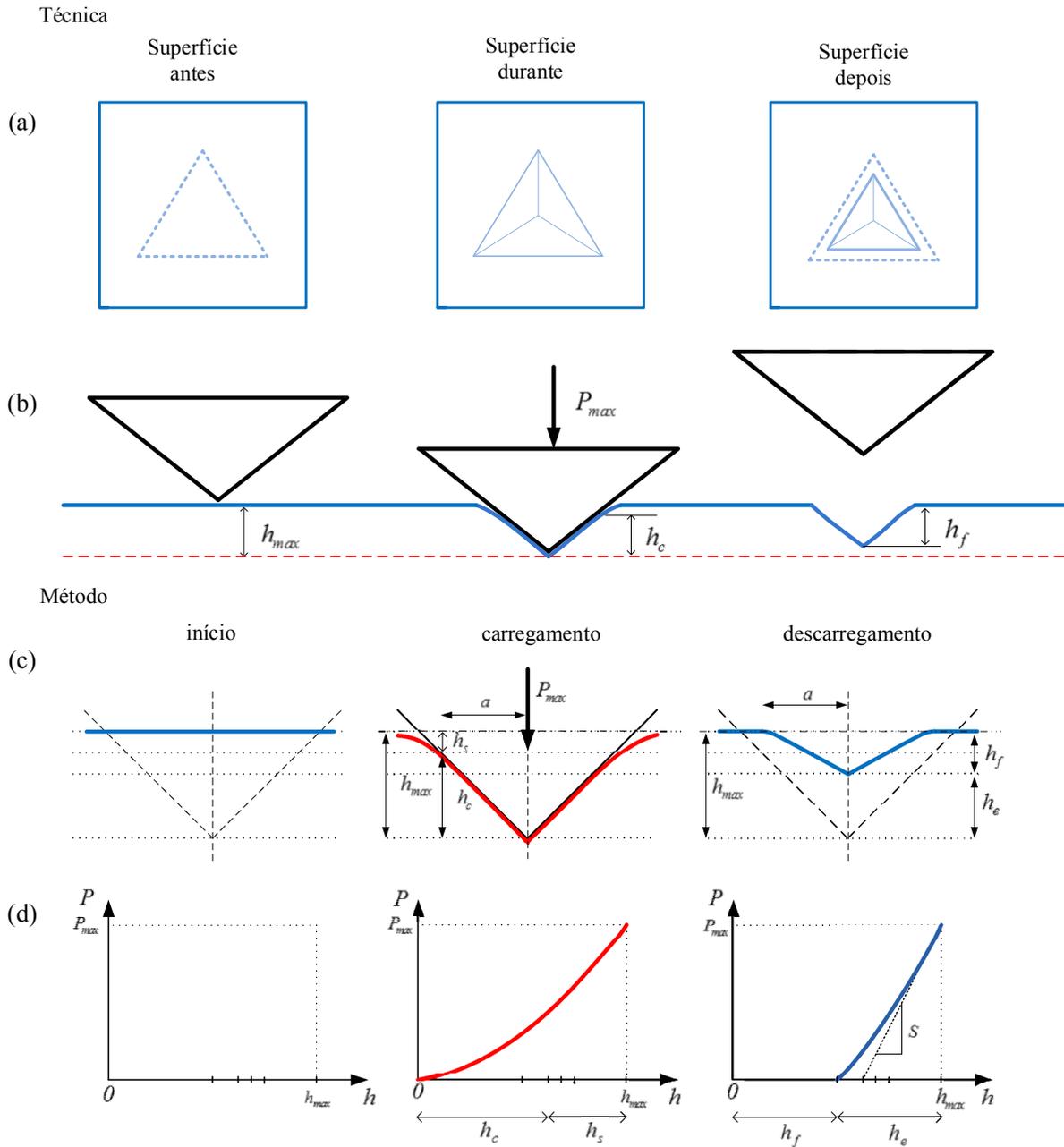
Fonte: Synton-MDP Ltd. [15].

A profundidade de indentação  $h$  é registrada em tempo real. A curva carga-deslocamento resultante  $P \times h$  é utilizada na avaliação das propriedades mecânicas do material sendo possível ao analisar os parâmetros de descarregamento determinar a rigidez elástica do contato  $S$  e o módulo de elasticidade reduzido  $E_r$  [13].

A **Figura 9** ilustra o processo do teste de indentação. O processo da aplicação da técnica de indentação de forma esquemática é sequenciado por: (a) a vista superior da superfície com indicação do local a ser indentado (antes); aplicação da carga máxima (durante); e, a acomodação da superfície em sua forma final ou residual (depois); em (b) está representando a vista em perfil do indentador no processo; em (c) são apresentadas

as grandezas dimensionais do perfil da superfície indentada analisadas neste trabalho; e em (d) o diagrama da função carga antes, durante e depois do carregamento.

$$P \stackrel{def}{=} \begin{cases} h = 0 & \rightarrow P = 0 \\ h = h_{max} & \rightarrow P = P_{max} \end{cases}$$



**Figura 9** – Esquema do processo do uso da técnica de indentação instrumentada.

Fonte: Krupechacke (2014).

Na aproximação do indentador com a superfície supostamente a carga é nula a profundidade possivelmente também é nula. Aplicando-se o carregamento a superfície cede ao indentador e deforma-se até a carga máxima  $P_{max}$ , então é determinado o registro da profundidade máxima  $h_{max}$ , da profundidade de contato  $h_c$  e do deslocamento da superfície no perímetro de contato  $h_s$  também é identificado. Ao retirar o indentador, a impressão residual passa a ser considerada pela recuperação elástica do material  $h_e$  e a profundidade final  $h_f$  então é registrada. O ciclo de carregamento pode-se repetir ou determinar nova impressão residual, depende da programação estabelecida.

Em um ensaio de nanoindentação instrumentada, a carga  $P$  e a profundidade de indentação  $h$  são registradas em função do tempo  $t$  de modo a fornecer a relação carga em função da profundidade.

### 2.2.1 Considerações para a seção

Na indentação instrumentada podem-se usar penetradores esféricos ou piramidais. O principal objetivo é de determinar o módulo de elasticidade e a dureza, mas outras propriedades também podem ser medidas.

A técnica trata-se de uma medida indireta onde se deve determinar a força aplicada e a área de contato do indentador com a amostra em força máxima, a partir da leitura contínua da força e da profundidade de penetração.

E a validade dessas medidas está diretamente ligada à qualidade dos dados brutos e ao potencial do método de determinação da área de contato a partir dos dados brutos de força e de indentação.

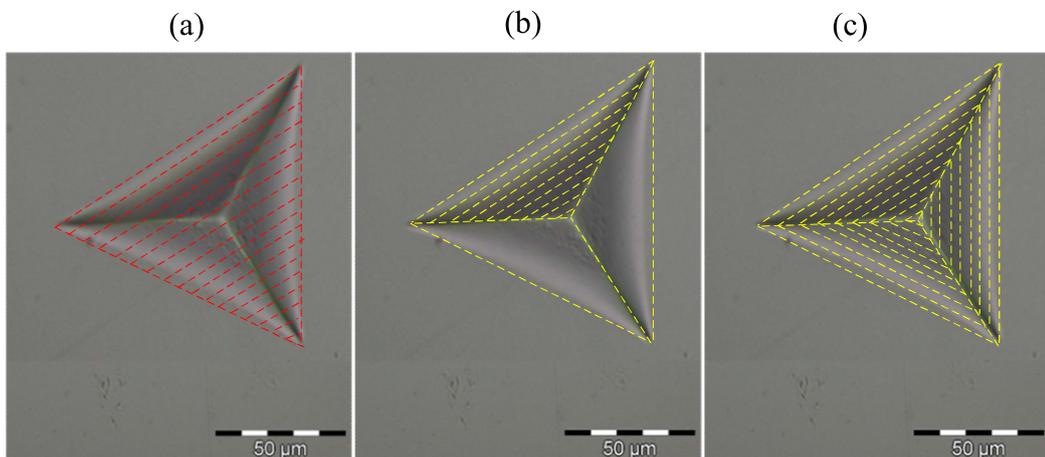
Os erros associados estão vinculados à técnica de nanoindentação instrumentada e causam perturbações nas medidas. Fatores que afetam direta ou indiretamente, de forma significativa o teste, resumidamente são [4,5,6]: Preparação da amostra; Calibração do instrumento; Profundidade inicial do indentador (ponta ou penetrador); Flutuação térmica; Efeito do tamanho da indentação; Rugosidade da superfície; Análise da impressão residual; Fratura; Empilhamento e recuperação elástica lateral do contato entre o indentador e a superfície, e; Geometria da ponta do indentador.

### 2.3 ÁREA DE CONTATO PROJETADA NA SUPERFÍCIE DO MATERIAL

A área de contato projetada na superfície é equivalente à área em contato com o material indentado. Para cada geometria da ponta do indentador é estabelecida uma área de contato na superfície em função da profundidade.

A área de contato projetada na superfície em função da profundidade  $A_c = A(h)$  é otimizada quando se utiliza a profundidade de contato  $h_c$  estabelecida pelo método de Oliver e Pharr [1].

A **Figura 10** apresenta a impressão residual realizada por uma ponta Berkovich. Observa-se em (a) a área projetada na superfície, em (b) um dos lados em contato com o material e em (c) os três lados em contato com o material estabelecendo uma área em contato com o material. A área de contato projetada na superfície (a) é estimada por  $A(h_c)$  e é equivalente a área em contato com o material (c).



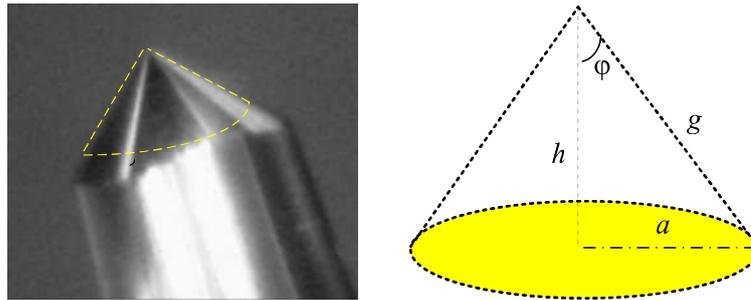
**Figura 10** – Representação da área projetada na superfície e área em contato com o material.

Fonte: Krupechacke (2014).

### 2.3.2 Cálculo da área de contato projetada na superfície com a ponta Cônica

A demonstração do cálculo da expressão analítica da área projetada na superfície para um indentador cônico é importante para justificar o uso da ponta.

A **Figura 11** mostra a forma física de um indentador Cônico, e ao lado, sua forma geométrica idealizada fora de escala.



**Figura 11** – Representação física e esquemática de um indentador Cônico.

Fonte: Krupechacke (2014).

Da forma geométrica do cone da **Figura 11** o triângulo retângulo formado pelos elementos: raio da base  $a$ , geratriz do cone  $g$  e altura do cone  $h$ . Ao apropriar o raio e a altura em função do semiângulo  $\varphi$  têm-se as projeções:  $a = g \cdot \sin(\varphi)$  e  $h = g \cdot \cos(\varphi)$ .

Que ao isolar as duas expressões em função da geratriz têm-se que:  $g = \frac{a}{\sin(\varphi)}$  e

$g = \frac{h}{\cos(\varphi)}$ . Igualando-se as duas expressões, tem-se  $\frac{a}{\sin(\varphi)} = \frac{h}{\cos(\varphi)}$ . Colocando-se em

evidência o raio, encontra-se  $a = h \cdot \tan(\varphi)$ . Ao substituir o raio encontrado na expressão da área da circunferência, tem-se que  $A_{\circ} = \pi \cdot a^2 = \pi \cdot h^2 \cdot \tan^2(\varphi)$ , e se  $h = h_c$  então a área projetada na superfície é:

$$A(h_c) = \pi \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\varphi) \quad (17)$$

O semiângulo usual para o indentador cônico é  $\varphi = 70,3^\circ$  e a área projetada na superfície é aproximada por  $A(h_c) \cong 24,5 \cdot h_c^2$ .

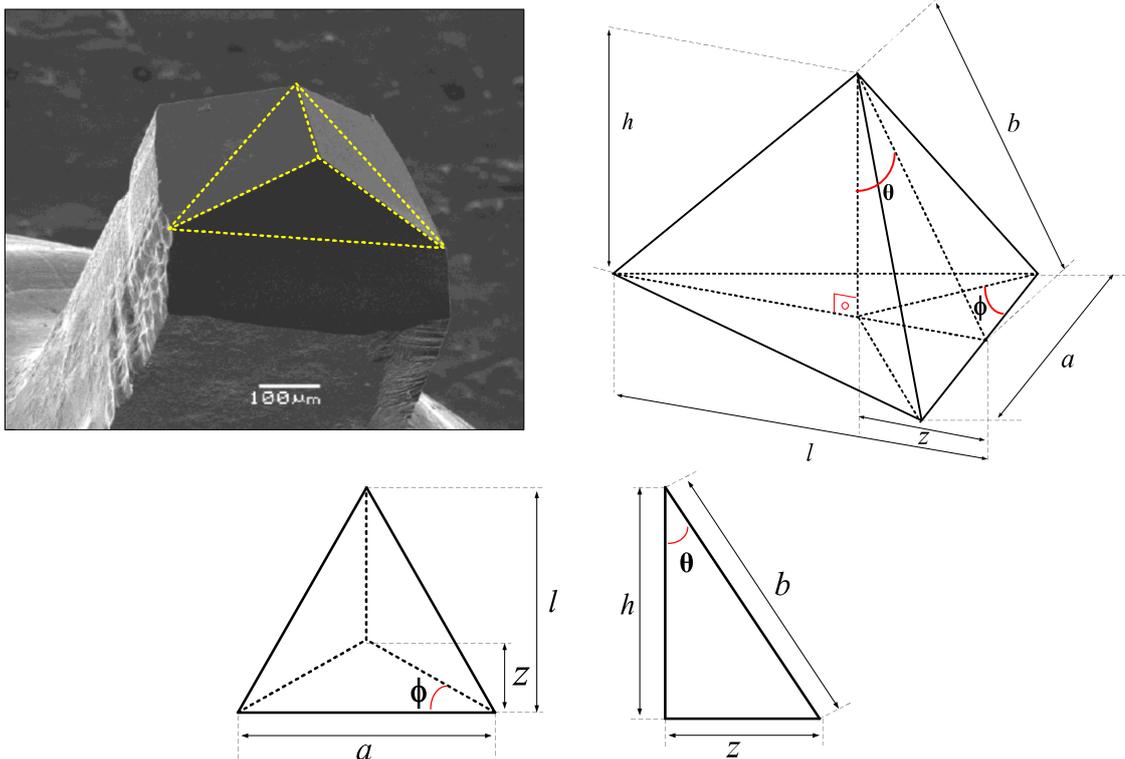
A área lateral do cone é  $A_s = \pi \cdot a \cdot g$ , e com as devidas substituições, a área da superfície em contato com o material em função da profundidade  $h$  é:

$$A_s = \pi \cdot h^2 \cdot \frac{\tan(\varphi)}{\cos(\varphi)} \quad (18)$$

A área lateral em contato com o material para o semiângulo usual do indentedor cônico de  $\varphi = 70,3^\circ$  é aproximada por  $A_s(h_c) \cong 26,03 \cdot h_c^2$ .

### 2.3.3 Cálculo da área de contato projetada na superfície com a ponta Berkovich

O indentedor Berkovich tem o formato de uma pirâmide de base triangular. Na **Figura 12** apresenta-se a forma física da ponta e a decomposição geométrica dos elementos estruturais.



**Figura 12** – Representação física e esquemática de uma ponta Berkovich.

Fonte: Adaptado de Massardo (2011) p.42 [16] em conjunto com Fischer-Cripps (2004) p.231 [6].

Do triângulo equilátero de lado  $a$  e altura  $l$  (base da pirâmide). Empregando-se o teorema de Pitágoras:  $a^2 = \left(\frac{a}{2}\right)^2 + l^2$  e ao isolar a altura  $l$ , tem-se  $l = \frac{a \cdot \sqrt{3}}{2}$ .

Ao usar a propriedade da altura do triângulo  $z = \frac{l}{3} \cdot l$ , e ao substituir a altura  $l$ , tem-se que:  $z = \frac{a \cdot \sqrt{3}}{6}$  [6]. Substituindo-se na definição de área de um triângulo a expressão:  $A_{\Delta} = \frac{l}{2} \cdot a \cdot \frac{a \cdot \sqrt{3}}{2} = \frac{a^2 \cdot \sqrt{3}}{4}$ .

Determinada a base e relacionando-a com a altura  $h$  do triângulo interno (definido pela altura da pirâmide) e pelo apótema da pirâmide  $b$ , por trigonometria tem-se que:

$\cos(\theta) = \frac{h}{b}$  e  $\sin(\theta) = \frac{z}{b}$ , que isolando  $b = \frac{z}{\sin(\theta)} = \frac{\frac{a \cdot \sqrt{3}}{6}}{\sin(\theta)}$  é possível a reescrever a altura por  $h = b \cdot \cos(\theta)$ .

Substituindo os elementos isolados na expressão tem-se que:

$$h = b \cdot \cos(\theta) = \frac{a \cdot \sqrt{3}}{6 \cdot \sin(\theta)} \cdot \cos(\theta) = \frac{a \cdot \sqrt{3}}{6 \cdot \tan(\theta)}.$$

E, ao isolar  $a = 2 \cdot \sqrt{3} \cdot h \cdot \tan(\theta)$  e substituí-lo na expressão da área do triângulo

$$\text{tem-se: } A_{\Delta} = \frac{a^2 \cdot \sqrt{3}}{4} = \frac{(2 \cdot \sqrt{3} \cdot h \cdot \tan(\theta))^2 \cdot \sqrt{3}}{4} = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h^2 \cdot \tan^2(\theta).$$

Conclui-se que a área projetada na superfície em função  $h_c$  é dada pela expressão:

$$A(h_c) = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\theta) \quad (19)$$

Ao se aplicar o indentador Berkovich modificado, cujo semiângulo é  $\theta = 65,2748^\circ$  a área projetada na superfície é aproximada por  $A(h_c) \cong 24,5 \cdot h_c^2$ .

A área lateral da superfície da pirâmide é determinada pelo triplo da área da face do triângulo, ou seja,  $A_s = 3 \cdot \frac{a \cdot b}{2}$ , com  $a = 2 \cdot \sqrt{3} \cdot h \cdot \tan(\theta)$  e  $b = \frac{a \cdot \sqrt{3}}{\sin(\theta)}$  já definidos e substituindo-os encontra-se:  $A_s = \frac{3 \cdot \sqrt{3} \cdot h^2 \cdot \tan^2(\theta)}{\sin(\theta)} = \frac{3 \cdot \sqrt{3} \cdot h^2 \cdot \tan(\theta)}{\cos(\theta)}$ , e se  $h = h_c$  então:

$$A_s(h_c) = \frac{3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\theta)}{\sin(\theta)} = \frac{3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan(\theta)}{\cos(\theta)} \quad (20)$$

A área lateral em contato, para o indentador Berkovich é aproximada por  $A_s(h_c) \cong 26,98 \cdot h_c^2$ .

#### 2.3.4 Forma ideal para o indentador

A preferência em adotar o indentador Berkovich ao invés das pontas cônicas e outras piramidais de base retangular dá-se pelo fato que indentadores piramidais de base triangular são mais simples de produzir. Em uma ponta Knoop, por exemplo, dificilmente as quatro arestas convergem para o mesmo ponto. Portando a precisão da forma geométrica da ponta é influenciada pelo processo de fabricação que consiste na lapidação artesanal do diamante.

Outros aspectos relevantes da preferência do indentador Berkovich são [17]:

- a) As suas propriedades mecânicas são bem conhecidas;
- b) Não se danifica com facilidade;
- c) Induz a plasticidade com cargas pequenas permitindo uma medida significativa de dureza;
- d) O ângulo apical é relativamente grande o que minimiza a influência do atrito.

Para os indentadores cônico e Berkovich as áreas projetadas na superfície são  $A(h_c) = \pi \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\varphi)$  e  $A(h_c) = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\theta)$  respectivamente. Igualando-as, determina-se a relação:

$$\frac{\tan^2(\varphi)}{\tan^2(\theta)} = \frac{3 \cdot \sqrt{3}}{\pi} \quad (21)$$

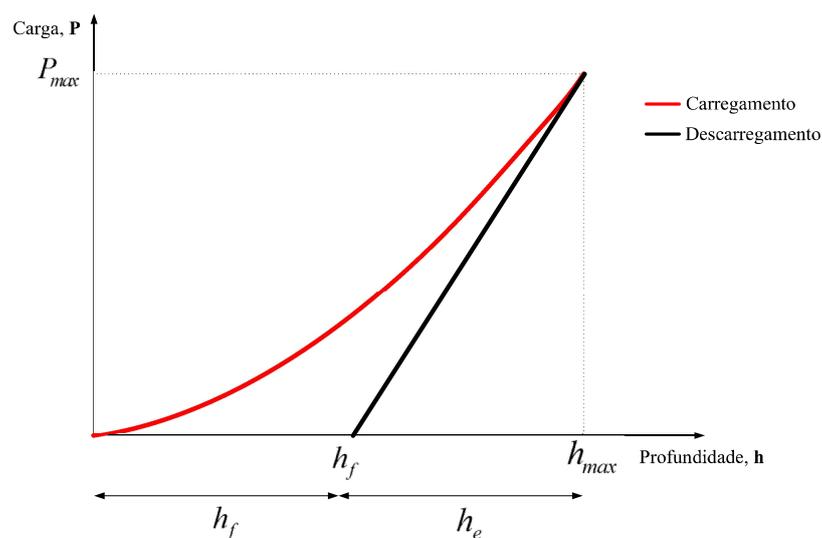
A relação é satisfeita quando os semiângulos são  $\varphi = 70,3^\circ$  para a ponta cônica e  $\theta = 65,2748^\circ$  para a ponta Berkovich modificada [6].

## 2.4 MÉTODO DE OLIVER E PHARR

Doerner e Nix (1986) [18] elaboraram um método para determinar o módulo de elasticidade e a dureza através da análise de dados da curva de carregamento-descarregamento. Conforme o método, as curvas de descarregamento eram governadas somente pelas propriedades elásticas. Por meio de uma extrapolação da parte inicial da curva de descarregamento através de um ajuste linear obtiveram a profundidade de contato  $h_c$ .

Este procedimento de utilizar a profundidade de contato  $h_c$  como variável dependente da função área de contato projetada na superfície  $A_c$  forneceu resultados melhores em relação ao uso da profundidade máxima  $h_{max}$  ou da profundidade residual  $h_f$  ou do deslocamento da recuperação elástica do material  $h_e$ .

A metodologia de Doerner e Nix [18] permite o cálculo do módulo de elasticidade  $E$  e da dureza  $H$  de materiais, assumindo que durante o descarregamento inicial a área de contato projetada na superfície  $A_c$  entre o indentador e a amostra permaneceria constante implicando em um descarregamento linear, conforme a **Figura 13**.

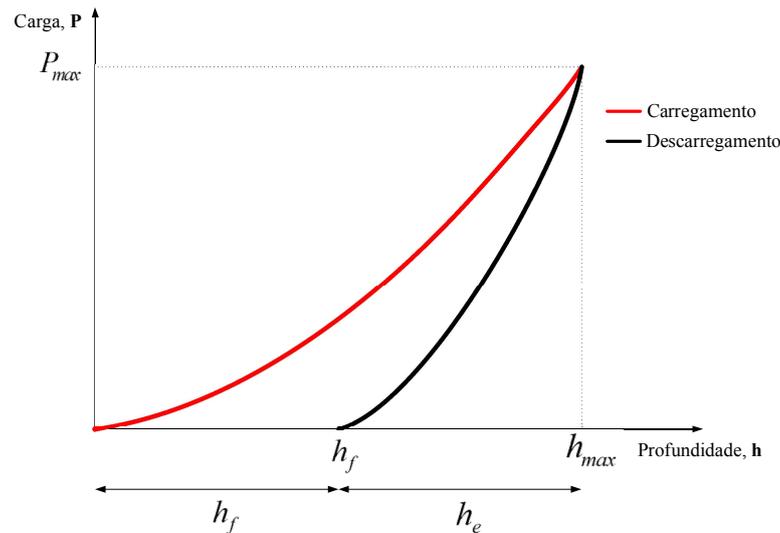


**Figura 13** – Descarregamento linear como proposta da metodologia de Doerner e Nix.

Fonte: Krupechacke (2014).

Oliver e Pharr (1992) [1] propuseram que os materiais não apresentam descarregamento linear, conforme proposto por Doerner e Nix, porque a rigidez elástica do contato  $S$  muda imediatamente e continuamente durante o descarregamento.

Conforme a **Figura 14**, a área de contato projetada na superfície  $A_c$  também pode variar de acordo com a rigidez elástica do contato  $S$  que não é constante durante o descarregamento nem mesmo durante o descarregamento inicial.



**Figura 14** – Descarregamento não linear como proposta da metodologia de Oliver e Pharr.

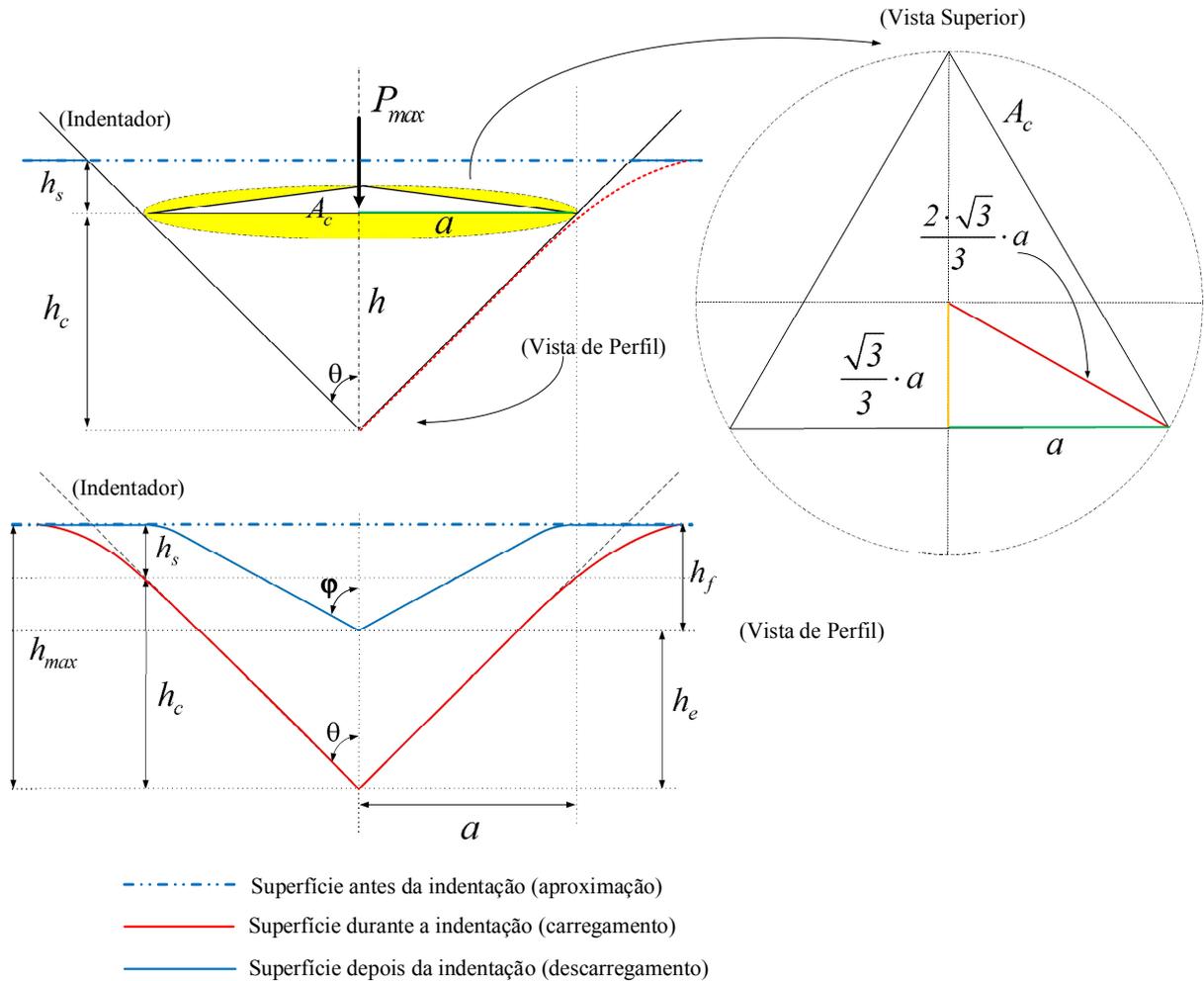
Fonte: Adaptada de Oliver e Pharr [1].

Oliver e Pharr (1992) destacam que a contínua e imediata mudança na rigidez elástica do contato  $S$  foi verificada nos seis materiais analisados: alumínio, tungstênio, safira, quartzo, vidro de sílica e a sílica fundida [1].

É apresentado na **Figura 15** o esquema da vista de perfil da indentação com o semiângulo da ponta do indentador  $\theta$  que não é necessariamente igual ao semiângulo da impressão residual  $\varphi$  o fato que é dado pela recuperação elástica do material. Quando o material é carregado a uma carga máxima  $P_{max}$  a profundidade de indentação aumenta até um máximo  $h_{max}$  (na curva de carregamento). Para a vista superior, tem-se a semiaresta projetada na superfície do indentador  $a$  e a impressão residual de área de contato projetada na superfície  $A_c$  durante o carregamento.

No descarregamento, à medida que a carga vai sendo retirada do material, este apresenta certa recuperação elástica  $h_e$  e uma curva de descarregamento é registrada. A

profundidade final não é zero, e sim algum valor  $h_f$  devido à deformação plástica deixada pelo indentador no material que conduz o deslocamento da superfície no perímetro de contato  $h_s$ .



**Figura 15** – Esquema das vistas de perfil e superior de uma superfície para um ciclo do teste de indentação. Fonte: Adaptada de Oliver e Pharr [1].

Durante o carregamento do indentador para dentro do material a uma carga preestabelecida em qualquer instante de tempo uma profundidade de indentação  $h$  é alcançada e dada por:

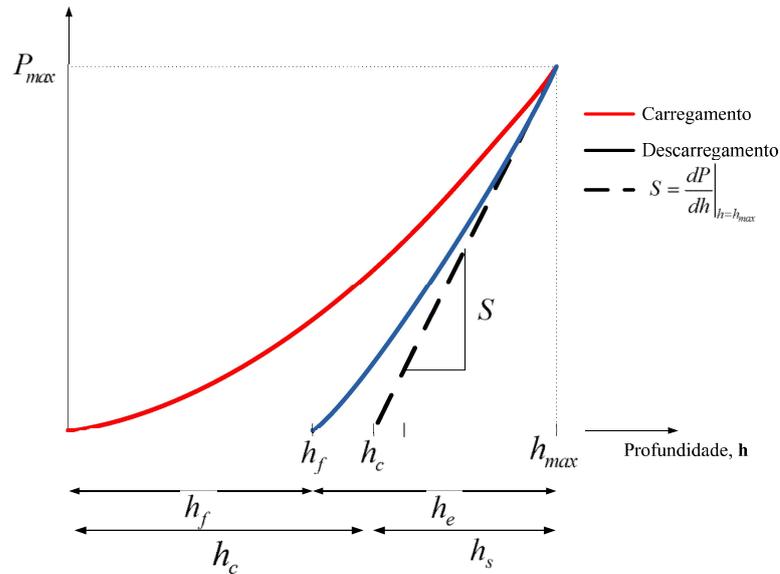
$$h = h_c + h_s \quad (22)$$

Em que  $h_c$  é a profundidade de contato na indentação e  $h_s$  é o deslocamento da superfície no perímetro de contato [1,2,14,18].

Em carga máxima  $P_{max}$  a profundidade de indentação máxima  $h_{max}$  alcançada pelo indentador é:

$$h_{max} = h_f + h_e = h_c + h_s \quad (23)$$

A **Figura 16** mostra um registro do ensaio que consiste geralmente de um único ciclo de carregamento-descarregamento.



**Figura 16** – Diagrama da carga aplicada em função da profundidade de indentação.

Fonte: Adaptada de Oliver e Pharr [1].

Para determinar a dureza em um ciclo completo de indentação é necessário medir a rigidez elástica do contato  $S$  e calcular a área de contato projetada na superfície  $A_c$ .

Em um teste de nanoindentação instrumentada a resposta do material no início do descarregamento possui um comportamento elástico. O módulo de elasticidade reduzido, do conjunto indentador-amostra é determinado a partir da inclinação da curva de descarregamento  $S$ .

A relação usada para descrever os dados de descarregamento para determinar a medida de rigidez elástica do contato  $S$  é estabelecida pela função potência, conforme Oliver e Pharr [2]:

$$P = \alpha \cdot (h - h_f)^m \quad (24)$$

A função potência tem  $P$  como a carga aplicada e  $h$  é a profundidade do carregamento; e os parâmetros  $\alpha$  e  $m$  são empiricamente determinados pelo ajuste da curva e  $h_f$  é a profundidade final após o descarregamento completo [1,2,6,19]. Portanto, a rigidez elástica do contato  $S$  é calculada pela derivada da curva de descarregamento em relação à profundidade no ponto de carga máxima, isto é,  $h = h_{max}$ .

Matematicamente demonstra-se que:

Se  $P = \alpha \cdot (h - h_f)^m$  então  $P_{max} = \alpha \cdot (h_{max} - h_f)^m$ , logo a derivada é dada por  $\frac{dP}{dh} = \alpha \cdot m \cdot (h - h_f)^{m-1}$  e sabendo-se que  $S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h_{max}}$  então  $S = \alpha \cdot m \cdot (h_{max} - h_f)^{m-1}$ , portanto:

$$S = \alpha \cdot m \cdot (h_e)^{m-1} \quad (25)$$

Da relação de igualdade  $h_{max} = h_f + h_e = h_c + h_s$  tem-se que a profundidade de contato é dada por:

$$h_c = h_{max} - h_s \quad (26)$$

Sneddon [20] ao propor que a profundidade de deflexão da superfície ao redor do perímetro de contato do indentador fosse dada por:

$$h_s = k \cdot (h_{max} - h_f) \quad (27)$$

Assumindo que  $k$  é uma constante de interceptação que depende da geometria da ponta do indentador.

E relacionando-se  $S = \alpha \cdot m \cdot \left(\frac{h_s}{k}\right)^{m-1}$  com  $P_{max} = \alpha \cdot \left(\frac{h_s}{k}\right)^m$  e simplificando as expressões encontra-se:

$$h_s = k \cdot m \cdot \frac{P_{max}}{S} \quad (28)$$

A partir da aplicação da componente elástica da solução da relação de força-deslocamento de Sneddon, Oliver e Pharr [1,2] obtiveram o deslocamento do perímetro de contato:

$$h_s = \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S} \quad (29)$$

Combinando as equações:  $h_c = h_{max} - h_s$  e  $h_s = \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S}$ , a profundidade de contato é:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S} \quad (30)$$

Admitindo-se que  $\varepsilon = k \cdot m$  é um fator de intercepção que depende da geometria da ponta do indentador [1,2].

Para a indentação de uma ponta axissimétrica rígida em um meio elástico, Sneddon [19,20,21] mostrou que é descrita pela função potência e a relação carga-deslocamento é dada por:

$$P = \frac{2 \cdot E_r \cdot h^m}{m \cdot (\sqrt{\pi} \cdot \alpha)^{m-1}} \cdot \left[ \frac{\Gamma\left(\frac{m}{2 \cdot (m-1)}\right)}{\Gamma\left(\frac{2 \cdot m - 1}{2 \cdot (m-1)}\right)} \right]^{m-1} \quad (31)$$

Para a curva carregamento-descarregamento usada para determinar a profundidade de contato foi considerando o estado elástico do material (envolvendo deformação plástica).

Oliver e Pharr [1] que a forma de prever um procedimento fisicamente justificável para a determinação do valor do parâmetro da geometria da ponta  $\varepsilon$  necessário para a medição precisa do módulo de elasticidade  $E$  e da dureza  $H$  [19,21].

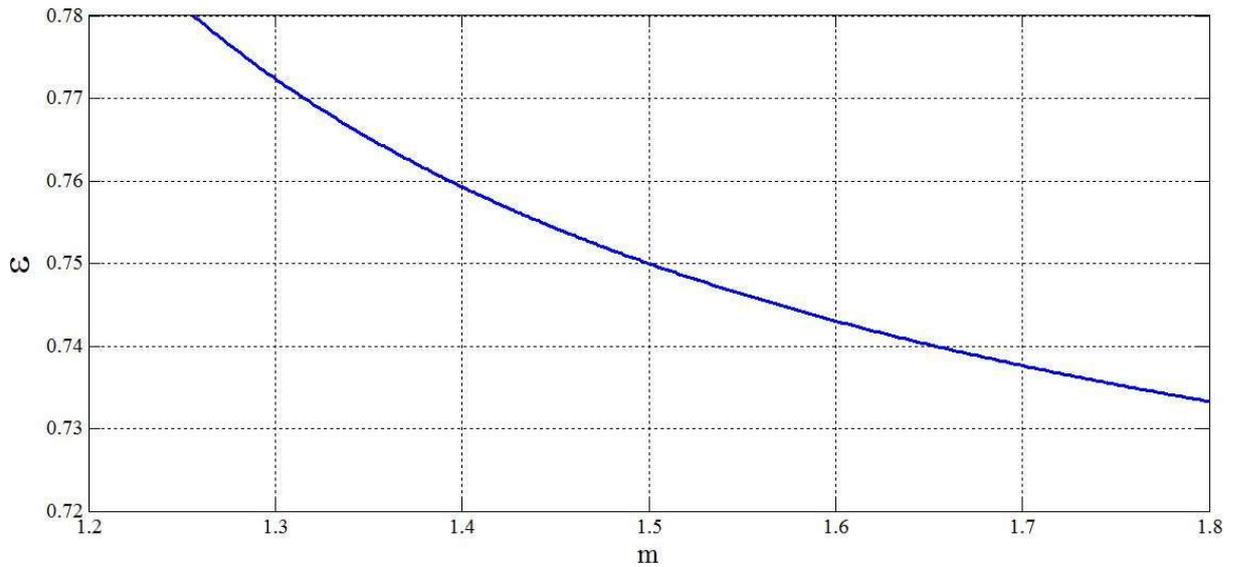
Foi usando o método de Sneddon [20] para determinar o deslocamento da superfície no perímetro de contato  $h_s$  e um indentador rígido com o perfil dado por

$P = \alpha \cdot (h - h_f)^m$  que em conjunto com  $h_s = \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S}$  obtém-se o fator de intercepção que

dependente da geometria da ponta do indentador, em termos da função gama, por:

$$\varepsilon = m \cdot \left[ 1 - \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot (m-1) \cdot \frac{\Gamma\left(\frac{m}{2 \cdot (m-1)}\right)}{\Gamma\left(\frac{1}{2 \cdot (m-1)}\right)} \right] \quad m \geq 1 \quad (32)$$

A **Figura 17** expressa o diagrama da relação  $\varepsilon \times m$  com  $\varepsilon$  e  $m$  dependentes da geometria da ponta do indentador e estabelecidas pela **Equação 32**, analiticamente calculada e apresentada pelo software *MatLab* [12].



**Figura 17** – Parâmetro da geometria da ponta *versus* expoente da função potência.

Fonte: Adaptado de Oliver e Pharr [2].

Oliver e Pharr indicaram que aplicando o intervalo para o expoente  $m$  entre  $1,2 \leq m \leq 1,6$  é admissível obter uma correção de ponta  $\varepsilon$  entre o intervalo  $0,72 \leq \varepsilon \leq 1$ , aproximadamente [2].

Em resumo, os valores importantes são:  $\varepsilon = 0,72$  para um indentador de ponta cônica,  $\varepsilon = 0,75$  para um parabolóide de revolução (que se aproxima de uma esfera em pequenas profundidades) e  $\varepsilon = 1$  para um indentador de ponta plana.

Baseado na observação empírica das curvas de descarregamento, em que as melhores aproximações foram produzidas por um indentador com comportamento de um parabolóide de revolução, em que para  $m = 1,5$  tem-se o valor de  $\varepsilon = 0,75$ , foi então recomendado e tornou-se o valor padrão usado para análise [2].

Também, da relação de igualdade  $h_{max} = h_f + h_e = h_c + h_s$  e da curva de descarregamento  $P = \alpha \cdot (h - h_f)^m$  pode-se determinar a expressão para a profundidade de recuperação elástica do material.

A partir da relação de igualdade:

$$D = h_c - h_f = h_e - h_s \quad (33)$$

E, da derivação logarítmica da curva de descarregamento tem-se que:

$$P = \alpha \cdot (h - h_f)^m \Leftrightarrow \ln(P_{max}) = \ln[\alpha \cdot (h_{max} - h_f)^m]$$

$$\frac{dP}{dh} = \frac{m \cdot P}{h - h_f}$$

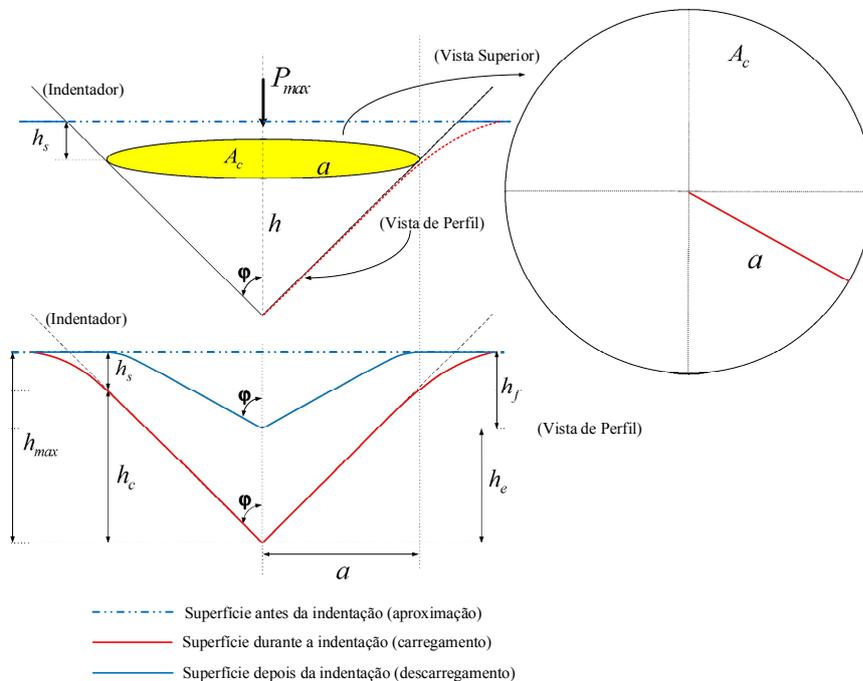
$$\text{Se } \left. \frac{dP}{dh} \right|_{máx} = \frac{m \cdot P_{max}}{h - h_f} \text{ então } S = \frac{m \cdot P_{max}}{h_e}.$$

Finalizando, a expressão que determina o deslocamento da recuperação elástica do material após a retirada da carga é:

$$h_e = \frac{m \cdot P_{max}}{S} \quad (34)$$

#### 2.4.1 Cálculo da rigidez elástica do contato por Sneddon

A **Figura 18** representa de forma esquemática do perfil de indentação ideal por um indentador de ponta cônica, antes, durante e após a aplicação de uma carga. Foi admitido que no descarregamento o semiângulo da impressão residual é o mesmo que o da ponta do indentador.



**Figura 18** – Esquema do perfil de indentação ideal por um indentador Cônico.

Fonte: Adaptado de Ficher-Cripps (2009) p.25 [22].

Destacando:

$a$ : raio de contato do indentador ou da semiaresta projetada na superfície;

$A_c$ : área de contato projetada na superfície pelo indentador;

$h$ : profundidade de indentação genérica;

$h_e$ : deslocamento da recuperação elástica;

$h_s$ : deslocamento da superfície no perímetro de contato;

$h_c$ : profundidade de contato na indentação;

$h_s$ : profundidade de deflexão da superfície ao redor do perímetro de contato do indentador;

$h_f$ : profundidade final (deformação plástica residual);

$h_{max}$ : profundidade máxima de indentação;

$P_{max}$ : carga máxima;

$\varphi$ : semiângulo (combinação entre indentador e a impressão residual).

Bolshakov [19] apresenta que a expressão de Sneddon para a carga é:

$$P = \frac{E}{(1-\nu^2)} \cdot \frac{2}{\pi} \cdot h_e^2 \cdot \tan(\varphi) \quad (35)$$

Que, para o indentador cônico rígido, a carga é dada por:

$$P = E_r \cdot h_e^2 \cdot \frac{2}{\pi} \cdot \tan(\varphi) \quad (36)$$

Da definição de profundidade  $h$  em função do semiângulo  $\varphi$ , que é dada por:

$$h = \left( \frac{\pi}{2} - \frac{r}{a} \right) \cdot a \cdot \cot(\varphi) \quad r \leq a \quad \begin{cases} r = 0 \rightarrow h = h_e = \frac{\pi}{2} \cdot a \cdot \cot(\varphi) \\ r = a \rightarrow h = h_s = \left( \frac{\pi}{2} - 1 \right) \cdot a \cdot \cot(\varphi) \end{cases}$$

Declarando que  $h_e$  é o deslocamento da recuperação elástica e  $h_s$  é o deslocamento da superfície no perímetro de contato. Ao isolar e relacionar  $h_s \leftrightarrow h_e$  tem-se que:

$$a \cdot \cot(\varphi) = \frac{2}{\pi} \cdot h_e = \frac{2}{\pi - 2} \cdot h_s \Rightarrow h_s = \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_e.$$

Conforme a **Figura 18**,  $h_{max} = h_c + h_s$ , que é escrita por:

$$h_{max} = h_c + \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot h_e \quad (37)$$

Ao derivar a expressão de Sneddon para a carga com indentador cônico rígido em função do semiângulo. Ao comparar a função com sua derivada e simplificar fica:

$$\left. \begin{aligned} P &= E_r \cdot h_e^2 \cdot \frac{2}{\pi} \cdot \tan(\varphi) \\ \frac{dP}{dh} &= 2 \cdot E_r \cdot h_e \cdot \frac{2}{\pi} \cdot \tan(\varphi) \end{aligned} \right\} \Rightarrow P = \frac{dP}{dh} \cdot \frac{h_e}{2} \Leftrightarrow P = \frac{S}{2} \cdot h_e.$$

Determinada a rigidez elástica do contato  $S = \frac{dP}{dh}$ . Tem-se então que:

$$h_{max} = h_c + \frac{\pi - 2}{\pi} \cdot \frac{2}{S} \cdot P \quad (38)$$

Para o indentador com ponta cônica [20]:

$$h_c = h_{max} - \underbrace{\frac{2 \cdot (\pi - 2)}{\pi}}_{\varepsilon} \cdot \frac{P_{max}}{S} \quad (39)$$

Portanto, o fator de intercepção da ponta é:

$$\varepsilon = \frac{2 \cdot (\pi - 2)}{\pi} \cong 0,72 \quad (40)$$

Sneddon [20] ao assumir que  $h = h_{max}$  induziu que a carga passa a se relacionar com a profundidade elástica instantânea desta maneira, isto é:

$$h - h_f = 2 \cdot \frac{P}{S} \quad (41)$$

A área de contato projetada na superfície em função da profundidade de contato foi demonstrada para a **Equação 19**, e é dada por  $A(h_c) = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\theta) \cong 24,5 \cdot h_c^2$ .

Estabelecendo um sistema com a carga, a rigidez elástica do contato e o deslocamento da recuperação elástica. Após operar as igualdades é possível isolar a rigidez elástica do contato em função do módulo de elasticidade reduzido e o raio de contato do indentador, ou seja:

$$\left. \begin{aligned} P &= E_r \cdot h_e^2 \cdot \frac{2}{\pi} \cdot \tan(\varphi) \\ S &= \frac{4}{\pi} \cdot E_r \cdot h_e \cdot \tan(\varphi) \\ h_e &= \frac{\pi}{2} \cdot a \cdot \cot(\varphi) \end{aligned} \right\} \Rightarrow S = \frac{4}{\pi} \cdot E_r \cdot \left( \frac{\pi}{2} \cdot a \cdot \cot(\varphi) \right) \cdot \tan(\varphi) \Leftrightarrow S = 2 \cdot E_r \cdot a$$

$$S = 2 \cdot a \cdot E_r \quad (42)$$

Ao utilizar a área de contato projetada na superfície do indentador com ponta cônica e isolar o raio em função da área de contato projetada na superfície [22]:

$$A_c = (A)_{base\ cone} = \pi \cdot a^2 \Rightarrow a = \sqrt{\frac{A_c}{\pi}}$$

Tem-se o módulo de elasticidade reduzido definido por:

$$E_r = \frac{S}{2 \cdot a} \rightarrow E_r = \frac{S}{2} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}} \quad (43)$$

A dureza é determinada ao assumir que a área seja substituída pela área de contato projetada na superfície, a conclusão é que o cálculo da dureza é:

$$H = \frac{P_{max}}{24,5 \cdot h_c^2} \quad (44)$$

#### 2.4.2 Cálculo do módulo de elasticidade por Oliver e Pharr

O trabalho de Oliver e Pharr baseado no trabalho de Sneddon (1965) [20] findou na determinação de uma equação para o módulo de elasticidade reduzido.

A carga  $P$  é experimentalmente estabelecida por uma função potência em função da profundidade  $h$ . Determinada a profundidade de deflexão da superfície ao redor do perímetro de contato do indentador que é dada por:  $\varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S}$ . Em carga máxima tem-se  $h = h_{max}$  estabelecendo que a rigidez elástica do contato  $S$  passa a ser conhecida a partir da tangente a curva de descarregamento no ponto  $M(h_{max}, P_{max})$  e se pelo menos mais um ponto  $N(h, P)$  próximo, for determinado, tem-se a equação linear.

Após ser estabelecida a profundidade de contato  $h_c$  a área de contato projetada na superfície  $A_c$  é determinada. O cálculo para o módulo de elasticidade reduzido  $E_r$  e para a dureza  $H$  e são determinados, como também o módulo de elasticidade  $E$  pela relação de Hertz.

Em um teste de nanoindentação instrumentada a resposta do material no início do descarregamento possui um comportamento elástico. O módulo de elasticidade reduzido do conjunto indentador-amostra é determinado a partir da inclinação da curva de

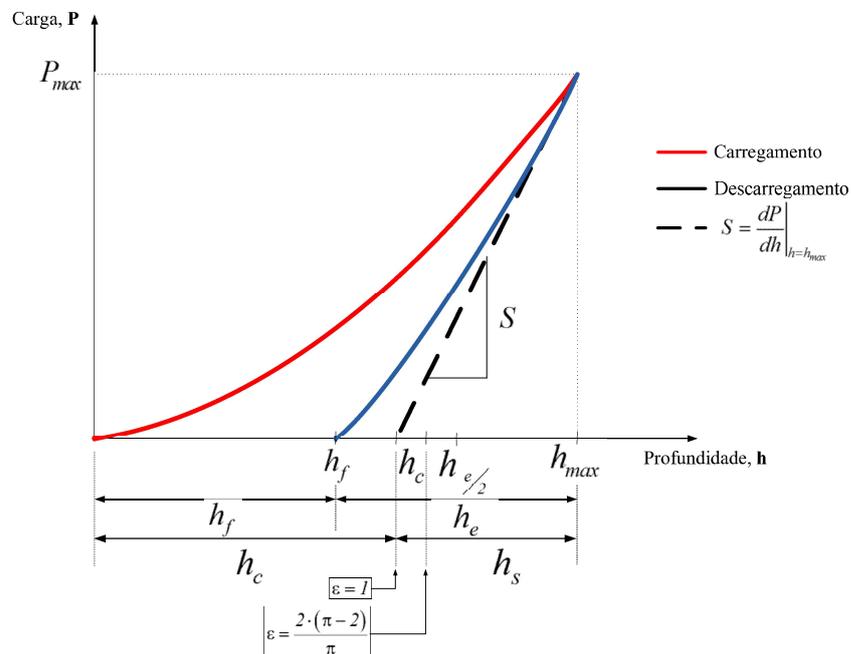
descarregamento. Baseado em trabalhos de Sneddon, foi proveniente uma equação para o módulo elástico reduzido, por Oliver e Pharr [1,2,19] é dada por  $E_r = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{S}{2} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A_c}}$ .

Portanto,  $S = \frac{dP}{dh}$  é a rigidez elástica do contato obtida experimentalmente da parte superior da curva de descarregamento indicada na **Figura 19**,  $A_c$  é a área de contato projetada na superfície.

Destacando que  $\beta$  é um fator de correção da geometria do indentador proposta por King (1987) [23]. O módulo de elasticidade reduzido considera os efeitos de indentadores não rígidos e está relacionado ao módulo de elasticidade do material e do indentador por:

$$\beta = \pi \cdot \frac{\left[ \frac{\pi}{4} + \frac{387}{2500} \cdot \cot(\varphi) \cdot \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right]}{\left[ \frac{\pi}{2} - \frac{2078}{2500} \cdot \cot(\varphi) \cdot \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right]^2} \quad (45)$$

Destacando que  $\nu$  é o coeficiente de Poisson do material e  $\varphi$  o semiângulo formado entre a combinação indentador e a impressão residual.



**Figura 19** – Determinação da rigidez elástica do contato.

Fonte: Adaptado de Oliver e Pharr [1].

Em resumo, o método de Oliver e Pharr consiste em determinar o módulo de elasticidade reduzido e a dureza em função da profundidade de contato na indentação.

$$\left\{ \begin{array}{l} P = \alpha \cdot (h - h_f)^m \\ S = \frac{dP}{dh} \end{array} \right. \rightarrow \left\{ \begin{array}{l} h_c = h_{max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S} \\ \downarrow \\ A_c = \sum_{n=0}^8 C_n \cdot (h_c)^{2^{l-n}} \end{array} \right. \Leftrightarrow \left\{ \begin{array}{l} H = \frac{P_{max}}{A_c} \\ E_r = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}} \\ E = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \end{array} \right. \quad (46)$$

O estudo de Oliver e Pharr mostra que o valor da dureza utilizando a descrição acima é diferente do valor obtido mediante a definição convencional, na qual a área é determinada pela medida direta do tamanho da impressão plástica residual [14].

#### 2.4.3 Considerações para a seção

Fundamentalmente o método de Oliver e Pharr consiste na **Equação 30**, que é definida formalmente pela profundidade de deflexão na superfície ao redor do perímetro de contato e conseqüentemente como a profundidade de contato na indentação. Proporcionando a área de contato projetada na superfície e finalmente o módulo de elasticidade reduzido e a dureza.

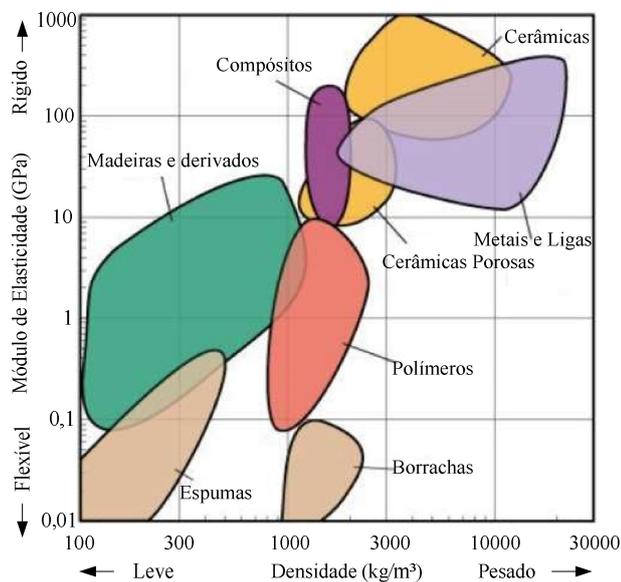
Os erros associados ao método de Oliver e Pharr são propagações dos erros associados à técnica de nanoindentação instrumentada. Os erros que influenciam a área de contato projetada na superfície (rugosidade, empilhamento lateral, recuperação elástica lateral, a flutuação térmica são os principais).

## 2.5 MÓDULO DE ELASTICIDADE

O módulo de elasticidade (ou módulo de Young) é definido como a medida da rigidez elástica do material e depende fundamentalmente das forças de ligação interatômicas (iônicas, covalentes e metálicas) [24,25].

A interpretação para o módulo de elasticidade é que quanto maior o módulo de elasticidade, menor é a deformação elástica resultante da aplicação de uma tensão, portanto, mais rígido é o material [24].

O interesse científico e comercial imprescindível é dispor de materiais leves e com elevado módulo de elasticidade [25]. Por exemplo, em ferramentas de corte, o alto módulo de elasticidade evita a vibração e a baixa densidade proporciona baixa massa à ferramenta. Para selecionar apropriadamente esses materiais o diagrama mais adequado é o que apresenta essas duas propriedades simultaneamente [26], ver **Figura 20**.



**Figura 20** – Diagrama módulo de elasticidade *versus* densidade para diferentes classes de materiais.

Fonte: Adaptado e estilizado de Michael F. Ashby, p.47 [26].

Meyers e Chawla (2009) [24] declaram que o módulo de elasticidade  $E$  é uma propriedade intrínseca dos materiais que é obtida da razão entre a tensão  $\sigma$  exercida e a deformação  $\varepsilon$  sofrida pelo material no regime linear elástico.

Matematicamente, o módulo de elasticidade para material isotrópico e homogêneo é definido por:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (47)$$

Outra forma elaborada para determinar o módulo de elasticidade é trabalhar com a Mecânica do Contínuo para justificar a expressão do módulo de elasticidade e suas relações com outras propriedades mecânicas através do cálculo tensorial em notação indicial [27].

Experimentalmente, a medida do módulo de elasticidade também é obtida por diferentes técnicas [13,14], a saber:

- a) Medida de deformação em ensaio de tração e flexão;
- b) Medida da frequência natural de vibração de uma barra;
- c) Medida da velocidade do som no material, e;
- d) Medida da rigidez elástica do contato em um ensaio de indentação instrumentada.

Em um ensaio de nanoindentação instrumentada o módulo de elasticidade reduzido  $E_r$  é definido como a razão da rigidez elástica do contato  $S$  pela raiz da área de contato projetada na superfície  $A_c$  [6], e calculado por:

$$E_r = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (48)$$

Em que  $\beta$  é um fator de correção da geometria da ponta do indentador.

O módulo de elasticidade reduzido considera os efeitos de indentadores não rígidos e está relacionado com o módulo de elasticidade do material e do indentador. Desta maneira, o módulo de elasticidade do material é determinado pela expressão de Hertz [28,29] que é descrita pelo coeficiente de Poisson do material  $\nu$  coeficiente de Poisson do indentador  $\nu_i$  e pelo módulo de elasticidade do indentador  $E_i$ , para material homogêneo e isotrópico:

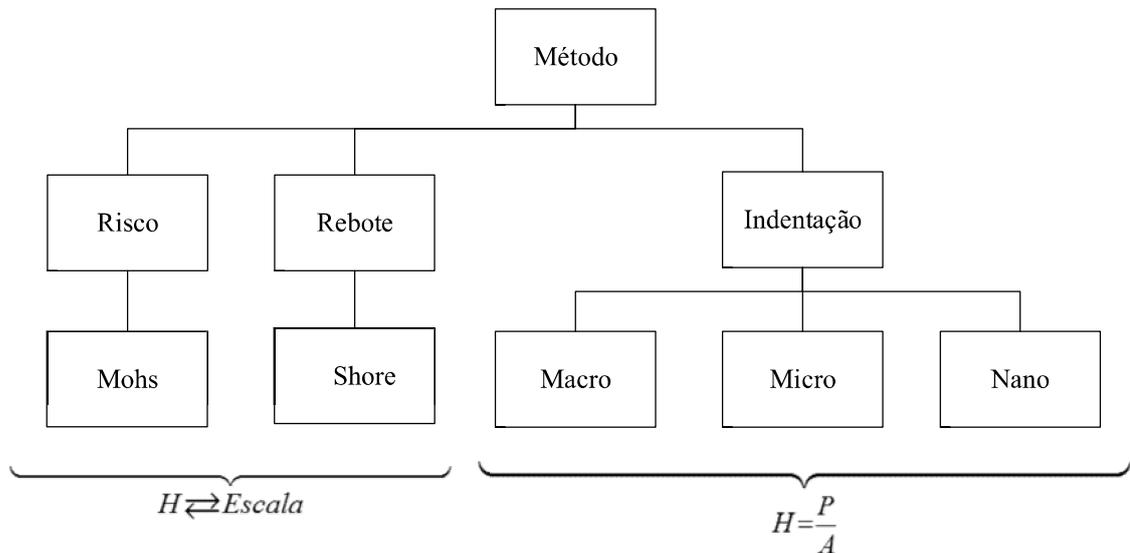
$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad \text{ou} \quad E = \frac{1-\nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1-\nu_i^2}{E_i}} \quad (49)$$

## 2.7 DUREZA

A dureza é amplamente utilizada na caracterização do comportamento mecânico dos materiais. Entretanto, o conceito de dureza não tem um mesmo significado para todos os campos do conhecimento.

Para um metalurgista, a dureza significa uma medida do material quanto à sua resistência à deformação plástica. Um engenheiro mecânico define a dureza como a medida da resistência à indentação de um material duro em outro mais mole, e para um mineralogista a dureza tem um significado diferente, ou seja, o de medir a resistência ao risco que um material pode fazer em outro [14].

A **Figura 21** apresenta uma classificação dos métodos para a medição da dureza que podem ser registrados de três maneiras, conforme esquema:



**Figura 21** – Métodos para a medição da dureza.

Fonte: Krupechacke (2014).

O comportamento da dureza do material é normalmente relacionado à sua resistência à deformação plástica geralmente por indentação. Para medir essa resistência, vários testes com base em carga-deslocamento-tempo e indentadores adequados para a superfície de materiais têm sido desenvolvidos. A dureza é definida como a razão entre a carga  $P$  (na indentação) e a área da impressão residual  $A$ .

Na prática, duas técnicas experimentais estão disponíveis:

- a) A medição das dimensões das diagonais das impressões residuais após a retirada do indentador e medida a área projetada na superfície (testes de indentação convencional: Vickers e Knoop) [características técnicas no **Apêndice C**];
- b) A medição baseada na área de contato projetada na superfície do espécime simultaneamente com a aplicação da carga (técnica de indentação em que a profundidade é assistida por sensoriamento instrumentado).

Em um ensaio de nanoindentação instrumentada a dureza  $H$  é definida como a pressão média que o material suporta sob carregamento, isto é, a carga máxima aplicada  $P_{max}$  pela razão da área de contato projetada na superfície  $A_c$  [6]:

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (50)$$

Abaixo se apresentam três importantes observações:

- 1) A Organização Internacional para a Padronização de Normas (ISO/DIS) – *International Organization for Standardization* – elaborou uma norma internacional, a ISO/DIS 14577 [30,31,32] para a determinação de propriedades mecânicas de materiais metálicos por meio de ensaios de indentação instrumentada. Conforme norma em vigor, três regiões foram divididas:
  - a) Macro: compreende ao intervalo fechado da carga aplicada entre  $2 \text{ N} \leq P \leq 30 \text{ kN}$  ;
  - b) Micro: compreende entre o limite inferior para a força  $2 \text{ N} > P$  e superior para a profundidade de indentação  $h > 0,2 \mu\text{m}$  ;
  - c) Nano: compreende o limite inferior para a profundidade de indentação  $h \leq 0,2 \mu\text{m}$  .
- 2) A referência de base para a ISO/DIS 14577 é o artigo de Oliver e Pharr (1992) [5,30].
- 3) A dureza não é considerada uma propriedade fundamental de um material. Pelo contrário, ela representa uma quantidade medida numa escala arbitrária de dureza, não devendo ser tomada para significar mais do que é: um teste empírico, comparativo da resistência do material à deformação plástica. Qualquer correlação com um parâmetro mais fundamental, tal como o módulo de elasticidade, só é válida no intervalo determinado experimentalmente. Da mesma forma, as comparações entre diferentes escalas de dureza são significativas somente através da verificação experimental [24]. [Isto é, depende da técnica, pois as medidas de dureza são sempre relativas].

## 2.8 ERROS ASSOCIADOS À INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Fatores que afetam direta ou indiretamente de forma significativa o teste de nanoindentação instrumentada e conseqüentemente, a estimativa do módulo de elasticidade reduzido  $E_r$  e da dureza  $H$  são os seguintes erros metodológicos:

### 2.8.1 Preparação da amostra

A observância dos padrões estabelecidos pelas normas para a preparação das amostras garante um teste de nanoindentação instrumentada bem sucedido. Consistem como preparação da amostra os trabalhos de: corte, polimento, ataque químico, limpeza da peça bem como o devido cuidado no transporte evitando quedas e contaminação por contato [22].

### 2.8.2 Calibração do instrumento

Em um nanoindentador, em qualquer aplicação da carga, a força de deflexão é dada por desvios de carga registrada. Se não contabilizados, então um erro proporcional vai ser introduzido nas leituras dos deslocamentos.

A conformidade de um nanoindentador é estimada pela direta medição ou realizando uma série de testes em cargas crescentes em um espécime padrão, no caso, a sílica fundida [22]. É corrigida a rigidez elástica do equipamento.

### 2.8.3 Profundidade inicial do indentador

Um dos eventos mais importantes em um teste de nanoindentação é o ponto de contato inicial entre o indentador e a amostra. A posição do indentador é a referência ou ponto zero para todas as medições de profundidade. Qualquer contato com a amostra, não importa quão pequeno seja, resulta em uma indentação inicial (talvez alguns nm) que não é desconsiderada [4,22].

Há uma variedade de métodos usados para determinar o ponto de contato. Alguns instrumentos aproximam-se da superfície e aguardam até a força de contato ser registrada. Neste ponto, o sensor de profundidade é tratado como zero e em seguida é produzido o teste.

#### 2.8.4 Flutuação térmica

A flutuação térmica (ou *thermal drift*) refere-se às variações no sinal da medição da profundidade resultante da expansão ou contração (térmica) da amostra ou do indentedor ou da estrutura da máquina durante um teste de indentação. Estas variações têm efeitos adversos sobre a precisão dos resultados [4].

A variação térmica é geralmente expressa em nm/s e pode ser crescente, decrescente ou oscilante. E é medida ao indentar no espécime com uma força constante e monitoramento do deslocamento. Se a velocidade da flutuação térmica é uma constante, então é possível corrigir os dados experimentais. No entanto, se a taxa da flutuação térmica for exponencial o processo de correção não é satisfatório [22].

As causas da flutuação térmica são do próprio equipamento.

#### 2.8.5 Efeito do tamanho da indentação

Em espécimes com superfícies modificadas ou camadas depositadas (filmes finos), existe uma diferença distinta para as propriedades mecânicas da superfície e do substrato. Ao testar amostras pelo processo de nanoindentação, deve-se considerar que a indentação na superfície modificada deverá ser de no máximo 10% de sua espessura do filme duro sobre substrato mole. Mesmo procedimento nas amostras com filme mole e substrato duro. Em amostras bulk, considera-se apenas a distâncias entre as indentações. [33]

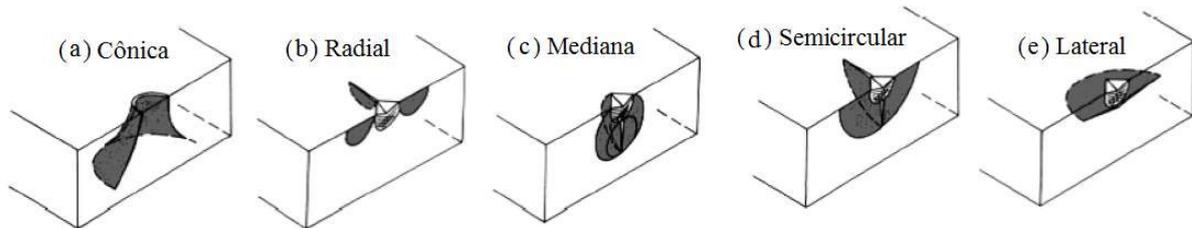
Iost e Bigot (1996) [33] afirmam que a relação entre a dureza e o recíproco do comprimento da impressão da indentação é não linear e depende da relação entre a espessura do filme e sua impressão da indentação bem como a variação da dureza do substrato e do filme com a carga aplicada.

### 2.8.6 Fratura

Os processos de fraturas, em todos os casos, podem ser considerados em termos dos seguintes estágios [34]:

- a) Acúmulo de dano;
- b) Iniciação de uma ou mais trincas no material;
- c) Propagação de trinca, levando à fratura.

Quando um indentador pontiagudo, geralmente de diamante, entra em contato com a superfície de materiais frágeis é possível gerar uma diversidade de trincas, as quais são formas de fratura. Cook e Pharr (1990) [35] indicam cinco tipos de trincas nas observações experimentais: (a) trinca cônica; (b) trinca radial; (c) trinca mediana; (d) trinca semicircular; (e) trinca lateral. Na **Figura 22** apresentam-se os tipos de trincas e sua morfologia durante ensaios de indentação.



**Figura 22** – Tipos de trincas e sua morfologia durante ensaios de penetração.

Fonte: Adaptado de Cook e Pharr [35].

A trinca cônica é nucleada pela formação de uma trinca em forma de um anel e com o acréscimo da carga, ela é nucleada na zona plástica e propaga-se para o interior do material com um determinado ângulo, conforme a **Figura 22** (a). As trincas radiais primárias emanam nos cantos da impressão, são alinhadas com as diagonais da impressão de contato e é perpendicular a direção de aplicação da carga, conforme a **Figura 22** (b). A trinca mediana também é alinhada com as diagonais da impressão de contato e propaga-se para o interior do material, porém na direção paralela da aplicação da carga, conforme a **Figura 22** (c). A trinca semicircular conforme Cook e Pharr [35] é uma combinação da trinca radial com a mediana, conforme a **Figura 22** (d). As trincas laterais são paralelas à superfície do material e perpendicular à direção de aplicação da carga, conforme a **Figura 22** (e). As trincas radiais secundárias e as trincas laterais rasas são variações dos cinco tipos de trincas principais. As trincas radiais secundárias são nucleadas no canto da impressão, mas não são alinhadas com as diagonais da impressão de contato. A trinca

lateral rasa é também nucleada na zona plástica, mas fica confinada entre trincas radiais primárias ou secundárias [14].

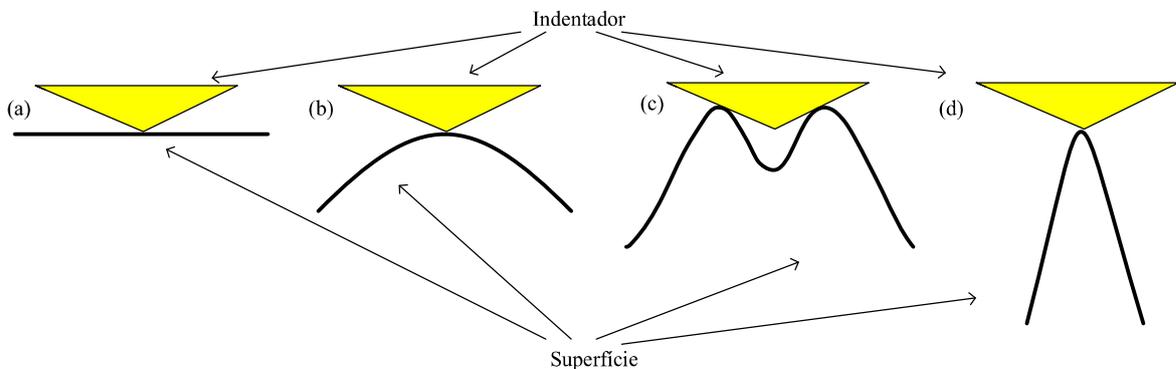
A trinca determinada no material durante o processo de indentação pode modificar a área projetada na superfície de contato, subestimando os valores para o módulo de elasticidade reduzido e a dureza.

### 2.8.7 Rugosidade da superfície

Um dos parâmetros mais importantes que afetam a precisão dos resultados de nanoindentação é a rugosidade da superfície. Três potenciais casos para a nanoindentação:

- a) Uma superfície plana idealmente polida;
- b) A rugosidade sobre um vale, e;
- c) A rugosidade sobre um pico.

A **Figura 23** representa as subdivisões nas três formas mencionadas. (a) Não apresenta aspereza, superfície plana ideal; (b) Asperezas maiores que o diâmetro da ponta; (c) Ponta em vale com deslizamento na aspereza; (d) Diâmetro da curvatura da aspereza na mesma ordem que o diâmetro da ponta.



**Figura 23** – Esquema de situações possíveis entre o indentador e a superfície.

Fonte: Adaptado de Bouzakis [36].

As áreas de contato na superfície, resultantes em cada um destes três casos, são diferentes na forma, levando a diferentes profundidades de indentação sob a mesma carga. Uma indentação em uma rugosidade sobre um vale resulta em menor profundidade de indentação em comparação com a indentação sobre uma superfície plana polida. Por outro lado, uma indentação na rugosidade sobre um pico, tem um aumento na profundidade de indentação em comparação com a indentação em uma superfície plana ideal. Sob tais

circunstâncias, da indentação em amostras irregulares, há dispersão da profundidade de indentação, como consequência da topografia da superfície [4,36,37].

Ao ampliar a complexidade do tema, considerando também o arredondamento da ponta do indentador, para dar o devido tratamento da verdadeira dureza, deve-se considerar um número mínimo de amostras a serem produzidas [36].

O conceito mais simples é o da rugosidade média  $R_a$  ou rugosidade aritmética e o seu desvio padrão  $R_{sm}$  foram estimados usando as expressões [28]:

$$R_a = \frac{1}{L} \cdot \int_0^L |z(x)| \cdot dx \quad \text{e} \quad R_{ms} = \sqrt{\frac{1}{L} \cdot \int_0^L [z(x)]^2 \cdot dx} \quad (51)$$

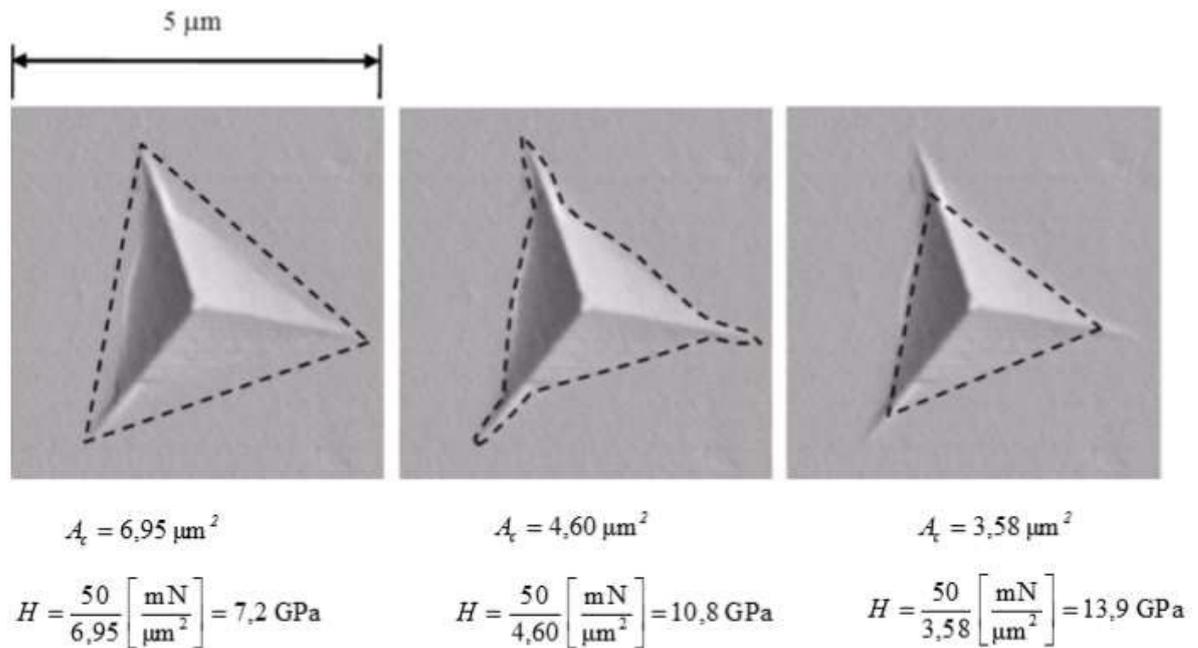
Conhecido que  $z(x)$  é a altura das asperidades superficiais abaixo de uma linha média e  $L$  é o comprimento da distância analisada.

#### 2.8.8 Análise da impressão residual

Uma das formas mais precisas para determinar a área de contato projetada na superfície é a avaliação da imagem da impressão residual por uma sonda de superfície, tais como um equipamento de microscopia de força atômica (AFM). O procedimento demanda tempo e operação especializada, ou seja, a medição real da área é demorada e difícil. Após a obtenção da imagem desejada, uma das escolhas mais difíceis é estabelecer a verdadeira grandeza das arestas da impressão residual [22].

A **Figura 24** ilustra a importância do valor adequado para a área de contato projetada na superfície e sua relação na variação no resultado da dureza.

No exemplo da **Figura 24** demonstra-se erros introduzidos pelas variações das estimativas da área de contato projetada na superfície. Diferentes operadores podem escolher caminhos ligeiramente diferentes para as bordas da indentação. É importante saber que para alguns materiais a área projetada na superfície recupera-se quase completamente depois do descarregamento. Algumas práticas, como revestir a superfície com uma camada fina de ouro, na expectativa de determinar a estimativa mais confiável de onde realmente ocorreu o contato [22]. Mas induz erros pela própria dureza do filme de ouro.



**Figura 24** – Três abordagens na interpretação da área de contato projetada na superfície no cálculo da dureza.

Fonte: Adaptado de Fischer-Cripps (2009) p.53 [22].

### 2.8.9 Empilhamento lateral e recuperação elástica lateral

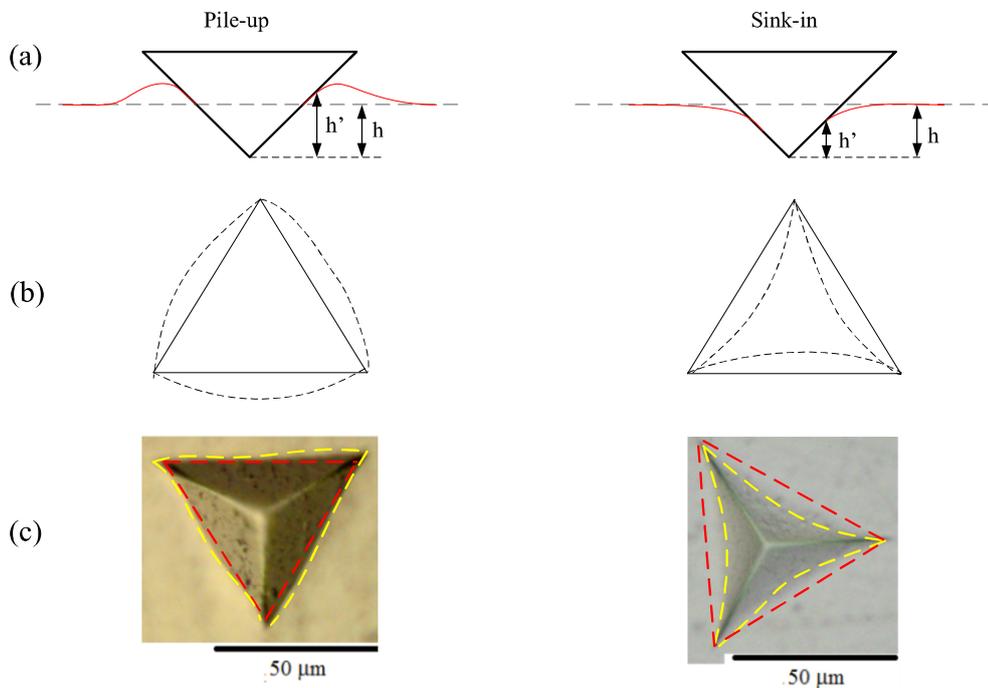
As equações elásticas do contato assumem que o perímetro de contato está abaixo da superfície da amostra (a superfície afundada). Dependendo da relação de  $E/H$  do material amostrado, em vez da recuperação elástica lateral do material (*sink-in*), este pode ser empurrado para cima e se empilhar ao redor das bordas do corte (*pile-up*). Quando isso acontece, significa que mais material suporta a carga do indentedor (maior a área de contato projetada na superfície) [22].

Como resultado a amostra é apresentada (a partir do ponto de vista das equações do contato) como mais rígida do que realmente é (de módulo de elasticidade mais elevado). Quando ocorre a acumulação, a profundidade de indentação para uma dada área de contato projetada na superfície é menor do que o que seria (devido ao suporte extra). Uma vez que as equações tomam a profundidade de indentação como parâmetro de entrada, então o cálculo da área de contato projetada na superfície é menor do que realmente é e assim o módulo de elasticidade reduzido é superestimado. Do mesmo modo, a dureza também é superestimada.

Não há um método para a contabilização do empilhamento lateral. A melhor maneira para avaliar o efeito é o de medir a área de contato projetada na superfície com um equipamento de microscopia de força atômica (AFM) ou um microscópio eletrônico de varredura (SEM). É importante ressaltar que o empilhamento lateral não se restringe a materiais dúcteis [2,22].

Oliver e Pharr (2004) [2] destacam que  $h_s$  é um problema significativo para o método, e que ele não leva em conta o empilhamento de material em torno da impressão de contato, como se observa em vários materiais elástico-plásticos. Quando o empilhamento lateral (*pile-up*) ocorre, a área de contato é maior do que o previsto pelo método, e tanto a dureza estimada e o módulo de elasticidade dado por  $S$  são superestimados, às vezes perto dos 50%. A incapacidade de lidar com empilhamento lateral (*pile-up*) é uma consequência direta do uso de uma análise elástica de contato para determinar a profundidade de contato.

A **Figura 25** estabelece uma comparação física da impressão residual e o estudo teórico do fenômeno de empilhamento lateral (*piling-up*) ou simplesmente *pile-up* e recuperação elástica lateral (*sinking-in*) ou *sink-in* em que nota-se a diferença entre a área projetada na superfície ideal e a real.



**Figura 25** – Esquema (a) do perfil, (b) da impressão residual em (c) espécimes com empilhamento lateral (alumínio) e com recuperação elástica lateral (acrílico).

Fonte: Krupechacke (2014).

O cálculo da área de contato projetada na superfície depende da profundidade de contato, se a profundidade for menor que a prevista, isto é  $h < h'$ , conforme **Figura 25** (a), tem-se superestimação de  $H$  e de  $E_r$ . Quando o contrário ocorre  $h > h'$  tem-se subestimação de  $H$  e de  $E_r$ .

#### 2.8.10 Geometria da ponta do indentador

As equações do contato que são usadas para determinar a rigidez elástica do contato e a área de contato projetada na superfície assumem a geometria do indentador ideal (a ponta do indentador é considerada sem arredondamento). Na prática, este não é o caso, especialmente pela limitação na confecção ou do inevitável arredondamento pelo uso contínuo.

Qualquer correção para a forma geométrica do indentador para uma dada profundidade de contato  $h_c$  implica na área de contato projetada na superfície  $A_c$ .

A área de contato projetada na superfície  $A_c$  é maior do que a calculada sobre a base de geometria perfeita  $A_i$ , então há uma relação entre a área de contato projetada na superfície sobre a área projetada na superfície ideal  $A_i/A_c$ . A correção aplica-se na raiz quadrada para o módulo de elasticidade reduzido e é diretamente proporcional no caso da dureza [4,22].

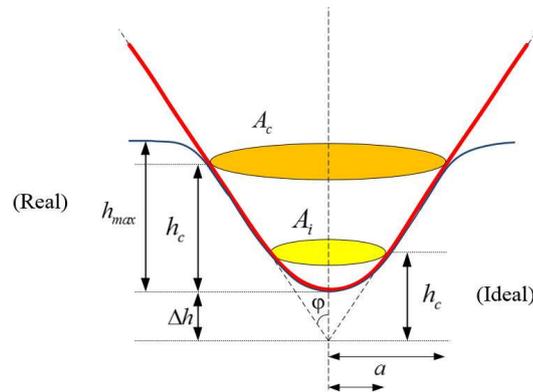
Portanto, conforme Fischer-Cripps [6] as correções válidas seriam:

$$H = \left( \frac{A_i}{A_c} \right) \cdot \frac{P_{max}}{A_c} \quad (52)$$

$$E_r = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \left( \sqrt{\frac{A_i}{A_c}} \right) \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (53)$$

Uma função de correção de área de contato projetada na superfície é em geral, obtida através da realização de indentações em um espécime de módulo de elasticidade conhecido (em alguns casos, a dureza é usada como a referência). O material de referência mais comumente utilizado é a sílica fundida. No entanto, em alguns casos, é vantajoso usar um material de referência com um valor de  $E/H$  semelhante ao do espécime de ensaio proposto. Se o fizer, pode também compensar erros nos resultados de empilhamento lateral do material (*pile-up*).

A **Figura 26** esquematiza a relação entre a área real sobre a área ideal,  $A_r/A_i$ .



**Figura 26** – Esquema para a correção da área de contato projetada na superfície.

Fonte: Adaptado de Fischer-Cripps (2009) p.49 [22].

Leyland e Matthews (2000) [38] demonstraram que revestimentos elásticos e rígidos podem ter importantes fatores, particularmente para abrasão, impacto e desgaste erosivo de acordo com o comportamento elástico, descrevendo as propriedades do revestimento não só pela dureza, mas usando uma relação  $H/E$ .

A adequação da área de contato projetada na superfície é a mais importante correção, e que tem o maior efeito sobre a precisão dos resultados finais. A função correção de área de contato projetada na superfície aumenta em profundidades de menor contato devido ao arredondamento da ponta. Torna-se menos importante quando a profundidade de indentação aumenta. Para a maioria dos indentadores que são geralmente feitos com um semiângulo de face bem preciso, com menores profundidades de indentação, a razão da área pode ser elevada de 50:1 devido ao arredondamento da ponta [4,22].

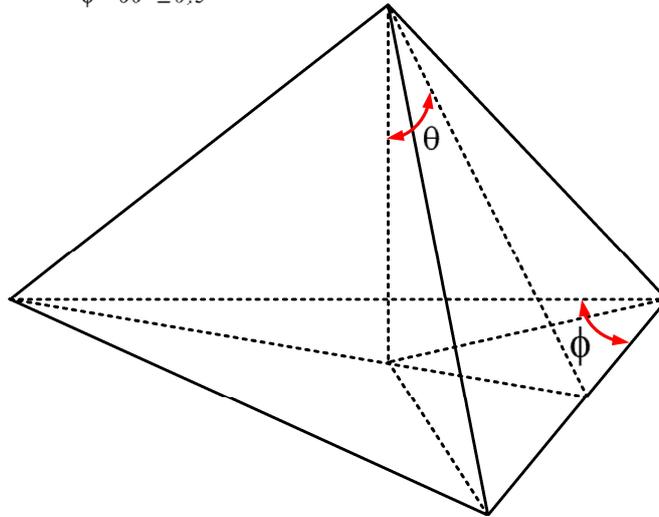
Por mais que uma ponta seja nova, esta possui certo grau de arredondamento e a extremidade da pirâmide nunca termina num átomo. Através da aproximação de Oliver e Pharr para a função área de contato projetada a calibração dos indentadores de pontas piramidais é efetuada pela expressão [1]:

$$A_c(h_c) = \sum_{n=0}^8 C_n \cdot (h_c)^{2^{L-n}} \quad (54)$$

Admitindo-se que  $C_0$  a  $C_8$  são constantes determinadas do processo de calibração.

Os dois indentadores de diamante Berkovich original e Berkovich modificado (mais comumente utilizado), originalmente foram planejados para ter a mesma área de contato projetada na superfície de um indentador Vickers em qualquer profundidade de indentação. Os semiângulos e tolerâncias, para um indentador Berkovich, reúnem o semiângulo e requisitos de tolerância definidos pela norma ASTM E2546 – 07 [39], descrita na **Figura 27**.

$$\begin{aligned}\theta &= 65,03^\circ \pm 0,3^\circ \rightarrow \text{Indentador Berkovich Original} \\ \theta &= 65,27^\circ \pm 0,3^\circ \rightarrow \text{Indentador Berkovich Modificado} \\ \phi &= 60^\circ \pm 0,3^\circ\end{aligned}$$



**Figura 27** – Tolerância do semiângulo apical e do ângulo da base da ponta Berkovich.

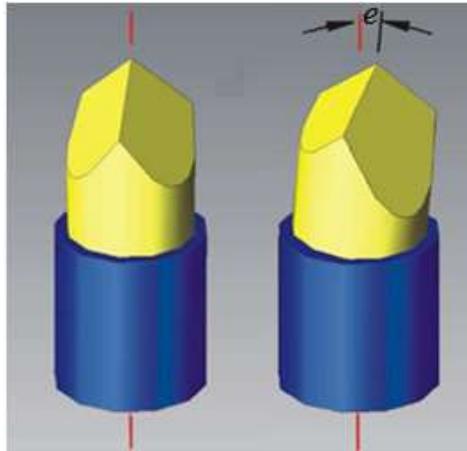
Fonte: Adaptado da norma ASTM E2546 – 07, p.09 [39].

### 2.8.11 Eixo do indentador

Por outro lado, a verdadeira ponta de um indentador não é produzida nas exatas dimensões teóricas. Os três semiângulos podem diferir do nominal e também um do outro. Da mesma forma a base pode não ser um triângulo equilátero e os seus ângulos podem diferir dos  $60^\circ$  previstos. Em uma ponta teórica, a linha de centro passa através do ápice da ponta e através do centro da base, ambos os pontos bem definidos.

Em uma ponta real, a localização e a orientação da base e a linha de centro não são prontamente definidas. Uma ponta real apresenta variáveis adicionais com respeito a sua linha de centro ou eixo. Os pontos são conectados a um eixo de simetria que é programado para coincidir com a ponta linha de centro ou pelo menos ser paralelo a ela. Isto permite que as pontas, apresentem as mesmas propriedades, quando transferidas de uma medição para outra ou de um instrumento para o outro.

Pode haver um pequeno ângulo entre eixo real e o eixo de simetria. Este ângulo é designado  $e$ . A **Figura 28** ilustra essa diferença angular.



**Figura 28** – Esquema entre eixo real e o eixo de simetria de uma ponta.

Fonte: Micro Star Technologies [40].

#### 2.8.12 Incerteza de medição do módulo de elasticidade e da dureza

A propagação de erros e sobre incerteza de medição no método de Oliver e Pharr na técnica de nanoindentação instrumentada, foram discutidos em poucos trabalhos, destacamos os relevantes.

Menčík e Swain (1995) [4] apresentaram uma discussão sobre os erros associados à nanoindentação, em especial determinaram um cálculo para erros da dureza e do módulo de elasticidade. O modelo está baseado nas variáveis: carga  $P$  e profundidade  $h$  em que utilizaram o conceito variação incremental  $\Delta$ .

$$\begin{cases} \frac{\Delta H}{H} = \alpha \cdot \frac{\Delta P}{P} - 2 \cdot \frac{\Delta h}{h} \\ \frac{\Delta E}{E} = \beta \cdot \frac{\Delta P}{P} - \frac{\Delta h}{h} \end{cases} \quad (55)$$

Os intervalos,  $1 \leq \alpha \leq 3$  e  $0 \leq \beta \leq 1$ , limites inferiores correspondendo ao caso plástico ideal e os limites superiores ao caso elástico ideal para uma ponta cilíndrica.

Kessel (2002) [41] discutiu sobre a normatização da incerteza indicando medições comparáveis, sugestionando que a qualidade de uma medição baseada nos procedimentos GUM (*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*) [8].

Hsu *et al.* (2007) [42] apresentaram um trabalho sobre a evolução da incerteza para a dureza e o módulo de elasticidade e as incertezas de medição para o sistema de nanoindentação. Basicamente relacionou as variáveis: carga  $P$  e área de contato projetada na superfície  $A_c$  para a determinação da dureza  $H$  e a área de contato projetada na superfície  $A_c$ , e a rigidez elástica do contato  $S$  para a determinação do módulo de elasticidade reduzido  $E_r$ .

As variáveis de estudo foram consideradas como estatisticamente independentes e as expressões determinadas são dadas por:

$$\sigma_H = \mu_H \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_{P_{max}}}{\mu_{P_{max}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2} \quad \text{e} \quad \sigma_{E_r} = \mu_{E_r} \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_S}{\mu_S}\right)^2 + \frac{1}{4} \cdot \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2} \quad (56)$$

Destacando:

$\mu_H$  : é a dureza esperada;

$\sigma_H$  : é desvio padrão da dureza;

$\mu_{E_r}$  : é o módulo de elasticidade reduzido esperado;

$\sigma_{E_r}$  : é o desvio padrão do módulo de elasticidade reduzido,

$\mu_{A_c}$  : é a área de contato projetada na superfície esperada;

$\sigma_{A_c}$  : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície;

$\mu_S$  : é o valor esperado da rigidez elástica do contato;

$\sigma_S$  : é o desvio padrão da rigidez elástica do contato;

$\mu_{P_{max}}$  : é a carga máxima esperada;

$\sigma_{P_{max}}$  : é o desvio padrão para carga máxima.

Lucca *et al.* (2010) [43] destacam a importância do método para a avaliação da resposta mecânica de pequenos volumes de materiais e filmes finos, a cargas aplicadas. O trabalho apresentou uma revisão do método, dos instrumentos utilizados, dos procedimentos para a análise dos dados resultantes. O trabalho aborda também métodos desenvolvidos para verificação e calibração.

Dos trabalhos revistos, nota-se que as variáveis em estudo a carga  $P$ , a área de contato projetada na superfície  $A_c$ , a rigidez elástica do contato  $S$  e a profundidade  $h$  são consideradas como independentes, portanto, nas expressões de erros para os autores inexistente a influência conjunta entre as variáveis.

A norma ISO/DIS 14577 (2002) [30] foi baseada no artigo de Oliver e Pharr, destaca os intervalos de carga e deslocamentos de aplicação da técnica, normas de referência, símbolos e designações, princípios da técnica, calibração, procedimentos e relatórios.

Segundo a norma GUM (2008) [8] o resumo do procedimento para avaliação e expressão da incerteza tem os passos a serem seguidos na avaliação e expressão da incerteza do resultado de uma medição, podem ser resumidos como:

- a) Expresse, matematicamente, a relação entre o mensurando e as grandezas de entrada das quais depende. A função deve conter todas as grandezas, incluindo todas as correções e fatores de correção, que possam contribuir com um componente significativo de incerteza para o resultado da medição.
- b) Determine, o valor estimado da grandeza de entrada, seja com base em análise estatística de uma série de observações, seja por outros meios.
- c) Avalie a incerteza-padrão de cada estimativa de entrada. Para uma estimativa de entrada obtida através de análise estatística de uma série de observações, a incerteza-padrão é avaliada (avaliação Tipo A da incerteza-padrão). Para uma estimativa de entrada obtida por outros meios, a incerteza-padrão é avaliada (avaliação Tipo B da incerteza-padrão).
- d) Avalie as covariâncias associadas com quaisquer estimativas de entrada que sejam correlacionadas.
- e) Calcule o resultado da medição, isto é, a estimativa do mensurando, a partir da relação funcional, utilizando para as grandezas de entrada as estimativas obtidas.
- f) Determine a incerteza-padrão combinada do resultado da medição a partir das incertezas-padrão e covariâncias associadas com as estimativas de entrada, como descrito. Se a medição determina, simultaneamente, mais de uma grandeza de saída, calcule suas covariâncias.
- g) Se for necessário fornecer uma incerteza expandida, cujo propósito é prover um intervalo com o qual se espera abranger uma extensa fração da distribuição de valores que podem razoavelmente ser atribuídos ao mensurando, multiplique a incerteza-padrão combinada por um fator de abrangência  $k$ , tipicamente na faixa de 2 a 3. Selecione  $k$  com base no nível da confiança requerido para o intervalo.
- h) Relate o resultado da medição juntamente com sua incerteza-padrão ou incerteza expandida.

## 2.9 CONSIDERAÇÕES PARA O CAPÍTULO 2

Finalizando o capítulo destaca-se a teoria dos erros na transferência da incerteza como elemento primordial na construção do modelo matemático.

A simplicidade de estabelecer-se o erro aleatório da variável que se quer conhecer pela propagação dos erros das variáveis influentes.

Da complexidade do comportamento do erro sistemático em superfícies rugosas, superfícies frágeis e em materiais onde as superfícies são redefinidas pela recuperação elástica do material.

Do método de Oliver e Pharr a inovação está em determinar a profundidade de contato na indentação, que estima a área projetada na superfície e dispensa à visualização da impressão residual na determinação do módulo de elasticidade reduzido e da dureza.

Também, destacar a importância do trabalho realizado por Hsu *et al.* [42] na descrição das ideias para formalizar a incerteza de medição do módulo de elasticidade e da dureza, mas o trabalho não foi validado, isto é, comparado com a metodologia convencional.

Apesar de o método de Oliver e Pharr ser a referência da norma ISO/DIS 14577 (2002) [30] ela apenas direciona a realização do teste e a obtenção do resultado. Discussões sobre a validade do valor encontrado para um material pouco citado é obscuro.

A norma GUM (2008) [8] estabelece os procedimentos para determinar as propagações de erros, inclusive mencionando a relação entre as variáveis influentes do funcional e sobre como proceder sobre a covariância entre as variáveis. Nota-se que pouco se explora dessa propriedade matemática, possivelmente, pela propriedade que declara: Duas variáveis aleatórias são independentes então a covariância entre elas é nula. Covariância nula implica que duas variáveis são independentes.

A lacuna da literatura está em não considerar a dependência conjunta entre duas variáveis.

Desenvolver um modelo analítico que expresse a variância explorada por fatores que considerem as variáveis influentes e a dependência conjunta entre essas variáveis influentes, foi a motivação do trabalho.

### 3 METODOLOGIA

Neste capítulo é descrito o modelo matemático da metodologia proposta baseado na teoria dos erros o qual é comparado com a metodologia convencional. A metodologia convencional é a medição da dureza e do módulo de elasticidade reduzido para cada indentação, determinando-se ao final a dureza média e o módulo de elasticidade reduzido médio e os respectivos desvios-padrão. A metodologia proposta, determina as médias, os desvios-padrão e as covariâncias entre as variáveis influentes, e baseados nestas variáveis de entrada estabelecem a dureza e o módulo de elasticidade reduzido médios e seus respectivos desvios-padrão (decompostos em fatores para cada variável influente). Apresentam-se as técnicas experimentais de caracterização mecânica e microscopias utilizadas nos materiais estudados.

#### 3.1 MODELOS MATEMÁTICOS

Um dos problemas encontrados na prática é descrever os fenômenos observados. Isto é conseguido através da construção de modelos matemáticos que relacionam as variáveis envolvidas no fenômeno, ou seja, estabelecendo uma relação funcional entre essas variáveis, através de uma função, de forma que se tenha uma aproximação razoável entre os valores observados (práticos) e aqueles calculados pelo emprego da função (teóricos).

Para conhecer e controlar todas as variáveis que interferem em um fenômeno, e possivelmente estabelecer um modelo matemático relacionando essas variáveis e, então qualquer valor calculado por essa função seria exato. Entretanto, não se tem o acesso a todas as variáveis que podem ser controladas (relacionadas matematicamente) e aquelas que não podem ser controladas (com variação residual) [9].

Um funcional é basicamente definido com uma função que depende de outras funções. Pode-se descrevê-lo por:

$W$ : Variável que se quer conhecer e analisar;

$X_i (i = 1 \dots n)$ : Variáveis influentes para  $W$ ;

$X_j (j = 1, \dots, k)$ : Variáveis controladas;

$X_k (k = k + 1, \dots, n)$ : Variáveis não controladas;

$F_1$  e  $F_2$ : Funções que relacionam as variáveis.

Portanto:

$$W = W(X_i) = W(X_j, X_k) = F_1(X_j) + F_2(X_k) \quad (57)$$

Pode-se dizer que  $F_1(X_j)$  é a parte funcional do modelo e que  $F_2(X_k)$  é a parte residual do modelo.

Este funcional é descrito em quatro etapas: *Notação, Apresentação, Definição e Fundamentação*.

$$\underbrace{W = W(X_i)}_{\text{Notação}} = \underbrace{W(X_j, X_k)}_{\text{Apresentação}} = \underbrace{F_1(X_j) + F_2(X_k)}_{\text{Definição}} \overset{\Delta}{=} \underbrace{\begin{cases} X_j (j = 1, \dots, k) \\ X_k (j = k + 1, \dots, n) \end{cases}}_{\text{Fundamentação}} \quad (58)$$

### 3.1.1 Metodologia proposta – Teoria dos Erros

O cálculo do parâmetro variância é determinado a partir do desenvolvimento de todas as derivadas parciais de primeira ordem e de sua combinação. As derivadas são descritas em função das variáveis influentes para a construção da variável que se quer conhecer e analisar, chamada de funcional.

Adaptando o conceito da **Equação 6** que relaciona a transferência da incerteza (seção 2.1.6, p.29) e embasado na teoria dos erros como descrita na **Equação 7**, tem-se o funcional de  $E_r$  para duas variáveis influentes  $S$  e  $A_c$  (variáveis controladas) com suas variações conhecidas (desvio padrão ou estimativa do erro) e  $E_{r0}$  é uma variável não controlada associada ao módulo de elasticidade reduzido independente em relação às variáveis influentes:

$$E_r = f(S, A_c) = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}} + E_{r0} \quad (59)$$

Destacando:

$A_c$ : área de contato projetada na superfície;

$S$ : rigidez elástica do contato;

$\beta$ : fator de correção da geometria do indentedor por King.

Aplicando a Teoria de Erros, a propagação da incerteza para  $E_r$  é dada pela combinação das variações entre as variáveis influentes  $S$  e  $A_c$  adicionada  $E_{r0}$ . A expressão da transferência da incerteza tem-se a aproximação linear para a variação do módulo de elasticidade reduzido:

$$\sigma_{E_r}^2 = \left( \frac{\partial}{\partial S} E_r \right)^2 \cdot \sigma_S^2 + \left( \frac{\partial}{\partial A_c} E_r \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \left( \frac{\partial}{\partial S} E_r \right) \cdot \left( \frac{\partial}{\partial A_c} E_r \right) \cdot \sigma_{SA_c} + \sigma_{E_{r0}}^2 \quad (60)$$

Se  $E_{r0}$  é uma constante  $\beta_{E_r}$  então:

$$\sigma_{E_r}^2 = \left( \frac{\partial E_r}{\partial S} \right)^2 \cdot \sigma_S^2 + \left( \frac{\partial E_r}{\partial A_c} \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \left( \frac{\partial E_r}{\partial S} \right) \cdot \left( \frac{\partial E_r}{\partial A_c} \right) \cdot \sigma_{SA_c} \quad (61)$$

De forma análoga para a dureza:

As entradas das variáveis:

$$H = f(P_{max}, A_c) = \frac{P_{max}}{A_c} + H_0 \quad (62)$$

Destacando:

$A_c$ : área de contato projetada na superfície pelo indentedor;

$P_{max}$ : carga máxima;

Da expressão da transferência da incerteza, tem-se a aproximação linear para a variação da dureza, admitindo-se que  $H_0$  é uma variável não controlável independente em relação às variáveis influentes:

$$\sigma_H^2 = \left( \frac{\partial}{\partial P_{max}} H \right)^2 \cdot \sigma_{P_{max}}^2 + \left( \frac{\partial}{\partial A_c} H \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \left( \frac{\partial}{\partial P_{max}} H \right) \cdot \left( \frac{\partial}{\partial A_c} H \right) \cdot \sigma_{P_{max}A_c} + \sigma_{H_0}^2 \quad (63)$$

Se  $H_0$  é uma constante  $\beta_H$  então:

$$\sigma_H^2 = \left( \frac{\partial H}{\partial P_{max}} \right)^2 \cdot \sigma_{P_{max}}^2 + \left( \frac{\partial H}{\partial A_c} \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \left( \frac{\partial H}{\partial P_{max}} \right) \cdot \left( \frac{\partial H}{\partial A_c} \right) \cdot \sigma_{P_{max} A_c} \quad (64)$$

As variâncias estabelecidas dependem apenas das suas respectivas entradas e estão associadas à **Equação 48** e à **Equação 50**, respectivamente, já definidas.

Hsu *et al.* (2007) [42] usaram essa abordagem considerando as variáveis de entrada como independentes conforme a **Equação 56**.

### 3.1.2 Metodologia convencional – Estatística Descritiva

A metodologia convencional é a medição da dureza e do módulo de elasticidade reduzido para cada indentação.

Na aplicação da técnica de indentação instrumentada a informação obtida é processada utilizando o método de Oliver e Pharr para determinar a rigidez elástica do contato  $S$ , a profundidade de contato  $h_c$ , a área de contato projetada na superfície  $A_c$ , o módulo de elasticidade reduzido  $E_r$  e a dureza  $H$  [1].

Na metodologia convencional, basicamente os conceitos de Estatística Descritiva são explorados, a partir da base de dados gerada pela técnica de indentação instrumentada e pelo o método de Oliver e Pharr. Sempre que necessária nova intervenção, o recálculo e o tempo computacional para obter a informação da nova amostra são considerados.

Em geral, são calculadas [5]:

As médias aritméticas:

$$\overline{H} = \frac{\sum_{i=1}^n H_i}{n} \quad (65)$$

$$\overline{E_r} = \frac{\sum_{i=1}^n E_{ri}}{n} \quad (66)$$

Os desvios padrão com fator de correção do tamanho da amostra:

$$s_H = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (H_i - \bar{H})^2}{n-1}} \quad (67)$$

$$s_{E_r} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (E_{ri} - \bar{E}_r)^2}{n-1}} \quad (68)$$

E, os coeficientes de variação:

$$cv_H = \frac{s_H}{H} \quad (69)$$

$$cv_{E_r} = \frac{s_{E_r}}{E_r} \quad (70)$$

O coeficiente de variação estabelece quantas vezes o desvio padrão cabe na média, é um índice relativo e estabelece a homogeneidade da distribuição.

As variáveis de entrada são o módulo de elasticidade reduzido  $E_r$  e a dureza  $H$  obtidos nas  $n$  indentações realizadas e determinadas pelo método de Oliver e Pharr.

## 3.2 TESTES DE NANOINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA E ASSOCIADOS

### 3.2.1 Nanoindentador e interface de análise

Os testes de nanoindentação nos cinco espécimes utilizados no trabalho foram realizados no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas de Superfícies e Filmes Finos do Departamento de Física da UFPR, LabNano – UFPR.

A **Figura 29** mostra foto do LabNano. Pode-se observar pela foto, um reservado em vidro (aquário de isolamento térmico) e ao centro deste um reservado em madeira (gabinete de isolamento acústico).



**Figura 29** – Foto do aquário de isolamento térmico para o nanoindentador.

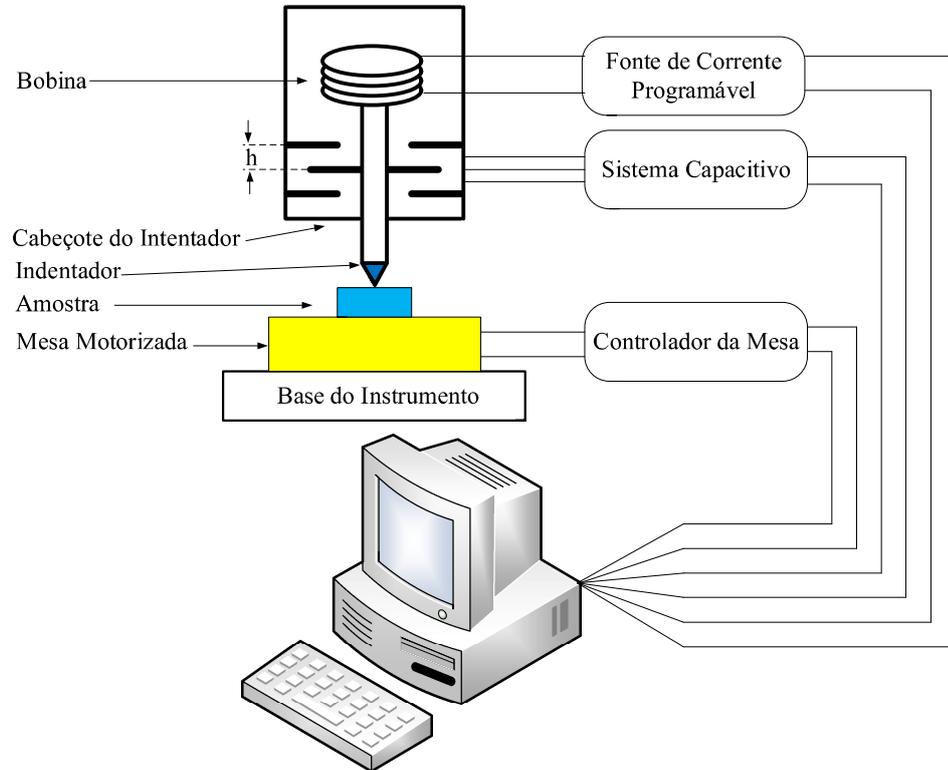
Fonte: LabNano da UFPR – crédito da foto ao Projeto Revespetro.

No laboratório as instabilidades de origem térmica e/ou mecânica são minimizadas, o nanoindentador está instalado em uma cabine que possui um isolamento térmico e um sistema de controle de temperatura por ar condicionado. E está montado sobre uma plataforma pneumática que é mantida suspensa em relação ao solo, proporcionando o isolamento mecânico.

Estas precauções minimizam possíveis erros, categorizado como sistemático ambiental. Por exemplo, vibrações provocadas por veículos pesados na proximidade do laboratório, na coincidência de eventos venham a influenciar a calibração do instrumento

ou a profundidade inicial do indentador, por justaposição ao início do teste [Erro do Tipo I que é rejeitar uma hipótese correta em testes de significância].

O mecanismo de funcionamento de um nanoindentador é melhor compreendido com o esquema da **Figura 30**.



**Figura 30** – Esquema de funcionamento do nanoindentador para realizar o teste.

Fonte: Adaptado de Brotzen et al [13].

O nanoindentador está montado numa coluna por intermédio da qual se transmite o carregamento que é aplicado por um atuador. O sistema inclui sensores para medir o deslocamento, esta é a sua configuração usual.

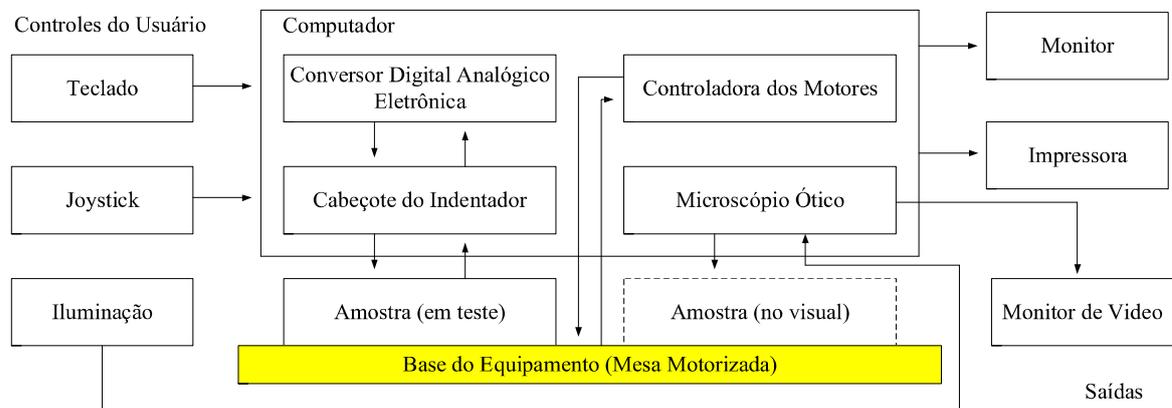
O cabeçote do indentador é composto por uma haste metálica que é suspensa por meio de molas em formato de membranas, pode movimentar-se verticalmente, contudo possui pequena possibilidade de movimento horizontal.

Em uma das extremidades da haste existe uma bobina imersa num campo magnético, e na outra extremidade fica o indentador de diamante (ponta). Por meio da variação da corrente na bobina é possível estabelecer a intensidade da força aplicada pelo indentador na superfície da amostra.

A medição dos deslocamentos é feita por um sistema capacitivo formado por três placas planas e paralelas onde a placa central está fixada ao eixo do indentador e as demais fixadas à estrutura do cabeçote. Desta forma, qualquer deslocamento da placa central, e, portanto, do indentador, é medido pela variação da diferença de potencial deste capacitor (**Figura 30**).

As molas que acoplam o sistema móvel ao cabeçote do indentador são planas, e têm como objetivos alinhar o sistema e mantê-lo suspenso na ausência de cargas. As constantes elásticas das molas são pequenas na direção vertical e grandes na direção horizontal.

O diagrama do sistema para a realização de um teste de nanoindentação instrumentada é representado pela **Figura 31**.



**Figura 31** – Diagrama sistêmico do funcionamento do nanoindentador.

Fonte: Interpretado de Brotzen et al [13].

Cada espécime é fixado a um porta-amostra situado sobre uma mesa que pode se movimentar, em relação ao microscópio ou ao indentador, segundo as direções x, y e z. Este movimento é controlado por um *joystick* durante a programação de um ensaio e é automático no decorrer do mesmo. O movimento em z é utilizado para focalizar a amostra, e também, no processo de determinação da posição da superfície, que precede uma indentação, de forma automática pelo próprio equipamento.

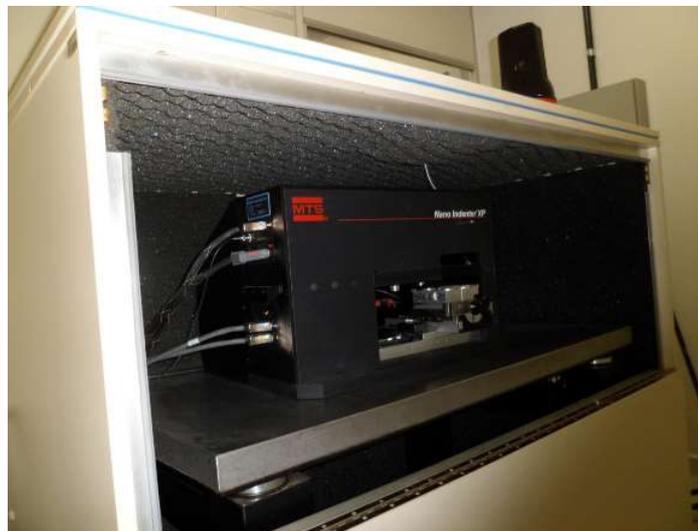
A posição onde são realizadas as medidas na amostra é selecionada utilizando um microscópio óptico que faz parte do equipamento. Uma câmera de TV está acoplada no topo do microscópio e permite visualizar a imagem da amostra. O microscópio possui uma montagem de lentes que combinado ao aumento de 10 vezes (proporcionado pela ocular)

e com a ampliação adicional produzida pela câmera de TV, produz ampliações do tamanho da imagem [13].

O equipamento descrito é um *Nanoindenter® XP* da *MTS Systems Corporation* (USA) [44], empresa atualmente pertencente à *Agilent Technologies* [45], e é concebido para realizar ensaios de indentação com sensor de profundidade capaz de operar com os seguintes parâmetros:

- a) Aplicação de cargas de  $10\ \mu\text{N}$  até  $500\ \text{mN}$ , com resolução nominal, para pequenas cargas, da ordem de  $50\ \text{nN}$ ;
- b) Taxa de carregamento mínima  $\leq 1\ \mu\text{N/s}$  e máxima  $\geq 7 \times 10^{10}\ \mu\text{N/s}$ ;
- c) Força de contato:  $1,0\ \mu\text{N}$ ;
- d) Resolução do deslocamento:  $0,04\ \text{nm}$ ;
- e) Profundidade máxima da indentação da ponta:  $> 40\ \mu\text{m}$ .

A foto na **Figura 32** mostra o gabinete de isolamento acústico e o habitáculo do equipamento, e também é possível observar a mesa sobre uma plataforma pneumática que é mantida suspensa em relação ao solo por gás à baixa pressão, proporcionando o isolamento mecânico.

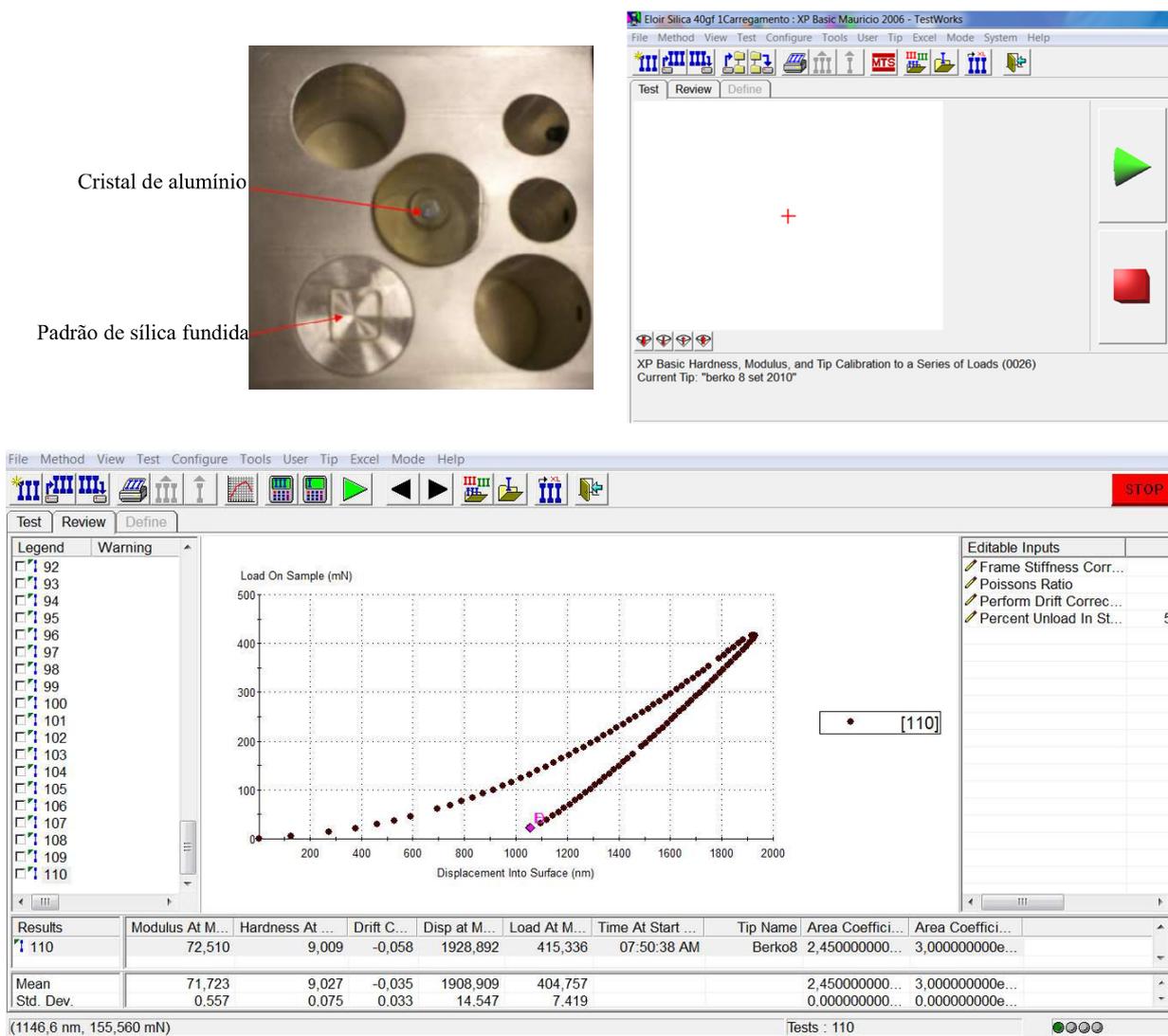


**Figura 32** – Foto do gabinete de isolamento acústico e habitáculo do equipamento.

Fonte: LabNano da UFPR – crédito da foto ao Projeto Revespetro.

O porta-amostra é uma placa quadrada, com uma área de  $225\ \text{cm}^2$ , contendo quatro furos circulares de  $1,25\ \text{in}$  (polegadas) de diâmetro. As amostras podem ser embutidas em resina ou fixadas em cilindros metálicos especiais.

A **Figura 33** mostra uma composição de fotos com o porta-amostra e espécimes de sílica e alumínio embutidos em resina, e interface do software TestWorks® 4.

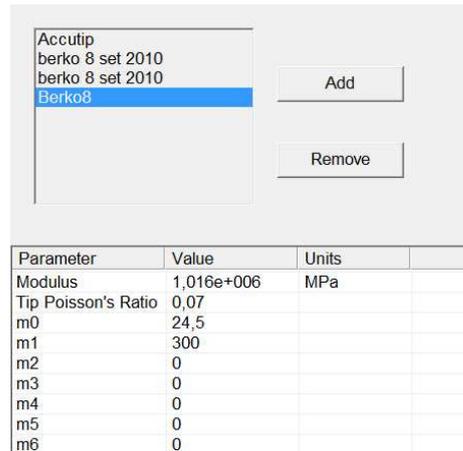


**Figura 33** – Fotos do porta-amostra com espécimes e interface do software TestWorks® 4.

Fonte: LabNano da UFPR.

Os dados adquiridos pelo equipamento são compilados pela interface do software TestWorks® 4, versão 4.06A, da MTS Systems Corporation. O software também faz a interface para a calibração do equipamento, tomando o espécime de sílica como amostra de referência (ver **Figura 34**).

Apresenta-se na **Figura 34** a parametrização da área de contato projetada na superfície para a ponta Berkovich (Berko8) bem como a sua caracterização mecânica.

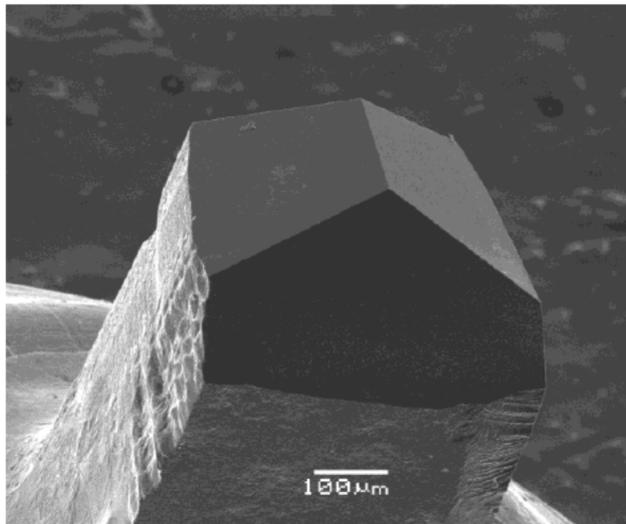


**Figura 34** – Parametrização do nanoindentador – LabNano – UFPR.

Fonte: LabNano da UFPR.

A flutuação térmica (ou *thermal drift*) foi ativada.

Todos os espécimes foram indentados por um indentador com ponta Berkovich modificada. A ponta rotulada de Berko8 de diamante com os seguintes parâmetros: módulo de elasticidade da ponta  $E_i = 1016 \text{ GPa}$  e coeficiente de Poisson da ponta de  $\nu_i = 0,07$ . O fator de intercepção da ponta  $\varepsilon = 0,75$  e coeficiente de King  $\beta = 1,034$  com semiângulo apical do indentador de  $\theta = 65,2748^\circ$  foi utilizada. Apresenta-se na **Figura 35** a foto da ponta do indentador Berkovich modificada, fotografada por microscopia eletrônica de varredura (SEM) da UFPR.



**Figura 35** – Imagem por SEM da geometria física da ponta Berkovich.

Fonte: Massardo (2011) p.42 [16].

### 3.2.2 Materiais selecionados

A escolha dos materiais foi baseada pelo comportamento mecânico conhecido e para estudar os fenômenos que geram erros. Os materiais selecionados que para validar o modelo foram os seguintes:

- Sílica – Material de referência;
- Vidro Lixado – Avaliar a rugosidade;
- Policarbonato – Avaliar a recuperação elástica lateral – *sink-in*;
- Grafite – Avaliar a fratura - *pop-in*.

Inicia-se com uma amostra de sílica fundida por suas propriedades físicas e mecânicas [14]. Foi utilizada como material de referência [2], isto é, utilizou-se para calibrar o equipamento. Por suas características monolítica e monofásica. Por ser difundida e bem comportada na técnica de nanoindentação instrumentada.

Uma amostra de vidro alcalino, por suas propriedades similares a sílica, porém com a superfície modificada por lixamento com uma lixa 1000. Foi utilizada para avaliar a influência da rugosidade na superfície.

Uma amostra de policarbonato, também utilizada pelo conhecimento de suas propriedades mecânicas. Sua utilização foi para avaliar o comportamento da recuperação elástica lateral da superfície (*sink-in*).

O grafite por ser um exemplo típico de cristal lamelar. Por ser uma estrutura cristalina do carbono. Foi utilizado para avaliar o comportamento da superfície submetida à propagação de trincas e fraturas no teste de nanoindentação instrumentada quando os dois espécimes foram submetidos a duas cargas distintas.

A amostra de sílica embutida em resina foi cedida pelo LabNano – UFPR.

A amostra de policarbonato foi doada pelo Professor Lepienski, que foi embutida em um cilindro especial em alumínio com o padrão do porta-amostra, confeccionado no Laboratório de Metalografia da Escola Politécnica da PUCPR.

As amostras de sílica e policarbonato foram indentadas pela ponta Berko8.

As amostras de vidro e as duas de grafite embutidas em resina foram cedidas pelo Professor Mikowski, e foram indentadas pelas pontas Berko3 e Berko4 respectivamente.

### 3.2.3 Especificação técnica dos experimentos e condições experimentais

A caracterização mecânica consiste em determinar os valores das propriedades mecânicas, elásticas (módulo de elasticidade), plásticas (dureza) e fratura (tenacidade à fratura) dos materiais. Para a caracterização mecânica foram utilizados ensaios mecânicos de penetração pela técnica de indentação instrumentada (descrita na seção 2.2, p.36).

Pela técnica de indentação instrumentada o módulo de elasticidade reduzido e a dureza foram determinados em função da profundidade de indentação [1,2].

O equipamento utilizado nos ensaios foi um *Nanoindenter® XP* da *MTS Systems Corporation*, instalado no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas, do Departamento de Física da UFPR. A faixa de aplicação em teste para as cargas mínima e máxima é de  $10 \mu\text{N}$  e  $500 \text{ mN}$ , respectivamente, com resolução de  $50 \text{ nN}$ . Os limites práticos das profundidades de penetração mínima e máxima são de  $5 \text{ nm}$  e  $40 \mu\text{m}$ , respectivamente, com resolução de  $0,5 \text{ nm}$ . Um único ciclo de carregamento-descarregamento foi empregado.

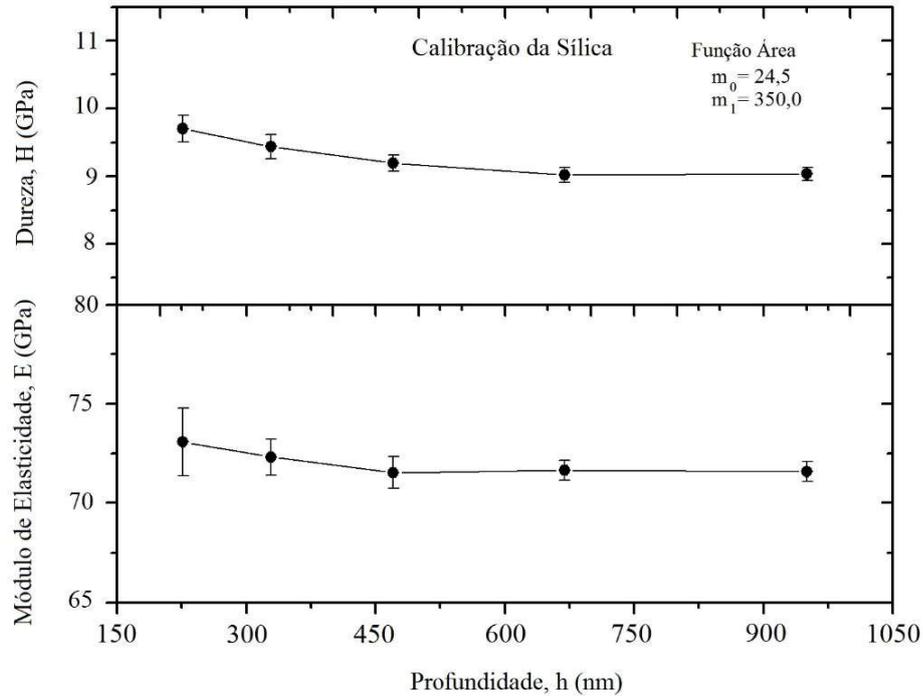
Os testes foram realizados em atmosfera com umidade de 50% e temperatura ambiente de  $22,0 \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ . Foram realizados um mínimo de 95 e um máximo de 110 testes de indentação dependendo do material estudado.

Durante o ciclo de indentação o tempo de carregamento típico foi de  $15 \text{ s}$ , de  $15 \text{ s}$  para o descarregamento e entre o ciclo de carregamento e descarregamento a carga é mantida constante por um período de  $10 \text{ s}$ .

A determinação da dureza e do módulo de elasticidade reduzido foi determinada pelo método de Oliver e Pharr [1] (descrito na seção 2.4, p.45).

Com a utilização do programa *TestWorks® 4* da *MTS Systems Corporation*, os coeficientes da **Equação 54**, p.69-70, são ajustados, pois da literatura [1], a dureza e o módulo de elasticidade da sílica são iguais a  $71,7 \text{ GPa}$  e  $9,0 \text{ GPa}$  respectivamente.

Apresenta-se na **Figura 36** o comportamento do módulo de elasticidade  $E_r$  e da dureza  $H$  em função da profundidade de contato  $h_c$ , obtidos através dos dados gerados de um ensaio de indentação instrumentada realizado com ponta Berkovich no padrão sílica fundida obtendo-se uma dureza média de  $9,0 \text{ GPa}$  e módulo de elasticidade esperado de  $72 \text{ GPa}$ .



**Figura 36** – Comportamento do módulo de elasticidade e da dureza em função da profundidade de contato. Fonte: Crédito da imagem a Alexandre Mikowski.

Foram utilizadas três pontas triangulares do tipo Berkovich modificada. Os dados gerados nos ensaios são os valores das cargas aplicadas em função das profundidades de penetração nos ciclos de carregamento-descarregamento.

Para este exemplo de calibração, da **Figura 36**, foram efetuadas 100 indentações com cinco ciclos de carregamento-descarregamento e a função área de contato ajustada foi:

$$A_c(h_c) = 24,5 \cdot h_c^2 + 350 \cdot h_c \quad (71)$$

Denominada de Berko3 esta ponta foi utilizada para o teste do vidro lixado.

Em outro momento, troca de ponta, nova calibração:

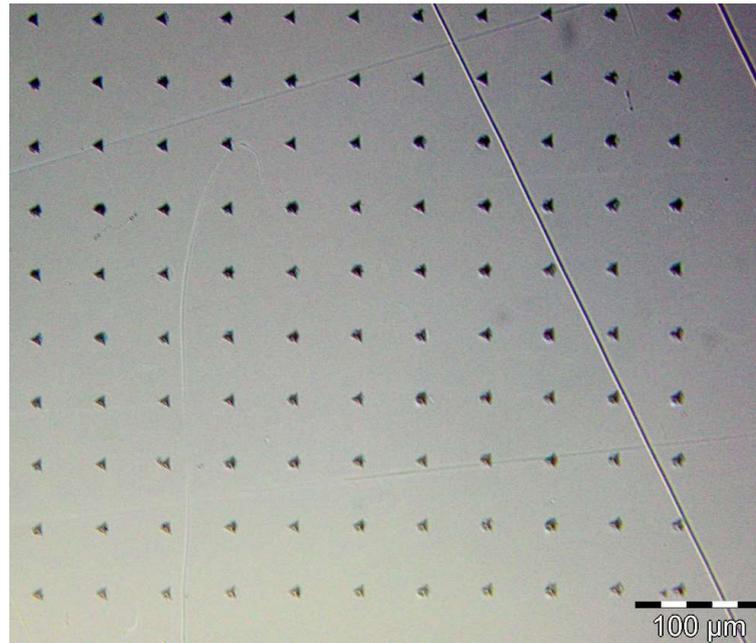
$$A_c(h_c) = 24,5 \cdot h_c^2 + 300 \cdot h_c + 1400 \cdot h_c^{2^{-1}} \quad (72)$$

Chamada de Berko4 esta ponta foi utilizada nas amostras de grafite.

Novamente, substituição de ponta:

$$A_c(h_c) = 24,5 \cdot h_c^2 + 300 \cdot h_c \quad (73)$$

A ponta rotulada de Berko8 foi utilizada para indentar as amostras de policarbonato e da sílica cujo registro está na **Tabela 14** e impressões residuais são observadas na **Figura 37**.



**Figura 37** – Matriz das indentações da sílica com ampliação de 200 vezes por microscopia óptica.

Fonte: LaCEM - PUCPR.

Para complementar as informações dos resultados obtidos dos ensaios mecânicos de indentação, as técnicas de microscopia foram utilizadas neste trabalho. As informações investigadas foram: visualização da superfície da amostra antes do ensaio mecânico, visualização da impressão residual deixada pelo indentador, verificação de fraturas ocorridas nas indentações e levantamento da rugosidade média superficial do material. E também, da imagem da ponta utilizada nos testes de indentação instrumentada.

Neste trabalho foi utilizado o microscópio óptico *Olympus* modelo BX-60 [46] instalado no Laboratório de Caracterização e Ensaio de Materiais da PUCPR – LaCEM, ver **Figura 38**. O equipamento opera nos modos de transmissão e reflexão, e possui um conjunto de polarizadores para melhor visualização das imagens. Através de uma câmera acoplada ao microscópio e conectada a um computador, as imagens foram capturadas e digitalizadas com a utilização do programa *analySIS 5.1* da *Olympus*.



**Figura 38** – Microscópio óptico *Olympus* modelo BX-60.

Fonte: LaCEM – PUCPR – crédito da foto ao Projeto Revespetro.

A **Figura 39** mostra a imagem da impressão residual da amostra primeira indentação realizada na sílica, das 110 realizadas com a ponta Berko8, com a finalidade de calibrar o equipamento e estabelecer uma base de dados. A imagem está com ampliação de 2500 vezes e área de contato projetada na superfície foi determinada com o auxílio do programa *analySIS* 5.1 e apresentou área de contato na superfície de 45.491.231,92 nm<sup>2</sup>. As arestas foram interpretadas. E também é possível observar fraturas radiais.



**Figura 39** – Impressão residual da Amostra #1 de sílica com ampliação de 2500 vezes por microscopia óptica auxiliada pelo programa *analySIS* 5.1.

Fonte: LaCEM - PUCPR.

Para a visualização mais detalhada da superfície e das impressões residuais, foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura (SEM). A principal vantagem é que a profundidade de campo é maior, obtendo imagens com melhor resolução, o que é fundamental para a análise das fraturas. Neste trabalho foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura *Jeol* modelo JSM-6360LV [47] instalado no Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR, ver **Figura 40**. Imagens com o feixe de elétrons secundários e elétrons retroespalhados foram obtidas. Exemplos de imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (SEM) no trabalho são da ponta Berkovich (**Figura 35**) utilizadas nos ensaios de nanoindentação instrumentada e na amostra de vidro lixado (**Figura 55**).



**Figura 40** – Microscópio eletrônico de varredura *Jeol* JSM 6360LV.

Fonte: CME – UFPR – crédito da foto à Mariane Mendonça.

Informações quantitativas da rugosidade média dos materiais investigados foram obtidas pela técnica de microscopia de força atômica (AFM) (ver **Figura 54**). Neste trabalho foi utilizado o microscópio de força atômica *Shimadzu* modelo SPM-9500J3 [48] instalado no Laboratório de Microscopia de Força Atômica do Departamento de Física da UFPR, ver **Figura 41**.

As imagens topográficas tridimensionais foram obtidas nos modos contato e dinâmico.

Através de análises das imagens utilizando o programa SPM-9500.



**Figura 41** – Microscópio de força atômica *Shimadzu SPM 9500*.

Fonte: CME – UFPR – crédito da foto à Mariane Mendonça.

### 3.2.4 Amostragem

Nas expressões analíticas foram simulados resultados de carga máxima, rigidez elástica do contato e área da superfície projetada na superfície, bem como rodados os valores colhidos no indentador, através de subamostras redefinidas em novos tamanhos, isto é:  $n = 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, todas$ , gerando para cada espécime pelo menos dezessete novas amostras, comparadas uma a uma com resultados anteriores.

O processo de tratamentos dos dados foi considerado sob três aspectos:

- a) Da escolha aleatória dos elementos para compor a nova amostra;
- b) Da escolha sistemática por classificação crescente da profundidade de contato, e coleta ordenada dos elementos para compor a nova amostra;
- c) Escolha sistemática por ordem do registro da indentação na composição da nova amostra. [Classificação da técnica: Amostragem Sistemática]

Foi optado pelo último aspecto (de usar na ordem do teste) pela comodidade de:

- a) Relacionar-se diretamente com a qualificação da variável;
- b) Facilidade no controle, e;
- c) Possível identificação de outros fenômenos relacionados à sequência.

Para a maior amostra foram executados testes para avaliar a normalidade dos dados e ajustes a distribuições de probabilidades (Gauss e Weibull) e após análise foi considerado que as variáveis influentes para o modelo proposto seguem a forma Gaussiana.

### 3.3 CONSIDERAÇÕES PARA O CAPÍTULO 3

Em resumo, apresenta-se na **Tabela 1**, para as pontas Berkovich utilizadas, a ordem das matrizes de indentações realizadas, a quantidade de amostras válidas, as cargas empregadas, as técnicas experimentais aplicadas sequencialmente, indicando por: IIT: Teste de indentação instrumentada; OM: microscopia óptica; AFM: microscopia de força atômica; SEM: microscopia eletrônica de varredura; e o local da base de dados.

**Tabela 1** – Resumo das especificações técnicas dos experimentos.

Material	Ponta	Matriz	Válidas	Carga ( mN )	Técnicas	Referência
Sílica	Berko8	10x11	110	400	IIT-OM	<b>Tabela 14</b>
Vidro	Berko3	10x10	100	250	IIT-AFM-SEM	<b>Tabela 15</b>
Policarbonato	Berko8	10x11	95	400	IIT-OM	<b>Tabela 16</b>
Grafite	Berko4	10x10	98	10	OM-SEM- IIT-SEM- OM	<b>Tabela 17</b>
Grafite	Berko4	10x10	99	40	OM-SEM- IIT-SEM- OM	<b>Tabela 18</b>

Fonte: Krupechacke (2014).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo apresenta-se a construção das expressões de propagação de erros, sua validação, comparação, simulação e aplicação com a metodologia proposta, e por fim, a construção das expressões da propagação de erros para a área de contato na superfície para diversas geometrias de pontas de indentadores. Com o desígnio de inovação e pesquisa há a implicação de demonstrações matemáticas pertinentes ao estudo.

### 4.1 CONSTRUÇÃO DAS EXPRESSÕES DE PROPAGAÇÃO DE ERROS – METODOLOGIA PROPOSTA

#### 4.1.1 Módulo de elasticidade reduzido

O módulo de elasticidade reduzido  $E_r$  é um funcional de  $S$  e  $A_c$ .

$$\underbrace{E_r}_{\text{Notação}} = \underbrace{E_r(S, A_c)}_{\text{Apresentação}} = \underbrace{\frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}}}_{\text{Definição}} + E_{r0} \stackrel{\Delta}{=} \begin{cases} E_{r0} = \beta_{E_r} \text{ (constante)} \\ S = \left[ \frac{d}{dh} P(h) \right] \Big|_{h=h_{\max}} \\ A_c = A_c(h_c) \end{cases} \quad (74)$$

*Fundamentação*

Aplicando o operador valor esperado  $\mu_{(\cdot)}$  simultaneamente na *Notação* e na *Definição*, tem-se que **o valor esperado para o módulo de elasticidade reduzido** é dado por:

$$\mu_{E_r} = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{\mu_S}{\sqrt{\mu_{A_c}}} + \beta_{E_r} \quad (75)$$

Destacando:

$\mu_{E_r}$  : valor esperado para o módulo de elasticidade reduzido;

$\mu_S$  : valor esperado da rigidez elástica no contato;

$\mu_{A_c}$  : valor esperado da área de contato projetada na superfície;

$\beta_{E_r}$  : valor identificado para o erro sistemático do módulo de elasticidade reduzido.

O **valor relativo do erro sistemático identificado** para o módulo de elasticidade reduzido:

$$\beta_{E_r} \% = \frac{\beta_{E_r}}{\mu_{E_r}} \quad (76)$$

A metodologia proposta foi estruturada na transferência da incerteza (seção 2.1.6, p.29), delimitada da aproximação linear dada pelas derivadas parciais das variáveis influentes (de entrada) (seção 2.1.7, p.31) e (seção 3.1.1, p.77). Pode-se determinar a **variância do módulo de elasticidade reduzido** por:

$$\sigma_{E_r}^2 = \left( \frac{\partial E_r}{\partial S} \right)^2 \cdot \sigma_S^2 + \left( \frac{\partial E_r}{\partial A_c} \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \frac{\partial E_r}{\partial S} \cdot \frac{\partial E_r}{\partial A_c} \cdot \sigma_{SA_c} \quad (77)$$

#### **Demonstração para a propagação do erro do módulo de elasticidade reduzido**

Da *Apresentação* indicando as variáveis influentes do funcional do módulo de elasticidade reduzido  $E_r = E_r(S, A_c)$  determinam-se então suas derivadas parciais em relação as suas variáveis influentes:

$$\frac{\partial E_r}{\partial S} = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{1}{\sqrt{A_c}} = \frac{E_r}{S} \quad (78)$$

$$\frac{\partial E_r}{\partial A_c} = -\frac{\sqrt{\pi} \cdot S}{4 \cdot \beta \cdot A_c \cdot \sqrt{A_c}} = -\frac{1}{2} \cdot \frac{E_r}{A_c} \quad (79)$$

Da expressão da propagação do erro definida:

$$\sigma_{E_r}^2 = \left( \frac{\partial}{\partial S} E_r \right)^2 \cdot \sigma_S^2 + \left( \frac{\partial}{\partial A_c} E_r \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \left( \frac{\partial}{\partial S} E_r \right) \cdot \left( \frac{\partial}{\partial A_c} E_r \right) \cdot \sigma_{SA_c}$$

Inserindo as derivadas parciais, tem-se:

$$\sigma_{E_r}^2 = \left( \frac{E_r}{S} \right)^2 \cdot \sigma_S^2 + \left( -\frac{1}{2} \cdot \frac{E_r}{A_c} \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \left( \frac{E_r}{S} \right) \cdot \left( -\frac{1}{2} \cdot \frac{E_r}{A_c} \right) \cdot \sigma_{SA_c}$$

Isolando o  $(E_r)^2$ :

$$\sigma_{E_r}^2 = (E_r)^2 \cdot \left[ \left( \frac{\sigma_S}{S} \right)^2 + \left( -\frac{1}{2} \right)^2 \cdot \left( \frac{\sigma_{A_c}}{A_c} \right)^2 + 2 \cdot \left( -\frac{1}{2} \right) \cdot \left( \frac{\sigma_{SA_c}}{S \cdot A_c} \right) \right]$$

A expressão final fica:

$$\left(\frac{\sigma_{E_r}}{E_r}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_S}{S}\right)^2 + \frac{I}{4} \cdot \left(\frac{\sigma_{A_c}}{A_c}\right)^2 - \left(\frac{\sigma_{SA_c}}{S \cdot A_c}\right)$$

Aplicando o operador valor esperado  $\mu(\cdot)$ :

$$\left(\frac{\sigma_{E_r}}{\mu_{E_r}}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_S}{\mu_S}\right)^2 + \frac{I}{4} \cdot \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2 - \left(\frac{\sigma_{SA_c}}{\mu_S \cdot \mu_{A_c}}\right)$$

Destacando:

$\mu_{E_r}$ : é o módulo de elasticidade reduzido esperado,  $[\mu_{E_r}] = \text{GPa}$ ;

$\mu_S$ : é a rigidez elástica do contato esperada,  $[\mu_S] = \frac{\text{N}}{\text{m}}$ ;

$\mu_{A_c}$ : é a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\sigma_{E_r}$ : é o desvio padrão do módulo de elasticidade reduzido,  $[\sigma_{E_r}] = \text{GPa}$ ;

$\sigma_{A_c}$ : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\sigma_S$ : é o desvio padrão da rigidez elástica do contato,  $[\sigma_S] = \frac{\text{N}}{\text{m}}$ ;

$\sigma_{SA_c}$ : é a covariância entre a rigidez elástica do contato e a área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{SA_c}] = \frac{\text{N}}{\text{m}} \cdot \text{nm}^2$ ;

$\beta_{E_r}$ : é erro sistemático identificado para o módulo de elasticidade reduzido,  $[\beta_{E_r}] = \text{GPa}$ ;

$\beta_{E_r} \%$ : valor relativo do erro sistemático identificado para o módulo de elasticidade reduzido,  $[\beta_{E_r} (\%)] = \%$ .

Logo, a propagação do erro relativo do módulo de elasticidade reduzido é dada por:

$$\left(\frac{\sigma_{E_r}}{\mu_{E_r}}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_S}{\mu_S}\right)^2 + \frac{I}{4} \cdot \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2 - \left(\frac{\sigma_{SA_c}}{\mu_S \cdot \mu_{A_c}}\right) \quad (80)$$

O valor do **desvio padrão para o módulo de elasticidade reduzido** é dado por:

$$\sigma_{E_r} = \mu_{E_r} \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_S}{\mu_S}\right)^2 + \frac{I}{4} \cdot \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2 - \left(\frac{\sigma_{SA_c}}{\mu_S \cdot \mu_{A_c}}\right)} \quad (81)$$

A expressão analítica para o módulo de elasticidade reduzido é:

$$PR \left( E_r : \left[ \left[ \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{\mu_S}{\sqrt{\mu_{A_c}}} \right] \cdot \left[ [1 + \beta_{E_r} \%] \pm k_\alpha \cdot \sqrt{\left( \frac{\sigma_S}{\mu_S} \right)^2 + \frac{1}{4} \cdot \left( \frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}} \right)^2 - \left( \frac{\sigma_{SA_c}}{\mu_S \cdot \mu_{A_c}} \right)} \right] \right] \right) \text{ GPa} \quad (82)$$

A precisão requerida  $PR(E_r(S, A_c): \mu_{E_r} \cdot [(1 + \beta_{E_r} \%) \pm k_\alpha \cdot \sigma_{E_r}])$  GPa para a expressão proposta do módulo de elasticidade reduzido, para um número estabelecido de indentações ( $n > 2$ ), o fator de correção para a ponta Berkovich usual é  $\beta = 1,034$ , com precisão requerida para a maioria dos dados, no comportamento populacional, ou seja, para o mesmo material, é arbitrado  $k_\alpha = 1$ , que teoricamente corresponde pelo menos 68% dos dados para o  $E_r$ . Os demais valores são dados de entrada para a determinação do valor mais provável de  $E_r$ , são as médias aritméticas e os desvios padrão da área projetada na superfície de contato e da rigidez elástica do contato, bem como a covariância entre  $S$  e  $A_c$ .

#### 4.1.2 Dureza

A dureza  $H$  é um funcional de  $P_{max}$  e  $A_c$ , definido por:

$$\underbrace{\underline{H}}_{\text{Notação}} = H(\underbrace{P_{max}, A_c}_{\text{Apresentação}}) = \underbrace{\frac{P_{max}}{A_c}}_{\text{Definição}} + H_0 \stackrel{\Delta}{=} \underbrace{\begin{cases} H_0 = \beta_H \text{ (constante)} \\ P = P(h) = \alpha \cdot h^m \\ A_c = A_c(h_c) \end{cases}}_{\text{Fundamentação}} \quad (83)$$

Analogamente, aplicando o operador valor esperado  $\mu(\cdot)$  simultaneamente na *Notação* e na *Definição*, tem-se **valor esperado para a dureza** dado por:

$$\mu_H = \frac{\mu_{P_{max}}}{\mu_{A_c}} + \beta_H \quad (84)$$

Destacando:

$\mu_H$  : valor esperado para a dureza;

$\mu_{A_c}$  : valor esperado da área de contato projetada na superfície;

$\mu_{P_{max}}$  : valor esperado da carga máxima;

$\beta_H$  : valor esperado sistemático identificado para a dureza.

O valor relativo do erro sistemático identificado para a dureza:

$$\beta_H \% = \frac{\beta_H}{\mu_H} \quad (85)$$

Da metodologia proposta (seção 3.1.1, p.77) estruturada na transferência da incerteza (seção 2.1.6, p.29), delineada da aproximação linear dada pelas derivadas parciais das variáveis de entrada (seção 2.1.7, p.31), pode-se determinar a **variância da dureza** por:

$$\sigma_H^2 = \left( \frac{\partial H}{\partial P_{max}} \right)^2 \cdot \sigma_{P_{max}}^2 + \left( \frac{\partial H}{\partial A_c} \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \frac{\partial H}{\partial P_{max}} \cdot \frac{\partial H}{\partial A_c} \cdot \sigma_{P_{max}A_c} \quad (86)$$

### Demonstração da expressão de propagação de erro para a dureza

Da *Apresentação* indicando as variáveis influentes do funcional da dureza  $H = H(P_{max}, A_c)$  então suas derivadas parciais em relação as suas variáveis influentes são:

$$\frac{\partial H}{\partial P_{max}} = \frac{1}{A_c} = \frac{H}{P_{max}} \quad (87)$$

$$\frac{\partial H}{\partial A_c} = -\frac{P_{max}}{(A_c)^2} = -\frac{H}{A_c} \quad (88)$$

Aplicando a teoria dos erros, tem-se a determinação da expressão da propagação do erro para a dureza:

$$\sigma_H^2 = \left( \frac{\partial}{\partial P_{max}} H \right)^2 \cdot \sigma_{P_{max}}^2 + \left( \frac{\partial}{\partial A_c} H \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \left( \frac{\partial}{\partial P_{max}} H \right) \cdot \left( \frac{\partial}{\partial A_c} H \right) \cdot \sigma_{P_{max}A_c}$$

Substituindo as derivadas parciais, tem-se:

$$\sigma_H^2 = \left( \frac{H}{P_{max}} \right)^2 \cdot \sigma_{P_{max}}^2 + \left( -\frac{H}{A_c} \right)^2 \cdot \sigma_{A_c}^2 + 2 \cdot \left( \frac{H}{P_{max}} \right) \cdot \left( -\frac{H}{A_c} \right) \cdot \sigma_{P_{max}A_c}$$

Isolando  $(H)^2$ :

$$\sigma_H^2 = (H)^2 \cdot \left( \frac{\sigma_{P_{max}}}{P_{max}} \right)^2 + (H)^2 \cdot \left( -\frac{\sigma_{A_c}}{A_c} \right)^2 + 2 \cdot (H)^2 \cdot \left( -\frac{\sigma_{P_{max}A_c}}{P_{max} \cdot A_c} \right)$$

A expressão final fica:

$$\left( \frac{\sigma_H}{H} \right)^2 = \left( \frac{\sigma_{P_{max}}}{P_{max}} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_{A_c}}{A_c} \right)^2 - 2 \cdot \left( \frac{\sigma_{P_{max}A_c}}{P_{max} \cdot A_c} \right)$$

Aplicando o operador valor esperado  $\mu(\cdot)$ :

$$\left(\frac{\sigma_H}{\mu_H}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_{P_{max}}}{\mu_{P_{max}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2 - 2 \cdot \left(\frac{\sigma_{P_{max}A_c}}{\mu_{P_{max}} \cdot \mu_{A_c}}\right)$$

Destacando:

$\mu_H$  : é a dureza esperada,  $[\mu_H] = \text{GPa}$  ;

$\mu_{P_{max}}$  : é a carga máxima esperada,  $[\mu_{P_{max}}] = \text{mN}$  ;

$\mu_{A_c}$  : é a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$  ;

$\sigma_H$  : é desvio padrão da dureza,  $[\sigma_H] = \text{GPa}$  ;

$\sigma_{P_{max}}$  : é o desvio padrão para carga máxima,  $[\sigma_{P_{max}}] = \text{mN}$  ;

$\sigma_{A_c}$  : é o desvio padrão para a área de contato projetada,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$  ;

$\sigma_{P_{max}A_c}$  : é a covariância entre carga máxima e área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{P_{max}A_c}] = \text{mN} \cdot \text{nm}^2$  .

$\beta_H$  : é um erro sistemático identificado para a dureza,  $[\beta_H] = \text{GPa}$  ;

$\beta_H \%$  : valor relativo do erro sistemático identificado para a dureza,  $[\beta_H \%] = \%$  .

A propagação do erro relativo da dureza é definida por:

$$\left(\frac{\sigma_H}{\mu_H}\right)^2 = \left(\frac{\sigma_{P_{max}}}{\mu_{P_{max}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2 - 2 \cdot \left(\frac{\sigma_{P_{max}A_c}}{\mu_{P_{max}} \cdot \mu_{A_c}}\right) \quad (89)$$

O valor do **desvio padrão da dureza** é dado por:

$$\sigma_H = \mu_H \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_{P_{max}}}{\mu_{P_{max}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2 - 2 \cdot \left(\frac{\sigma_{P_{max}A_c}}{\mu_{P_{max}} \cdot \mu_{A_c}}\right)} \quad (90)$$

A expressão analítica para a dureza é representada por:

$$PR \left( H: \left( \left[ \frac{\mu_{P_{max}}}{\mu_{A_c}} \right] \cdot \left[ [1 + \beta_H \%] \pm k_\alpha \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_{P_{max}}}{\mu_{P_{max}}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2 - 2 \cdot \left(\frac{\sigma_{P_{max}A_c}}{\mu_{P_{max}} \cdot \mu_{A_c}}\right)} \right] \right) \right) \text{ GPa} \quad (91)$$

A precisão requerida  $PR(H(P_{max}, A_c): (\mu_H \cdot [(1 + \beta_H \%) \pm k_\alpha \cdot \sigma_H]))$  GPa para a expressão proposta da dureza para um número estabelecido de indentações ( $n > 2$ ), com precisão requerida para a maioria dos dados, no comportamento populacional, ou seja, para o mesmo material, é arbitrado  $k_\alpha = 1$ , que teoricamente corresponde pelo menos 68% dos dados para o  $H$ . Os demais valores são entrados para a determinação do valor mais

provável de  $H$ , são as médias aritméticas e os desvios padrão da área projetada na superfície de contato e da carga máxima, bem como a covariância entre  $P_{max}$  e  $A_c$ .

#### 4.1.3 Variáveis de entrada

As variáveis de entrada podem ser determinadas pela forma convencional da Estatística Descritiva, desconsiderando o fator de correção do tamanho da amostra para as variâncias e covariância.

Por exemplo:

$$\underbrace{W}_{\text{Notação}} = \underbrace{W(X, Y)}_{\text{Apresentação}} = \underbrace{\frac{a \cdot X}{b \cdot Y} + c}_{\text{Definição}} \stackrel{\Delta}{=} \underbrace{\left\{ \begin{array}{l} a, b, c: \text{constantes} \\ b \neq 0 \end{array} \right.}_{\text{Fundamentação}}$$

$$PR \left[ W: \left[ \left[ \frac{a}{b} \cdot \frac{\mu_X}{\mu_Y} \right] \cdot \left[ \left( 1 + \frac{c}{\mu_W} \right) \pm k \cdot \sqrt{\left( \frac{\sigma_X}{\mu_X} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_Y}{\mu_Y} \right)^2 - 2 \cdot \left( \frac{\sigma_{XY}}{\mu_X \cdot \mu_Y} \right)} \right] \right] \right]$$

As médias aritméticas das variáveis influentes (variáveis de entrada) expressas na *Apresentação* do funcional são:

$$\left. \begin{array}{l} \mu_X = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i \\ \mu_Y = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n y_i \end{array} \right\} \text{ e estabelecem: } \mu_W = \frac{a}{b} \cdot \frac{\mu_X}{\mu_Y} + c$$

As variâncias e a covariância entre as variáveis influentes do funcional são:

$$\left. \begin{array}{l} \sigma_X^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu_X)^2}{n} \\ \sigma_Y^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \mu_Y)^2}{n} \\ \sigma_{XY} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu_X) \cdot (y_i - \mu_Y)}{n} \end{array} \right\} \text{ idem: } \sigma_W = \mu_W \cdot \sqrt{\left( \frac{\sigma_X}{\mu_X} \right)^2 + \left( \frac{\sigma_Y}{\mu_Y} \right)^2 - 2 \cdot \left( \frac{\sigma_{XY}}{\mu_X \cdot \mu_Y} \right)}$$

Executadas as operações e a substituições é apresentando sob a forma da propagação requerida:

$$PR \left[ W : \left[ \underbrace{\frac{a}{b} \cdot \frac{\mu_X}{\mu_Y}}_{\mu_W} \right] \cdot \left[ \underbrace{1 + \frac{c}{\mu_W}}_{[Relativo]} \right] \pm k_\alpha \cdot \underbrace{\sqrt{\underbrace{\left( \frac{\sigma_X}{\mu_X} \right)^2}_{Efeito\ de\ X} + \underbrace{\left( \frac{\sigma_Y}{\mu_Y} \right)^2}_{Efeito\ de\ Y} - 2 \cdot \underbrace{\left( \frac{\sigma_{XY}}{\mu_X \cdot \mu_Y} \right)}_{Efeito\ de\ X \cap Y}}_{\sigma_{W\%}} \right]}_{[Relativo]} \right]$$

O efeito da variável  $X$  corresponde ao  $\% \cdot \sigma_{W\%}^2$ .

Tem-se então, a probabilidade de ocorrência pelo intervalo de confiança:

$$P \left[ W : \underbrace{\mu_W}_{Média} \pm k_\alpha \cdot \underbrace{\mu_W \cdot \sigma_{W\%}}_{Desvio\ Padrão} \right] = P \left[ \underbrace{\mu_W - k_\alpha \cdot \mu_W \cdot \sigma_{W\%}}_{[Absoluto]} \leq W \leq \underbrace{\mu_W + k_\alpha \cdot \mu_W \cdot \sigma_{W\%}}_{[Absoluto]} \right] = 1 - \alpha$$

Se o fator de abrangência for  $k_\alpha = 1$ , tem-se que a maioria dos valores pertence ao intervalo.

Se o fator de abrangência for estabelecido para a distribuição por amostragem, então,  $k_\alpha = \xi(n)$  e é considerando o tamanho da amostra e o intervalo é estabelecido por:

$$P \left[ W : \mu_W \pm \xi(n) \cdot \sigma_W \right] = P \left[ \mu_W - \xi(n) \cdot \sigma_W \leq W \leq \mu_W + \xi(n) \cdot \sigma_W \right] = 1 - \alpha$$

A incerteza padrão (conforme seção 2.1.4, p.28) é dada a partir da distribuição por amostragem. Não se indica o uso de  $\xi(n)$ , exceto no conhecimento pleno e ao acesso (mesmo que teórico) de todas as amostras possíveis para justificar o modelo [9].

#### 4.1.4 Cálculo das variáveis de entrada

Para cada material analisado foi constituída uma tabela que resume as variáveis influentes (variáveis de entrada) para a metodologia proposta divididos em três blocos. O 1º Bloco (SD) apresenta a Estatística Descritiva com: o tamanho  $n(\#)$ , a média  $\mu(\cdot)$ , a variância  $\sigma^2(\cdot)$ , o coeficiente de variação  $\zeta(\cdot)$ , o coeficiente de curtose  $\gamma_2(\cdot)$  e o coeficiente de assimetria  $\gamma_1(\cdot)$ ; O 2º Bloco ( $\Sigma$ ) da Matriz Sigma que determina a Matriz de Covariâncias entre as variáveis; E, o 3º Bloco ( $R$ ) da Matriz R que determina os coeficientes de correlação entre as variáveis. [Detalhes **Apêndice D**]

## 4.1.4.1 Sílica

**Tabela 2** – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para a sílica.

SD	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$n$ (#)	110	110	110	110	110
$\mu(\cdot)$	1.908,91	1.346,66	404,76	44.837.100,09	539.900,17
$\sigma^2(\cdot)$	209,68	102,71	54,54	453.545.106.709,82	43.680.507,95
$\zeta(\cdot)$	0,76%	0,75%	1,82%	1,50%	1,22%
$\gamma_2(\cdot)$	-0,13	0,04	-0,25	0,07	-0,17
$\gamma_1(\cdot)$	0,58	0,67	0,41	0,68	0,48

$\Sigma$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	209,68	137,12	101,57	9.112.367,39	65.542,19
$h_c$ (nm)	137,12	102,71	67,08	6.825.237,03	56.234,02
$P_{max}$ (mN)	101,57	67,08	54,54	4.457.640,34	39.516,01
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	9.112.367,39	6.825.237,03	4.457.640,34	453.545.106.709,25	3.735.752.495,58
$S$ (N/m)	65.542,19	56.234,02	39.516,01	3.735.752.495,58	43.680.507,95

$R$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	1,00	0,93	0,95	0,93	0,68
$h_c$ (nm)	0,93	1,00	0,90	1,00	0,84
$P_{max}$ (mN)	0,95	0,90	1,00	0,90	0,81
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	0,93	1,00	0,90	1,00	0,84
$S$ (N/m)	0,68	0,84	0,81	0,84	1,00

Fonte: Krupechacke (2014).

Do resumo de dados apresentados para a sílica observa-se baixo coeficiente de variação  $\zeta(\cdot) \rightarrow 0$  e alto coeficiente de correlação  $r \rightarrow 1$  entre as variáveis. Para a sílica, provavelmente pelas condições ideais: elemento isotrópico com a superfície testada possivelmente bem polida apresenta-se forte associação linear direta entre si, para a faixa de dados disponíveis, indicado pelo alto grau de variação conjunta entre as variáveis influentes. Os coeficientes de assimetria e curtose também indicam o comportamento gaussiano das variáveis de entrada.

## 4.1.4.2 Vidro lixado

**Tabela 3** – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para o vidro lixado.

SD	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$n$ (#)	100	100	100	100	100
$\mu(\cdot)$	543,66	445,46	25,21	5.363.303,61	194.678,11
$\sigma^2(\cdot)$	13.240,69	14.111,02	0,04	10.852.397.204.314,30	524.900.225,65
$\zeta(\cdot)$	21,17%	26,67%	0,80%	61,42%	11,77%
$\gamma_2(\cdot)$	7,27	7,51	2,59	19,11	6,99
$\gamma_i(\cdot)$	1,44	1,58	1,30	3,72	2,25

$\Sigma$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	13.240,69	13.630,98	2,73	362.170.306,40	1.088.612,36
$h_c$ (nm)	13.630,98	14.111,02	3,20	376.668.383,72	1.301.349,01
$P_{max}$ (mN)	2,73	3,20	0,04	84.767,19	1.429,55
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	362.170.306,4	376.668.383,7	84.767,2	10.852.397.204.314,3	38.762.395.241,5
$S$ (N/m)	1.088.612,36	1.301.349,01	1.429,55	38.762.395.241,52	524.900.225,65

$R$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	1,00	1,00	0,12	0,96	0,41
$h_c$ (nm)	1,00	1,00	0,13	0,96	0,48
$P_{max}$ (mN)	0,12	0,13	1,00	0,13	0,31
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	0,96	0,96	0,13	1,00	0,51
$S$ (N/m)	0,41	0,48	0,31	0,51	1,00

Fonte: Krupechacke (2014).

No vidro lixado observa-se que o coeficiente de variação é disperso. É baixo somente para a carga máxima aplicada (variável controlada). O coeficiente de correlação entre as variáveis também é baixo, a área de contato na superfície foi a que demonstrou maior variação relativa entre as outras variáveis influentes e de menor correlação entre a carga máxima e a área de contato projetada na superfície. Os índices demonstram que o aumento da rugosidade na superfície provoca uma alta heterogeneidade na área de contato, e reduz significativamente a sua influência entre os pares relacionados. A alta variação da área de contato projetada na superfície, a valores “irreais” é indicativo da influência de

um erro associado à rugosidade. O coeficiente de curtose alto, principalmente para a área de contato projetada na superfície reforça a influência da rugosidade da superfície. O coeficiente de assimetria positivo para a área de contato projetada na superfície indica que a sua média encontrada é maior do que realmente deveria ser, portanto, provavelmente subestimando o módulo de elasticidade reduzido e a dureza.

#### 4.1.4.3 Policarbonato

**Tabela 4** – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para o policarbonato.

SD	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$n$ (#)	95	95	95	95	95
$\mu(\cdot)$	11.771,55	10.084,98	408,61	2.447.403.876,30	181.697,23
$\sigma^2(\cdot)$	10.859,87	9.970,17	22,07	2.293.383.423.778.900,00	1.459.749,20
$\zeta(\cdot)$	0,89%	0,99%	1,15%	1,96%	0,66%
$\gamma_2(\cdot)$	6,74	7,60	2,09	7,29	1,22
$\gamma_1(\cdot)$	-1,86	-2,16	0,90	-2,09	0,66

$\Sigma$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	10.859,87	10.370,76	229,80	4.975.947.054,94	49.198,25
$h_c$ (nm)	10.370,76	9.970,17	188,89	4.781.504.563,95	40.585,32
$P_{max}$ (mN)	229,80	188,89	22,08	91.802.943,09	5.382,89
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	4.975.947.055	4.781.504.564	91.802.943	2.293.383.423.780.860	19.750.558.957
$S$ (N/m)	49.198,25	40.585,32	5.382,89	19.750.558.956,69	1.459.749,20

$R$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	1,00	1,00	0,47	1,00	0,39
$h_c$ (nm)	1,00	1,00	0,40	1,00	0,34
$P_{max}$ (mN)	0,47	0,40	1,00	0,41	0,95
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	1,00	1,00	0,41	1,00	0,34
$S$ (N/m)	0,39	0,34	0,95	0,34	1,00

Fonte: Krupechacke (2014).

Do resumo de dados apresentados para o policarbonato observa-se baixo coeficiente de variação (homogeneidade elevada) e de baixo a moderado para os coeficientes de correlação entre as variáveis influentes, exceto para a carga máxima

relacionada com a rigidez elástica do contato, indicando alta relação entre essas variáveis influentes. É conhecido o processo de *sink-in* para o policarbonato por microscopia óptica, e justamente as variáveis que justificam o processo: profundidade de contato, carga máxima e rigidez elástica do contato contêm índices de correlação de baixos a moderados quando relacionadas. O policarbonato teve coeficientes de curtose elevados indicando a variação da superfície do material. A assimetria negativa para área de contato projetada na superfície implica em estabelecer que seu valor encontrado seja inferior ao esperado, portanto, subestimando o módulo de elasticidade reduzido e a dureza.

#### 4.1.4.4 Grafite testado a uma carga de 1 mN

**Tabela 5** – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para o grafite carga 1 mN.

SD	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$n$ (#)	98	98	98	98	98
$\mu(\cdot)$	174,20	109,59	1,02	340.741,48	11.833,10
$\sigma^2(\cdot)$	318,02	370,23	0,0002	18.195.585.670,32	151.284,63
$\zeta(\cdot)$	10,24%	17,56%	1,21%	39,59%	3,29%
$\gamma_2(\cdot)$	7,87	7,85	2,13	8,73	5,39
$\gamma_i(\cdot)$	2,96	2,97	0,62	3,13	1,23

$\Sigma$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	318,02	341,99	-0,01	2.393.751,28	4.581,9
$h_c$ (nm)	341,99	370,23	-0,02	2.590.693,04	5.331,66
$P_{max}$ (mN)	-0,01	-0,02	0,02	-139,50	0,71
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	2.393.751,28	2.590.693,04	-139,50	18.195.585.670,32	37.209.400,50
$S$ (N/m)	4.581,99	5.331,66	0,71	37.209.400,50	151.284,63

$R$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	1,00	1,00	-0,06	1,00	0,66
$h_c$ (nm)	1,00	1,00	-0,08	1,00	0,71
$P_{max}$ (mN)	-0,06	-0,08	1,00	-0,08	0,15
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	1,00	1,00	-0,08	1,00	0,71
$S$ (N/m)	0,66	0,71	0,15	0,71	1,00

Fonte: Krupechacke (2014).

Do resumo de dados apresentados para o grafite testados à carga de 1 mN observa-se considerável coeficiente de variação e baixo coeficiente de correlação entre as variáveis. O grafite submetido à carga de 1 mN tem coeficiente de curtose elevada para a área de contato na superfície indicando variação da superfície. Como a superfície era supostamente plana, entende-se então a possibilidade da superfície se alterar durante o processo de fratura ou propagação de trinca no local da indentação.

#### 4.1.4.5 Grafite testado a uma carga de 4 mN

**Tabela 6** – Estatística Descritiva, Matriz Sigma e Matriz R para o grafite carga 4 mN.

SD	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$n$ (#)	99	99	99	99	99
$\mu(\cdot)$	689,08	587,92	4,06	8.376.949,12	30.389,05
$\sigma^2(\cdot)$	11.074,90	12.960,03	0,0033	9.223.222.127.414,20	7.646.505,79
$\zeta(\cdot)$	15,27%	19,36%	1,42%	36,25%	9,10%
$\gamma_2(\cdot)$	-0,38	-0,38	0,18	-0,42	-0,50
$\gamma_1(\cdot)$	-0,16	-0,18	0,24	0,26	0,03

$\Sigma$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	11.074,90	11.974,33	-0,04	317.301.736,36	265.225,34
$h_c$ (nm)	11.974,33	12.960,03	-0,08	343.262.308,25	290.576,16
$P_{max}$ (mN)	-0,04	-0,08	0,00	-6.880,70	8,88
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	317.301.736,36	343.262.308,25	-6.880,70	9.223.222.127.414,20	7.703.153.510,92
$S$ (N/m)	265.225,34	290.576,16	8,88	7.703.153.510,92	7.646.505,79

$R$	$h_{max}$ (nm)	$h_c$ (nm)	$P_{max}$ (mN)	$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	$S$ (N/m)
$h_{max}$ (nm)	1,00	1,00	-0,01	0,99	0,91
$h_c$ (nm)	1,00	1,00	-0,01	0,99	0,92
$P_{max}$ (mN)	-0,01	-0,01	1,00	-0,04	0,06
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	0,99	0,99	-0,04	1,00	0,92
$S$ (N/m)	0,91	0,92	0,06	0,92	1,00

Fonte: Krupechacke (2014).

Ao avaliar o grafite testado à carga de 4 mN é observada a forte relação entre as variáveis influentes: rigidez elástica do contato e a área de contato projetada, e com diferenças significativas. Com o aumento da carga, as demais variáveis influentes podem estatisticamente ser consideradas independentes. Ao ser indentado o grafite sofre fraturas, perdendo a relação de área *versus* carga aplicada, a rigidez elástica do contato é definida pela taxa de variação da carga em relação à profundidade de contato, mais um indicativo da ausência da relação carga e profundidade. Para o grafite a carga de 4 mN, os coeficientes de variação se aproximaram da normalidade, contrária a avaliação anterior, levando a conclusão que o grafite já estava em processo de fratura bem antes de atingir a carga máxima do teste. A condição do processo de fratura foi observada por microscopia eletrônica de varredura.

#### 4.1.4.6 Cálculo do efeito da variável influente sobre a variação do erro

A **Tabela 7** resume os dados em variáveis influentes, resultados com o método proposto, e a participação de cada variável influente no erro.

**Tabela 7** –Efeito na participação do erro relativo quadrado, por material, por variável influente.

MÉDIAS	Sílica	Vidro	Polycarbonato	Grafite1	Grafite4
$P_{max}(mN)$	404,76	25,21	408,61	1,02	4,06
$A_c(nm^2)$	44.837.100,09	5.363.303,61	2.447.403.876,30	340.741,48	8.376.949,12
$S(N/m)$	539.900,17	194.678,11	181.697,23	11.833,10	30.389,05
VARIÂNCIAS	Sílica	Vidro	Polycarbonato	Grafite1	Grafite4
$P_{max}(mN)^2$	54,54	0,04	22,07	< 0,01	< 0,01
$A_c(nm^2)^2$	453.545.106.709,82	10.852.397.204.314,30	2.293.383.423.778.900,00	18.195.585.670,32	9.223.222.127.414,20
$S(N/m)^2$	43.680.507,95	524.900.225,65	1.459.749,20	151.284,63	7.646.505,79
COVARIÂNCIAS	Sílica	Vidro	Polycarbonato	Grafite1	Grafite4
$P_{max}(mN); A_c(nm^2)$	4.457.640,34	84.767,19	91.802.943,09	-139,50	-6.880,70
$S(N/m); A_c(nm^2)$	3.735.752.495,60	38.762.395.241,52	19.750.558.956,58	37.209.400,50	7.703.153.510,92
MODELO H	Sílica	Vidro	Polycarbonato	Grafite1	Grafite4
MÉDIA	9,0273	4,6997	0,1670	2,9887	0,4852
ERRO	0,0740	2,8821	0,0030	1,1867	0,1763
CV	0,8%	61,3%	1,8%	39,7%	36,3%
MODELO $E_r$	Sílica	Vidro	Polycarbonato	Grafite1	Grafite4
MÉDIA	71,4562	74,4982	3,2549	17,9651	9,3051
ERRO	0,5149	19,8569	0,0318	3,1647	0,9705
CV	0,7%	26,7%	1,0%	17,6%	10,4%

Continua...

...Continuação

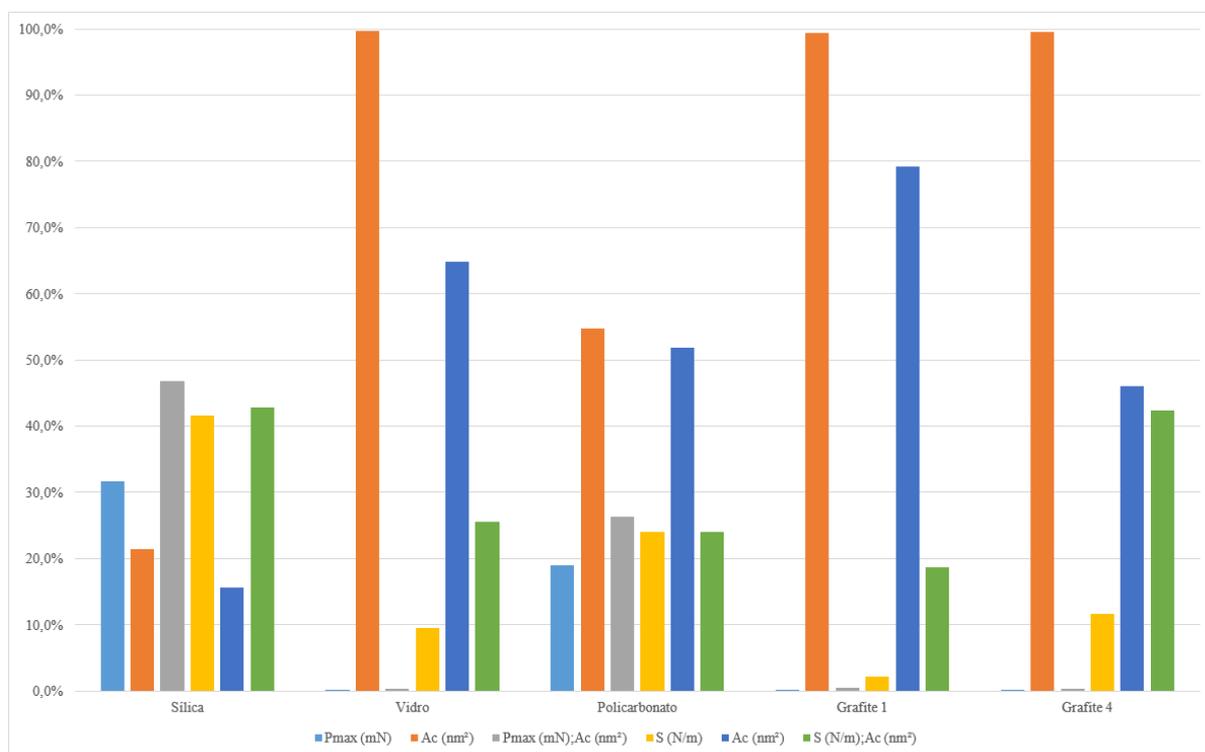
EFEITOS H	Sílica	Vidro	Policarbonato	Grafite1	Grafite4
$P_{max}(mN)$	31,7%	0,0%	18,9%	0,1%	0,2%
$A_c(nm^2)$	21,5%	99,7%	54,8%	99,4%	99,5%
$P_{max}(mN);A_c(nm^2)$	46,8%	0,3%	26,3%	0,5%	0,3%

EFEITOS $E_r$	Sílica	Vidro	Policarbonato	Grafite1	Grafite4
$S(N/m)$	41,6%	9,5%	24,0%	2,2%	11,6%
$A_c(nm^2)$	15,6%	64,9%	51,9%	79,2%	46,0%
$S(N/m);A_c(nm^2)$	42,8%	25,6%	24,1%	18,6%	42,4%

Fonte: Krupechacke (2014).

A **Figura 42** apresenta o comparativo do efeito de cada variável sobre o erro de cada material analisado.



**Figura 42** – Representação da parcela de erro do efeito de cada variável influente por material.

Fonte: Krupechacke (2014).

#### 4.1.4.8 Considerações para a subseção

Estabelecendo uma análise das variáveis de influentes  $P_{max}$ ,  $S$  e  $A_c(h_c)$  baseadas diretamente na profundidade de contato  $h_c$ , constata-se com as ferramentas:

- a) Matriz R dá o grau de dependência conjunta entre as variáveis influentes combinadas duas a duas, indicando a dependência linear entre as variáveis;
- b) Coeficiente de variação que estabelece o grau de homogeneidade em relação à variabilidade de cada material;
- c) E, a associação dos momentos centrados na média, com que se estabelecem os índices de curtose e assimetria que caracterizam o grau de pico e grau de distorção respectivamente.

Do conhecimento *a priori* dos materiais utilizados [24,25,26] quanto a seu comportamento mecânico e das ferramentas estatísticas, estabeleceu-se relações entre o indicador e o possível resultado a ser encontrado.

O efeito da variável influente sobre a variação do erro determina uma diferença em relação ao tipo de material. Observa-se a abrangência erro sobre a variável influente área de contato projetada na superfície nas amostras de vidro, policarbonato e grafite.

## 4.2 VALIDAÇÃO DA METODOLOGIA PROPOSTA

### 4.2.1 Comparação entre a metodologia proposta e a metodologia convencional

A metodologia convencional para estabelecer a incerteza, utiliza-se da média aritmética e do desvio padrão amostral, ainda pode-se aplicar o conceito de incerteza padrão com os resultados para o desvio padrão podem ser divididos pela raiz do tamanho da amostra (erro padrão).

O aspecto positivo da metodologia convencional é a justificativa proporcionada pela Estatística Descritiva. A média associada ao desvio padrão é um argumento persuasivo.

O ponto fraco é o inconveniente, na metodologia convencional, de recorrer ao aumento do tamanho de cada amostra e do número de amostras para reduzir o erro.

A metodologia proposta para estabelecer a incerteza, depende da entrada de parâmetros das variáveis influentes baseadas em amostras.

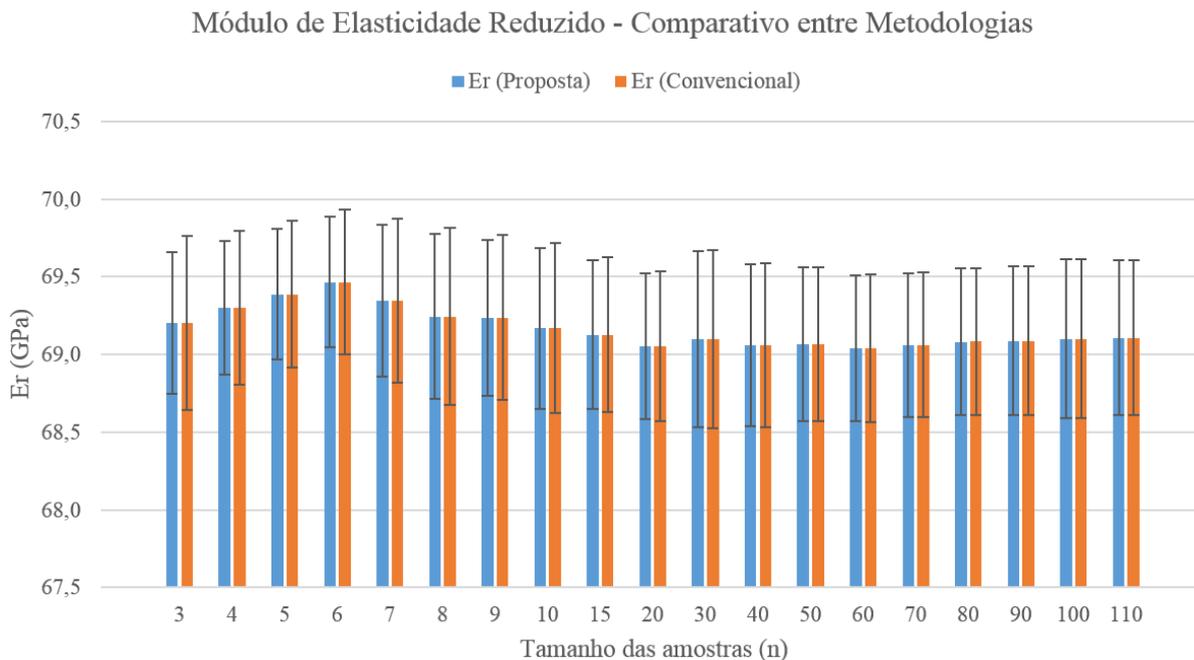
O ponto positivo é que para amostras de tamanhos menores e com quantidades menores de amostras, são apresentados basicamente os mesmos resultados com erros menores que a metodologia convencional.

O ponto negativo é dispor das médias, variâncias e covariâncias pré-calculados para as variáveis influentes, (os valores podem ser estimados).

Realizou-se um teste Anova para verificar se existem diferenças mínimas significativas entre as metodologias e ou para os diversos tamanhos de amostras. Para os valores esperados do módulo de elasticidade reduzido e da dureza constatou-se, para o nível de 5% de significância, que existem diferenças entre os tamanhos para as amostras. E quando aplicado com a variação relativa, constatou-se a existência de diferenças mínimas significativas entre as metodologias também.

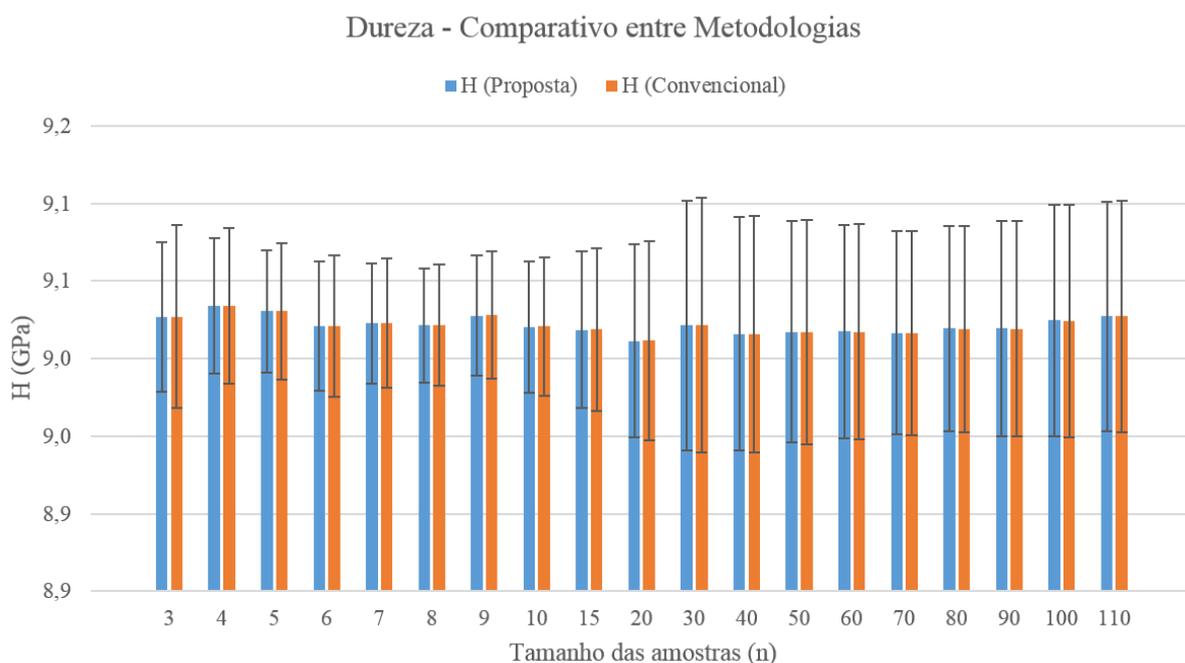
Para comparar o comportamento entre as metodologias convencional e proposta, estabeleceu-se o mesmo critério para o fator de abrangência  $k_\alpha$ . Foram estabelecidas 19 amostras, tendo como base os dados da **Tabela 14** encontrada no **Anexo 1**.

Entre a **Figura 43** e a **Figura 46** apresentam-se respectivamente os gráficos do módulo de elasticidade reduzido (**Equação 82**) e da dureza (**Equação 91**) para a sílica em função do tamanho das amostras adquiridas.



**Figura 43** – Módulo de elasticidade reduzido *versus* tamanho das amostras para a sílica.

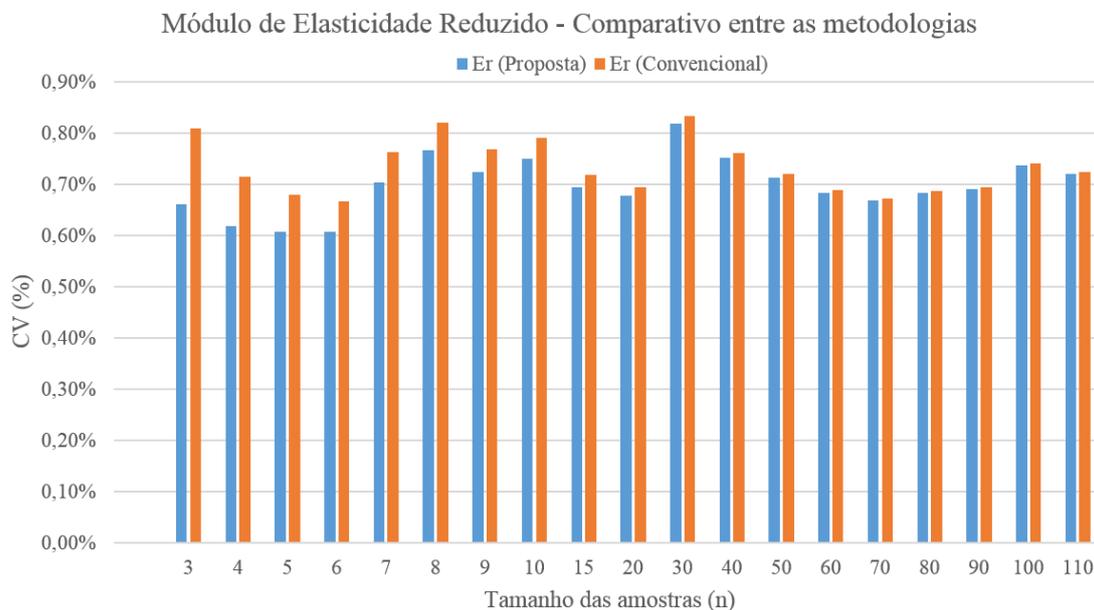
Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 44** – Dureza *versus* o tamanho das amostras para a sílica.

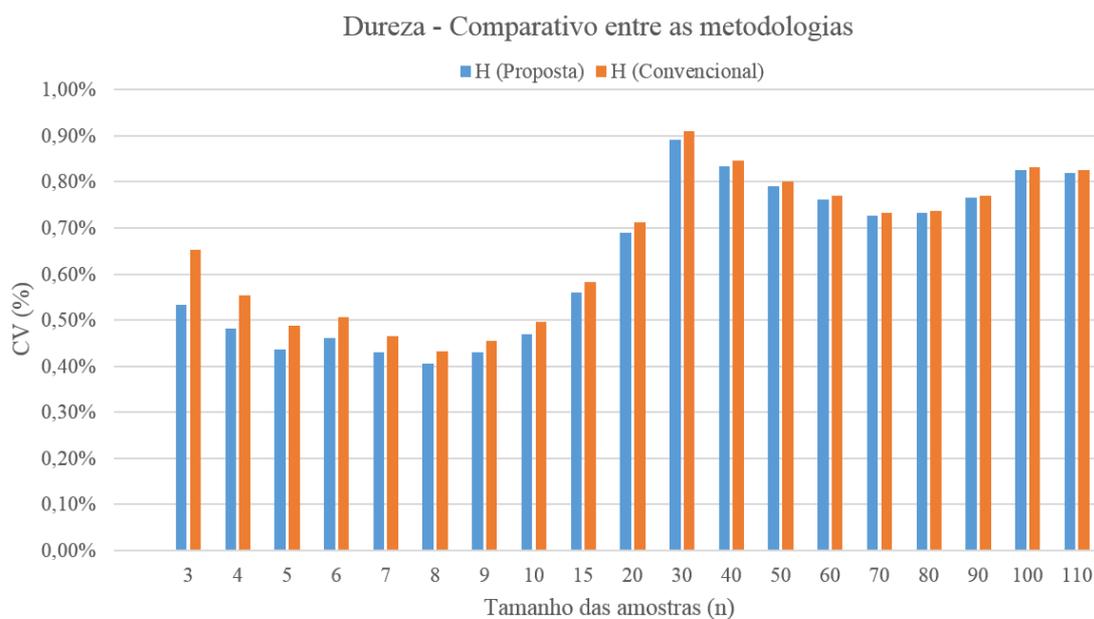
Fonte: Krupechacke (2014).

Para o módulo de elasticidade reduzido e para a dureza os valores esperados foram similares em todas as amostras. Os erros (desvios padrão) são distintos e com amplitudes inferiores para a metodologia proposta, ao comparar-se as duas metodologias.



**Figura 45** – Variação relativa do módulo de elasticidade reduzido *versus* o tamanho das amostras para a sílica.

Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 46** – Variação relativa da dureza *versus* o tamanho das amostras para a sílica.

Fonte: Krupechacke (2014).

Os coeficientes de variação foram baixos, variam em função do tamanho da amostra provavelmente pelo aumento do tamanho da amostra, fato estabelecido pelo critério de escolha por amostragem sistemática (conforme seção 3.2.4, p.93) por ordem do registro da indentação na composição da nova amostra. O coeficiente de variação indicou alta homogeneidade dos dados para a sílica, por ser um material isotrópico e sem rugosidade significativa na superfície.

O aumento da barra de erros para amostras superiores a 20 elementos é devido ao *thermal drift* conforme **Tabela 19** encontrada no **Anexo 1**.

E, conclui-se que, no método proposto os resultados são compatíveis com a literatura e com erros menores que a metodologia convencional.

#### 4.2.2 Comparação entre a metodologia proposta e a metodologia de Hsu *et al.*

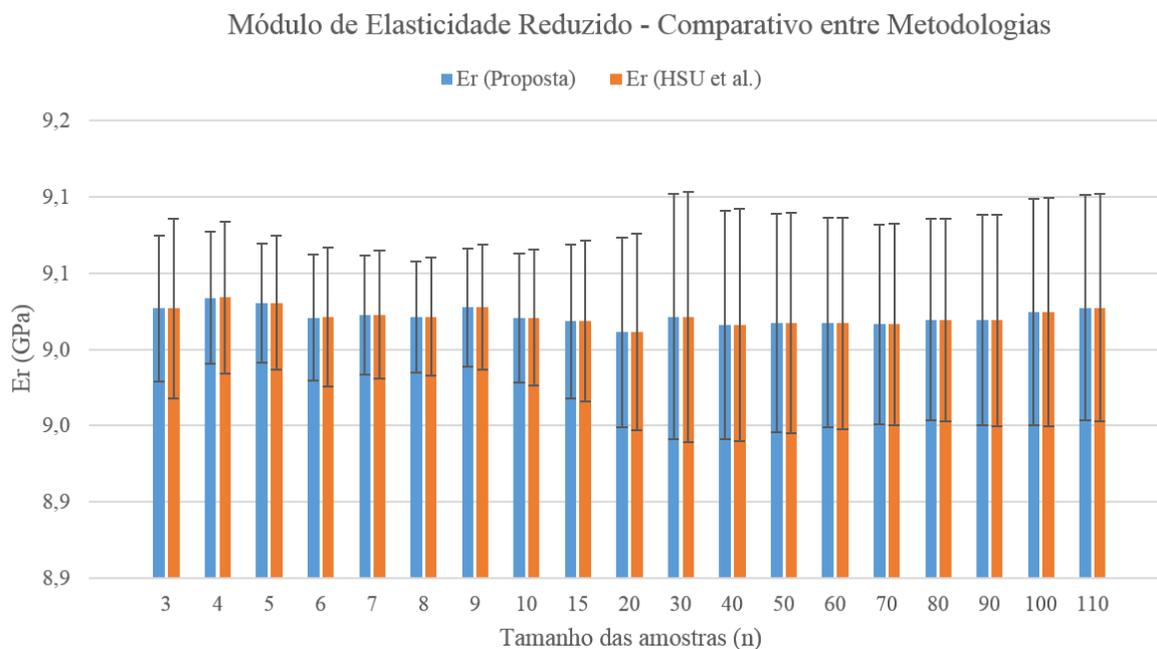
A metodologia apresentada por Hsu *et al.* [42] para estabelecer a incerteza, utiliza-se da média aritmética e do desvio padrão amostral.

O aspecto positivo é apresentar valores de forma rápida, pois os resultados dependem apenas da inclusão de variáveis de entrada.

O inconveniente na metodologia de Hsu *et al.* [42] é considerar pela Teoria de Erros que as variáveis de entrada são independentes entre si.

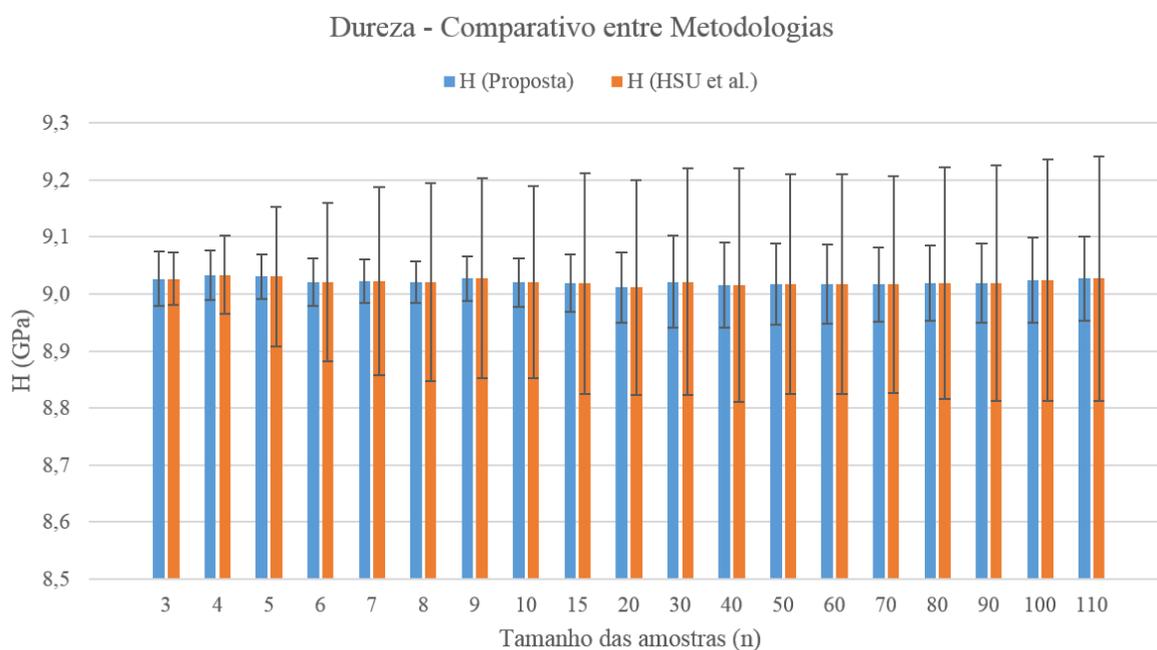
Realizado também um teste Anova para verificar se existem diferenças mínimas significativas entre as duas metodologias e quanto ao tamanho das amostras, para os valores esperados do módulo de elasticidade reduzido e da dureza constatou-se para o nível de 5% de significância que existem diferenças entre os tamanhos para as amostras. E quando aplicado com a variação relativa, constatou-se a existência de diferenças mínimas significativas entre duas metodologias.

Para comparar o comportamento entre as metodologias de Hsu *et al.* [42] e a proposta, estabeleceu-se o mesmo critério para o fator de abrangência  $k_\alpha = 1$ . Foram estabelecidas 19 amostras, tendo como base os dados da **Tabela 14** encontrada no **Anexo 1**. Entre a **Figura 47** e a **Figura 50** apresenta-se respectivamente os gráficos do módulo de elasticidade reduzido (**Equação 82**) e da dureza (**Equação 91**) para a sílica em função do tamanho das amostras adquiridas.



**Figura 47** – Módulo de elasticidade reduzido *versus* o tamanho das amostras para sílica.

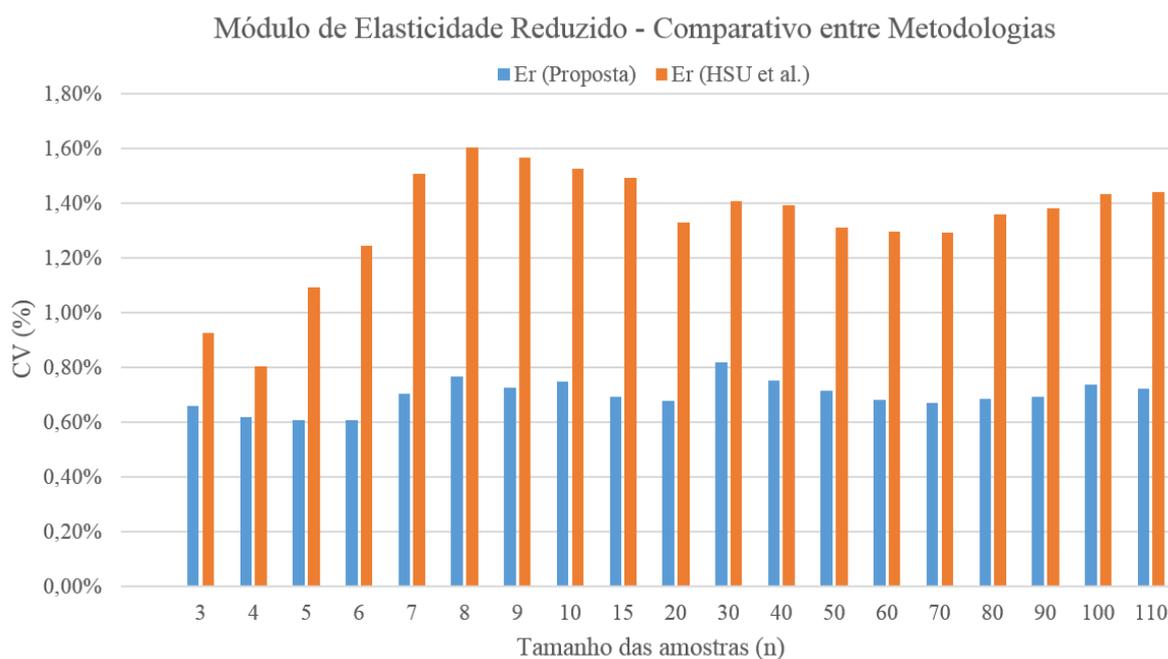
Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 48** – Dureza *versus* o tamanho das amostras para a sílica.

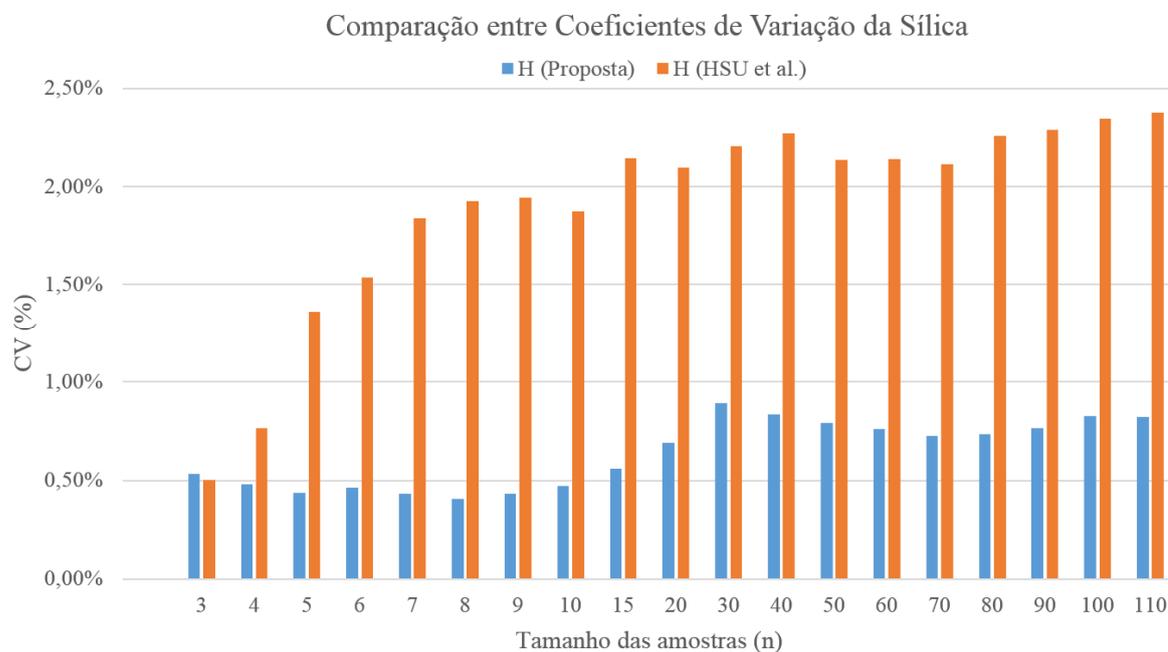
Fonte: Krupechacke (2014).

Para o módulo de elasticidade reduzido e para a dureza os valores esperados foram similares em todas as amostras. Os erros (desvios padrão) são distintos e com amplitudes bem inferiores para a metodologia proposta, ao comparar-se as duas metodologias.



**Figura 49** – Variação relativa para o módulo de elasticidade reduzido *versus* o tamanho das amostras para sílica.

Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 50** – Variação relativa da dureza *versus* o tamanho das amostras para sílica.

Fonte: Krupechacke (2014).

Os coeficientes de variação foram baixos, variam em função do tamanho da amostra provavelmente pelo aumento do tamanho da amostra pela escolha sistemática por ordem do registro da indentação na composição da nova amostra (seção 3.2.4, p.93). O coeficiente de variação indicou alta homogeneidade dos dados para a sílica, por ser um material isotrópico e sem rugosidade significativa na superfície.

Conclui-se que:

Ao comparar a metodologia proposta com o trabalho realizado por Hsu *et al.* [42], observamos a importância de variação conjunta entre as variáveis influentes influencia na redução da variação, ou seja, a variabilidade esperada para a maior amostra que é de 0,83% para a dureza e 0,72% para o módulo de elasticidade reduzido para o modelo proposto. Enquanto que o proposto por Hsu *et al.*, 2,36% para a dureza e 1,44% para o módulo de elasticidade reduzido.

#### 4.2.2.1 Considerações para a subseção

Pode-se afirmar que, para a maior amostra, o módulo de elasticidade reduzido esperado é de  $E_r = (69,1065 \pm 0,4980)$  GPa. O resultado é justificado pelo coeficiente de determinação entre as variáveis que definem o módulo de elasticidade reduzido, ou seja,  $R^2 [E_r(S, A_c)] = 0,7040$ . Do resultado pode-se apresentar intervalo para o módulo de elasticidade reduzido, que para a sílica é:  $P[68,60 \text{ GPa} \leq E_r(S, A_c) \leq 69,55 \text{ GPa}] = 95\%$ .

Para a dureza esperada é de  $H = (9,0273 \pm 0,0740)$  GPa. O resultado é justificado pelo alto coeficiente de determinação entre as variáveis que definem a dureza, ou seja,  $R^2 [H(P_{max}, A_c)] = 0,8030$ . O intervalo de confiança para a dureza da sílica é:  $P[8,95 \text{ GPa} \leq H(P_{max}, A_c) \leq 9,09 \text{ GPa}] = 95\%$ .

#### 4.2.3 Simulações com a metodologia proposta

Para exemplificar o uso do modelo proposto, apresentam-se alguns resultados simulados estabelecendo condições para a entrada de dados.

Ao majorar o desvio padrão, exclusivamente, de forma significativa, três vezes, em uma ou nas duas variáveis influentes, aumenta-se a amplitude da variação para o modelo e avalia-se o contexto do novo resultado, para uma ou para as duas variáveis influentes.

**Tabela 8** – Dados simulados para a sílica.

<b>Médias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN)	404,76	404,76	404,76	404,76
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	44.837.100,09	44.837.100,09	44.837.100,09	44.837.100,09
$S$ (N/m)	539.900,17	539.900,17	539.900,17	539.900,17
<b>Variâncias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN) <sup>2</sup>	54,54	54,54	490,82	490,82
$A_c$ (nm <sup>2</sup> ) <sup>2</sup>	453.545.106.709,82	4.081.905.960.388,35	453.545.106.709,82	4.081.905.960.388,35
$S$ (N/m) <sup>2</sup>	43.680.507,95	43.680.507,95	393.124.571,52	393.124.571,52
<b>Covariâncias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN); $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	4.457.640,34	13.372.921,02	13.372.921,02	40.118.763,05
$S$ (N/m); $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	3.735.752.495,60	11.207.257.486,79	11.207.257.486,79	33.621.772.460,36
<b>Modelo H</b> (saída)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
Média (GPa)	9,03	9,03	9,03	9,03
Erro (GPa)	0,07	0,27	0,38	0,22
CV (%)	0,82%	2,98%	4,18%	2,46%
<b>Modelo Er</b> (saída)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
Média (GPa)	71,46	71,46	71,46	71,46
Erro (GPa)	0,51	1,00	2,19	1,54
CV (%)	0,72%	1,39%	3,07%	2,16%

Fonte: Krupechacke (2014).

Ao alterar o desvio padrão a valores irreais, de forma controlada, é provocar um erro sistemático ao modelo que se comporta como um erro aleatório no modelo (conforme seção 2.1.3) e é o que se observou. Para a sílica a situação extrema é aumentar a carga e a variação da rigidez elástica do contato em três vezes que a variação relativa no modelo ultrapassa a quatro vezes os resultados experimentais na maior amostra.

No trabalho de Oliver e Pharr [1] apresenta-se para sílica fundida um desvio padrão para o módulo de elasticidade de 0,39 GPa.

**Tabela 9** – Dados simulados para o vidro lixado.

<b>Médias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN)	25,21	25,21	25,21	25,21
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	5.363.303,61	5.363.303,61	5.363.303,61	5.363.303,61
$S$ (N/m)	194.678,11	194.678,11	194.678,11	194.678,11
<b>Variâncias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN) <sup>2</sup>	0,040911	0,040911	0,368199	0,368199
$A_c$ (nm <sup>2</sup> ) <sup>2</sup>	10.852.397.204.314,30	97.671.574.838.828,70	10.852.397.204.314,30	97.671.574.838.828,70
$S$ (N/m) <sup>2</sup>	524.900.225,65	524.900.225,65	4.724.102.030,83	4.724.102.030,83
<b>Covariâncias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN); $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	84.767,19	254.301,58	254.301,58	762.904,75
$S$ (N/m); $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	38.762.395.241,52	116.287.185.724,56	116.287.185.724,56	348.861.557.173,69
<b>Modelo H</b> (saída)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
Média (GPa)	4,6997	4,6997	4,6997	4,6997
Erro (GPa)	2,8821	8,6553	2,8745	8,6464
CV (%)	61,33%	184,17%	61,16%	183,98%
<b>Modelo E<sub>r</sub></b> (saída)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
Média (GPa)	74,4982	74,4982	74,4982	74,4982
Erro (GPa)	19,8569	64,5754	24,4365	59,5707
CV (%)	26,65%	86,68%	32,80%	79,96%

Fonte: Krupechacke (2014).

No vidro lixado observa-se que o aumento do desvio padrão da área de contato projetada na superfície influencia os resultados na mesma proporção, próximo a três vezes.

No trabalho de Souza *et al.* [49] apresenta-se para vidro lixado um desvio padrão de para o módulo de elasticidade de  $H = 6,39 \pm 0,08$  GPa e  $E_r = 74,5 \pm 0,5$  GPa .

**Tabela 10** – Dados simulados para o grafite

<b>Médias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN)	1,02	1,02	1,02	1,02
$A_c$ (nm <sup>2</sup> )	340.741,48	340.741,48	340.741,48	340.741,48
$S$ (N/m)	11.833,10	11.833,10	11.833,10	11.833,10
<b>Variâncias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN) <sup>2</sup>	0,000151	0,000151	0,00136	0,00136
$A_c$ (nm <sup>2</sup> ) <sup>2</sup>	18.195.585.670,32	163.760.271.032,92	18.195.585.670,32	163.760.271.032,92
$S$ (N/m) <sup>2</sup>	151.284,63	151.284,63	1.361.561,71	1.361.561,71
<b>Covariâncias</b> (entrada)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
$P_{max}$ (mN); $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	-139,50	-418,50	-418,50	-1.255,49
$S$ (N/m); $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	37.209.400,50	111.628.201,51	111.628.201,51	334.884.604,53
<b>Modelo H</b> (saída)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
Média (GPa)	2,9887	2,99	2,99	2,99
Erro (GPa)	1,1867	3,55	1,20	3,56
CV (%)	39,71%	118,87%	40,06%	119,12%
<b>Modelo E<sub>r</sub></b> (saída)	<b>Dados Reais</b>	<b>Simulação 1</b>	<b>Simulação 2</b>	<b>Simulação 3</b>
Média (GPa)	17,9651	17,97	17,97	17,97
Erro (GPa)	3,1647	10,26	2,62	9,49
CV (%)	17,62%	57,10%	14,57%	52,85%

Fonte: Krupechacke (2014).

No espécime de grafite observa-se que o aumento do desvio padrão da carga influencia os resultados na mesma proporção, próximo a três vezes.

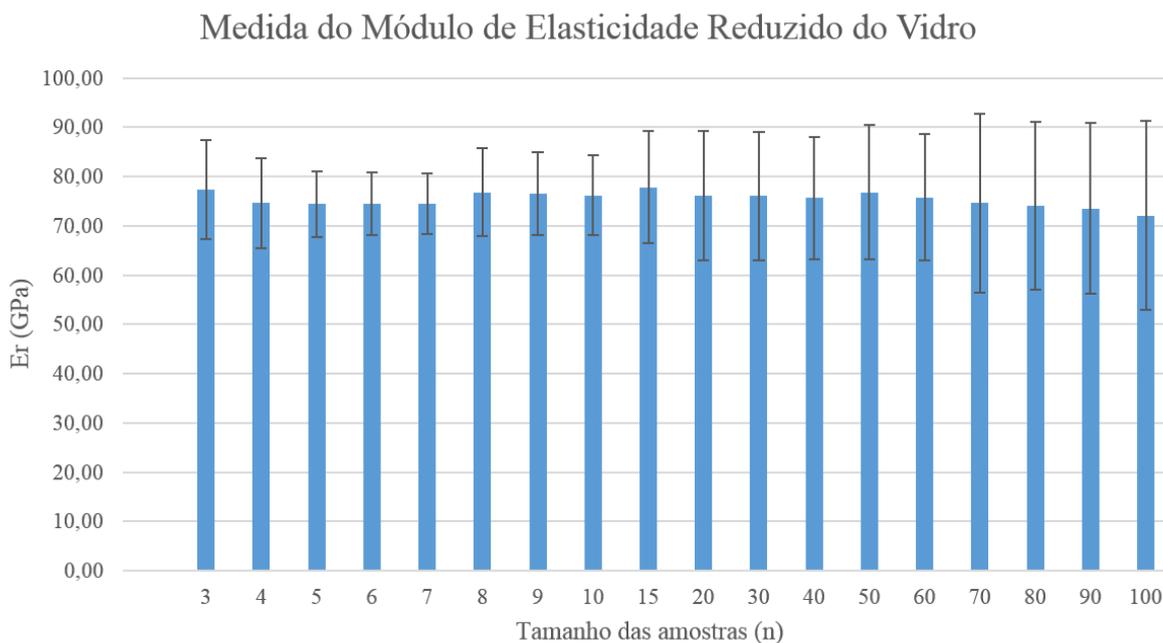
No trabalho de Mikowski [14] o grafite os valores médios para carga de 1 mN dureza de 0,23 GPa e no módulo de elasticidade reduzido de 6,9 GPa.

### 4.3 APLICAÇÃO DA METODOLOGIA PROPOSTA PARA ANÁLISE DE ERROS NA DUREZA E NO MÓDULO DE ELASTICIDADE REDUZIDO EM DIFERENTES MATERIAIS

#### 4.3.1 Erro associado à rugosidade

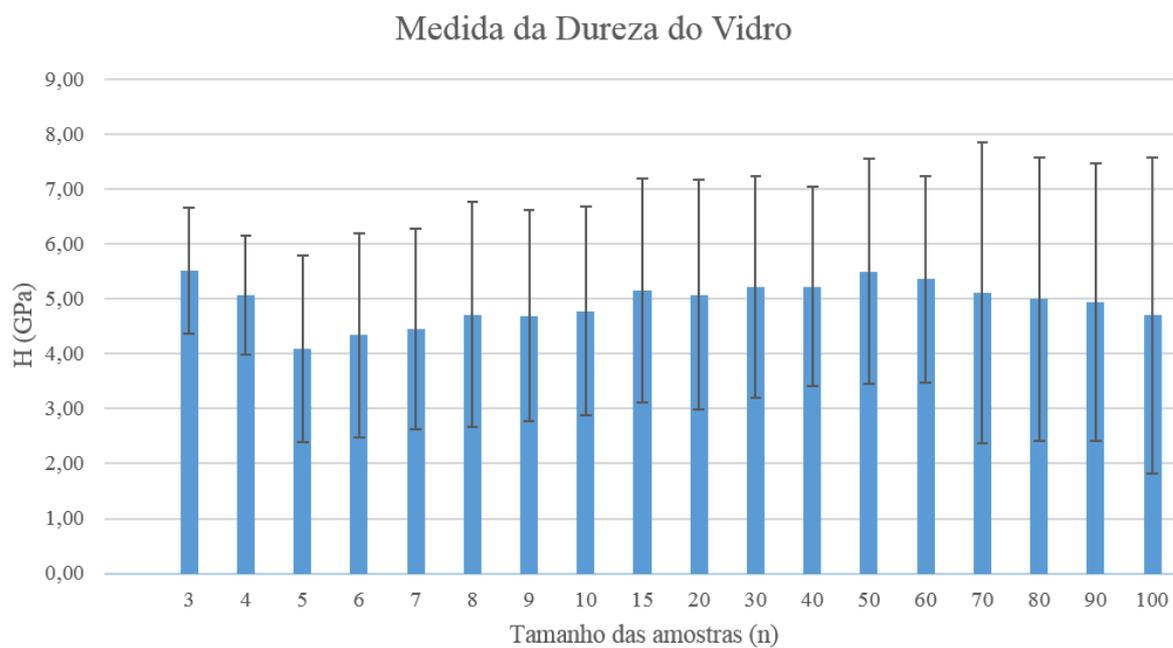
Da base de dados, **Tabela 15** encontrada no **Anexo 1**, escolheu-se 18 amostras, determinadas por tamanhos  $n$  variáveis escolhidas sistematicamente e sem reposição na amostra.

Entre a **Figura 51** e a **Figura 53** apresenta-se respectivamente os gráficos do módulo de elasticidade reduzido (**Equação 82**) e da dureza (**Equação 91**) para o vidro lixado em função do tamanho das amostras adquiridas.



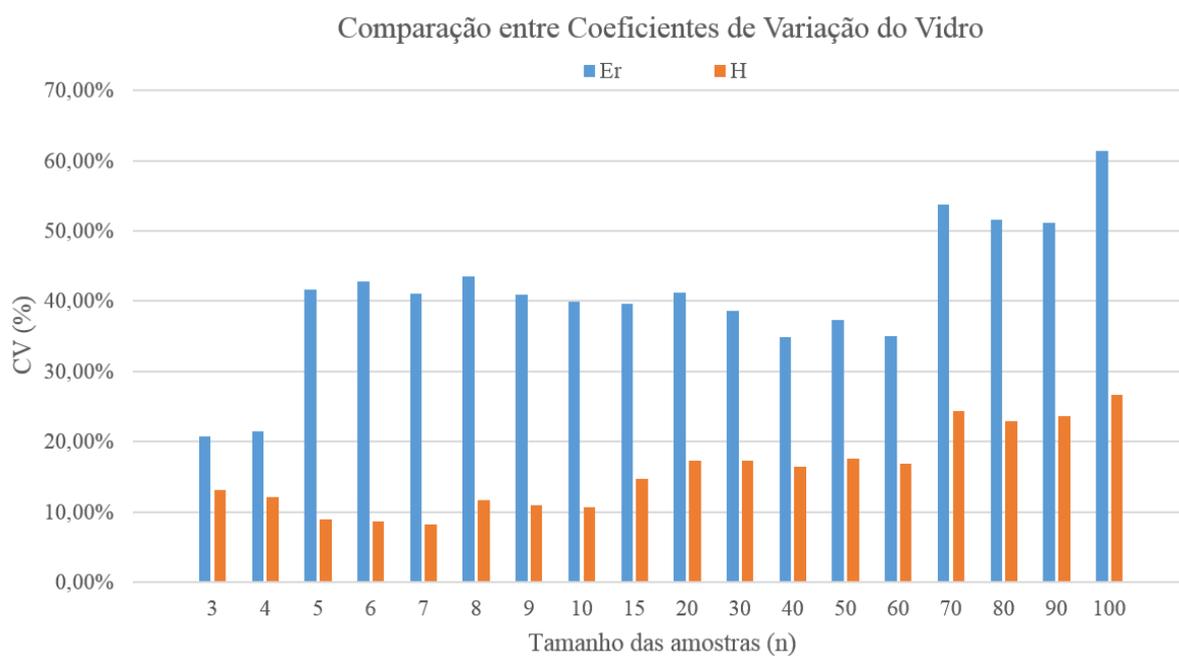
**Figura 51** – Módulo de elasticidade reduzido *versus* o tamanho das amostras para o vidro lixado.

Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 52** – Dureza *versus* o tamanho das amostras para o vidro lixado.

Fonte: Krupechacke (2014).



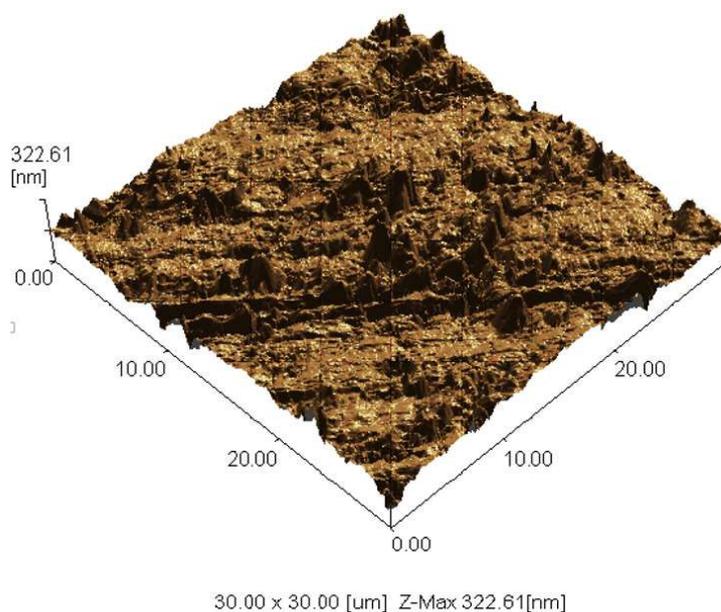
**Figura 53** – Variação relativa *versus* o tamanho das amostras para o vidro lixado.

Fonte: Krupechacke (2014).

#### 4.3.1.1 Considerações para a subseção

O vidro alcalino, por suas propriedades similares a sílica, porém com superfície modificada por lixamento com uma lixa de número 1000, a rugosidade da amostra foi estimada por quatro varreduras em imagem gerada por microscopia de força atômica (AFM), a rugosidade aritmética encontrada foi respectivamente de:  $Ra = 16,761$  nm,  $Ra = 51,989$  nm,  $Ra = 24,855$  nm e  $Ra = 24,37$  nm, em resumo  $\overline{Ra} = 29,50$  nm. A rugosidade média quadrática foi respectivamente de:  $Rq = 28,067$  nm,  $Rq = 69,209$  nm,  $Rq = 32,322$  nm e  $Rq = 33,940$  nm em resumo  $\overline{Rq} = 40,88$  nm. Sua utilização foi para avaliar o comportamento da rugosidade na superfície. (ver **Figura 54** e **Figura 55**).

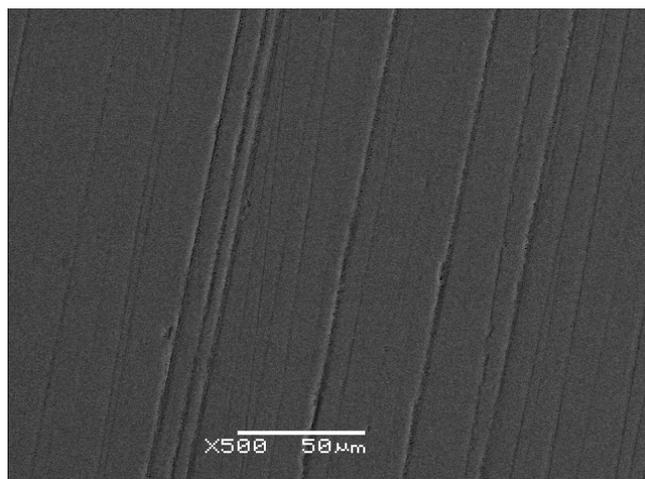
O aumento do erro conforme o aumento do tamanho da amostra como apresentado entre a **Figura 51** e a **Figura 53**, tem como justificativa a alta variação da superfície relacionada a rugosidade, isto é, quanto maior o tamanho da amostra maior a possibilidade de aumentar a amplitude dos valores entre os valores mínimo e máximo. A **Figura 54** apresenta um setor do vidro lixado em que a imagem foi obtida por microscopia de força atômica (AFM), e pode reforçar a justificativa.



**Figura 54** – Imagem por AFM para a superfície lixada do vidro com lixa 1000.

Fonte: Crédito da imagem a Alexandre Mikowski.

A **Figura 55** apresenta um setor do vidro lixado com lixa 1000 em que a imagem foi obtida por microscopia de eletrônica de varredura (SEM).



**Figura 55** – Imagem por SEM para a superfície lixada do vidro com lixa 1000.

Fonte: Crédito da imagem a Alexandre Mikowski.

Para o vidro com rugosidade pode-se afirmar que a dureza esperada é de  $H = (4,6997 \pm 2,8821)$  GPa com módulo de elasticidade reduzido de  $E_r = (72,0486 \pm 19,2040)$  GPa, a variabilidade máxima de 61,33% para a dureza e 26,65% para o módulo de elasticidade reduzido.

Os valores esperados para o módulo de elasticidade reduzido e para a dureza do vidro lixado se aproximam relativamente dos valores medidos em vidro liso com rugosidade aritmética de  $R_a < 10$  nm, conforme [25,49]. Porém a rugosidade na superfície demonstra a variabilidade da área projetada na superfície que altera de forma significativa os resultados do módulo de elasticidade reduzido e da dureza.

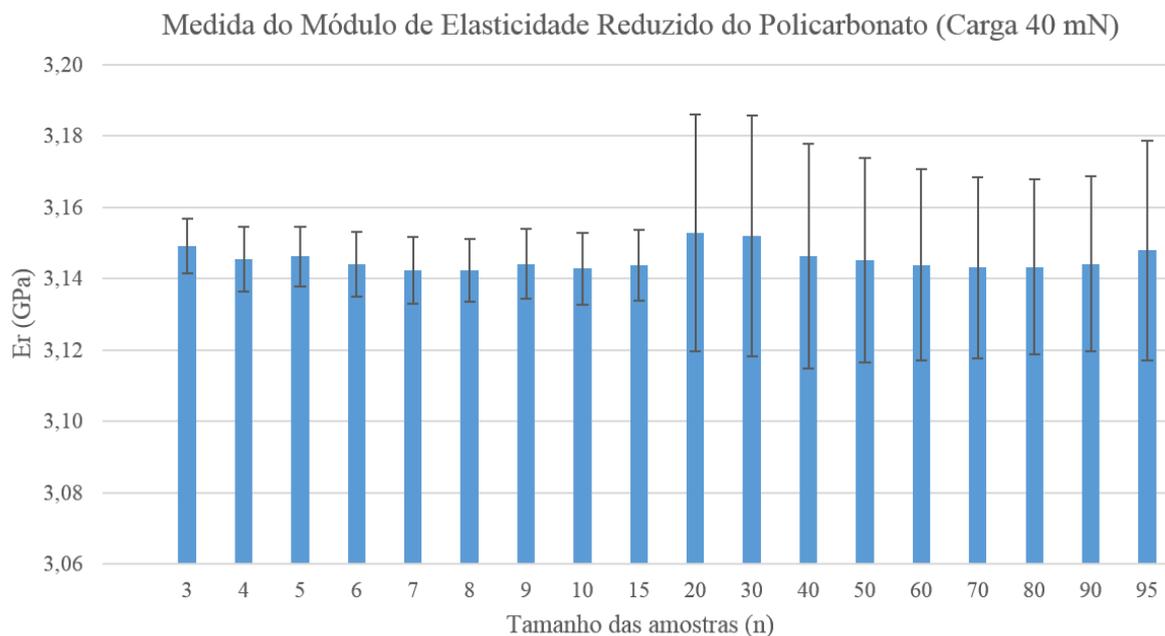
A variabilidade do módulo de elasticidade reduzido é alta, porém o valor esperado é bem próximo do indicado pela literatura. Quanto à dureza além de ser altamente heterogênea é relativamente distante do valor descrito pela literatura.

Ao determinar o erro sistemático relativo infligido pela rugosidade encontramos uma diferença mínima de 18,79% para o módulo de elasticidade reduzido e de 51,78% para a dureza, quando comparado com o valor esperado do vidro liso [49].

#### 4.3.2 Erro associado a recuperação elástica lateral da superfície

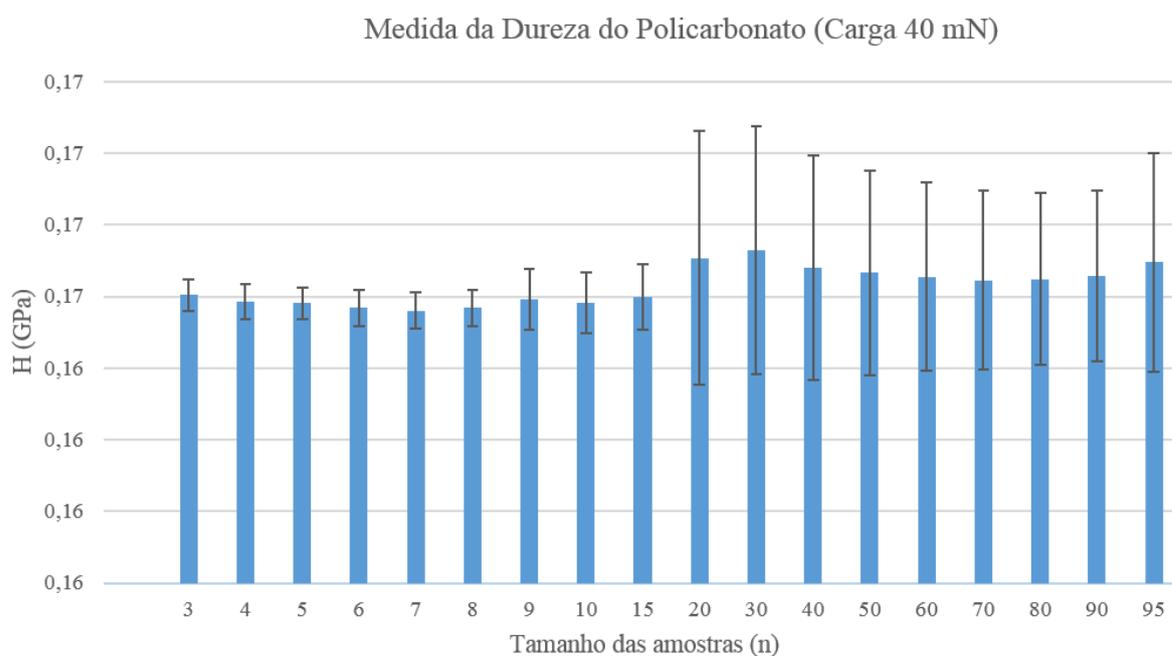
Da base de dados, **Tabela 16** encontrada no **Anexo 1**, escolheu-se 18 amostras, determinadas por tamanhos  $n$ , variáveis escolhidas sistematicamente e sem reposição na amostra.

Entre a **Figura 56** e a **Figura 58** apresenta-se respectivamente os gráficos do módulo de elasticidade reduzido (**Equação 82**) e da dureza (**Equação 91**) para o policarbonato em função do tamanho das amostras adquiridas.



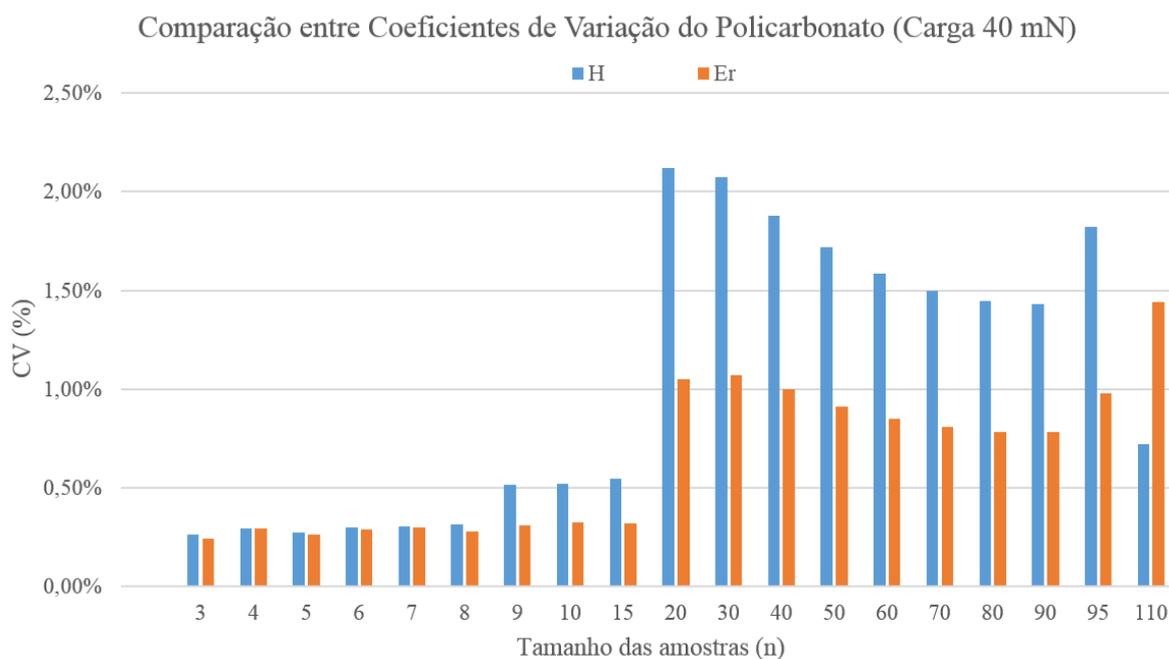
**Figura 56** – Módulo de elasticidade reduzido *versus* o tamanho das amostras para o policarbonato.

Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 57** – Dureza *versus* o tamanho das amostras para o policarbonato.

Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 58** – Variação relativa *versus* o tamanho das amostras para o policarbonato.

Fonte: Krupechacke (2014).

#### 4.3.2.1 Considerações para a subseção

Apresenta-se recuperação elástica lateral (*sink-in*) no policarbonato, como se observa nas suas impressões residuais, com a ampliação de 500 vezes por microscopia óptica, na **Figura 59**.

a) Amostra #109	b) Amostra #110
$A_c = 2.311,8 \mu\text{m}^2$ (OM)	$A_c = 2.523,7 \mu\text{m}^2$ (OM)
$A_c = 2.309.984.336,94 \text{ nm}^2$ (IIT)	$A_c = 2.399.257.298,00 \text{ nm}^2$ (IIT)
$A_c = 2.354.895.607,40 \text{ nm}^2$ (O&P)	$A_c = 2.445.968.294,94 \text{ nm}^2$ (O&P)

**Figura 59** – Imagem da impressão residual em policarbonato por ponta Berkovich e área de contato projetada na superfície.

Fonte: Krupechacke (2014).

As áreas de contato projetadas na superfície foram determinadas por: (OM) programa *analySIS* 5.1; (IIT) programa *TestWorks*® 4; e (O&P) Método de Oliver e Pharr calculados pela **Equação 30** e **Equação 73**.

Para o espécime de policarbonato pode-se afirmar que a dureza esperada é de  $H = (0,1670 \pm 0,0030)$  GPa e do módulo de elasticidade reduzido máximo de  $E_r = (3,1479 \pm 0,0308)$  GPa, a variabilidade máxima de 2,12% para a dureza e 1,07% para o módulo de elasticidade reduzido. O policarbonato demonstra-se altamente homogêneo.

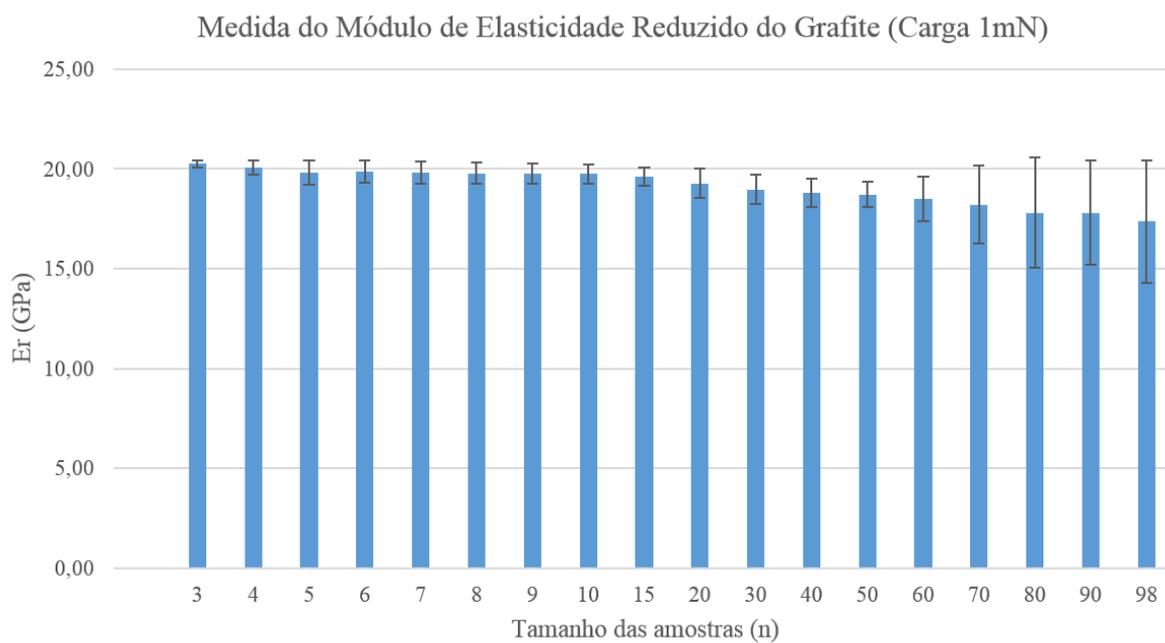
Uma hipótese é que a dureza e o módulo de elasticidade devam ter seus valores reduzidos, devido à subestimação da área de contato projetada na superfície. Confrontando os dados do policarbonato, pela técnica de nanoindentação instrumentada com o método de Oliver e Pharr constatamos uma redução da área de contato projetada na superfície de aproximadamente 2%, impactando um erro relativo de no mínimo de 2% para a dureza e de 1% no módulo de elasticidade reduzido. Estes valores recalculados podem ser categorizados como erro sistemático.

A técnica de amostragem (seção 3.2.4, p.93) mostrou-se evidente entre a **Figura 56** e a **Figura 58**, principalmente para tamanhos de amostras superiores a vinte elementos, porém o desvio padrão é baixo. Um elemento com pequena distorção, dá a impressão visual apresentada. Ocorreu um pequeno aumento no intervalo de amplitude.

#### 4.3.3 Erro associado ao processo de fraturas

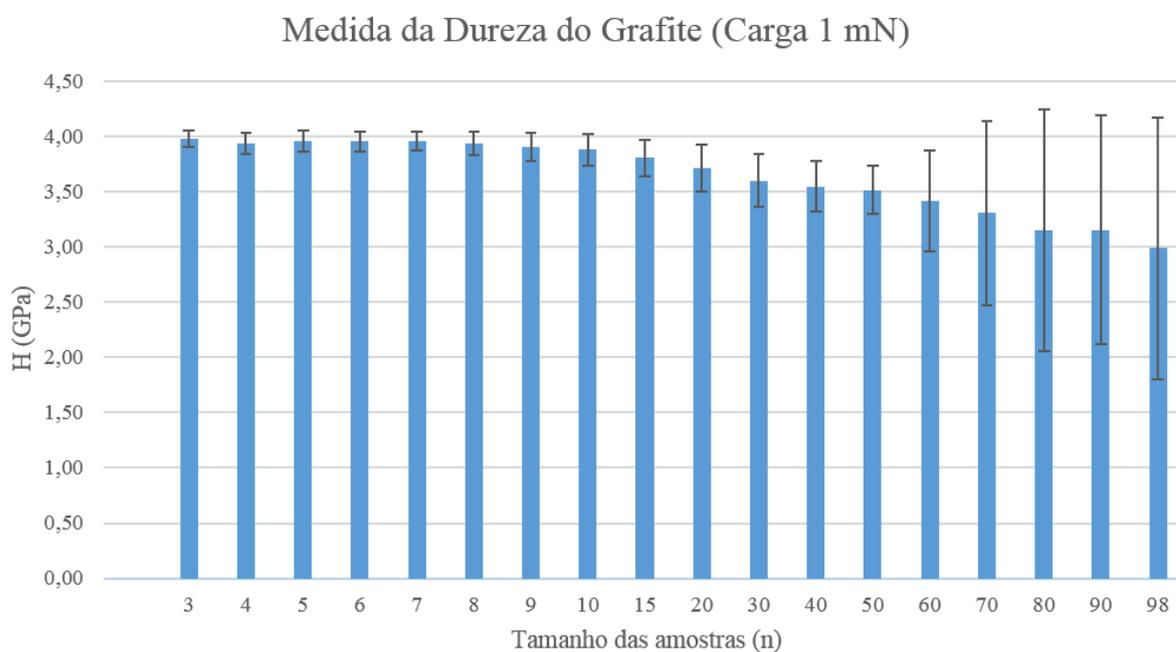
Da base de dados, **Tabela 17** e **Tabela 18** encontradas no **Anexo 1**, escolheu-se 18 amostras para uma carga de 1 mN e 18 amostras para uma carga de 4 mN, determinadas por tamanhos  $n$ , variáveis escolhidas sistematicamente e sem reposição na amostra.

Entre a **Figura 60** e a **Figura 65** apresenta-se respectivamente os gráficos do módulo de elasticidade reduzido (**Equação 82**) e da dureza (**Equação 91**) para o grafite em função do tamanho das amostras adquiridas.



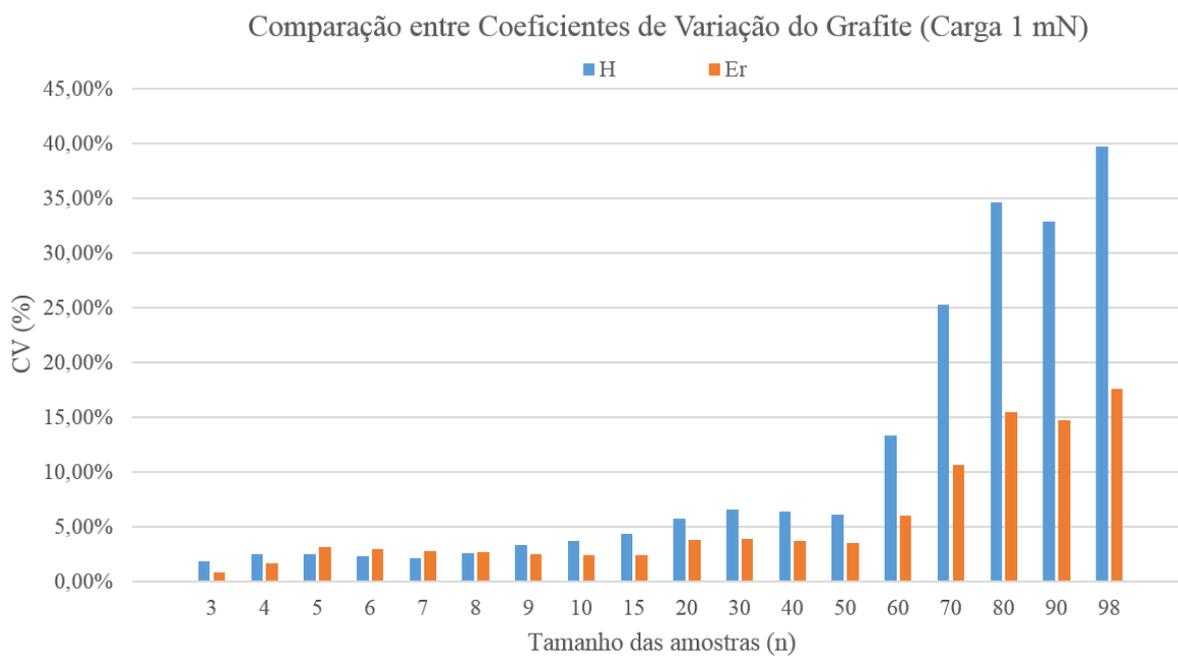
**Figura 60** – Módulo de elasticidade reduzido *versus* o tamanho das amostras para o grafite.

Fonte: Krupechacke (2014).



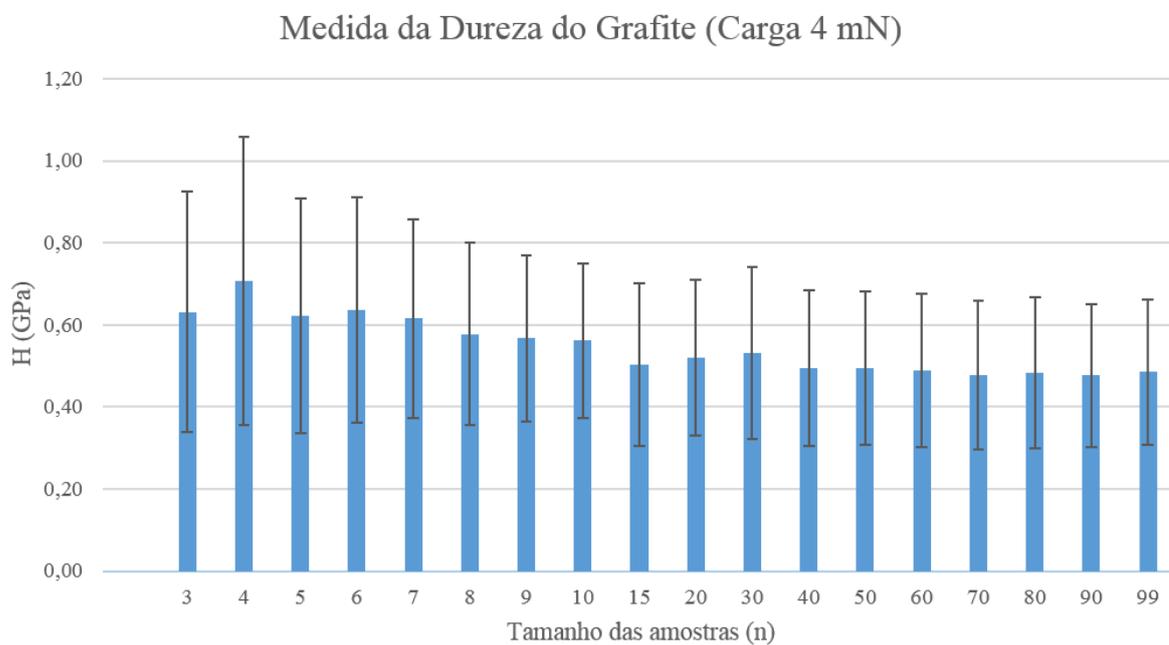
**Figura 61** – Dureza *versus* o tamanho das amostras para o grafite.

Fonte: Krupechacke (2014).



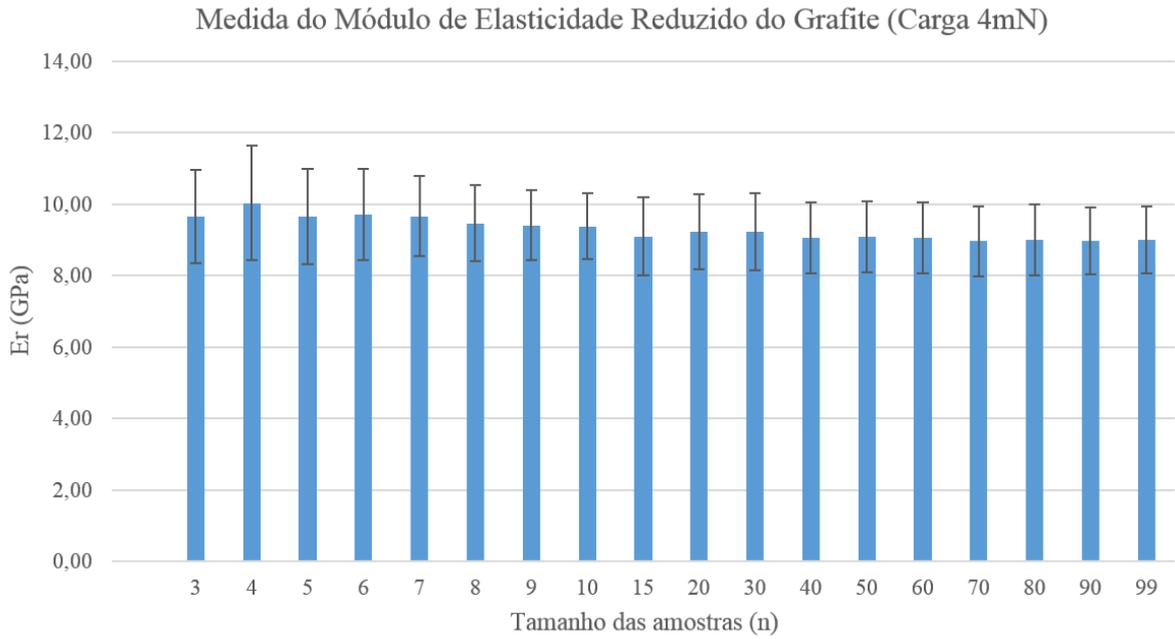
**Figura 62** – Variação relativa *versus* o tamanho das amostras para o grafite.

Fonte: Krupechacke (2014).



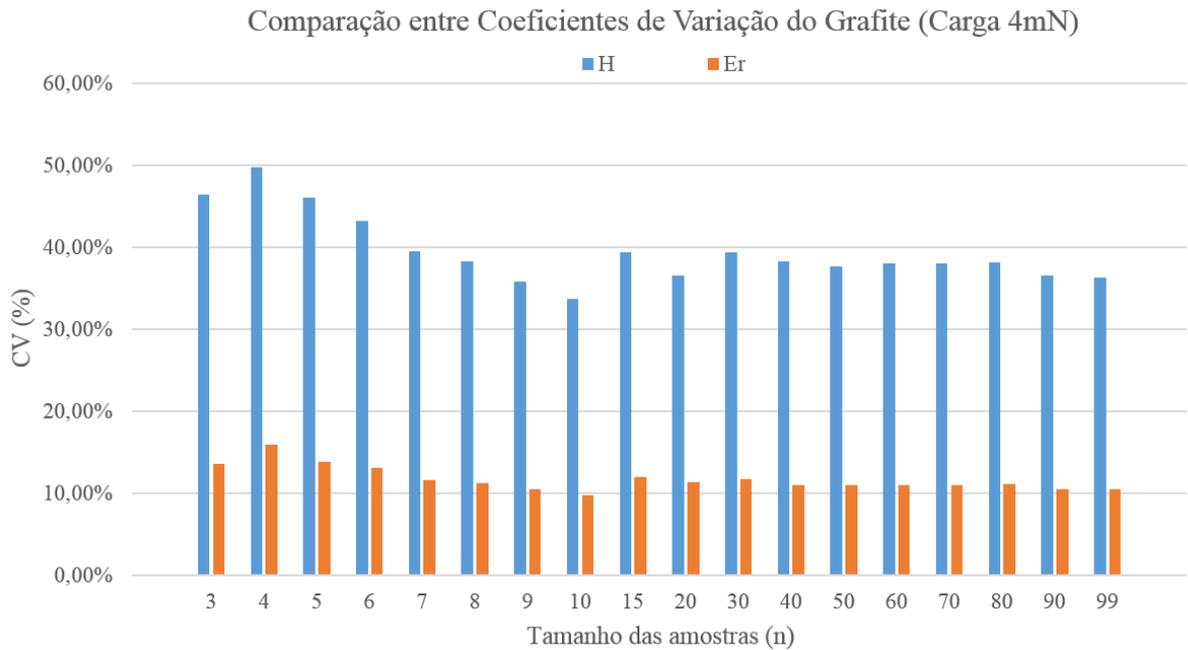
**Figura 63** – Dureza *versus* o tamanho das amostras para o grafite.

Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 64** – Módulo de elasticidade reduzido *versus* o tamanho das amostras para o grafite.

Fonte: Krupechacke (2014).



**Figura 65** – Variação relativa *versus* o tamanho das amostras para o grafite.

Fonte: Krupechacke (2014).

#### 4.3.3.1 Considerações para a subseção

Para o espécime de grafite com carga aplicada de 1 mN pode-se afirmar que a dureza esperada é de  $H = (2,9887 \pm 1,1867)$  GPa com módulo de elasticidade reduzido máximo de  $E_r = (17,3744 \pm 3,0606)$  GPa, a variabilidade de 39,71% para a dureza e 17,62% para o módulo de elasticidade reduzido. O grafite demonstra-se altamente heterogêneo para a medida da dureza, e levemente heterogêneo para o módulo de elasticidade.

Para o espécime de grafite com carga aplicada de 4 mN pode-se afirmar que a dureza esperada é de  $H = (0,4852 \pm 0,1763)$  GPa com módulo de elasticidade reduzido máximo de  $E_r = (8,991 \pm 0,9386)$  GPa, a variabilidade de 49,74% para a dureza e 17,07% para o módulo de elasticidade reduzido. O grafite submetido a uma carga de 4 mN demonstra-se heterogêneo para a medida da dureza, e levemente homogêneo para o módulo de elasticidade.

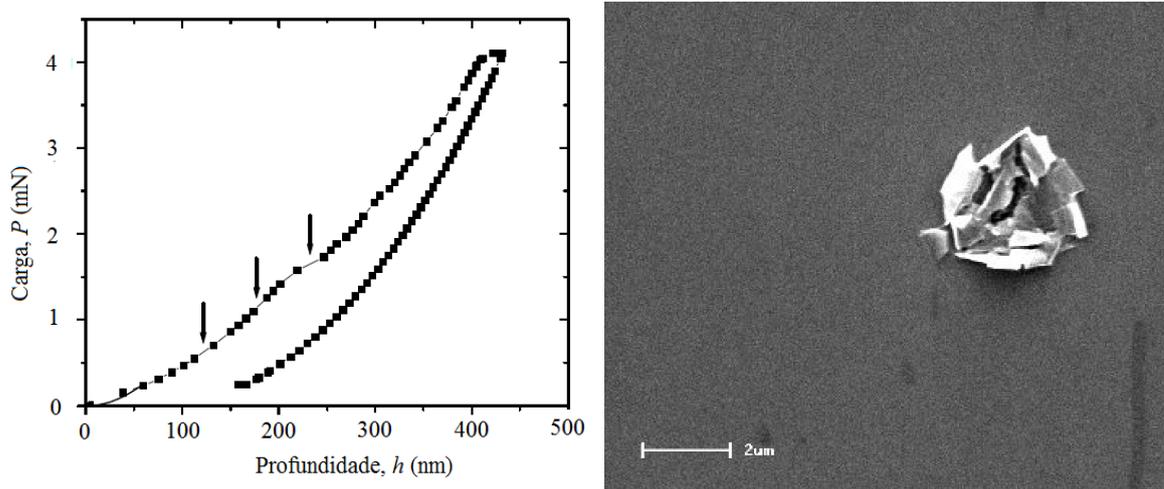
Ao compararmos as duas amostras de grafite, submetidas a cargas diferentes, nota-se que ao aumentar a carga, ocorre uma redução da dureza e do módulo de elasticidade reduzido. Por hipótese a dureza cai pelo aumento significativo da área de contato projetada na superfície devido à fratura frágil ocorrida pelo aumento de carga na superfície do espécime de grafite.

A origem da trinca identifica o local a partir do qual se propagou toda a fratura e, por esta razão é uma das características mais importantes da superfície de fratura. A origem da trinca tem lugar, prioritariamente, em defeitos preexistentes ou formados (poros, bolhas, pequenas trincas, etc.), que concentram tensões. Estas tensões em determinado momento excedem a tensão de ruptura do material, ocasionando o início da fratura.

O contato localizado por um indentador gera alta tensão elástica confinada a uma área restrita. Quando uma tensão superior à tensão de ruptura do material é alcançada cria-se um defeito na superfície, isto é, uma trinca. A trinca criada concentra a tensão aplicada, levando à fratura catastrófica localizada do material. [14]

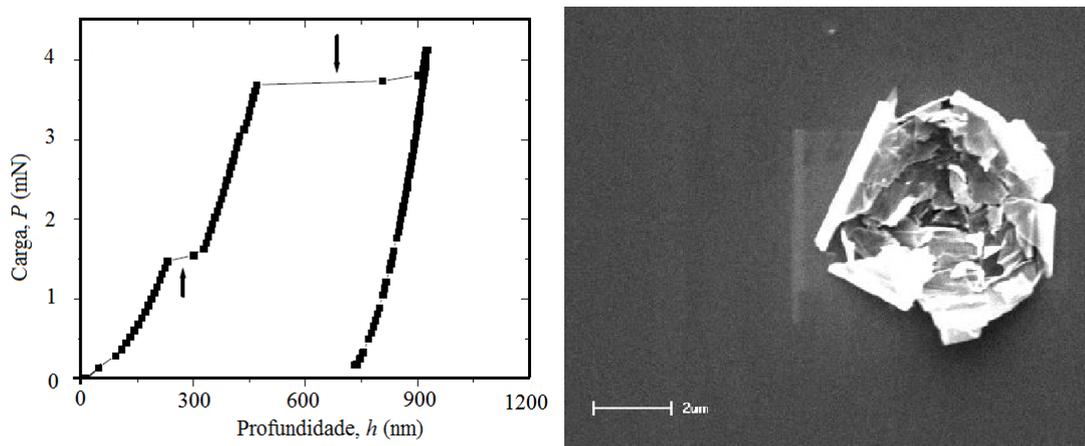
As tensões geradas abaixo da região de contato com o indentador Berkovich possuem valores superiores à tensão de ruptura do grafite.

Provavelmente os eventos de fratura ocorrem na região abaixo do contato da ponta do indentador, e os planos basais são compactados e escorregados nas faces do indentador piramidal, em movimentos de baixo para cima. Com isso, os planos lamelares que sofreram rupturas ficam depositados nas extremidades das impressões residuais, conforme se verifica na **Figura 66** e na **Figura 67**.



**Figura 66** – Curva típica de carga em função da profundidade e respectiva impressão residual por microscopia eletrônica de varredura com carga aplicada de 4 mN.

Fonte: Crédito da imagem a Alexandre Mikowski.



**Figura 67** – Curva típica de carga em função da profundidade e respectiva impressão residual por microscopia eletrônica de varredura com carga aplicada de 4 mN.

Fonte: Crédito da imagem a Alexandre Mikowski.

O módulo de elasticidade reduzido e a dureza tendem a se estabilizarem a partir de um tamanho específico da amostra [14], como demonstrado para as cargas de 4 mN, porém, a esta carga a fratura é frágil. Na **Figura 66** e na **Figura 67**, a curva de carga em função da profundidade indica o início da trinca.

Para a carga de 1 mN, aumentando-se o tamanho da amostra aumenta-se a probabilidade de produzir fraturas, como observado pelo aumento do erro a medida com que aumenta o tamanho da amostra. A observação também é atribuída à técnica de amostragem sistemática e pelo plano utilizado na coleta dos dados. O *range* atribuído a amplitude aumenta à medida que se vai incluindo elementos.

A dureza em materiais lamelares depende da fratura produzida durante o processo de indentação.

Para o grafite não foi possível estabelecer um erro sistemático associado ao processo de fratura.

#### 4.4 CONSTRUÇÃO DAS EXPRESSÕES DE PROPAGAÇÃO ERROS PARA A ÁREA DE CONTATO PROJETADA NA SUPERFÍCIE

A área de contato projetada na superfície foi estabelecida pela ponta Berkovich modificada no trabalho, porém poderia ser determinada por outras pontas. A seção apresenta então, para cada uma das principais pontas utilizadas na técnica de nanoindentação instrumentada, a precisão requerida para cada ponta dentro da metodologia proposta. A área de contato projetada na superfície é determinada por indentadores com pontas de geometrias diferentes idealizadas para minimizar erros. [17]

##### 4.4.1 Ponta Berkovich – Idealizada

Demonstra-se que para a ponta Berkovich modificada a função área de contato projetada na superfície é dada pela **Equação 19**, ou seja:  $A(h_c) = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\theta)$ .

A expressão da média associada a um erro sistemático identificado  $\beta_{A_c}$  é:

$$\mu_{A_c} = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot (\mu_{h_c})^2 \cdot \tan^2(\mu_\theta) + \beta_{A_c} \quad (92)$$

As derivadas parciais da função área de contato projetada na superfície:

1) em relação à profundidade de contato  $h_c$  é:

$$\frac{\partial A_c}{\partial h_c} = 6 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c \cdot \tan^2(\theta) \quad (93)$$

2) em relação a ângulo apical  $\theta$  é:

$$\frac{\partial A_c}{\partial \theta} = 6 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \sec^2(\theta) \cdot \tan(\theta) \quad (94)$$

Portanto, pela teoria dos erros a expressão da propagação do erro é:

$$\sigma_{A_c}^2 = \left( \frac{\partial}{\partial h_c} A_c \right)^2 \cdot \sigma_{h_c}^2 + \left( \frac{\partial}{\partial \theta} A_c \right)^2 \cdot \sigma_\theta^2 + 2 \cdot \left( \frac{\partial}{\partial h_c} A_c \right) \cdot \left( \frac{\partial}{\partial \theta} A_c \right) \cdot \sigma_{h_c \theta}$$

Substituído as derivadas na expressão acima tem-se:

$$\begin{aligned} \sigma_{A_c}^2 = & \left( 6 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c \cdot \tan^2(\theta) \right)^2 \cdot \sigma_{h_c}^2 + \left( 6 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \sec^2(\theta) \cdot \tan(\theta) \right)^2 \cdot \sigma_\theta^2 + \\ & + 2 \cdot \left( 6 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c \cdot \tan^2(\theta) \right) \cdot \left( 6 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \sec^2(\theta) \cdot \tan(\theta) \right) \cdot \sigma_{h_c \theta} \end{aligned}$$

Simplificando e isolando:

$$\frac{\sigma_{A_c}^2}{(A_c)^2} = \left(\frac{2}{h_c}\right)^2 \cdot \sigma_{h_c}^2 + \left(2 \cdot \frac{\sec^2(\theta)}{\tan(\theta)}\right)^2 \cdot \sigma_\theta^2 + 2 \cdot \left(4 \cdot \frac{\sec^2(\theta)}{h_c \cdot \tan(\theta)}\right) \cdot \sigma_{h_c\theta}$$

Aplicando o operador  $\mu(\cdot)$  a expressão final fica:

$$\left(\frac{\sigma_{A_c}}{\mu_{A_c}}\right)^2 = 4 \cdot \left(\frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}}\right)^2 + 16 \cdot \left(\frac{\sigma_\theta}{\mu_{\sin(2\theta)}}\right)^2 + 16 \cdot \left(\frac{\sigma_{h_c\theta}}{\mu_{h_c} \cdot \mu_{\sin(2\theta)}}\right) \quad (95)$$

O valor do desvio padrão é dado por:

$$\sigma_{A_c} = 2 \cdot \mu_{A_c} \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}}\right)^2 + 4 \cdot \left(\frac{\sigma_\theta}{\mu_{\sin(2\theta)}}\right)^2 + 4 \cdot \left(\frac{\sigma_{h_c\theta}}{\mu_{h_c} \cdot \mu_{\sin(2\theta)}}\right)} \quad (96)$$

A expressão analítica para representar a variação para a área de contato projetada na superfície é representada por:

$$PR \left( A_c(h_c, \theta) : \left[ \mu_{A_c} \cdot \left[ (1 + \beta_{A_c} \%) \pm k_\alpha \cdot 2 \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}}\right)^2 + 4 \cdot \left(\frac{\sigma_\theta}{\mu_{\sin(2\theta)}}\right)^2 + 4 \cdot \left(\frac{\sigma_{h_c\theta}}{\mu_{h_c} \cdot \mu_{\sin(2\theta)}}\right)} \right] \right] \right) \text{ nm}^2 \quad (97)$$

O desvio padrão do ângulo da ponta pode assumir o valor da tolerância estabelecida por norma (conforme seção 2.8.10, p.69-70). Portanto, se o ângulo for considerado constante, a covariância é nula, simplificando o modelo, para a ponta Berkovich Modificada idealizada. O semiângulo esperado é de  $\theta = 65,2748^\circ$  com tolerância de  $0,3^\circ$ .

Destacando:

$\mu_{A_c}$  : a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$  ;

$\mu_{\sin(2\theta)}$  : é o seno do ângulo da ponta esperado,  $[\mu_{\sin(2\theta)}] = ^\circ$  ;

$\mu_{h_c}$  : é a profundidade de contato esperada  $[\mu_{h_c}] = \text{nm}$  ;

$\sigma_{A_c}$  : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$  ;

$\sigma_{h_c}$  : é o desvio padrão da profundidade de contato,  $[\sigma_{h_c}] = \text{nm}$  ;

$\sigma_{\sin(2\theta)}$  : é o desvio padrão o seno do ângulo da ponta esperado,  $[\sigma_{\sin(2\theta)}] = ^\circ$  ;

$\sigma_{\sin(2\theta)h_c}$  : é a covariância entre o seno do ângulo da ponta e a profundidade de contato,  $[\sigma_{\sin(2\theta)h_c}] = ^\circ \cdot \text{nm}$  ;

$\beta_{A_c} \%$  : é o erro sistemático relativo identificado para a área de contato projetada.

Hay [17] comenta que a ponta Berkovich ideal deva ser usada quando  $h_c > 2 \mu\text{m}$ .

#### 4.4.2 Ponta Berkovich Modificada – Idealizada

A definição para a área de contato projetada na superfície é [17]:

$$A(h_c) = C_0 \cdot h_c^2 \quad (98)$$

Assumindo  $C_0 = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot \tan^2(\theta) \cong 24,5$  quando  $\theta = 65,2748^\circ$ .

A expressão da média associada a um erro sistemático identificado  $\beta_{A_c}$  é:

$$\mu_{A_c} = C_0 \cdot (\mu_{h_c})^2 + \beta_{A_c} \quad (99)$$

Em relação à profundidade de contato  $h_c$ :

$$\frac{dA_c}{dh_c} = 2 \cdot C_0 \cdot h_c \quad (100)$$

Aplicando, na expressão da propagação de erros:

$$\sigma_{A_c}^2 = \left( \frac{d}{dh_c} A_c \right)^2 \cdot \sigma_{h_c}^2 \quad (101)$$

Tem-se, após substituir, aplicar o operador  $\mu(\cdot)$  e extrair a raiz:

$$\sigma_{A_c} = 2 \cdot \mu_{A_c} \cdot \frac{\sigma_{h_c}}{h_c} \quad (102)$$

A expressão analítica para representar a variação para a área de contato projetada é representada por:

$$PR \left( A_c(h_c) : \left( \mu_{A_c} \cdot \left[ (1 + \beta_{A_c} \%) \pm k_\alpha \cdot 2 \cdot \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}} \right] \right) \right) \text{ nm}^2 \quad (103)$$

Destacando:

$\mu_{A_c}$ : a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\mu_{h_c}$ : é a profundidade de contato esperada,  $[\mu_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\sigma_{A_c}$ : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\sigma_{h_c}$ : é o desvio padrão da profundidade de contato,  $[\sigma_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\beta_{A_c} \%$ : é o erro sistemático relativo identificado para a área de contato projetada.

#### 4.4.3 Ponta Berkovich Modificada – com correção da ponta

A área de contato projetada na superfície é estimada pela **Equação 54**, p.69-70, ou

$$\text{seja: } A_c(h_c) = \sum_{n=0}^8 C_n \cdot (h_c)^{2^{l-n}}.$$

Em que os coeficientes de  $C_0$  a  $C_8$  são constantes a determinar pelo processo de calibração com material conhecido.

A expressão da média associada a um erro sistemático identificado  $\beta_{A_c}$  é:

$$\mu_{A_c} = \sum_{n=0}^8 C_n \cdot (\mu_{h_c})^{2^{l-n}} + \beta_{A_c} \quad (104)$$

Determinada à derivada em relação à profundidade de contato  $h_c$ :

$$\frac{dA_c}{dh_c} = \sum_{n=0}^8 2^{l-n} \cdot C_n \cdot (h_c)^{2^{l-n}-1} \quad (105)$$

Simplificando, aplicado o operador  $\mu(\cdot)$  e extraindo-se a raiz:

$$\sigma_{A_c} = \mu_{A_c} \cdot \left( \frac{\sum_{n=0}^8 2^{l-n} \cdot C_n \cdot (\mu_{h_c})^{2^{l-n}}}{\sum_{n=0}^8 C_n \cdot (\mu_{h_c})^{2^{l-n}}} \right) \cdot \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}} \quad (106)$$

A expressão analítica para representar a variação para a área de contato projetada é representada por:

$$PR \left( A_c(h_c) : \left( \mu_{A_c} \cdot \left[ (1 + \beta_{A_c} \%) \pm k_\alpha \cdot \left( \frac{\sum_{n=0}^8 2^{l-n} \cdot C_n \cdot (\mu_{h_c})^{2^{l-n}}}{\sum_{n=0}^8 C_n \cdot (\mu_{h_c})^{2^{l-n}}} \right) \cdot \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}} \right] \right) \right) \text{ nm}^2 \quad (107)$$

Destacando:

$\mu_{A_c}$ : a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\mu_{h_c}$ : é a profundidade de contato esperada,  $[\mu_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\sigma_{A_c}$ : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\sigma_{h_c}$ : é o desvio padrão da profundidade de contato,  $[\sigma_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\beta_{A_c} \%$ : é o erro sistemático relativo identificado para a área de contato projetada.

Hay [17] recomenda que deva ser usada quando  $h_c > 150 \text{ nm}$ .

#### 4.4.4 Ponta Canto de Cubo

A área de contato projetada na superfície para a ponta canto de cubo é [17]:

$$A_c = C_0 \cdot h_c^2 + C \cdot h_c \quad (108)$$

Assumindo que  $C_0 = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot \tan^2(\theta) = 2,5972$ , quando  $\theta = 35,26^\circ$  e  $C$  uma constante determinada do processo de calibração.

A expressão da média associada a um erro sistemático identificado  $\beta_{A_c}$  é:

$$\mu_{A_c} = C_0 \cdot (\mu_{h_c})^2 + C \cdot (\mu_{h_c}) + \beta_{A_c} \quad (109)$$

Descrevendo à derivada em relação à profundidade de contato  $h_c$ :

$$\frac{dA_c}{dh_c} = 2 \cdot C_0 \cdot h_c + C \quad (110)$$

Tem-se, ao aplicar o operador  $\mu(\cdot)$ :

$$\sigma_{A_c} = \mu_{A_c} \cdot \left[ \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}} + \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c} + \frac{C}{C_0}} \right] \quad (111)$$

A expressão analítica para representar a variação para a área de contato projetada na superfície é representada por:

$$PR \left( A_c(h_c) : \left( \mu_{A_c} \cdot \left[ (1 + \beta_{A_c} \%) \pm k_\alpha \cdot \left( \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}} + \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c} + \frac{C}{C_0}} \right) \right] \right) \text{ nm}^2 \right) \quad (112)$$

Destacando:

$\mu_{A_c}$ : a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\mu_{h_c}$ : é a profundidade de contato esperada,  $[\mu_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\sigma_{A_c}$ : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\sigma_{h_c}$ : é o desvio padrão da profundidade de contato,  $[\sigma_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\beta_{A_c} \%$ : é o erro sistemático relativo identificado para a área de contato projetada.

Hay [17] indica que deva ser usada quando  $h_c > 150 \text{ nm}$ .

#### 4.4.5 Ponta Esférica

A área de contato na superfície por uma ponta esférica é definida por [5,17]:

$$A_c = \pi \cdot (2 \cdot R \cdot h_c - h_c^2) \cong 2 \cdot \pi \cdot R \cdot h_c \quad (113)$$

Declarando que  $R$  é o raio da ponta esférica.

A expressão da média associada a um erro sistemático identificado  $\beta_{A_c}$  é:

$$\mu_{A_c} = 2 \cdot \pi \cdot (\mu_R) \cdot (\mu_{h_c}) + \beta_{A_c} \quad (114)$$

Ao derivar parcialmente:

1) em relação ao raio da ponta esférica  $R$ :

$$\frac{\partial A_c}{\partial R} = 2 \cdot \pi \cdot h_c \quad (115)$$

2) em relação à profundidade de contato  $h_c$ :

$$\frac{\partial A_c}{\partial h_c} = 2 \cdot \pi \cdot R \quad (116)$$

Finalizando, após aplicar o operador  $\mu(\cdot)$ :

$$\sigma_{A_c} = \mu_{A_c} \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_R}{\mu_R}\right)^2 + 2 \cdot \frac{\sigma_{h_c R}}{\mu_{h_c} \cdot \mu_R}} \quad (117)$$

Hay [17] recomenda que deva ser usada em materiais conhecidos. A expressão analítica para representar a variação para a área de contato projetada é representada por:

$$PR \left[ A_c(h_c, R) : \left( \mu_{A_c} \cdot \left[ (1 + \beta_{A_c} \%) \pm k_\alpha \cdot \sqrt{\left(\frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}}\right)^2 + \left(\frac{\sigma_R}{\mu_R}\right)^2 + 2 \cdot \frac{\sigma_{h_c R}}{\mu_{h_c} \cdot \mu_R}} \right] \right) \right] \text{ nm}^2 \quad (118)$$

Destacando:

$\mu_{A_c}$  : a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\mu_{h_c}$  : é a profundidade de contato esperada,  $[\mu_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\mu_R$  : é o raio da ponta esférica esperado,  $[\mu_R] = \text{nm}$ ;

$\sigma_{A_c}$  : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\sigma_{h_c}$  : é o desvio padrão da profundidade de contato,  $[\sigma_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\sigma_R$ : é o desvio padrão do raio da ponta esférica  $[\sigma_R] = \text{nm}$ ;

$\sigma_{h_c R}$ : é a covariância entre a profundidade de contato e o raio da ponta esférica,  $[\sigma_{h_c R}] = \text{nm}^2$ ;

$\beta_{A_c} \%$ : é o erro sistemático relativo identificado para a área de contato projetada.

#### 4.4.6 Ponta Cônica

A área projetada na superfície por um indentador cônico é [17]:

$$A_c = C \cdot h_c^2 \quad (119)$$

Assumindo que  $\varphi$  é o semiângulo do cone e  $C = \pi \cdot \tan^2(\varphi) = 2,5975$ ,  $\varphi = 42,28^\circ$ .

A expressão da média associada a um erro sistemático identificado  $\beta_{A_c}$  é:

$$\mu_{A_c} = C \cdot (\mu_{h_c})^2 + \beta_{A_c} \quad (120)$$

Calcula-se a derivada:

$$\frac{dA_c}{dh_c} = 2 \cdot C \cdot h_c \quad (121)$$

Aplica-se o operador  $\mu(\cdot)$  diretamente:

$$\sigma_{A_c} = 2 \cdot \mu_{A_c} \cdot \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}} \quad (122)$$

A expressão analítica para representar a variação para a área de contato projetada é representada por:

$$P \left( A_c(h_c) : \left( \mu_{A_c} \cdot \left[ (1 + \beta_{A_c} \%) \pm k_\alpha \cdot 2 \cdot \frac{\sigma_{h_c}}{\mu_{h_c}} \right] \right) \right) \text{nm}^2 \quad (123)$$

Destacando:

$\mu_{A_c}$ : a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\mu_{h_c}$ : é a profundidade de contato esperada,  $[\mu_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\sigma_{A_c}$ : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\sigma_{h_c}$ : é o desvio padrão da profundidade de contato,  $[\sigma_{h_c}] = \text{nm}$ ;

$\beta_{A_c}\%$ : é o erro sistemático relativo identificado para a área de contato projetada.

#### 4.4.7 Ponta Cilíndrica Plana

A área de contato de uma ponta cilíndrica base plana [17] é:

$$A_c = \pi \cdot a^2 \quad (124)$$

Afirmado-se que  $a$  é o raio do indentador. E que  $a$  é uma constante independente da profundidade de indentação.

A expressão da média associada a um erro sistemático identificado  $\beta_{A_c}$  é:

$$\mu_{A_c} = \pi \cdot (\mu_a)^2 + \beta_{A_c} \quad (125)$$

Determina-se a derivada:

$$\frac{dA_c}{da} = 2 \cdot \pi \cdot a \quad (126)$$

Aplica-se o operador  $\mu(\cdot)$ :

$$\sigma_{A_c} = 2 \cdot \mu_{A_c} \cdot \frac{\sigma_a}{\mu_a} \quad (127)$$

A expressão analítica para representar a variação para a área de contato projetada é representada por:

$$PR \left( A_c(a) : \left( \mu_{A_c} \cdot \left[ (1 + \beta_{A_c}\%) \pm k_\alpha \cdot 2 \cdot \frac{\sigma_a}{\mu_a} \right] \right) \right) \text{ nm}^2 \quad (128)$$

Destacando:

$\mu_{A_c}$ : a área de contato projetada na superfície esperada,  $[\mu_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\mu_a$ : é o raio da ponta cilíndrica plana esperado,  $[\mu_a] = \text{nm}$ ;

$\sigma_{A_c}$ : é o desvio padrão da área de contato projetada na superfície,  $[\sigma_{A_c}] = \text{nm}^2$ ;

$\sigma_a$ : é o desvio padrão o raio da ponta cilíndrica plana,  $[\sigma_a] = \text{nm}$ ;

$\beta_{A_c}\%$ : é o erro sistemático relativo identificado para a área de contato projetada.

#### 4.5 CONSIDERAÇÕES PARA O CAPÍTULO 4

Da formulação das expressões analíticas de propagação de erros, a sua aplicação na determinação do módulo de elasticidade reduzido e da dureza, para diversos materiais, pode-se considerar que de forma análoga com a aplicação da ponta Berkovich, pode-se também realizar testes com outras pontas usuais e específicas a materiais.

O principal resultado do trabalho é que cada material é único em sua caracterização mecânica e aplicação. Que as variações absolutas ou relativas entre seus comportamentos exigirão aprofundamentos, porém, a covariância (medida absoluta) e o coeficiente de correlação (medida relativa) demonstram-se como fortes indicadores para estabelecer as diferenças de comportamento mecânico entre os materiais.

As expressões analíticas de propagação de erros na metodologia proposta utilizaram a covariância, e o seu uso determinou erros menores se comparados com metodologias anteriores.

## 5 CONCLUSÕES

O trabalho abordou a teoria de erros aplicada à incerteza de medição da dureza e do módulo de elasticidade reduzido, determinados pela técnica de nanoindentação instrumentada e pelo método de Oliver e Pharr, que é atualmente o mais difundido e citado pela literatura.

Fundamentalmente o método de Oliver e Pharr consiste na relação de igualdade,  $h_c = h_{max} - h_s$ , que é definida formalmente pela profundidade de deflexão na superfície ao redor do perímetro de contato  $h_s = \varepsilon \cdot \frac{P_{max}}{S}$  e conseqüentemente como a profundidade de contato na indentação  $h_c$ . Proporcionando a área de contato projetada na superfície  $A_c = f(h_c)$  e finalmente o módulo de elasticidade reduzido  $E_r$  e a dureza  $H$ .

O objetivo geral do trabalho é investigar a propagação de erros nas definições de módulo de elasticidade reduzido e de dureza, e apresentar uma expressão analítica experimental para os estimadores do intervalo para o módulo de elasticidade reduzido e da dureza.

Os objetivos específicos foram:

- a) Estabelecer modelos analíticos baseados na teoria da propagação de erros;
- b) Validar os modelos analíticos através da confrontação com dados experimentais;
- c) Simular o erro experimental para diferentes situações de erros sistemáticos.

A metodologia foi tratada em dois momentos: primeiro o desenvolvimento matemático e o segundo o confronto entre os dados experimentais com o modelo analítico.

Ao investigar as variáveis influentes para a determinação do modelo analítico, determinou-se pela teoria dos erros as séries de potências dos desvios até a primeira ordem de cada resultado, como elemento específico de cada variável influente ao modelo.

Para confrontar os dados experimentais com o modelo proposto, foram selecionados quatro materiais para se observar os erros experimentais. A sílica de conhecimento bem comportado em testes de nanoindentação instrumentada, como amostra

padrão. O vidro alcalino, que teve a superfície modificada por lixamento, para destacar a rugosidade na superfície. O policarbonato foi utilizado para verificar a recuperação elástica lateral. As amostras de grafite foram submetidas a cargas distintas para explorar a influência da propagação de trincas e fratura na determinação do módulo de elasticidade reduzido e da dureza.

O modelo analítico desenvolvido com a metodologia proposta considerou a covariância entre as variáveis influentes, deferência e contribuição do trabalho. Esta covariância implicou em erros inferiores na determinação das medidas do módulo de elasticidade reduzido e da dureza em comparação aos modelos desenvolvidos anteriormente, Menčík e Swain (1995) [4], Kessel (2002) [41], Hsu *et al.* (2007) [42] e Lucca *et al.* (2010) [43].

O modelo analítico em suas expressões essenciais na determinação do módulo de elasticidade reduzido, dureza e área de contato projetada na superfície são respectivamente:

$$PR(E_r(S, A_c): \mu_{E_r} \cdot \left[ (1 + \beta_{E_r} \%) \pm k_\alpha \cdot \sigma_{E_r} \right]) \text{ GPa}$$

$$PR(H(P_{max}, A_c): (\mu_H \cdot \left[ (1 + \beta_H \%) \pm k_\alpha \cdot \sigma_H \right])) \text{ GPa}$$

$$PR(A_c(h_c): (\mu_{A_c} \cdot \left[ (1 + \beta_{A_c} \%) \pm k_\alpha \cdot \sigma_{A_c} \right])) \text{ nm}^2$$

Indicando que os operadores:

$\mu(\cdot)$ : o valor absoluto esperado para a variável;

$k_\alpha \cdot \sigma(\cdot)$ : o valor relativo para o erro aleatório; e,

$\beta_{(\cdot)}$ : o valor absoluto do erro sistemático.

$\beta_{(\cdot)} \%$ : o valor relativo do erro sistemático.

A sílica fundida apresentou os menores erros dentre os materiais estudados. As variáveis influentes para a sílica foram caracterizadas por altos índices de correlação e baixos índices de variação relativa, distribuídos normalmente. Os erros determinados pelo modelo analítico na metodologia proposta foram inferiores a 1% para o módulo de elasticidade reduzido e para a dureza para a sílica, por ser um material isotrópico e sem rugosidade significativa na superfície. Para a amostra de sílica não foi observado à existência de erro sistemático. Para a amostra de sílica foi verificado a variação da dureza

e do módulo de elasticidade para amostras superiores a 20 indentações devido a flutuação térmica.

O vidro teve sua superfície modificada por lixamento e este lixamento aumentou em três vezes a rugosidade da superfície em comparação com uma superfície sem a modificação. As variáveis influentes para o vidro lixado foram caracterizadas principalmente pela alta dispersão, com coeficientes de correlação de baixo a moderados, com coeficientes de curtose altos, principalmente para a área de contato projetada na superfície reforça a rugosidade da superfície e alto coeficiente de assimetria positivo indica que a média encontrada é maior do que realmente deveria ser, portanto, subestimando o módulo de elasticidade reduzido e a dureza. A subestimação foi identificada ao recalculando com o vidro sem modificação por lixamento apresentando um erro sistemático atribuído pela rugosidade, foi encontrada uma diferença mínima de 18% para o módulo de elasticidade reduzido e de 52% para a dureza. O vidro apresentou o maior erro sistemático entre os materiais estudados.

O policarbonato apresentou recuperação elástica lateral (*sink-in*) na superfície devido à recuperação elástica do material. As variáveis influentes são altamente homogêneas, isto é, com baixo coeficiente de variação entre as variáveis. A alta assimetria negativa e a curtose elevada para área de contato projetada na superfície implicam em estabelecer que seu valor encontrado seja inferior ao esperado, portanto, subestimando o módulo de elasticidade reduzido e a dureza. Foi calculado um erro sistemático mínimo de 1% para o módulo de elasticidade reduzido e para a dureza. Foi observado também um pico de variação com as amostras de tamanho superior a 20 elementos, tal fenômeno foi identificado pela escolha do critério de amostragem e é simplesmente porque uma amostra teve uma variação maior (normal). Se a escolha fosse aleatória, não seria observado o pico de variação.

Ao compararmos as duas amostras de grafite, submetidas a cargas diferentes, conclui-se que ao aumentar a carga, ocorre uma redução da dureza e do módulo de elasticidade reduzido. Por hipótese, a dureza cai pelo aumento significativo da área de contato projetada na superfície devido à fratura frágil ocorrida pelo aumento de carga na superfície do espécime de grafite. Aumentando-se o tamanho da amostra aumenta a probabilidade de ter fraturas e o módulo de elasticidade reduzido e a dureza tendem a se estabilizar a partir de um tamanho específico de amostra. O grafite demonstra-se altamente

heterogêneo para a medida da dureza, e levemente heterogêneo para o módulo de elasticidade.

O modelo analítico proposto contribui ao preencher uma lacuna nos estudos que é a inferência aos resultados do módulo de elasticidade reduzido e dureza com a estimativa do erro para as medidas determinadas. As variáveis de entrada são estabelecidas com o método de Oliver e Pharr e pela apropriação do tratamento estatístico dos resultados da técnica de nanoindentação instrumentada.

O resultado de destaque é a capacidade do modelo atribuir o fator de importância da variável influente ao material que está sendo caracterizado. Estabelece um grau de qualidade quando comparado a uma amostra de referência indicando a compatibilidade do material ser avaliado pela técnica de nanoindentação instrumentada com o método de Oliver e Pharr.

Os objetivos do trabalho foram integralmente atingidos.

Sugestões para estudos futuros:

- a) Avaliar a contribuição individual de erros aleatórios e sistemáticos em cada variável influente para outros materiais;
- b) Estabelecer novas variáveis influentes para o modelo;
- c) Aprofundar estudos para a propagação não linear para a incerteza.

## REFERÊNCIAS

1. OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **J. Mater. Res. Vol. 7, N° 6, Materials Research Society**, 1992. 1564-1583.
2. OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: advances in understanding and refinements technology. **J. Mater. Res. Vol. 19, N° 1, Materials Research Society**, 2004. 3-20.
3. THOMSON REUTERS. ISI WEB OF KNOWLEDGE. **View Author Sets**, 2014. Disponível em: <[www.isiknowledge.com](http://www.isiknowledge.com)>. Acesso em: 24 maio 2014.
4. MENČIK, J.; SWAIN, M. V. Errors associated with depth-sensing microindentation tests. **J. Mater. Res. Vol. 10, N° 6, Materials Research Society**, 1995. 1491-1501.
5. FISCHER-CRIPPS, A. C. **Nanoindentation**. 3. ed. New York: Springer, 2011.
6. FISCHER-CRIPPS, A. C. **Nanoindentation**. 2. ed. New York: Springer, 2004.
7. VUOLO, J. H. **Fundamentos da teoria de erros**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1996.
8. JCGM 100: 2008 – GUM 2005. Avaliação de dados de medição – Guia para a expressão de incerteza de medição. **JCGM**, 2008.
9. GUERRA, M. J.; DONAIRE, D. **Estatística indutiva: teoria e aplicações**. 5. ed. São Paulo: LTCE, 1991.
10. KRUPPECHACKE. **Compilação de teorias e elementos da estatística, probabilidade e modelos probabilísticos**. Curitiba: José Eloir Kruppechacke, 2012.
11. PISKOUNOV, N. S. **Cálculo diferencial e integral**. 13. ed. Porto: Lopes da Silva, 1990.
12. THE MATHWORKS INC. MATLAB R2010a. **Model-based design with MATLAB and simulink**, Natick, 2010. Disponível em: <[www.mathworks.com](http://www.mathworks.com)>. Acesso em: 24 maio 2014.
13. BROTZEN, F.; PHARR, G.; LEPIENSKI, C. M. **Propriedades nanomecânicas de superfícies, filmes finos e revestimentos**. Curitiba. 1998.
14. MIKOWSKI, A. **Propriedades nano mecânicas e processos de fratura de materiais lamelares: (Doutorado em Física)**. Curitiba: Universidade Federal do Paraná, Setor de Ciências Exatas, 2008.
15. SYNTON-MDP. Nanoindetertip. **SYNTON-MDP**, Switzerland, 2014. Disponível em: <[www.sinton-mdp.ch](http://www.sinton-mdp.ch)>. Acesso em: 24 maio 2014.

16. MASSARDO, S. B. **Nanoindentação em vitrocerâmicas de dissilicato de lítio: fractografia e propriedades mecânicas.** (Mestrado em Física). Curitiba: Universidade Federal do Paraná, Setor de Ciências Exatas, 2011.
17. HAY, J. Introduction to instrumented indentation testing. **Nanomechanical characterization of materials by nanoindentation series.** Society for Experimental Mechanics, 2009. 66-72.
18. DOERNER, M. F.; NIX, W. D. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. **J. Mater. Res. Vol. 1, N° 4, Materials Research Society**, 1986. 601-609.
19. BOLSHAKOV, A. **Finite elements studies of mechanical property testing by nanoindentation methods:** (Doctor of Philosophy). Houston: Rice University, 1996.
20. SNEDDON, I. N. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch or arbitrary profile. **International Journal of Engineering Science. Vol. 3. N° 1, Pergamon Press**, 1965. 47-57.
21. ANTUNES, J. M. A. **A indentação de materiais maciços e filmes finos: modelação e análise inversa.** (Doutorado em Engenharia Mecânica). Coimbra: Universidade de Coimbra, Faculdade de Ciência e Tecnologia, 2006.
22. FISCHER-CRIPPS, A. C. **The IBIS handbook of nanoindentation.** Australia: Fischer-Cripps Laboratories Pty Ltd, 2009.
23. KING, R. B. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. **J. Solids Structures. Vol. 23, N° 12**, 1987. 1657-1664.
24. MEYERS, M. A.; CHAWLA, K. K. **Mechanical behavior of materials.** 2. ed. New York: Cambridge University, 2009.
25. CALLISTER JR., W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2008.
26. ASHBY, M. F. **Materials selection in mechanical design.** 3. ed. Cambridge: Butterworth-Heinemann, 2005.
27. MCDONALD, P. H. **Continuum mechanics.** Boston: PWS, 1996.
28. JOHNSON, K. L. **Contact mechanics.** Cambridge: Cambridge University Press, 1985.
29. FISCHER-CRIPPS, A. C. **Introduction to contact mechanics.** 2. ed. New York: Springer, 2007.
30. EN ISO 14556-1: 2002. Test method – Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. **ISO**, 2002.
31. EN ISO 14577-2: 2002. Verification and calibration of testing machines – Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. **ISO**, 2002.

32. EN ISO 14577-3: 2002. Calibration of reference blocks – Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. **ISO**, 2002.
33. IOST, A.; BIGOT, R. Hardness of coatings. **Surface & Coatings Technology** **80**, 1996. 117–120.
34. ANDERSON, T. L. **Fracture mechanics: fundamentals and applications**. 2. ed. Texas: CRC Press, 1995.
35. COOK, R. F.; PHARR, G. M. Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, 73, 1990. 787-817.
36. BOUZAKIS, K. D.; MICHAILIDIS, N.; HADJIYIANNIS, S.; SKORDARIS, G.; ERKENS, G.. The effect of specimen roughness and indenter tip geometry on the determination accuracy of thin hard coatings stress–strain laws by nanoindentation. **Materials Characterization** **49**, 2003. 149–156.
37. SOUZA, Gelson Biscaia; FOERSTER, Carlos Eugênio; SILVA, Silvio Luiz Rutz da; LEPIENSKI, Carlos Maurício. Nanomechanical properties of rough surfaces. **Material Research. Vol. 9, Nº. 2**, 2006. 159-163.
38. LEYLAND, A.; MATTHEWS, A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimised tribological behaviour. **Wear** **246**, 2000. 1-11.
39. E2546-07 ASTM. Standart practice for instrumented indentation testing. **ASTM**, 2007.
40. MICRO STAR TECHNOLOGIES. Diamond instruments for microscopy and nano technology. **MICRO STAR TECHNOLOGIES**, Huntsville, 2014. Disponivel em: <www.microstartec.com>. Acesso em: 24 maio 2014.
41. KESSEL, W. Measure uncertainty according to ISO/BIPM-GUM. **Thermochimica Acta** **382**, 2002. 1-16.
42. HSU, Jiong-Shiin; CHEN, Sheng-Jui; LU, Hui-Ching; PAN, Shear-Shi; WU, Gwo-Jen; WU, Chung-Lin; TUAN, Chin-fen. Uncertainty evaluation of modulus and hardness for the nanoindentation measurement system. **HARDMEKO 2007**, Japan, 2007.
43. LUCCA, D. A.; HERRMANN, K.; KLOPFSTEIN, M. J. Nanoindentation: measuring methods and application. **Manufacturing Technology** **59**, 2010. 803-819.
44. MTS SYSTEMS CORPORATION. Industry-leading testing and sensing solutions. **MTS SYSTEMS CORPORATION**, Eden Prairie, 2014. Disponivel em: <www.mts.com>. Acesso em: 24 maio 2014.
45. AGILENT TECHNOLOGIES INC. Product e services, additional test e measurement products: Nanoindenters. **AGILENT TECHNOLOGIES INC.**, Santa Clara, 2014. Disponivel em: <www.home.agilent.com>. Acesso em: 24 maio 2014.
46. OLYMPUS CORPORATION. Olympus your vision, our future [optical microscopy]. **OLYMPUS CORPORATION**, Tokyo, 2014. Disponivel em: <www.olympus-ims.com/pt/microscope/bx>. Acesso em: 24 maio 2014.

47. JEOL LTD. Jeol Solutions for Innovation [scanning electron microscopy - SEM]. **Jeol Solutions for Innovation**, Tokyo, 2014. Disponível em: <[www.jeol.co.jp/en/products](http://www.jeol.co.jp/en/products)>. Acesso em: 24 maio 2014.
48. SHIMADZU CORPORATION. Excellent in science [atomic force microscopy]. **SHIMADZU CORPORATION**, Kyoto, 2014. Disponível em: <[www.shimadzu.com/an/surface](http://www.shimadzu.com/an/surface)>. Acesso em: 24 maio 2014.
49. SOUZA, Gelson Biscaia; MIKOWSKI, Alexandre; LEPIENSKI, Carlos Mauricio; FOERSTER, Carlos Eugênio. Some comments about “Comment on hardness definitions”, by J. Malzbender [J. Eur. Ceram. Soc. 23 (2003) 1355–1359]. **Journal of the European Ceramic Society** **30**, 2010. 1967-1969.
50. MICROSOFT. Microsoft Office 2010. **MICROSOFT**, Redmond, 2014. Disponível em: <[www.microsoft.com](http://www.microsoft.com)>. Acesso em: 24 maio 2014.
51. SOUZA, Gelson Biscaia; MIKOWSKI, Alexandre; LEPIENSKI, Carlos Mauricio; FOERSTER, Carlos Eugênio. Indentation hardness of rough surfaces produced by plasma-based ion implantation processes. **Surface & Coatings Technology** **204**, 2010. 3013-3017.

## APÊNDICES

### A. DETERMINAÇÃO DA VARIAÇÃO INFINITESIMAL

O clássico e conceituado autor de Cálculo Diferencial e Integral, Nikolai Semionovitch Piskounov [11], que ao parafrasear, tem-se:

Seja  $f = f(x)$  uma função derivável sobre o intervalo  $[a, b]$ . Definiu-se a derivada desta função no ponto  $x$  de  $[a, b]$  pela relação:  $\lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{d}{dx} f(x) = \tan(\theta)$ .

O quociente  $\frac{\Delta y}{\Delta x}$  para  $\Delta x \rightarrow 0$  tende para um número determinado  $\frac{d}{dx} f(x)$ , e, por conseguinte, difere da derivada  $\frac{d}{dx} f(x)$  de uma quantidade infinitamente pequena

$\frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{d}{dx} f(x) + \delta$  com  $\delta \rightarrow 0$  quando  $\Delta x \rightarrow 0$ . Multiplicam-se todos os termos dessa igualdade por  $\Delta x$ ; tem-se  $\Delta y = \frac{d}{dx} f(x) \cdot \Delta x + \delta \cdot \Delta x$ .

Visto que em geral  $\frac{d}{dx} f(x) \neq 0$  o produto  $\frac{d}{dx} f(x) \cdot \Delta x$  é para  $x$  constante e  $\Delta x$  variável, uma quantidade infinitamente pequena da mesma ordem que o  $\Delta x$  quando  $\Delta x \rightarrow 0$ . Em contrapartida, o produto  $\delta \cdot \Delta x$  é sempre uma quantidade infinitamente pequena de ordem superior em relação à  $\Delta x$ , visto que  $\lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{\delta \cdot \Delta x}{\Delta x} = \lim_{\Delta x \rightarrow 0} \delta = 0$ .

Assim, o crescimento  $\Delta y$  da função  $y = f(x)$  compõe-se de dois termos, o primeiro é chamado “a parte principal do crescimento” é uma função linear de  $\Delta x$ .

Chama-se diferencial o produto  $\frac{d}{dx} f(x) \cdot \Delta x$  e designa-se pela notação  $df(x)$ .

$$\Delta y = \underbrace{\frac{d}{dx} f(x) \cdot \Delta x}_{\text{Parte Principal}} + \delta \cdot \Delta x$$

Assim, se a função  $y = f(x)$  admite uma derivada  $\frac{d}{dx} f(x)$  no ponto  $x$ , chama-se diferencial desta função e nota-se  $dy$  o produto da derivada  $\frac{d}{dx} f(x)$  neste ponto pelo crescimento da variável independente  $\Delta x$ , ou seja:  $dy = \frac{d}{dx} f(x) \cdot \Delta x$ .

Frequentemente usa-se em cálculos numéricos a igualdade aproximada  $\Delta y \approx \frac{d}{dx} f(x)$ , sob a forma explícita,  $f(x + \Delta x) - f(x) \approx \frac{d}{dx} f(x) \cdot \Delta x$  o que simplifica os cálculos [11].

$$\text{Portanto: } f(x + \Delta x) - f(x) = \frac{d}{dx} f(x) \cdot \Delta x$$

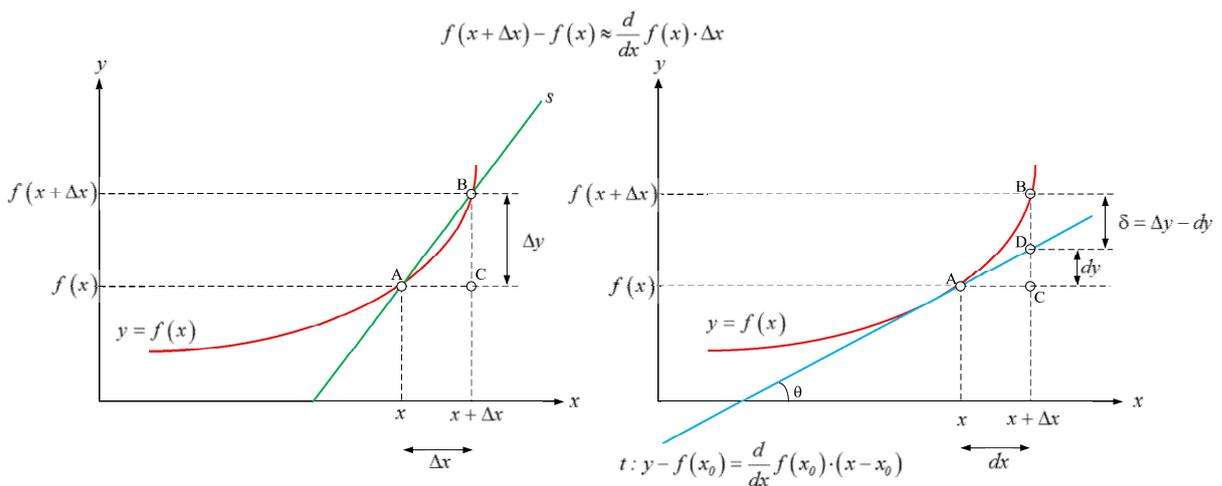
Corresponde a:

$$\Delta y = \frac{d}{dx} f(x) \cdot \Delta x, \text{ quando a variação é incremental } \Delta x \rightarrow 0.$$

$$\Delta y = \frac{d}{dx} f(x) \cdot dx, \text{ quando a variação é infinitesimal.}$$

$$\Delta y = \frac{d}{dx} f(x) \cdot \delta_x, \text{ quando a variação assume erro total mínimo arbitrário.}$$

Que é ilustrado pela **Figura 68**:



**Figura 68** – Interpretação geométrica da definição de diferencial no plano.

Fonte: Adaptado de Piskounov [11].

Considerando a função no espaço definida por  $z = f(x, y)$ , de forma análoga tem-se  $\Delta z = f(x + \Delta x, y + \Delta y) - f(x, y)$ , qual se pode determinar que:

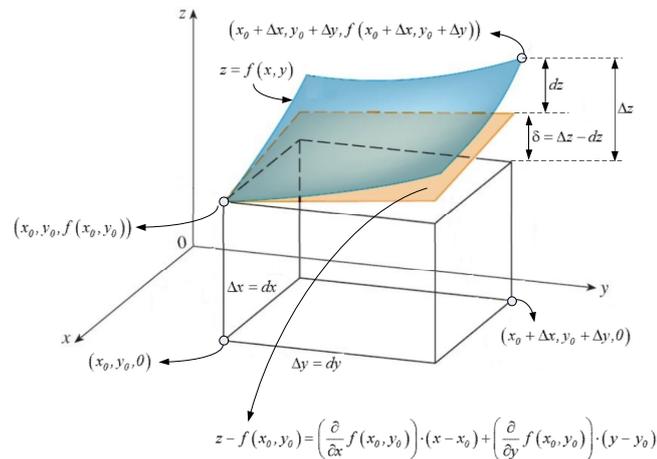
$$\Delta z = \frac{\partial}{\partial x} f(x, y) \cdot \Delta x + \frac{\partial}{\partial y} f(x, y) \cdot \Delta y, \text{ quando a variação é incremental } \Delta x \rightarrow 0 \text{ e } \Delta y \rightarrow 0.$$

$$\Delta z = \frac{\partial}{\partial x} f(x, y) \cdot dx + \frac{\partial}{\partial y} f(x, y) \cdot dy, \text{ quando a variação é infinitesimal, ou seja, } dx \text{ e } dy.$$

E, quando a variação assume erro total mínimo arbitrário, ou seja,  $\delta_x$  e  $\delta_y$ . Tem-se:

$$\Delta z = \frac{\partial}{\partial x} f(x, y) \cdot \delta_x + \frac{\partial}{\partial y} f(x, y) \cdot \delta_y \quad (129)$$

A **Figura 69** ilustra a ideia dos incrementos a serem considerados.



**Figura 69** – Interpretação geométrica da definição de diferencial no espaço.

Fonte: Adaptado de Piskounov [11].

Considerando a função no hiperespaço definida por  $w = f(x, y, z, \dots)$ , de forma análoga tem-se  $\Delta w = f(x + \Delta x, y + \Delta y, z + \Delta z, \dots) - f(x, y, z, \dots)$  qual se pode determinar que:

$$\Delta w = \frac{\partial}{\partial x} f(x, y, z, \dots) \cdot \Delta x + \frac{\partial}{\partial y} f(x, y, z, \dots) \cdot \Delta y + \frac{\partial}{\partial z} f(x, y, z, \dots) \cdot \Delta z + \dots$$

$$\Delta w = \frac{\partial}{\partial x} f(x, y, z, \dots) \cdot dx + \frac{\partial}{\partial y} f(x, y, z, \dots) \cdot dy + \frac{\partial}{\partial z} f(x, y, z, \dots) \cdot dz + \dots$$

$$\Delta w = \frac{\partial}{\partial x} f(x, y, z, \dots) \cdot \delta_x + \frac{\partial}{\partial y} f(x, y, z, \dots) \cdot \delta_y + \frac{\partial}{\partial z} f(x, y, z, \dots) \cdot \delta_z + \dots \quad (130)$$

## B. DEDUÇÃO DAS FÓRMULAS DE PROPAGAÇÃO DE ERROS

As variáveis  $x, y, z, \dots$ , são admitidas como grandezas com distribuições de erro simétricas e desvios padrão  $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z, \dots$  [7].

Se cada conjunto de variáveis  $x, y, z, \dots$  é medido  $n$  vezes, obtém-se:  $x_1, y_1, z_1, \dots$ ;  $x_2, y_2, z_2, \dots$ ;  $\dots$ ;  $x_n, y_n, z_n, \dots$ . Então as variâncias  $\sigma_x^2, \sigma_y^2, \sigma_z^2, \dots$  são dadas por:

$$\sigma_x^2 = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (x - \mu_x)^2;$$

$$\sigma_y^2 = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (y - \mu_y)^2;$$

$$\sigma_z^2 = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (z - \mu_z)^2, \dots.$$

E as variâncias conjuntas, covariâncias,  $\sigma_{xy}, \sigma_{xz}, \sigma_{yz}, \dots$  são dadas aos pares por:

$$\sigma_{xy} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (x - \mu_x) \cdot (y - \mu_y);$$

$$\sigma_{xz} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (x - \mu_x) \cdot (z - \mu_z);$$

$$\sigma_{yz} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (y - \mu_y) \cdot (z - \mu_z), \dots;$$

Admitindo-se que  $\mu_x, \mu_y, \mu_z, \dots$  são os valores médios verdadeiros de  $x, y, z, \dots$ .

A grandeza  $w$  é calculada para cada conjunto de variáveis  $x_i, y_i, z_i, \dots$  obtendo-se assim,  $n$  resultados.  $w_1 = w(x_1, y_1, z_1, \dots)$ ;  $w_2 = w(x_2, y_2, z_2, \dots)$ ;  $\dots$ ;  $w_n = w(x_n, y_n, z_n, \dots)$ .

O valor médio verdadeiro  $\mu_w$  da grandeza  $w$  é definido por:

$$\mu_w = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n w_i.$$

Expandido em séries de potências dos desvios até a primeira ordem cada resultado de  $w_i = w(x_i, y_i, z_i, \dots)$  tem-se:

$$w_i \cong w(\mu_x, \mu_y, \mu_z, \dots) + \frac{\partial w}{\partial x} \cdot (x_i - \mu_x) + \frac{\partial w}{\partial y} \cdot (y_i - \mu_y) + \frac{\partial w}{\partial z} \cdot (z_i - \mu_z) + \dots$$

E as derivadas parciais calculadas para:  $x = \mu_x$ ,  $y = \mu_y$ ,  $z = \mu_z$ ,  $\dots$ .

Considerando a soma das variáveis:

$$\sum_{i=1}^n w_i \cong \sum_{i=1}^n \left[ w(\mu_x, \mu_y, \mu_z, \dots) + \frac{\partial w}{\partial x} \cdot (x_i - \mu_x) + \frac{\partial w}{\partial y} \cdot (y_i - \mu_y) + \frac{\partial w}{\partial z} \cdot (z_i - \mu_z) + \dots \right];$$

Aplicando a propriedade distributiva

$$\sum_{i=1}^n w_i \cong \sum_{i=1}^n w(\mu_x, \mu_y, \mu_z, \dots) + \frac{\partial w}{\partial x} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \mu_x) + \frac{\partial w}{\partial y} \cdot \sum_{i=1}^n (y_i - \mu_y) + \frac{\partial w}{\partial z} \cdot \sum_{i=1}^n (z_i - \mu_z) + \dots$$

$$\sum_{i=1}^n w_i \cong \sum_{i=1}^n w(\mu_x, \mu_y, \mu_z, \dots).$$

$$\frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n w_i \cong \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n w(\mu_x, \mu_y, \mu_z, \dots).$$

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i = \mu_x;$$

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n y_i = \mu_y;$$

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n z_i = \mu_z;$$

...

$$\mu_w \cong w(\mu_x, \mu_y, \mu_z, \dots);$$

$$\sigma_w^2 = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (w_i - \mu_w)^2;$$

$$\begin{aligned} (w_i - \mu_w)^2 &= \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)^2 \cdot (x - \mu_x)^2 + \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 \cdot (y - \mu_y)^2 + \left( \frac{\partial w}{\partial z} \right)^2 \cdot (z - \mu_z)^2 + \dots + \\ &+ 2 \cdot \frac{\partial w}{\partial x} \cdot \frac{\partial w}{\partial y} \cdot (x - \mu_x) \cdot (y - \mu_y) + 2 \cdot \frac{\partial w}{\partial x} \cdot \frac{\partial w}{\partial z} \cdot (x - \mu_x) \cdot (z - \mu_z) + \dots + \\ &+ 2 \cdot \frac{\partial w}{\partial y} \cdot \frac{\partial w}{\partial z} \cdot (y - \mu_y) \cdot (z - \mu_z) + \dots \end{aligned}$$

Substituindo:

$$\sigma_x^2 = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \mu_x)^2 ;$$

$$\sigma_y^2 = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (y_i - \mu_y)^2 ;$$

$$\sigma_z^2 = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (z_i - \mu_z)^2 ;$$

...

$$\sigma_{xy} = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \mu_x) \cdot (y_i - \mu_y) ;$$

$$\sigma_{xz} = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \mu_x) \cdot (z_i - \mu_z) ;$$

$$\sigma_{zy} = \lim_{n \rightarrow \infty} \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n (z_i - \mu_z) \cdot (y_i - \mu_y) ;$$

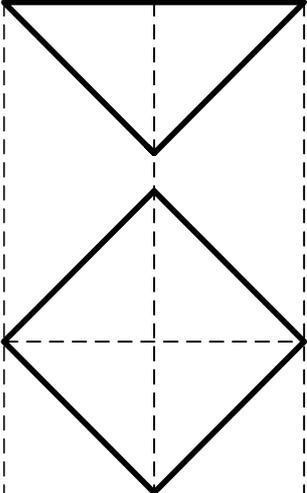
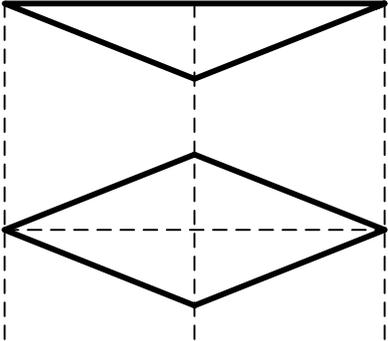
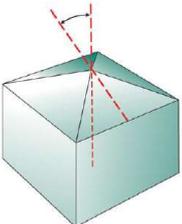
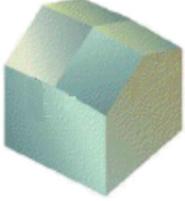
...

**Fórmula geral para propagação de erros [7]**

$$\begin{aligned} \sigma_w^2 = & \left( \frac{\partial w}{\partial x} \right)^2 \cdot \sigma_x^2 + \left( \frac{\partial w}{\partial y} \right)^2 \cdot \sigma_y^2 + \left( \frac{\partial w}{\partial z} \right)^2 \cdot \sigma_z^2 + \dots + \\ & + 2 \cdot \frac{\partial w}{\partial x} \cdot \frac{\partial w}{\partial y} \cdot \sigma_{xy} + 2 \cdot \frac{\partial w}{\partial x} \cdot \frac{\partial w}{\partial z} \cdot \sigma_{xz} + 2 \cdot \frac{\partial w}{\partial y} \cdot \frac{\partial w}{\partial z} \cdot \sigma_{yz} + \dots \end{aligned} \quad (131)$$

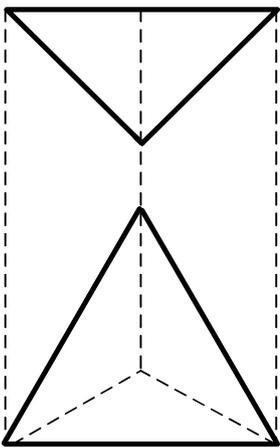
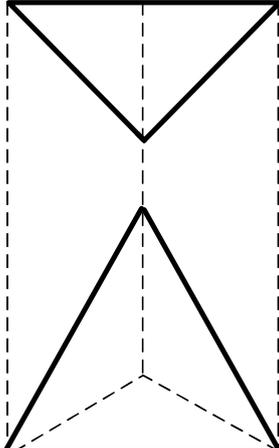
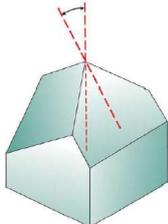
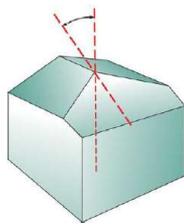
### C. CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS DE INDENTADORES

**Tabela 11** – Elementos característicos das pontas Vickers e Knoop.

Tipo da Ponta	Vickers	Knoop
Área projetada na superfície	$A_c = 4 \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\theta)$	$A_c = 2 \cdot h_c^2 \cdot \tan(\theta_1) \cdot \tan(\theta_2)$
Semiângulo $\theta$	$68^\circ$	$86,25^\circ$ e $65^\circ$
Semiângulo efetivo cone $\varphi$	$70,32^\circ$	$77,64^\circ$
Fator de intercepção $\varepsilon$	$0,75$	$0,75$
Fator de correção da geometria $\beta$	$1,012$	$1,012$
Impressão (vista de perfil / vista superior)		
Indentador		

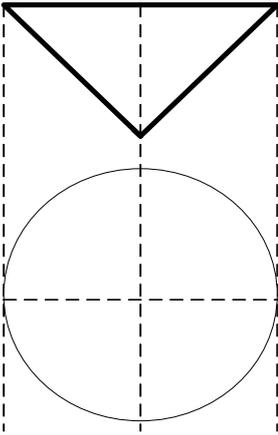
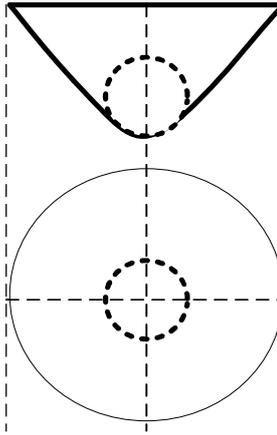
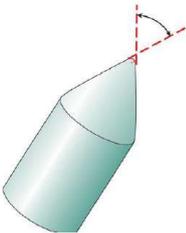
Fonte: Krupechacke (2014).

**Tabela 12** – Elementos característicos das pontas Canto de Cubo e Berkovich.

Tipo da Ponta	Canto de Cubo	Berkovich
Área projetada na superfície	$A_c = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\theta)$	$A_c = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\theta)$
Semiângulo $\theta$	35,26°	65,3°
Semiângulo efetivo cone $\varphi$	42,28°	70,2996°
Fator de intercepção $\varepsilon$	0,75	0,75
Fator de correção da geometria $\beta$	1,034	1,034
Impressão (vista de perfil / vista superior)		
Indentador		

Fonte: Krupechacke (2014).

**Tabela 13** – Elementos característicos das pontas Cônica e Esférica.

Tipo da ponta	Cone	Esférico
Área projetada na superfície	$A_c = \pi \cdot h_c^2 \cdot \tan^2(\varphi)$	$A_c \approx 2 \cdot \pi \cdot r \cdot h_c$
Semiângulo $\theta$	$\varphi$	-
Semiângulo efetivo cone $\varphi$	$\varphi$	-
Fator de intercepção $\varepsilon$	0,72	0,75
Fator de correção da geometria $\beta$	1	1
Impressão (vista de perfil / vista superior)		
Indentador		

Fonte: Krupechacke (2014).

## D. PARÂMETROS CARACTERÍSTICOS E SUAS PROPRIEDADES

**Amplitude total** é a diferença entre o maior e menor valor da série.

$$R = x_{max} - x_{min} \quad (132)$$

**Valor esperado** é o representante sensível a todos os valores da série, que indica o centro de massa de uma distribuição.

É a medida que determina um ponto de equilíbrio em função das probabilidades de ocorrência da variável [9].

$$E(X) = \sum_{i=1}^n x_i \cdot p_i \quad (133)$$

### Propriedades imediatas da definição:

Assumindo que  $X$ ,  $Y$  e  $\sum_{i=1}^n X_i$  são variáveis aleatórias dependentes e  $k$  uma constante arbitrária.

$$E(x) = f_X(x, p) \longrightarrow X_{min} < E(X) < X_{max}$$

$$E(k) = k$$

$$E(k \cdot X) = k \cdot E(X)$$

$$E(X \pm k) = E(X) \pm k$$

$$E(X \pm Y) = E(X) \pm E(Y)$$

$$E\left(\sum_{i=1}^n X_i\right) = \sum_{i=1}^n E(X_i)$$

$$E[X - E(X)] = 0$$

### Aplicação da definição:

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i \quad (134)$$

$$\mu(X) = \mu_X = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i \quad (135)$$

**Variância** é uma média da soma dos quadrados da comparação de cada valor da série em torno do centro de massa.

É a medida que dá o grau de dispersão (ou concentração) de probabilidades em torno da média (esperança) [9].

$$Var(X) = E(X - E(X))^2 = E(X^2) - [E(X)]^2 \quad (136)$$

$$Var(X) = \sum_{i=1}^{\infty} (x_i - \mu_X)^2 \cdot p_X(x_i) = \sum_{i=1}^{\infty} x_i^2 \cdot p_X(x_i) - \mu_X^2 \quad (137)$$

**Propriedades imediatas da definição:**

Assumindo que  $X$ ,  $Y$  e  $\sum_{i=1}^n X_i$  são variáveis aleatórias dependentes e  $k$  uma constante arbitrária.

$$Var(k) = 0$$

$$Var(k \cdot X) = k^2 \cdot Var(X)$$

$$Var(X \pm Y) = Var(X) + Var(Y) \pm 2 \cdot Cov(X, Y)$$

$$Var\left(\sum_{i=1}^n X_i\right) = \sum_{i=1}^n Var(X_i) + 2 \cdot \sum_{i < j} Cov(X_i, X_j)$$

**Aplicação da definição:**

$$s^2(X) = s_X^2 = \frac{1}{n-1} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2 \right] = \frac{1}{n-1} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n X_i^2 - n \cdot (\bar{X})^2 \right] \quad (138)$$

$$\sigma^2(X) = \sigma_X^2 = \frac{1}{n} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n (x_i - \mu_X)^2 \right] = \frac{1}{n} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n X_i^2 - n \cdot (\mu_X)^2 \right] \quad (139)$$

**Coefficiente de variação** é a razão do desvio padrão pela média.

$$cv_X = \frac{s_X}{\bar{X}} \quad (140)$$

$$\zeta_X = \frac{\sigma_X}{\mu_X} \quad (141)$$

Se  $cv_X :: \zeta_X \leq \frac{1}{4}$  então a distribuição dos dados é homogênea.

**Covariância** para medir a relação de dependência (direta ou inversa) entre duas variáveis em relação aos seus respectivos valores esperados. A covariância ou variância conjunta é um momento conjunto de primeira ordem das variáveis aleatórias  $X$  e  $Y$ , centrados nas respectivas médias. É a média do grau de interdependência ou inter-relação numérica entre elas.

$$\text{Cov}(X, Y) = E\{[X - E(X)] \cdot [Y - E(Y)]\} \quad (142)$$

$$\text{Cov}(X, Y) = E(X \cdot Y) - E(X) \cdot E(Y) \quad (143)$$

$$\text{Cov}(X, Y) = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n (x_i - \mu_X) \cdot (y_j - \mu_Y) \cdot p_{XY}(x_i, y_j) \quad (144)$$

$$\text{Cov}(X, Y) = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n x_i \cdot y_j \cdot p_{XY}(x_i, y_j) - \mu_X \cdot \mu_Y \quad (145)$$

Se  $\text{Cov}(X, Y) < 0$  então  $X$  e  $Y$  são variáveis inversamente relacionadas.

Se  $\text{Cov}(X, Y) > 0$  então  $X$  e  $Y$  são variáveis diretamente relacionadas.

Se  $X$  e  $Y$  são variáveis aleatórias independentes então  $\text{Cov}(X, Y) = 0$ . [A recíproca não é verdadeira]

A covariância estabelece a relação entre duas, para a comparação de múltiplas variáveis, podemos estabelecer uma matriz de covariâncias nominada de Matriz Sigma, ou seja, para um conjunto de variáveis aleatórias  $(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n)$  tem-se:

$$(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n) \Leftrightarrow \text{Cov}(X_i, X_j) \Rightarrow \Sigma = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} & \cdots & \sigma_{1n} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} & \cdots & \sigma_{2n} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} & \cdots & \sigma_{3n} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ \sigma_{n1} & \sigma_{n2} & \sigma_{n3} & \cdots & \sigma_{nn} \end{bmatrix} \quad (146)$$

Se  $W = \sum_{i=1}^n a_i \cdot X_i$ , com as matrizes  $A$  dos coeficientes e  $X$  das variáveis:

$$A = \begin{bmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} & \cdots & a_{1n} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} & \cdots & a_{2n} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} & \cdots & a_{3n} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ a_{m1} & a_{m2} & a_{m3} & \cdots & a_{mn} \end{bmatrix} \text{ e } X = \begin{bmatrix} x_{11} & x_{12} & x_{13} & \cdots & x_{1n} \\ x_{21} & x_{22} & x_{23} & \cdots & x_{2n} \\ x_{31} & x_{32} & x_{33} & \cdots & x_{3n} \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ x_{n1} & x_{n2} & x_{n3} & \cdots & x_{nn} \end{bmatrix}$$

Com  $m$  funções e  $n$  incógnitas.

Então, Lei da Propagação das Variâncias Generalizadas é  $\Sigma_W = A \cdot \Sigma \cdot A^t$ .

**Propriedades imediatas da definição:**

Assumindo que  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ ,  $\sum_{i=1}^n X_i$  e  $\sum_{j=1}^n Y_j$  são variáveis aleatórias dependentes,  $k$  e  $l$  constantes arbitrárias não nulas.

$$Cov(X, Y) = Cov(X \pm k, Y \pm l) \quad \forall k, l$$

$$Cov(k \cdot X, l \cdot Y) = k \cdot l \cdot Cov(X, Y) \quad \forall k, l \neq 0$$

$$Cov(X, Y) = Cov(Y, X)$$

Se  $Var(X) = 0$  ou  $Var(Y) = 0$ , então  $Cov(X, Y) = 0$

$$Cov(X + Z, Y) = Cov(X, Y) + Cov(Z, Y)$$

$$Cov\left(\sum_{i=1}^n X_i, Y\right) = \sum_{i=1}^n Cov(X_i, Y)$$

$$Cov\left(\sum_{i=1}^m X_i, \sum_{j=1}^n Y_j\right) = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n Cov(X_i, Y_j)$$

Se  $Cov(X, Y) = 0$  e  $P(X \cap Y) = P(X) \cdot P(Y)$  então  $X$  é independente de  $Y$ .

**Relação de igualdade:**

Das propriedades de variância podemos isolar:

$$Var(a \cdot X + b \cdot Y) = a^2 \cdot Var(X) + b^2 \cdot Var(Y) + 2 \cdot a \cdot b \cdot Cov(X, Y)$$

$$Cov(X, Y) = \frac{1}{2} \cdot \left[ \frac{Var(a \cdot X + b \cdot Y) - [a^2 \cdot Var(X) + b^2 \cdot Var(Y)]}{a \cdot b} \right]$$

**Aplicação da definição:**

$$s_{XY} = s(X, Y) = \frac{1}{n-1} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X}) \cdot (y_i - \bar{Y}) \right] = \frac{1}{n-1} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n x_i \cdot y_i - n \cdot \bar{X} \cdot \bar{Y} \right] \quad (147)$$

$$\sigma_{XY} = \sigma(X, Y) = \frac{1}{n} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n (x_i - \mu_X) \cdot (y_i - \mu_Y) \right] = \frac{1}{n} \cdot \left[ \sum_{i=1}^n x_i \cdot y_i - n \cdot \mu_X \cdot \mu_Y \right] \quad (148)$$

**Coefficiente de correlação** para avaliar o grau de dependência entre duas variáveis quanto estão relacionadas linearmente (direta ou inversamente).

$$r_{XY} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i \cdot Y_i - \frac{\sum_{i=1}^n X_i \cdot \sum_{i=1}^n Y_i}{n}}{\sqrt{\left[ \sum_{i=1}^n X_i^2 - \frac{\left( \sum_{i=1}^n X_i \right)^2}{n} \right] \cdot \left[ \sum_{i=1}^n Y_i^2 - \frac{\left( \sum_{i=1}^n Y_i \right)^2}{n} \right]}} \quad -1 \leq r_{XY} \leq 1 \quad (149)$$

**Coefficiente de correlação parcial de primeira ordem** para avaliar o grau de dependência entre três variáveis quanto estão relacionadas linearmente (direta ou inversamente). Lê-se: correlação parcial entre X e Y com controle em Z.

$$r_{XY:Z} = \frac{r_{XY} - r_{XZ} \cdot r_{YZ}}{\sqrt{(1 - r_{XZ}^2) \cdot (1 - r_{YZ}^2)}} \quad (150)$$

**Coefficiente de determinação** para auferir o grau de dependência entre duas ou mais variáveis ao modelo estabelecido.

$$R^2 = \frac{\left[ \sum_{i=1}^n X_i \cdot Y_i - \frac{\sum_{i=1}^n X_i \cdot \sum_{i=1}^n Y_i}{n} \right]^2}{\left[ \sum_{i=1}^n X_i^2 - \frac{\left( \sum_{i=1}^n X_i \right)^2}{n} \right] \cdot \left[ \sum_{i=1}^n Y_i^2 - \frac{\left( \sum_{i=1}^n Y_i \right)^2}{n} \right]} \quad 0 \leq R^2 \leq 1 \quad (151)$$

**Coefficiente de assimetria** é a razão do terceiro momento centrado na média pelo cubo do desvio padrão.

O coeficiente de assimetria mede o índice de distorção em torno da média.

$$a_3 = \frac{n}{(n-1) \cdot (n-2)} \cdot \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^3}{s^3} \quad (152)$$

$$\gamma_1 = \frac{m_3}{(m_2)^{\frac{3}{2}}} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu_X)^3}{n \cdot \sigma^3} \quad (153)$$

Interpretação:

$a_3 :: \gamma_1 < 0$ : Série assimétrica negativa

$a_3 :: \gamma_1 = 0$ : Série simétrica

$a_3 :: \gamma_1 > 0$ : Série assimétrica positiva

**Coefficiente de curtose** é a razão do quarto momento centrado na média pelo quadrado da variância.

O coeficiente de curtose mede o índice de achatamento da distribuição.

$$a_4 = \left[ \frac{n \cdot (n+1)}{(n-1) \cdot (n-2) \cdot (n-3)} \cdot \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^4}{s^4} \right] - \frac{3 \cdot (n-1)^2}{(n-2) \cdot (n-3)} \quad (154)$$

$$\gamma_2 = \frac{m_4}{(m_2)^2} - 3 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu_X)^4}{n \cdot \sigma^4} - 3 \quad (155)$$

Interpretação:

$a_4 :: \gamma_2 < 0$ : Platicúrtica

$a_4 :: \gamma_2 = 0$ : Mesocúrtica

$a_4 :: \gamma_2 > 0$ : Leptocúrtica

## ANEXOS

As tabelas a seguir foram extraídas do relatório gerado pelo software *TestWorks*® 4 e importadas para o software MS-Excel [50], reorganizadas e apresentadas conforme a sequência da extração programada pelo *TestWorks*® 4 [44]:

- a) Amostra número – # [1];
- b) Profundidade máxima –  $h_{max}$  [nm];
- c) Carga máxima aplicada –  $P_{max}$  [mN];
- d) Área de contato projetada na superfície –  $A_c$  [nm<sup>2</sup>];
- e) Rigidez elástica do contato –  $S$  [N/m];
- f) Profundidade de contato –  $h_c$  [nm].
- g) Dureza –  $H$  [GPa];
- h) Módulo de Elasticidade –  $E$  [GPa];
- i) Correção da flutuação térmica –  $DC$  [nm/s].

**Tabela 14** – Dados do nanoindentador – espécime de sílica fundida – LabNano da UFPR.

#Amostra	Displacement Into Surface $h_{max}$ (nm)	Load On Sample $P_{max}$ (mN)	Contact Area $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	Stiffness $S$ (N/m)	Contact Depth $h_c$ (nm)
1	1.921,76	410,06	45.120.108,82	538.797,08	1.350,96
2	1.921,03	408,56	45.543.494,87	543.566,34	1.357,31
3	1.913,35	409,00	45.333.496,53	548.561,11	1.354,17
4	1.907,19	406,16	44.854.867,68	543.746,23	1.346,97
5	1.930,10	415,75	46.107.605,94	552.500,93	1.365,73
6	1.929,77	415,19	46.265.531,00	554.380,10	1.368,08
7	1.906,17	402,02	44.506.569,63	534.162,88	1.341,70
8	1.907,77	401,98	44.603.386,92	533.976,94	1.343,17
9	1.903,69	403,73	44.472.441,36	538.304,90	1.341,19
10	1.913,51	403,45	45.042.612,98	536.779,80	1.349,79
11	1.897,89	401,53	44.299.600,92	538.419,24	1.338,57
12	1.903,98	403,57	44.511.088,80	538.376,41	1.341,77
13	1.888,93	395,47	44.062.063,68	535.409,96	1.334,96
14	1.902,38	403,19	44.503.441,16	539.296,58	1.341,66
15	1.893,51	393,32	44.164.853,39	529.618,87	1.336,52
16	1.915,47	410,11	45.018.814,27	543.396,43	1.349,44
17	1.928,95	410,24	45.567.941,25	538.586,12	1.357,68
18	1.894,82	394,77	44.643.177,26	537.297,41	1.343,77
19	1.925,76	409,92	45.495.463,62	540.166,88	1.356,59
20	1.926,56	410,30	45.668.984,15	542.377,48	1.359,19
21	1.910,42	401,08	44.973.997,64	535.573,26	1.348,76
22	1.895,01	394,13	44.227.969,72	530.184,36	1.337,48
23	1.904,69	403,50	44.618.459,49	539.154,54	1.343,40
24	1.928,75	410,15	45.961.017,29	544.253,29	1.363,55
25	1.917,30	409,56	45.128.630,67	542.496,06	1.351,09
26	1.913,01	408,63	44.901.921,69	542.111,82	1.347,68
27	1.942,47	423,50	46.446.445,53	555.574,46	1.370,76
28	1.922,41	408,93	45.312.575,71	539.426,88	1.353,85
29	1.920,84	409,78	45.406.639,65	543.404,81	1.355,26
30	1.909,24	415,61	44.815.850,32	553.790,37	1.346,38
31	1.906,28	400,58	44.656.502,26	534.284,05	1.343,97
32	1.887,80	393,80	44.221.994,83	536.594,37	1.337,39
33	1.906,81	402,13	44.223.752,28	529.684,42	1.337,41
34	1.903,78	402,88	44.694.054,26	540.310,72	1.344,54
35	1.886,88	393,86	43.711.362,66	530.074,12	1.329,61
36	1.920,17	409,71	45.247.763,44	541.667,02	1.352,88
37	1.905,51	403,76	44.670.559,46	539.461,18	1.344,18
38	1.892,20	395,88	44.271.461,88	535.885,61	1.338,14
39	1.886,09	394,29	43.842.966,00	533.326,19	1.331,62
40	1.902,77	401,63	44.778.173,74	540.835,01	1.345,81
41	1.909,70	403,49	44.381.317,37	531.007,58	1.339,80
42	1.919,92	410,08	45.360.064,15	544.015,42	1.354,56
43	1.907,16	401,25	44.723.980,26	535.313,10	1.344,99
44	1.901,65	403,19	44.364.084,64	537.952,84	1.339,54
45	1.901,71	401,70	44.539.847,73	538.468,70	1.342,21
46	1.920,09	409,73	45.391.513,57	543.838,98	1.355,04
47	1.903,74	401,88	44.668.103,88	538.622,57	1.344,15
48	1.888,31	394,25	44.153.718,60	535.699,84	1.336,35
49	1.904,19	402,25	44.828.004,65	541.013,65	1.346,56
50	1.909,86	408,40	44.932.240,57	545.275,62	1.348,13
51	1.923,85	410,21	45.082.692,99	536.504,01	1.350,40
52	1.889,15	393,22	44.055.670,46	532.056,94	1.334,86
53	1.887,89	393,27	43.750.278,18	528.878,08	1.330,20
54	1.909,43	406,21	45.033.777,59	544.254,98	1.349,66
55	1.895,48	397,17	44.252.874,76	534.191,42	1.337,86

continua ...

... continuação					
56	1.920,27	408,71	45.255.313,06	540.366,61	1.352,99
57	1.901,12	401,88	44.334.574,75	536.295,19	1.339,10
58	1.890,13	394,60	43.973.020,38	531.775,88	1.333,60
59	1.902,32	402,20	44.688.693,82	540.721,55	1.344,46
60	1.915,53	408,97	44.969.925,44	541.136,54	1.348,70
61	1.923,09	415,28	45.764.550,65	553.734,83	1.360,62
62	1.904,87	403,23	44.651.097,67	539.088,98	1.343,89
63	1.899,98	401,38	44.274.347,91	535.841,88	1.338,18
64	1.892,64	395,67	44.126.928,31	533.060,31	1.335,94
65	1.917,66	408,90	45.267.593,79	543.284,76	1.353,18
66	1.891,63	395,17	44.231.718,88	534.881,68	1.337,53
67	1.923,23	410,93	45.732.961,63	547.336,76	1.360,15
68	1.908,13	403,06	44.720.154,23	536.743,77	1.344,93
69	1.903,35	402,45	44.700.183,55	540.238,74	1.344,63
70	1.900,99	401,45	44.571.001,56	539.281,23	1.342,68
71	1.906,45	405,19	44.694.986,07	540.832,05	1.344,55
72	1.890,94	394,88	44.098.333,87	533.198,56	1.335,51
73	1.935,46	416,42	45.414.574,04	538.399,59	1.355,38
74	1.900,12	401,86	44.825.329,58	544.427,48	1.346,52
75	1.899,56	398,27	44.266.424,87	531.974,28	1.338,06
76	1.942,12	420,70	46.447.278,64	552.241,66	1.370,77
77	1.898,47	401,16	44.451.487,62	539.569,46	1.340,87
78	1.903,64	406,17	44.695.051,65	544.875,45	1.344,55
79	1.940,63	422,71	46.443.188,79	556.271,15	1.370,71
80	1.892,92	395,60	44.145.349,87	532.962,18	1.336,22
81	1.905,28	403,05	44.386.264,60	534.649,99	1.339,88
82	1.891,48	394,69	43.940.131,24	530.132,26	1.333,10
83	1.892,07	395,05	44.239.258,32	534.402,00	1.337,65
84	1.909,68	409,12	45.067.870,87	548.416,53	1.350,17
85	1.889,85	395,66	44.679.111,33	543.946,54	1.344,31
86	1.886,49	393,30	43.502.141,81	526.657,60	1.326,41
87	1.923,22	412,37	45.371.630,11	544.044,77	1.354,74
88	1.925,25	414,51	45.434.296,60	545.812,99	1.355,68
89	1.923,70	414,19	45.505.575,04	547.908,17	1.356,75
90	1.907,45	400,47	44.982.574,48	537.729,45	1.348,89
91	1.903,40	403,10	44.500.356,38	538.140,13	1.341,61
92	1.904,08	401,80	44.339.577,49	533.451,33	1.339,17
93	1.896,31	409,05	44.138.741,64	547.646,82	1.336,12
94	1.920,73	409,46	45.289.108,25	541.398,46	1.353,50
95	1.892,94	395,77	44.247.072,04	534.665,14	1.337,77
96	1.952,59	424,49	46.791.439,03	552.022,54	1.375,87
97	1.907,66	404,16	43.932.182,86	527.451,64	1.332,98
98	1.900,00	402,67	45.259.335,48	552.163,41	1.353,05
99	1.929,02	416,26	45.735.054,73	548.822,84	1.360,18
100	1.904,29	401,86	44.297.955,40	532.736,81	1.338,54
101	1.888,42	395,23	44.414.041,27	540.800,09	1.340,30
102	1.903,60	403,23	44.117.289,60	532.618,22	1.335,80
103	1.903,16	403,28	44.411.616,32	537.328,89	1.340,26
104	1.899,51	401,13	44.110.535,71	533.591,86	1.335,69
105	1.917,01	408,59	44.987.652,72	539.475,76	1.348,97
106	1.940,69	418,24	46.219.578,91	547.156,00	1.367,40
107	1.904,08	402,59	44.627.536,18	538.655,13	1.343,53
108	1.928,41	416,11	45.787.728,98	549.982,39	1.360,96
109	1.928,30	413,61	45.501.200,40	542.679,87	1.356,68
110	1.928,89	415,34	46.104.269,77	553.082,97	1.365,68

**Tabela 15** – Dados do nanoindentador – espécime de vidro lixado 1100 – LabNano da UFPR.

#Amostra	Displacement Into $h_{max}$ (nm)	Load On Sample $P_{max}$ (mN)	Contact Area $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	Stiffness $S$ (N/m)	Contact Depth $h_c$ (nm)
1	453,59	25,06	3.307.850,00	201.603,52	360,37
2	570,66	25,31	5.639.500,00	193.720,12	472,69
3	535,04	25,04	4.729.630,00	182.748,91	432,29
4	593,85	25,53	6.238.630,00	198.743,56	497,52
5	722,91	25,13	10.912.300,00	300.915,59	660,28
6	500,17	25,06	3.951.020,00	177.847,46	394,50
7	532,28	24,98	4.762.260,00	190.234,60	433,80
8	439,09	24,99	3.116.550,00	209.374,78	349,59
9	560,02	25,00	5.508.380,00	201.760,30	467,08
10	522,46	25,06	4.443.430,00	181.295,85	418,79
11	481,29	25,19	3.805.840,00	200.472,67	387,05
12	578,33	25,23	5.792.290,00	190.778,61	479,14
13	371,70	24,98	2.095.030,00	216.978,35	285,37
14	548,02	25,11	4.963.840,00	179.364,23	443,03
15	493,01	25,02	3.839.630,00	180.059,74	388,80
16	677,23	25,03	8.573.650,00	202.340,94	584,46
17	550,11	25,38	5.004.350,00	180.835,37	444,86
18	602,36	25,53	6.427.690,00	196.861,87	505,11
19	524,44	25,03	4.361.970,00	171.333,67	414,87
20	340,90	25,30	1.560.470,00	198.557,76	245,33
21	516,08	25,15	4.338.770,00	184.300,03	413,74
22	605,28	24,90	6.056.400,00	162.165,38	490,10
23	494,64	25,17	4.056.820,00	199.102,94	399,84
24	531,70	25,56	4.623.760,00	183.723,00	427,34
25	535,04	25,25	5.013.920,00	211.055,44	445,30
26	564,65	25,01	5.494.940,00	191.126,30	466,50
27	537,62	25,07	4.979.210,00	200.250,32	443,73
28	575,95	25,07	5.569.960,00	177.000,03	469,72
29	511,43	25,03	4.318.000,00	190.207,03	412,73
30	281,87	25,18	838.398,48	181.780,26	177,98
31	506,95	25,20	4.524.900,00	224.217,85	422,67
32	505,33	25,06	4.162.640,00	187.564,79	405,11
33	514,57	24,92	4.155.820,00	170.202,54	404,78
34	512,21	25,50	4.643.340,00	227.788,89	428,26
35	643,46	25,08	7.489.990,00	192.646,53	545,82
36	550,50	24,99	4.871.490,00	167.808,90	438,83
37	554,69	25,23	5.098.780,00	179.216,39	449,11
38	524,89	25,39	4.532.030,00	186.896,50	423,01
39	529,81	25,01	4.673.850,00	187.336,16	429,69
40	509,33	25,27	4.183.390,00	183.632,47	406,14
41	485,48	25,24	3.698.120,00	181.930,38	381,44
42	345,56	25,29	1.569.550,00	190.623,92	246,07
43	474,47	25,10	3.521.960,00	183.878,94	372,07
44	542,95	25,42	4.701.010,00	170.218,44	430,95
45	501,27	25,08	4.014.020,00	181.596,59	397,69
46	592,54	25,29	6.009.370,00	181.715,88	488,17
47	276,27	25,07	824.992,13	188.468,77	176,50
48	516,68	25,17	4.376.690,00	186.687,37	415,58
49	518,09	25,25	4.306.070,00	178.731,00	412,15
50	429,78	24,93	2.828.100,00	192.585,91	332,69
51	530,40	25,26	4.727.990,00	192.904,23	432,21
52	581,27	25,43	5.820.390,00	188.923,50	480,32
53	554,97	25,26	5.212.270,00	187.921,23	454,16
54	645,78	25,51	7.732.760,00	210.095,83	554,71
55	570,84	25,25	5.518.600,00	183.263,13	467,52

continua ...

... continuação					
56	610,07	25,31	6.633.850,00	196.046,81	513,26
57	549,43	25,37	5.034.850,00	184.360,89	446,24
58	468,36	25,51	3.650.800,00	213.986,28	378,94
59	504,23	25,17	4.177.000,00	191.792,20	405,82
60	554,45	25,13	5.042.020,00	174.673,68	446,56
61	459,18	25,07	3.417.310,00	202.676,91	366,40
62	532,32	25,39	4.626.190,00	181.620,57	427,45
63	523,76	24,92	4.345.440,00	170.375,07	414,06
64	1.023,56	25,24	22.100.800,00	234.044,82	942,66
65	299,19	25,26	1.010.080,00	183.673,44	196,03
66	591,89	25,07	6.277.520,00	202.641,90	499,09
67	526,75	25,50	4.456.790,00	178.191,32	419,43
68	636,84	25,50	7.835.800,00	243.886,22	558,44
69	471,89	25,09	3.520.790,00	188.401,77	372,01
70	535,87	25,14	5.228.580,00	232.841,46	454,88
71	630,62	25,05	7.196.840,00	196.251,20	534,89
72	523,50	24,99	4.463.570,00	180.673,87	419,75
73	548,41	25,04	4.972.120,00	178.845,38	443,41
74	478,22	26,06	3.787.680,00	212.220,23	386,11
75	696,22	25,80	9.942.370,00	291.841,75	629,93
76	677,73	25,07	8.713.300,00	212.576,32	589,26
77	522,13	25,08	4.430.300,00	180.880,20	418,16
78	502,46	25,22	4.010.710,00	180.223,07	397,52
79	641,56	25,58	7.265.750,00	184.315,52	537,48
80	495,49	25,19	3.955.020,00	187.467,12	394,70
81	610,64	25,28	6.994.850,00	227.361,34	527,23
82	585,16	25,08	6.019.950,00	194.816,44	488,60
83	799,35	25,11	11.540.800,00	156.753,39	679,23
84	532,79	25,32	4.632.510,00	180.757,65	427,75
85	495,75	24,91	3.993.350,00	188.536,88	396,65
86	498,75	25,18	4.176.240,00	203.157,27	405,79
87	261,30	25,27	700.920,69	191.145,94	162,15
88	613,84	25,22	6.815.600,00	202.327,15	520,34
89	549,60	25,07	4.894.460,00	171.361,51	439,88
90	559,21	25,04	5.311.050,00	186.524,70	458,51
91	677,46	25,52	8.794.150,00	223.996,44	592,02
92	578,55	25,23	5.772.220,00	188.727,32	478,30
93	497,13	25,73	4.012.110,00	193.865,46	397,59
94	764,89	25,16	11.792.900,00	241.266,66	686,68
95	511,57	25,13	4.252.530,00	184.746,18	409,54
96	520,07	25,07	4.396.580,00	181.636,37	416,54
97	520,76	25,32	4.338.680,00	177.432,03	413,74
98	536,00	25,12	4.869.540,00	193.695,56	438,74
99	1.084,34	25,32	25.445.500,00	262.438,55	1.012,00
100	494,86	25,24	3.958.330,00	189.361,32	394,87

---

Fonte: Mikowski e Krupechacke (2014).

**Tabela 16** – Dados do nanoindentador – espécime de policarbonato – LabNano da UFPR.

#Amostra	Displacement Into Surface $h_{max}$ (nm)	Load On Sample $P_{max}$ (mN)	Contact Area $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	Stiffness $S$ (N/m)	Contact Depth $h_c$ (nm)
1	11.731,47	403,01	2.436.233.159,80	181.093,19	10.062,40
2					
3	11.830,82	411,36	2.473.522.768,06	182.381,52	10.139,21
4					
5	11.791,29	409,40	2.460.387.217,10	182.870,23	10.112,22
6					
7	11.847,55	410,51	2.482.677.284,10	182.223,98	10.157,98
8					
9	11.834,35	410,55	2.479.413.989,10	182.946,85	10.151,30
10					
11	11.839,83	409,41	2.480.335.718,00	182.050,31	10.153,19
12	11.745,45	402,90	2.440.662.142,90	180.520,39	10.071,55
13	11.791,05	408,50	2.457.183.089,06	181.777,77	10.105,63
14	11.834,05	415,00	2.471.640.538,77	183.227,33	10.135,35
15	11.823,78	408,04	2.473.423.727,97	181.643,04	10.139,01
16	11.988,40	424,19	2.538.668.579,80	185.357,07	10.272,04
17	11.827,59	409,28	2.474.263.151,49	181.971,41	10.140,73
18	11.841,45	409,59	2.480.934.349,43	182.089,01	10.154,41
19	11.830,73	411,99	2.474.403.640,79	182.866,80	10.141,02
20	11.968,40	423,44	2.529.403.044,39	185.163,09	10.253,25
21	11.767,52	402,64	2.451.877.983,10	180.520,23	10.094,70
22	11.623,14	409,73	2.375.046.376,09	182.042,28	9.935,07
23	11.727,42	408,76	2.425.612.449,64	181.725,23	10.040,41
24	11.794,81	408,28	2.457.949.336,79	181.446,64	10.107,20
25	11.367,00	409,75	2.254.467.281,23	182.086,05	9.679,26
26	11.553,60	403,37	2.349.129.743,92	180.833,71	9.880,65
27	11.819,03	409,64	2.467.646.934,26	181.589,73	10.127,15
28	11.521,29	410,44	2.325.960.952,44	182.197,26	9.831,74
29	11.728,02	408,07	2.425.402.786,72	181.306,32	10.039,98
30	11.805,04	408,61	2.461.122.272,20	181.194,58	10.113,73
31	11.799,34	408,83	2.456.759.900,41	180.941,88	10.104,76
32	11.817,66	409,29	2.465.199.552,31	181.042,42	10.122,12
33	11.801,19	408,72	2.459.714.210,20	181.345,62	10.110,84
34	11.831,58	410,36	2.473.967.661,60	181.954,43	10.140,13
35	11.847,92	410,36	2.480.726.168,45	181.689,39	10.153,99
36	11.735,84	403,28	2.432.944.355,18	180.011,32	10.055,60
37	11.818,51	409,57	2.469.718.351,79	182.075,38	10.131,40
38	11.847,71	410,55	2.481.778.116,75	182.026,44	10.156,14
39	11.816,12	408,74	2.465.690.615,85	181.071,28	10.123,13
40	11.825,39	410,04	2.470.782.761,21	181.779,11	10.133,59
41	11.727,02	402,90	2.432.723.307,19	180.739,40	10.055,14
42					
43	11.734,77	402,76	2.434.440.654,07	180.222,36	10.058,69
44					
45	11.859,51	410,40	2.489.029.910,51	182.289,33	10.170,99
46					
47	11.740,01	402,92	2.440.225.148,13	181.021,17	10.070,65
48					
49	11.776,53	400,42	2.452.632.067,90	178.729,43	10.096,25
50					
51	11.802,07	408,60	2.460.945.095,82	181.470,98	10.113,37
52	11.851,16	409,10	2.487.887.651,22	182.362,98	10.168,65
53	11.745,45	402,74	2.440.345.131,63	180.377,85	10.070,90
54	11.728,94	407,73	2.427.851.400,68	181.602,58	10.045,05
55	11.809,95	408,35	2.464.386.683,85	181.271,74	10.120,45

continua ...

... continuação					
56	11.837,44	414,25	2.472.879.544,91	182.807,25	10.137,89
57	11.781,55	408,17	2.452.029.358,94	181.513,24	10.095,01
58	11.726,51	402,71	2.430.457.082,94	180.202,09	10.050,45
59	11.753,57	408,59	2.440.447.703,16	182.141,42	10.071,11
60	11.845,40	409,74	2.481.845.296,70	181.932,32	10.156,28
61	11.784,42	407,16	2.452.997.943,28	180.967,51	10.097,01
62					
63	11.733,66	403,10	2.434.249.375,41	180.455,18	10.058,30
64					
65	11.830,69	409,18	2.473.022.975,61	181.318,64	10.138,19
66					
67	11.814,52	408,98	2.468.470.012,58	181.966,81	10.128,84
68					
69	11.816,80	409,38	2.466.519.920,87	181.467,06	10.124,83
70					
71	11.727,45	408,13	2.427.879.834,00	181.949,68	10.045,11
72	12.027,62	424,96	2.557.366.894,03	185.541,68	10.309,84
73	11.735,36	402,84	2.434.073.217,92	180.115,97	10.057,93
74	11.752,12	402,84	2.442.507.989,11	180.186,65	10.075,37
75	11.812,27	411,38	2.465.536.354,33	182.624,68	10.122,81
76	11.858,31	410,33	2.487.621.970,71	182.076,35	10.168,11
77	11.716,69	402,86	2.423.212.467,06	179.712,85	10.035,44
78	11.728,24	402,27	2.434.679.893,10	180.761,66	10.059,19
79	11.746,24	402,75	2.441.044.940,67	180.456,39	10.072,34
80	11.811,98	408,17	2.463.432.004,19	180.765,64	10.118,49
81	11.814,50	414,26	2.465.253.620,41	183.594,60	10.122,23
82	11.857,14	410,17	2.488.578.910,12	182.345,79	10.170,07
83	11.680,50	402,78	2.408.795.727,81	180.349,78	10.005,50
84	11.762,99	407,75	2.444.763.456,33	181.709,84	10.080,02
85	11.850,88	409,60	2.486.810.229,67	182.373,98	10.166,45
86	11.786,85	415,48	2.448.729.913,22	183.444,54	10.088,21
87	11.799,33	410,34	2.459.320.934,48	182.178,71	10.110,03
88	11.833,67	409,80	2.475.833.485,43	181.895,27	10.143,96
89	11.833,43	415,93	2.472.261.954,99	183.844,06	10.136,63
90	11.718,84	408,62	2.420.049.531,66	181.344,15	10.028,88
91	11.768,34	402,53	2.450.745.438,13	180.134,13	10.092,36
92	11.732,74	405,43	2.432.117.466,93	181.120,36	10.053,89
93	11.738,86	403,07	2.435.660.678,87	180.194,43	10.061,22
94	11.730,15	403,03	2.430.640.774,44	179.995,92	10.050,83
95	11.846,88	410,49	2.483.080.276,69	182.376,73	10.158,81
96	11.819,38	409,26	2.468.014.334,07	181.466,43	10.127,90
97	11.801,90	409,02	2.456.982.150,08	180.800,60	10.105,21
98	11.841,50	413,43	2.476.244.272,80	182.747,66	10.144,80
99	11.730,69	402,81	2.431.901.101,37	180.122,62	10.053,44
100	11.759,42	402,65	2.445.611.316,69	180.004,38	10.081,77
101	11.761,82	409,17	2.442.841.253,11	182.042,26	10.076,05
102	11.818,11	414,57	2.464.720.774,50	183.225,08	10.121,14
103	11.605,55	408,59	2.367.424.432,42	181.707,41	9.919,10
104	11.645,91	402,67	2.394.734.336,30	180.871,65	9.976,22
105	11.825,48	415,40	2.466.900.027,84	183.278,68	10.125,61
106	11.287,30	401,50	2.224.380.662,58	179.996,41	9.614,37
107	11.640,43	409,29	2.386.166.830,95	182.491,00	9.958,33
108	11.841,61	410,42	2.480.170.680,34	182.273,42	10.152,85
109	11.494,87	414,89	2.309.984.336,94	183.364,99	9.797,87
110	11.677,49	414,68	2.399.257.298,00	183.830,04	9.985,65

---

Fonte: Krupechacke (2014).

**Tabela 17** – Dados do nanoindentador – espécime de grafite (Carga 1 mN) – LabNano da UFPR.

#Amostra	Displacement Into $h_{max}$ (nm)	Load On Sample $P_{max}$ (mN)	Contact Area $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	Stiffness $S$ (N/m)	Contact Depth $h_c$ (nm)
1	158,75	1,02	252.313,12	11.916,24	94,49
2	158,32	1,02	252.848,75	11.979,78	94,60
3	160,19	1,02	261.833,30	11.950,91	96,42
4	163,15	1,03	270.090,44	11.862,05	98,06
5	164,43	1,02	252.974,93	10.991,54	94,63
6	159,81	1,02	259.391,30	11.999,32	95,93
7	164,26	1,05	262.889,49	11.638,63	96,63
8	160,93	1,00	266.254,79	11.799,08	97,30
9	165,27	1,04	283.913,24	12.145,63	100,76
10	162,96	1,02	279.144,16	12.163,41	99,83
11	161,88	1,02	277.520,47	12.247,72	99,52
12	163,37	1,02	266.831,60	11.633,16	97,42
13	163,53	1,00	280.022,56	11.847,46	100,00
14	166,26	1,02	287.660,11	11.807,16	101,47
15	163,34	1,02	277.212,43	11.989,47	99,46
16	168,46	1,02	294.935,78	11.667,30	102,86
17	166,42	1,00	289.648,03	11.652,49	101,85
18	167,74	1,02	289.678,67	11.629,06	101,86
19	169,14	1,00	275.760,38	10.724,15	99,18
20	169,50	1,02	310.821,62	12.024,58	105,81
21	168,08	1,03	293.901,65	11.751,56	102,66
22	169,82	1,02	302.417,96	11.688,93	104,26
23	169,26	1,02	310.219,00	12.059,18	105,70
24	168,04	1,03	298.285,27	11.966,36	103,49
25	169,06	1,02	301.050,46	11.757,37	104,00
26	167,57	1,02	296.859,93	11.889,21	103,22
27	168,99	1,03	289.497,99	11.477,89	101,83
28	168,61	1,00	300.230,35	11.578,58	103,85
29	168,97	1,04	305.589,10	12.110,26	104,85
30	170,90	1,00	314.634,97	11.655,40	106,51
31	170,17	1,04	302.175,24	11.827,17	104,21
32	169,36	1,02	311.899,12	12.095,59	106,01
33	168,06	1,02	286.214,95	11.464,35	101,20
34	169,56	1,03	298.634,20	11.680,18	103,55
35	167,66	1,02	289.083,77	11.607,49	101,75
36	169,56	1,02	310.924,57	12.007,04	105,83
37	167,50	1,02	291.613,46	11.710,11	102,23
38	171,75	1,02	313.657,67	11.687,74	106,33
39	170,00	1,00	306.470,14	11.549,00	105,01
40	167,09	1,02	286.601,64	11.612,48	101,27
41	169,76	1,02	310.158,15	11.951,56	105,69
42	170,23	1,02	313.135,05	11.945,97	106,24
43	167,39	1,02	294.527,11	11.842,19	102,78
44	166,10	1,00	291.786,45	11.778,68	102,26
45	169,20	1,02	307.903,43	11.982,00	105,28
46	169,72	1,02	294.704,18	11.396,44	102,81
47	168,83	1,02	289.776,53	11.426,90	101,88
48	166,01	1,00	281.938,17	11.442,10	100,37
49	170,04	1,02	302.061,68	11.566,82	104,19
50	167,95	1,01	304.583,65	11.943,40	104,66
51	169,40	1,02	300.947,44	11.715,94	103,98
52	169,85	1,02	313.666,67	12.041,76	106,34
53	172,05	1,02	315.630,68	11.710,20	106,69
54	170,14	1,00	311.009,75	11.692,55	105,85
55	168,09	1,02	298.607,06	11.846,03	103,55

continua ...

... continuação						
56	206,24	1,02	567.711,28	12.614,60	145,85	
57	172,92	1,02	314.536,72	11.545,10	106,49	
58	170,00	1,00	305.088,99	11.503,86	104,76	
59	172,41	1,02	325.499,96	11.971,19	108,48	
60	172,67	1,02	320.916,18	11.796,67	107,65	
61	170,86	1,02	305.642,20	11.589,59	104,86	
62	171,77	1,05	309.161,70	11.882,15	105,51	
63	171,46	1,01	326.228,68	12.100,30	108,61	
64	236,91	1,00	863.967,06	13.542,85	181,69	
65	178,43	1,00	362.190,25	11.817,55	114,89	
66	168,43	1,02	295.259,21	11.695,42	102,92	
67	169,53	1,00	304.575,65	11.606,02	104,66	
68	171,48	1,03	309.539,04	11.684,61	105,58	
69	176,23	1,02	337.677,15	11.688,48	110,64	
70	165,67	1,00	280.610,60	11.466,95	100,12	
71	247,28	1,01	905.398,12	12.425,98	186,17	
72	168,18	1,00	294.395,67	11.466,13	102,75	
73	173,08	1,03	316.427,54	11.634,82	106,84	
74	171,91	1,02	325.222,89	12.072,74	108,43	
75	172,09	1,02	313.227,51	11.638,66	106,26	
76	234,44	1,02	786.847,87	12.437,55	173,06	
77	170,33	1,02	302.307,35	11.593,83	104,24	
78	181,57	1,02	373.722,18	11.804,46	116,83	
79	175,07	1,00	347.456,41	11.959,56	112,35	
80						
81	171,63	1,04	302.579,55	11.592,12	104,29	
82	174,30	1,03	336.650,19	12.059,34	110,46	
83	185,94	1,02	414.810,10	12.236,44	123,52	
84	169,55	1,00	309.852,68	11.750,77	105,64	
85	173,94	1,07	319.375,37	12.027,06	107,37	
86	168,54	0,99	278.172,70	10.825,13	99,65	
87	171,71	1,00	323.291,91	11.782,68	108,08	
88	170,31	1,02	312.721,65	11.870,84	106,16	
89	171,30	1,02	314.374,77	11.788,32	106,47	
90	168,86	1,02	302.731,03	11.886,48	104,32	
91	170,58	1,02	306.248,64	11.688,89	104,97	
92	172,19	1,01	325.267,06	11.938,44	108,44	
93	231,61	1,02	743.830,23	12.002,63	168,05	
94	171,91	1,02	313.630,05	11.703,60	106,33	
95	226,43	1,02	731.772,40	12.773,40	166,62	
96	169,20	1,00	302.794,79	11.597,15	104,33	
97	236,26	1,00	824.240,30	12.780,94	177,30	
98	173,65	1,02	315.159,22	11.433,41	106,61	
99	232,34	1,04	789.409,66	13.239,12	173,35	

---

Fonte: Mikowski e Krupechacke (2014).

**Tabela 18** – Dados do nanoindentador – espécime de grafite (Carga 4 mN) – LabNano da UFPR.

#Amostra	Displacement Into Surface $h_{max}$ (nm)	Load On Sample $P_{max}$ (mN)	Contact Area $A_c$ (nm <sup>2</sup> )	Stiffness $S$ (N/m)	Contact Depth $h_c$ (nm)
1	648,35	4,06	6.853.755,44	28.214,69	540,29
2	444,98	4,03	2.553.276,10	25.127,23	324,74
3	742,22	4,02	9.788.132,72	32.012,03	648,10
4	504,55	4,04	3.642.506,60	26.552,60	390,42
5	737,47	4,02	9.594.555,83	31.413,70	641,54
6	597,25	4,04	5.644.294,76	28.032,86	489,14
7	678,48	4,07	7.862.459,30	30.835,55	579,58
8	749,34	4,00	9.930.006,99	31.089,81	652,87
9	691,31	4,03	8.182.345,86	30.271,12	591,50
10	687,41	4,14	7.988.792,98	30.103,46	584,31
11	592,83	4,11	5.586.403,77	28.991,66	486,56
12	589,69	4,03	5.520.272,56	28.513,78	483,60
13	757,23	4,10	10.297.419,85	33.345,90	665,07
14	814,03	4,07	12.047.910,55	32.628,17	720,38
15	894,38	3,98	15.076.807,80	34.313,99	807,30
16	660,84	4,02	7.408.565,83	30.561,85	562,23
17	669,21	4,15	7.558.171,56	30.757,84	568,01
18	611,60	4,03	6.098.653,19	29.454,29	508,95
19	716,57	4,14	8.987.709,07	32.289,46	620,52
20	577,40	4,02	5.133.361,46	27.013,44	465,89
21	750,54	4,07	10.062.908,34	32.771,28	657,31
22	513,19	4,08	3.701.847,24	25.639,16	393,70
23	808,78	4,09	11.940.045,34	33.413,68	717,09
24	762,44	4,09	10.389.601,88	32.473,99	668,09
25	635,34	4,09	6.640.656,00	29.544,19	531,63
26	787,92	3,94	11.173.276,65	31.236,31	693,28
27	675,92	4,08	7.542.627,13	28.199,88	567,41
28	594,86	4,09	5.559.911,15	28.026,16	485,38
29	531,91	4,09	4.066.660,70	25.839,77	413,26
30	429,88	4,05	2.286.184,21	24.656,95	306,58
31	616,55	4,02	6.216.022,66	29.382,39	513,94
32	637,73	4,09	6.596.430,44	28.401,85	529,82
33	667,96	4,07	7.527.605,28	30.188,53	566,83
34	715,13	4,10	8.871.045,27	31.173,08	616,40
35	705,86	4,11	8.513.305,09	30.118,73	603,59
36	923,46	3,99	16.402.416,30	36.982,07	842,56
37	776,17	4,08	10.683.993,07	31.080,49	677,66
38	814,25	4,13	12.089.519,41	33.447,94	721,64
39	763,12	4,18	10.336.971,22	32.383,18	666,37
40	803,30	4,07	11.783.594,21	33.521,44	712,30
41	721,55	3,95	9.617.991,35	37.385,91	642,34
42	801,32	4,06	11.718.793,96	33.474,45	710,30
43	838,55	4,08	12.947.391,50	33.526,86	747,23
44	618,73	4,14	6.161.076,29	28.989,72	511,61
45	699,46	4,09	8.448.465,79	31.209,67	601,24
46	579,00	4,09	5.130.844,35	27.101,67	465,77
47	715,45	4,01	8.683.326,40	28.425,62	609,71
48	478,99	4,10	3.118.527,45	25.872,10	360,28
49	727,81	4,00	9.365.192,56	31.893,61	633,68
50	641,37	4,08	6.764.896,71	29.263,44	536,70
51	710,45	4,08	8.620.316,97	29.704,63	607,45
52	872,76	4,00	14.423.346,26	35.993,13	789,35
53	571,97	4,14	5.105.679,27	28.908,95	464,60
54	555,76	4,03	4.640.036,40	26.661,87	442,31
55	780,49	4,14	11.077.458,41	34.387,12	690,25

continua ...

... continuação					
	778,02	4,02	11.022.154,36	33.660,66	688,50
57	696,25	4,14	8.460.817,41	32.831,58	601,69
58	587,12	4,04	5.398.693,40	27.770,21	478,10
59	617,19	4,01	6.072.672,95	27.521,27	507,84
60	870,97	4,07	14.127.826,37	33.944,45	781,09
61	767,38	4,13	10.400.182,17	31.279,11	668,44
62	636,98	4,03	6.628.309,49	28.538,20	531,13
63	846,01	4,00	13.251.955,37	33.352,14	756,11
64	712,02	4,05	8.406.666,75	27.063,64	599,72
65	857,64	4,14	13.678.291,29	34.741,94	768,37
66	640,99	4,09	6.706.253,21	28.761,75	534,31
67	686,22	4,07	8.039.543,74	30.528,35	586,21
68	477,93	3,97	3.097.042,62	25.026,32	358,99
69	826,80	3,98	12.620.018,75	33.434,86	737,57
70	854,32	4,00	13.489.913,95	32.811,28	762,98
71	850,84	3,99	13.489.858,31	34.036,07	762,98
72	747,21	4,11	9.912.882,48	32.503,39	652,30
73	580,01	4,03	5.294.586,03	28.346,52	473,35
74	547,58	4,09	4.512.024,68	27.517,15	435,99
75	778,22	4,08	10.910.591,07	32.778,25	684,94
76	516,74	4,10	3.862.295,17	26.882,60	402,41
77	694,72	4,00	8.346.988,31	30.904,56	597,55
78	654,82	4,03	7.253.765,47	30.678,41	556,20
79	593,75	4,01	5.585.624,08	28.080,39	486,53
80	696,80	4,07	8.382.349,88	31.180,01	598,84
81	708,76	4,09	8.671.519,44	30.810,47	609,29
82	635,01	4,03	6.588.965,68	28.651,00	529,51
83	806,33	4,07	11.838.858,90	33.047,45	713,99
84	826,46	4,06	12.553.082,35	33.539,79	735,58
85	685,10	4,01	7.980.206,04	29.779,31	583,99
86	773,33	4,19	10.632.886,62	32.283,95	676,01
87	628,21	3,95	6.401.042,89	27.797,54	521,72
88	706,63	4,09	8.675.479,57	31.561,10	609,43
89	729,43	4,16	9.379.834,20	32.722,90	634,18
90	771,85	4,08	10.640.902,42	32.025,31	676,27
91	743,12	4,00	9.679.364,84	30.427,46	644,42
92	612,56	4,10	5.795.375,63	26.331,71	495,81
93	558,74	3,94	4.647.018,67	25.486,96	442,65
94	725,97	4,24	9.146.941,21	31.827,72	626,10
95	633,12	4,03	6.502.448,76	28.229,01	525,94
96	544,15	4,11	4.352.824,48	26.530,89	428,00
97	667,34	4,09	7.479.597,02	29.934,44	564,98
98	712,96	4,21	8.791.673,26	31.797,47	613,58
99	639,80	4,14	6.645.266,03	28.755,52	531,82

---

Fonte: Mikowski e Krupechacke (2014).

**Tabela 19** – Compilação para o módulo de elasticidade e dureza (com e sem correção do thermal drift – DC: Drift Correction) para a sílica, vidro lixado e policarbonato.

Amostra #	Sílica					Vidro Lixado					Policarbonato				
	E GPa	E(DC) GPa	H GPa	H(DC) GPa	DC nm/s	E GPa	E(DC) GPa	H GPa	H(DC) GPa	DC nm/s	E GPa	E(DC) GPa	H GPa	H(DC) GPa	DC nm/s
1	71,32	71,31	9,09	9,08	0,012	83,26	84,62	6,64	6,90	-0,064	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,333
2	71,64	71,63	8,97	8,96	0,014	71,24	71,96	4,77	4,89	-0,048					
3	72,53	72,51	9,02	9,02	0,014	76,40	77,52	5,71	5,90	-0,06	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,117
4	72,26	72,24	9,06	9,05	0,018	69,27	70,18	4,72	4,87	-0,059					
5	72,43	72,41	9,02	9,01	0,019	104,41	104,89	4,21	4,26	-0,023	2,94	2,94	0,16	0,17	-3,993
6	72,56	72,53	8,97	8,96	0,027	73,12	74,24	5,89	6,11	-0,065					
7	71,19	71,16	9,03	9,02	0,026	79,07	80,80	6,19	6,50	-0,087	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,42
8	71,08	71,06	9,01	9,00	0,018	94,67	96,41	6,91	7,21	-0,07					
9	71,81	71,78	9,08	9,07	0,024	76,38	77,45	5,82	6,02	-0,06	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,989
10	71,10	71,09	8,96	8,95	0,013	72,48	73,90	6,13	6,39	-0,076					
11	71,98	71,94	9,06	9,05	0,034	85,29	87,44	7,26	7,67	-0,09	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,558
12	71,79	71,79	9,07	9,05	0,024	70,81	72,23	5,45	5,71	-0,085	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,375
13	71,75	71,74	8,98	8,97	0,013	99,09	100,52	9,56	9,86	-0,043	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,114
14	71,92	71,91	9,06	9,05	0,012	74,52	75,98	5,63	5,90	-0,087	2,94	2,94	0,17	0,17	-3,754
15	70,83	70,81	8,91	8,90	0,015	77,87	79,90	6,44	6,81	-0,099	2,92	2,91	0,16	0,17	-4,135
16	72,06	72,05	9,11	9,10	0,011	66,84	67,99	4,15	4,33	-0,091	2,94	2,93	0,16	0,17	-3,867
17	70,92	70,90	9,00	9,00	0,015	73,30	75,06	5,50	5,80	-0,1	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,551
18	71,52	71,51	8,84	8,83	0,024	73,71	75,41	5,06	5,35	-0,102	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,546
19	71,20	71,18	9,01	9,00	0,017	76,22	77,45	6,11	6,33	-0,064	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,383
20	71,37	71,37	8,98	8,99	-0,001	105,45	108,60	11,23	11,95	-0,08	2,94	2,94	0,16	0,17	-4,216
21	70,99	70,96	8,92	8,91	0,027	75,95	77,23	6,33	6,59	-0,069	2,91	2,91	0,16	0,17	-5,045
22	70,86	70,83	8,91	8,90	0,024	63,18	64,20	4,12	4,29	-0,087	2,98	2,98	0,17	0,18	-4,506
23	71,80	71,79	9,04	9,04	0,015	87,20	88,56	7,44	7,70	-0,055	2,95	2,95	0,17	0,17	-3,771
24	71,39	71,37	8,92	8,91	0,023	69,97	71,17	4,96	5,15	-0,078	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,134
25	71,84	71,82	9,08	9,07	0,021	88,37	89,13	6,65	6,78	-0,033	3,06	3,06	0,18	0,18	-4,021
26	71,98	71,97	9,10	9,10	0,011	73,96	74,78	5,16	5,30	-0,052	2,98	2,98	0,17	0,17	-4,167
27	72,57	72,57	9,12	9,12	0,004	87,41	88,20	7,16	7,31	-0,033	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,153
28	71,25	71,26	9,03	9,03	-0,005	67,29	68,66	4,71	4,93	-0,096	3,02	3,02	0,17	0,18	-4,433
29	71,73	71,76	9,03	9,04	-0,025	79,36	80,57	6,83	7,08	-0,059	2,94	2,94	0,17	0,17	-3,514
30	73,72	73,74	9,27	9,28	-0,01	95,23	98,27	10,51	11,22	-0,088	2,92	2,91	0,16	0,17	-4,134
31	71,08	71,09	8,97	8,98	-0,009	85,45	86,75	7,87	8,13	-0,051	2,91	2,92	0,16	0,17	-3,8
32	71,78	71,80	8,91	8,92	-0,02	82,03	83,64	6,95	7,26	-0,072	2,91	2,91	0,16	0,17	-3,737
33	70,79	70,81	9,09	9,10	-0,019	69,06	70,67	5,40	5,69	-0,099	2,92	2,92	0,16	0,17	-3,378
34	71,90	71,93	9,01	9,02	-0,022	89,73	91,05	7,51	7,75	-0,05	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,492
35	71,29	71,31	9,01	9,02	-0,024	69,29	70,52	4,73	4,94	-0,088	2,91	2,91	0,16	0,17	-4,493
36	71,62	71,67	9,06	9,08	-0,049	70,33	72,30	5,01	5,34	-0,123	2,91	2,91	0,16	0,17	-3,771
37	71,80	71,84	9,04	9,06	-0,038	75,72	77,45	5,60	5,91	-0,098	2,93	2,92	0,16	0,17	-4,526
38	71,64	71,68	8,94	8,96	-0,045	75,25	77,44	6,10	6,50	-0,112	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,398
39	71,64	71,68	8,99	9,01	-0,038	73,47	75,44	5,68	6,05	-0,115	2,91	2,91	0,16	0,17	-3,765
40	71,91	71,95	8,97	8,99	-0,039	75,77	77,69	6,28	6,64	-0,096	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,121
41	70,84	70,92	9,09	9,13	-0,072	76,97	79,63	6,08	6,58	-0,138	2,93	2,92	0,16	0,17	-4,38
42	71,86	71,92	9,04	9,07	-0,056	101,24	105,53	10,65	11,61	-0,115					
43	71,17	71,22	8,97	8,99	-0,049	79,10	82,02	6,55	7,09	-0,136	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,412
44	71,85	71,90	9,09	9,11	-0,05	69,70	71,99	5,52	5,94	-0,133					
45	71,77	71,84	9,02	9,05	-0,06	79,37	82,21	6,42	6,94	-0,135	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,483
46	71,81	71,85	9,03	9,05	-0,045	68,94	71,03	4,76	5,11	-0,141					
47	71,69	71,75	9,00	9,03	-0,058	107,20	112,87	12,10	13,44	-0,131	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,966
48	71,71	71,73	8,93	8,96	-0,046	75,27	77,58	5,97	6,40	-0,123					
49	71,89	71,96	8,97	9,00	-0,065	73,60	76,06	5,80	6,24	-0,131	2,88	2,88	0,16	0,17	-4,164
50	72,41	72,45	9,09	9,11	-0,042	90,09	92,90	8,13	8,70	-0,104					
51	71,03	71,07	9,10	9,12	-0,041	88,11	90,66	6,54	6,98	-0,11	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,084
52	71,27	71,32	8,93	8,95	-0,046	72,13	73,75	4,68	4,93	-0,107	2,92	2,92	0,16	0,17	-5,301
53	71,08	71,13	8,99	9,01	-0,049	80,41	82,40	5,94	6,29	-0,1	2,92	2,91	0,16	0,17	-4,445
54	72,17	72,25	9,02	9,05	-0,071	70,08	71,18	3,88	4,03	-0,083	2,94	2,94	0,17	0,17	-4,128
55	71,41	71,47	8,98	9,00	-0,06	75,66	77,37	5,49	5,78	-0,094	2,92	2,91	0,16	0,17	-4,138
56	71,43	71,46	9,03	9,06	-0,056	72,80	75,14	5,17	5,57	-0,142	2,93	2,94	0,16	0,17	-3,82
57	71,64	71,69	9,07	9,09	-0,05	69,21	71,53	5,27	5,69	-0,144	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,15
58	71,31	71,37	8,97	9,00	-0,057	88,56	91,27	7,24	7,73	-0,108	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,438

continua...

	...continuação														
59	71,97	72,04	9,00	9,03	-0,069	74,78	77,05	5,85	6,25	-0,122	2,94	2,94	0,16	0,17	-3,648
60	71,78	71,84	9,09	9,12	-0,05	66,18	68,20	4,81	5,17	-0,143	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,532
61	72,89	72,94	9,07	9,10	-0,048	89,99	92,79	7,58	8,12	-0,109	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,147
62	71,77	71,83	9,03	9,06	-0,055	73,37	75,51	5,59	5,98	-0,123					
63	71,63	71,69	9,07	9,09	-0,058	73,86	76,34	5,74	6,19	-0,138	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,402
64	71,36	71,45	8,97	8,99	-0,064	61,15	61,87	2,59	2,67	-0,084					
65	71,84	71,89	9,03	9,06	-0,054	111,01	116,12	12,70	13,94	-0,113	2,91	2,91	0,16	0,17	-4,091
66	71,53	71,58	8,93	8,96	-0,053	74,58	76,07	4,94	5,18	-0,095					
67	72,01	72,08	8,99	9,01	-0,06	74,27	76,39	5,78	6,17	-0,116	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,613
68	71,37	71,43	9,01	9,04	-0,06	79,96	81,50	5,49	5,75	-0,081					
69	71,89	71,95	9,00	9,04	-0,071	80,13	82,90	6,96	7,50	-0,124	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,1
70	71,86	71,92	9,01	9,04	-0,06	94,09	95,90	7,88	8,24	-0,068					
71	71,98	72,03	9,07	9,09	-0,052	67,83	69,17	4,48	4,69	-0,095	2,95	2,95	0,17	0,17	-4,113
72	71,40	71,45	8,95	8,98	-0,044	70,61	72,61	5,45	5,81	-0,119	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,24
73	71,02	71,09	9,17	9,20	-0,062	71,05	73,07	5,44	5,82	-0,125	2,91	2,91	0,16	0,17	-4,279
74	72,38	72,43	8,97	8,99	-0,053	81,54	83,72	6,95	7,39	-0,098	2,91	2,91	0,16	0,17	-4,423
75	71,08	71,16	9,00	9,03	-0,07	89,81	90,45	3,09	3,16	-0,057	2,94	2,94	0,16	0,17	-4,052
76	72,11	72,16	9,06	9,09	-0,059	71,18	72,16	3,78	3,92	-0,079	2,91	2,91	0,16	0,17	-4,526
77	72,01	72,07	9,03	9,05	-0,055	73,60	75,68	5,83	6,22	-0,116	2,91	2,91	0,16	0,17	-3,27
78	72,56	72,61	9,09	9,11	-0,053	75,06	77,31	6,18	6,61	-0,117	2,92	2,93	0,16	0,17	-4,442
79	72,67	72,73	9,10	9,13	-0,05	65,43	66,49	3,73	3,89	-0,092	2,92	2,91	0,16	0,17	-4,77
80	71,33	71,37	8,96	9,00	-0,064	85,26	87,53	6,65	7,06	-0,101	2,91	2,91	0,16	0,17	-3,822
81	71,36	71,42	9,08	9,11	-0,053	79,15	80,39	5,81	6,02	-0,067	2,95	2,95	0,17	0,17	-4,24
82	71,10	71,17	8,98	9,00	-0,05	75,50	77,45	5,48	5,82	-0,113	2,92	2,92	0,16	0,17	-5,089
83	71,45	71,51	8,93	8,96	-0,055	56,14	57,44	2,74	2,90	-0,154	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,414
84	72,74	72,80	9,08	9,10	-0,054	70,93	72,72	5,44	5,77	-0,108	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,157
85	72,44	72,49	8,86	8,88	-0,053	72,80	75,23	5,34	5,77	-0,145	2,92	2,92	0,16	0,17	-5,158
86	70,98	71,03	9,04	9,06	-0,049	77,97	80,01	6,69	7,08	-0,096	2,96	2,96	0,17	0,17	-3,752
87	71,86	71,92	9,09	9,12	-0,059	112,31	117,32	13,56	14,82	-0,101	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,127
88	72,05	72,11	9,12	9,15	-0,059	77,54	79,03	5,05	5,31	-0,094	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,531
89	72,29	72,36	9,10	9,13	-0,06	62,69	64,18	4,96	5,25	-0,11	2,95	2,95	0,17	0,17	-4,145
90	71,29	71,36	8,90	8,93	-0,062	70,84	72,54	5,51	5,84	-0,107	2,94	2,94	0,17	0,17	-3,472
91	71,76	71,79	9,06	9,09	-0,048	63,46	64,45	4,02	4,18	-0,083	2,90	2,90	0,16	0,17	-4,422
92	71,23	71,29	9,06	9,09	-0,063	73,34	75,01	4,44	4,70	-0,113	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,248
93	73,44	73,50	9,27	9,29	-0,053	79,96	81,96	6,67	7,07	-0,096	2,91	2,91	0,16	0,17	-4,41
94	71,55	71,62	9,04	9,08	-0,073	52,67	52,80	1,50	1,51	-0,03	2,91	2,91	0,16	0,17	-3,758
95	71,48	71,54	8,95	8,97	-0,059	76,95	78,57	6,11	6,42	-0,086	2,92	2,92	0,16	0,17	-5,087
96	71,79	71,88	9,07	9,10	-0,06	69,20	71,18	5,48	5,85	-0,117	2,92	2,91	0,16	0,17	-4,106
97	70,72	70,78	9,20	9,23	-0,054	72,74	74,99	5,81	6,23	-0,121	2,91	2,91	0,16	0,17	-3,363
98	73,10	73,17	8,90	8,93	-0,069	79,21	81,07	5,95	6,28	-0,096	2,93	2,93	0,16	0,17	-3,937
99	72,22	72,32	9,10	9,13	-0,073	53,86	54,28	2,15	2,21	-0,076	2,92	2,92	0,16	0,17	-4,42
100	71,16	71,22	9,07	9,10	-0,058	79,80	81,82	6,38	6,77	-0,097	2,91	2,91	0,16	0,17	-4,428
101	72,22	72,27	8,90	8,92	-0,05						2,94	2,94	0,16	0,17	-3,515
102	71,30	71,38	9,14	9,18	-0,075						2,95	2,95	0,17	0,17	-3,787
103	71,72	71,79	9,08	9,12	-0,08						2,98	2,98	0,17	0,17	-4,113
104	71,45	71,49	9,09	9,12	-0,053						2,95	2,95	0,17	0,17	-4,019
105	71,53	71,59	9,08	9,11	-0,053						2,95	2,95	0,17	0,17	-3,614
106	71,58	71,63	9,05	9,07	-0,049						3,05	3,05	0,18	0,18	-4,062
107	71,73	71,78	9,02	9,04	-0,048						2,98	2,98	0,17	0,17	-4,099
108	72,34	72,40	9,09	9,12	-0,057						2,92	2,92	0,16	0,17	-4,492
109	71,55	71,59	9,09	9,12	-0,053						3,05	3,05	0,18	0,18	-3,768
110	72,51	72,56	9,01	9,04	-0,058						3,00	3,00	0,17	0,17	-3,596
média	71,72	71,76	9,03	9,04	-0,035	77,58	79,43	6,01	6,36	-0,095	2,93	2,93	0,16	0,17	-4,204
desvio	0,55	0,56	0,07	0,08	0,033	11,18	11,72	1,94	2,12	0,029	0,03	0,03	0,00	0,00	0,404

Fonte: Kruehchacke (2014)

Contato:

Pontificia Universidade Católica do Paraná

Escola Politécnica

[jose.eloir@pucpr.br](mailto:jose.eloir@pucpr.br)