

### UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS

Marcus V. Libardi Pazini

# APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ANALISE DIMENSIONAL PARA A DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES ELASTO-PLÁSTICAS DE MATERIAIS PELO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Orientadora: Profa. Dr.ª María Cristina Moré Farias Co-orientador: Prof. Dr. Oscar Alfredo Garcia de Suarez

Caxias do Sul 2019 Marcus V. Libardi Pazini

# APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ANALISE DIMENSIONAL PARA A DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES ELASTO-PLÁSTICAS DE MATERIAIS PELO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Dissertação apresentada para o Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade de Caxias do Sul, visando a obtenção do grau de Mestre em Engenharia dos Materiais.

Orientado pela Profa. Dr.<sup>a</sup> María Cristina Moré Farias Co-orientado pelo Prof. Dr. Oscar Alfredo Garcia de Suarez

> Caxias do Sul 2019

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) Universidade de Caxias do Sul Sistema de Bibliotecas UCS - Processamento Técnico

| P348a | Pazini, Marcus Vinícius Libardi<br>Aplicação do método de análise dimensional para a determinação de<br>propriedades elasto-plásticas de materiais pelo ensaio de indentação<br>instrumentada / Marcus Vinícius Libardi Pazini. – 2019.<br>66 f. : il. ; 30 cm |
|-------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|       | Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa<br>de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, 2019.<br>Orientação: María Cristina Moré Farias.<br>Coorientação: Oscar Alfredo Garcia de Suarez.                                  |
|       | <ol> <li>Análise dimensional. 2. Método dos elementos finitos. 3.<br/>Elasticidade. 4. Resistência dos materiais. I. Farias, María Cristina<br/>Moré, orient. II. Suarez, Oscar Alfredo Garcia de, coorient. III. Título.<br/>CDU 2. ed.: 303.722</li> </ol>   |
|       |                                                                                                                                                                                                                                                                |

Catalogação na fonte elaborada pela(o) bibliotecária(o) Michele Fernanda Silveira da Silveira - CRB 10/2334

### Marcus V. Libardi Pazini

## APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ANALISE DIMENSIONAL PARA A DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES ELASTO-PLÁSTICAS DE MATERIAIS PELO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Dissertação de Mestrado submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade de Caxias do Sul, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais, Área de Concentração: Simulação e Caracterização de Materiais.

Caxias do Sul, 20 de fevereiro de 2019.

<u>Banca Examinadora:</u>

Prof. Dr. Alexandre Luís Gasparin Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul

Prof. Dr. Cláudio Antônio Perottoni Universidade de Caxias do Sul

Prof. Dr. Leandro Luís Corso Universidade de Caxias do Sul

Caxias do Sul

2019

### SUMÁRIO

| 1 | INTRODUÇÃO                                                                                                                      | 12              |
|---|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|
|   | 1.1 OBJETIVO GERAL                                                                                                              | 13              |
|   | 1.2 OBJETIVO ESPECIFICO DO TRABALHO                                                                                             | 13              |
| 2 | FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA                                                                                                           | 14              |
|   | 2.1 MECÂNICA DO CONTATO                                                                                                         | 14              |
|   | 2.1.1 Contato hertziano pontual                                                                                                 | 14              |
|   | 2.1.2 Contato com Geometrias Cônicas                                                                                            | 18              |
|   | 2.2 ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA                                                                                          | 20              |
|   | 2.2.1 Tipos de geometria de indentador                                                                                          | 22              |
|   | 2.3 INTERPRETAÇÃO DAS CURVAS DE INDENTAÇÃO                                                                                      | 23              |
|   | 2.4 DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES ELASTO-PLASTICAS                                                                               | 26              |
|   | 2.4.1 Método de Oliver e Pharr                                                                                                  | 26              |
|   | 2.4.2 Metodos Numericos                                                                                                         | 28              |
|   | 2.4.2.1 O Problema Inverso                                                                                                      | 29              |
|   | 2.4.2.2 Metodo de Elementos Fínitos                                                                                             | 29              |
|   | 2.4.2.3 Analise dimensional $2.4.2.3$ Analise dimensional $2.4.2.3$ Analise dimensional $2.4.2.3$ Analise dimensional $2.4.2.3$ | 32              |
|   | 2.5 DIFICULDADES DU ENSAIU DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA                                                                          | აა<br><b>იე</b> |
|   | 2.5.1 Finnig-up e Sinking-III                                                                                                   | 35              |
|   |                                                                                                                                 | 55              |
| 3 | MATERIAIS E MÉTODOS                                                                                                             | 38              |
|   | 3.1 MATERIAIS                                                                                                                   | 38              |
|   | 3.2 ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA                                                                                          | 39              |
|   | 3.3 FUNÇOES PARA ANALISE DIMENSIONAL                                                                                            | 40              |
|   | 3.3.1 Função II1                                                                                                                | 40              |
|   | 3.3.2 Funçao II2                                                                                                                | 41              |
|   |                                                                                                                                 | 42              |
|   | 3.4 SIMULAÇÕES POR ELEMENTOS FINITOS                                                                                            | 44              |
|   | 5.4.1 Modelo de Indentação 2D                                                                                                   |                 |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÕES                                                                                                         | 46              |
|   | 4.1 OBTENÇÃO DOS COEFICIENTES DE Π1                                                                                             | 46              |
|   | 4.2 OBTENÇÃO DOS COEFICIENTES DE $\Pi_2$                                                                                        | 46              |
|   | 4.3 ANALISE DOS RESULTADOS REFERENTES AS FUNÇÕES ADIMENSIONAIS                                                                  | E AO            |
|   | ALGORITMO INVERSO                                                                                                               | 47              |
|   | 4.3.1 Variação experimental                                                                                                     | 47              |
|   | 4.3.2 Sensibilidade do algoritmo a resultados experimentais                                                                     | 49              |
|   | 4.4 CALCULO DE PROPRIEDADES MECANICAS                                                                                           | 55              |
|   | 4.4.1 Expoente de Encruamento e Dureza                                                                                          | 33<br>57        |
|   | 4.4.3 Unicidade das Soluções                                                                                                    | 58              |
|   | T.T.O UIICIUAUE UAS DUIUÇUES                                                                                                    | 50              |
| 5 | CONCLUSOES                                                                                                                      | 59              |
| 6 | REFERÊNCIAS                                                                                                                     | 60              |
|   |                                                                                                                                 |                 |

### LISTA DE FIGURAS

| Figura 1 – Contato esfera-plano15                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Figura 2 – Geometria de contato entre dois corpos com superfície curva. (a) duas supefícies<br>convexas. (b) uma superfíce convexa e outra côncava                                                                                                                                                                                                                                                               |
| Figura 3 – Tensões em relação ao eixo de simetria do contato para a geometria de contato<br>esfera-plano                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |
| Figura 4 – Mapas de tensões de cisalhamento e normais do contato esfera-plano18                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                  |
| Figura 5 – Geometria de contato para indentadores cônicos                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |
| Figura 6 – Algumas aplicações da Indentação instrumentada21                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |
| Figura 7 – Esquema de componentes de um equipamento para indentação instrumentada22                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |
| Figura 8 - Diagaramas de indentadores e suas respectivas impressões                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                              |
| Figura 9 – Curva obtida com dados do EII24                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
| Figura 10 - Curvas tensão-deformação, curvas carga-deslocamento, esquema da indentação e<br>esquema da indentação residual correspondentes a materiais com diferentes propriedades<br>mecânicas ou comportamento elásto-plastico: (a) material elástico perfeitamente plástico<br>(elasto-plástico ideal) e material elasto-plástico real, (b) material rígido perfeitamente<br>plástico e (c) material elástico |
| Figura 11 – Trabalhos de indentação27                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            |
| Figura 12 – Esquema de associação em série da rigidez dos pares de contato                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
| Figura 13 – Representação dos problemas diretos e inversos                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |
| Figura 14 - Discretização do problema31                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                          |
| Figura 15 – Ajuste da função aos pontos de simulação33                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
| Figura 16 – Representação dos fenômenos de pile-up (a) e sink-in (b)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
| Figura 17 – Ilustração do efeito de <i>pile-up</i> e <i>sink-in</i> para diferentes valores das razões entre penetrações, h <sub>f</sub> /h <sub>max</sub>                                                                                                                                                                                                                                                       |
| Figura 18 - Imagem de um indentador Berkovich com arredondamento da ponta                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |
| Figura 19 - Ilustração da geometria esférica (a) e esfero-cônica (b)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
| Figura 20 – Diagrama de carregamento para indentação instrumentada                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |
| Figura 21 – Diagrama do algoritmo inverso para funções adimensionais                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                             |
| Figura 22 – (a) e (c) Refino de malha. (b) e (d) Deslocamentos obtido pelo modelo numérico44                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |
| Figura 23 – Condições de contorno aplicadas45                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| Figura 24 – Variação das variáveis adimensionais $h_f/h_{max}$ , $W_P/W_T \in E_r$                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |
| Figura 25 – Sensibilidade da função II1 à variação dos parâmetros $W_P/W_T e h_f/h_{max}$ 50                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     |

| Figura 26 – Curvas de nível da função П1                                               | 51  |
|----------------------------------------------------------------------------------------|-----|
| Figura 27 – Sensibilidade da equação do módulo reduzido em relação às perturbações     |     |
| aplicadas na variável de rigidez de contato                                            | 53  |
| Figura 28 - Sensibilidade da função Π2 à variação dos parâmetros de expoente de        |     |
| encruamento, $n \in h_f/h_{max}$                                                       | 54  |
| Figura 29 – Curvas de nível da função II2                                              | 55  |
| Figura 30 – Decomposição do desvio de uma observação em relação a média global pela so | oma |
| das parcelas (γi - γ) e (γi-γi)                                                        | 62  |

### Lista de Tabelas

| Tabela 1 – Funções de área para diversos indentadores20                                                   |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Tabela 2 – Composição química dos aços SAE 1020 e 1045                                                    |
| Tabela 3 – Coeficiente de ajustes da função de área40                                                     |
| Tabela 4 – Coeficientes calculados para a função adimensional $\Pi_1$ 46                                  |
| Tabela 5 - Coeficientes calculados para a função adimensional $\Pi_2$                                     |
| Tabela 6 – Variação experimental das amostras ensaiadas48                                                 |
| Tabela 7 – Valores calculados para a dureza das amostras56                                                |
| Tabela 8 – Resultados calculados para o expoente de encruamento das amostras56                            |
| Tabela 9 – Valores obtidos para o módulo de elasticidade das amostras de SAE 1020, SAE 1045<br>e SAE 4140 |
| Tabela 10 – Valores obtidos para a tensão de escoamento das amostras de SAE 1020, SAE                     |
| 1045 e SAE 414058                                                                                         |
| Tabela 11 – Coeficiente de determinação ajustado para as funções $\Pi_1 e \Pi_2$ 63                       |
| Tabela 12 – Intervalo de confiança para os coeficientes de $\Pi_1$ 65                                     |
| Tabela 13 - Intervalo de confiança para os coeficientes de $\Pi_2$ 65                                     |
| Tabela 14 – Teste F para as funções adimensionais65                                                       |

### Lista de Símbolos

| a              | Raio do círculo de contato                            |
|----------------|-------------------------------------------------------|
| A <sub>c</sub> | Área de contato indentador-amostra                    |
| α              | Ângulo efetivo do indentador                          |
| В              | Coeficiente da curva de descarregamento               |
| β              | Constante do tipo de indentador                       |
| с              | dunção constante por partes                           |
| С              | Compliance do equipamento                             |
| δ              | Distância de aproximação indentador-amostra           |
| Δ              | Operador laplaciano                                   |
| E              | Módulo de elasticidade                                |
| Ei             | Módulo de elasticidade do indentador                  |
| E <sub>r</sub> | Módulo de elasticidade reduzido                       |
| 3              | Constante de ajuste de penetração de contato          |
| Φ              | Base de um espaço de funções                          |
| φ              | Coeficientes da função adimensional 2                 |
| h              | Penetração na amostra                                 |
| $h_c$          | Penetração de contato                                 |
| $h_{\rm f}$    | Penetração residual                                   |
| $h_{max}$      | Penetração máxima                                     |
| hs             | Distância entre a ponta esférica e a penetração total |
| Н              | Dureza de indentação                                  |
| θ              | Semiângulo do indentador                              |
| k              | Coeficiente da curva de carregamento                  |
| K              | Coeficientes de uma função adimensional               |
| λ              | Expoente da curva de carregamento                     |
| m              | Expoente da curva de descarregamento                  |
| μ              | Coeficiente de atrito indentador-amostra              |
| n              | Expoente de encruamento                               |
| η              | Coeficientes da função adimensional 1                 |
| Ω              | Domínio do problema de elementos finitos              |
| $\mathbf{p}_0$ | Pressão de contato na ponta do indentador             |
| Р              | Carga no indentador                                   |
| Pc             | Carga durante o carregamento                          |

| $P_d$                     | Carga durante o descarregamento                    |  |  |  |  |
|---------------------------|----------------------------------------------------|--|--|--|--|
| $P_{\text{max}}$          | Carga máxima                                       |  |  |  |  |
| $p_{\rm m}$               | Pressão média de contato                           |  |  |  |  |
| ρ                         | Pesos da função adimensional 1                     |  |  |  |  |
| П                         | Função adimensional                                |  |  |  |  |
| $\Pi_1$                   | Função adimensional 1                              |  |  |  |  |
| $\Pi_2$                   | Função adimensional 2                              |  |  |  |  |
| r                         | Eixo perpendicular à carga aplicada                |  |  |  |  |
| R                         | Raio do indentador                                 |  |  |  |  |
| R <sub>a</sub>            | Raio da superfície a                               |  |  |  |  |
| $R_{\rm b}$               | Raio da superfície b                               |  |  |  |  |
| $R_{eq}$                  | Raio equivalente                                   |  |  |  |  |
| $R_x$                     | Raio na direção x                                  |  |  |  |  |
| $R_y$                     | Raio na direção y                                  |  |  |  |  |
| S                         | Rigidez de contato                                 |  |  |  |  |
| $\sigma_{r}$              | Tensão radial                                      |  |  |  |  |
| $\sigma_{\rm z}$          | Tensão normal na coaxial a carga                   |  |  |  |  |
| τ                         | Tensão de cisalhamento                             |  |  |  |  |
| u                         | Parâmetro auxiliar das expressões de tensão        |  |  |  |  |
| v                         | Função de um espaço de funções                     |  |  |  |  |
| Vx                        | Função definida por partes em um espaço de funções |  |  |  |  |
| v                         | Espaço de funções                                  |  |  |  |  |
| Vd                        | Espaço de funções discretizado                     |  |  |  |  |
| υ                         | Coeficiente de Poisson da amostra                  |  |  |  |  |
| $\upsilon_{i}$            | Coeficiente de Poisson do indentador               |  |  |  |  |
| w                         | Função a ser aproximada                            |  |  |  |  |
| $\mathbf{W}_{\mathrm{d}}$ | Função discretizada                                |  |  |  |  |
| $W_{\rm E}$               | Trabalho elástico                                  |  |  |  |  |
| $W_{\mathrm{P}}$          | Trabalho plástico                                  |  |  |  |  |
| $W_{\mathrm{T}}$          | Trabalho total                                     |  |  |  |  |
| x                         | Domínio do problema inverso                        |  |  |  |  |
| У                         | Imagem do problema inverso                         |  |  |  |  |
| Y                         | Tensão de escoamento                               |  |  |  |  |
| z                         | Direção coaxial a aplicação da carga               |  |  |  |  |

#### RESUMO

O ensaio de indentação instrumentada é uma técnica que permite a obtenção da dureza de pequenos volumes de materiais. Entretanto, além da dureza, é de grande interesse a obtenção de outras propriedades elasto-plásticas utilizando-se informações das curvas desses ensaios. Neste trabalho, um algoritmo inverso foi elaborado com o desenvolvimento de duas funções adimensionais, ajustadas empregando o método de elementos finitos, para simular do ensaio de indentação instrumentada e o método de mínimos quadrados, para a determinação dos coeficientes das funções. Subsequentemente, esse algoritmo foi utilizado para a determinação do módulo de elasticidade E, dureza H, expoente de encruamento n e tensão de escoamento Y dos aços ao carbono SAE 1020, SAE 1045 e do aço Cr-Mo SAE 4140. Essas propriedades mecânicas foram determinadas utilizando um microdurometro instrumentado com um penetrador Berkovich de diamante. Uma análise da sensibilidade do algoritmo às variáveis do problema foi realizada, e os resultados obtidos revelaram que uma maior variação na solução do expoente de encruamento calculado pelo algoritmo pode ocorrer à medida que valores das variáveis adimensionais  $h_f/h_{max}$  e/ou  $W_P/W_T$  diminuem. Também, certas combinações de valores das variáveis adimensionais supracitadas causam soluções negativas que são fisicamente impossíveis, sendo o limite de aplicabilidade do algoritmo dado por  $W_P/W_T > 0,66$ . Ajustes dos coeficientes das funções adimensionais também revelaram uma falta de correlação entre o expoente de encruamento n e a razão adimensional entre a tensão de escoamento, e o módulo de elasticidade reduzido  $Y/E_r$ . Resultados para o expoente de encruamento dos aços SAE 1020 normalizado, SAE 1045 normalizado e 1045 temperado e revenido apresentaram erro máximo de -10%, aproximadamente, para o aço SAE 4140 normalizado, o erro foi de -42,55% e para a amostra de SAE 4140 temperado e revenido, um erro de -15,79% foi obtido. Tensões de escoamento calculadas para os aços SAE 1020 normalizado e SAE 1045 normalizado apresentaram, respectivamente, 12,08% e -10,11% de erro, para os demais materiais analisados, o erro calculado foi superior a aproximadamente 40%. Em relação a dureza, o maior erro calculado foi para o aço SAE 4140 temperado e revenido, -13,00%, e o restante das amostras apresentou erros inferiores à 4%. O erro do módulo de elasticidade estimado pelo algoritmo foi maior para os aços SAE 1020 normalizado e SAE 1045 normalizado, 41,76% e -12,13% respectivamente, e o restante das amostras tiveram erros calculados entre -6,15% e -2,17%.

**Palavras-chave**: indentação instrumentada, método de elementos finitos, análise dimensional, materiais metálicos e propriedades elasto-plásticas.

#### ABSTRACT

Instrumented indentation test is a technique that allows obtaining the hardness of small volumes of materials. However, in addition to the hardness, it is of great interest to obtain other elastoplastic properties using information from the curves of these tests. In this work, an inverse algorithm was developed with the help of two dimensionless functions, adjusted using the finite element method, to simulate the instrumented indentation test and the least squares method for the determination of the coefficients of the functions. Subsequently, this algorithm was used for the determination of the modulus of elasticity E, hardness H, hardening exponent and yield stress Y of SAE 1020, SAE 1045 carbon steels and Cr-Mo SAE 4140 steel. These mechanical properties were determined using a instrumented microduometer with a Berkovich diamond indenter. An analysis of the sensitivity of the algorithm to the problem variables was performed, and the results showed that a greater variation in the solution of the hardening exponent calculated by the algorithm can occur as values of the dimensionless variables  $h_f/h_{max}$  and/or  $W_P/W_T$  decrease. Also, certain combinations of values in the dimensionless variables can cause negative solutions that are physically impossible, with the limit of applicability of the algorithm given by  $W_P/W_T > 0.66$ . Adjustments of the coefficients of the dimensionless functions also revealed a lack of correlation between the hardening exponent n and the dimensionless ratio between the yield stress and the reduced modulus of elasticity  $Y/E_r$ . Results for the hardening exponent of normalized SAE 1020 steels, normalized SAE 1045 steels and quenched and tempered SAE 1045 steel presented a maximum error of approximately -10% for normalized SAE 4140 steel, the error was -42,55% and for the sample of SAE 4140 quenched and tempered, a -15,79% error was obtained. The calculated yield stresses for SAE 1020 normalized and SAE 1045 normalized steels presented, respectively, 12,08% and -10,11% error, for the other materials analyzed, the calculated error was greater than approximately 40%. In relation to hardness, the largest error calculated was for quenched and tempered SAE 4140 steel, -13,00%, and the rest of the samples presented errors lower than 4%. The error in the modulus of elasticity estimated by the algorithm was higher for the SAE 1020 normalized steel and SAE 1045 normalized steel, 41,76% and -12,13% respectively, and the remaining samples had errors calculated between -6,15% and -2,17%.

**Key-words**: instrumented indentation, finite element method, dimensional analysis, metals and elastic-plastic properties.

#### 1 INTRODUÇÃO

Métodos de indentação têm sido utilizados há décadas para a determinação da dureza de materiais. Embora existam muitas técnicas diferentes, o intuito dessa metodologia se mantém o mesmo desde suas primeiras aplicações propostas por Mohs em 1822. O Ensaio de Indentação Instrumentada (EII), também conhecido como nanoindentação, é uma metodologia mais recente, implementada para a determinação da dureza de materiais. O EII utiliza instrumentação de alta resolução para o monitoramento da carga e do deslocamento de um indentador quando em contato com o material estudado durante um ciclo de carregamento e descarregamento. O controle preciso obtido pela instrumentação proporciona a alguns equipamentos a aplicação de cargas muito baixas que podem ser de até 1 nN e medições de pequenos deslocamentos tais como 0,1 nm. Assim, é possível determinar a dureza de filmes finos, de constituintes microestruturais, superfícies tratadas termicamente, entre outras aplicações [1],[2],[3],[4].

Ensaios de Indentação Instrumentada são utilizados em sua maior parte para a determinação da dureza de materiais, porém, teoricamente, outras propriedades elastoplásticas, como o módulo de elasticidade E, tensão de escoamento Y e o expoente de encruamento n podem ser estimadas com o auxílio da análise dos dados experimentais de carga e deslocamento do penetrador (curva P-h) [5],[6],[7],[8],[9],[10]. Logo, como diversas propriedades mecânicas podem ser obtidas de uma única amostra e com um único ensaio, existe um grande interesse no desenvolvimento de técnicas que possibilitem o cálculo de tais propriedades com dados obtidos por EII. Entretanto, soluções analíticas não são facilmente obtidas devido à alta complexidade das equações que governam o fenômeno de contato e a não linearidade do problema, desta forma, modelos matemáticos e algoritmos são desenvolvidos para a aproximação das soluções [11].

Simulações numéricas com o método de elementos finitos e a metodologia da análise dimensional compõem o conjunto de ferramentas usualmente aplicadas para a obtenção de equações que relacionam as curvas de carga-deslocamento com as propriedades mecânicas do material [5],[6],[7],[8],[9],[10],[12],[13]. Entretanto, um problema inerente a esta abordagem é a aparente falta de unicidade das soluções encontradas, tal afirmação recorre do fato de existirem infinitos conjuntos de propriedades elasto-plásticas capazes de produzir a mesma curva de indentação instrumentada [6],[12],[13]. Também, como a identificação das propriedades mecânicas de um material apenas com dados das curvas de carga e deslocamento é uma relação inversa, de *"efeito para causa"*, a obtenção das propriedades elasto-plásticas por EII pode ser tratada como um problema inverso.

Para contornar o problema da unicidade, alguns autores como Kang *et al.* [10] e Wang *et al.* [14] propõem a utilização informações adicionais como dados de mais de um tipo de indentador para a caracterização de um mesmo material ou a inclusão do valor de *pile-up* medido após a indentação. Porém, o problema permanece até hoje sem uma solução prática e definitiva.

Assim, o presente trabalho se propõe a implementar a metodologia de análise dimensional com o objetivo de sugerir um algoritmo inverso que permita estimar propriedades elasto-plásticas de materiais metálicos.

#### 1.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolvimento de modelos numéricos e matemáticos mediante os métodos de elementos finitos e análise adimensional para determinação de propriedades elasto-plásticas de materiais metálicos.

#### 1.2 OBJETIVO ESPECÍFICO DO TRABALHO

Obter funções adimensionais e elaborar um algoritmo juntamente com o método de Oliver e Pharr [15] que permitam a determinação do expoente de encruamento (n), tensão de escoamento (Y), módulo de elasticidade (E) e dureza (H).

#### 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 2.1 MECÂNICA DO CONTATO

#### 2.1.1 Contato hertziano pontual

O primeiro modelo matemático proposto para a determinação de tensões e deformações durante o contato elástico entre dois corpos sólidos foi originalmente publicado por Heinrich Hertz em 1822 no trabalho intitulado *On the Contact of Elastic Solids* [16]. Nesse trabalho, foram propostas equações que relacionam três variáveis diferentes, estas sendo, a geometria dos corpos em contato, a força aplicada durante o contato e as propriedades elásticas dos corpos. Hertz propôs que o raio do círculo de contato *a* é dependente do módulo de elasticidade do material indentado *E*, da carga aplicada *P* e do raio do indentador *R*, e essas variáveis se relacionam de acordo com a Equação (1) e estão representadas na Figura 1 [1].

$$a^3 = \frac{3}{4} \frac{PR}{E_r} \tag{1}$$

A variável  $E_r$ , chamada de módulo reduzido ou módulo equivalente, combina o módulo de Young e o coeficiente de Poisson do indentador e do material indentado, de acordo com a Equação (2).

$$\frac{1}{E_r} = \frac{\left(1 - \nu_i^2\right)}{E_i} + \frac{\left(1 - \nu^2\right)}{E}$$
(2)

Para contatos entre dois corpos (a e b) com superficies curvas (Figura 2), o raio R da Equação (1) pode ser considerado como um raio equivalente,  $R_{eq}$ , expresso pela Equação (3), onde  $R_x$  e  $R_y$  representam, respectivamente o raio dos corpos a e b nas direções x e y. Em situações onde ambos os corpos em contato possuem a mesma curvatura em x e y, como o contato esfera-esfera ou esfera-concavidade, o termo  $R_{eq}$  da Equação (3) se simplifica como expresso na Equação (4). Na Equação (4), o raio do indentador ( $R_a$ ) deve ser considerado sempre positivo, por convenção. Já o raio da outra superfície ( $R_b$ ) é positivo quando o centro da mesma se encontra abaixo da linha de contato, caso o contrário, o raio deve ser considerado negativo, como o caso mostrado na Figura 2 (b).

$$\frac{1}{R_{eq}} = \frac{1}{R_x} + \frac{1}{R_y} = \frac{1}{R_{xa}} + \frac{1}{R_{xb}} + \frac{1}{R_{ya}} + \frac{1}{R_{yb}}$$
(3)

$$\frac{1}{R_{eq}} = \frac{1}{R_a} + \frac{1}{R_b} \tag{4}$$

Figura 1 - Contato esfera-plano.



Fonte: Adaptado de [1]

Figura 2 – Geometria de contato entre dois corpos com superficie curva. (a) duas supeficies convexas. (b) uma superfice convexa e outra côncava.



Fonte: Adaptado de [17].

É importante citar que a teoria do contato elástico hertziana se limita a descrever os deslocamentos e tensões localizadas nas proximidades da região de contato e não é apropriada para determinar efeitos em larga escala distantes do ponto de contato [1],[18]. A deflexão h da superfície de contato original é determinada pela Equação (5).

$$h(r) = \frac{3P}{8E_r a} \left( 2 - \frac{r^2}{a^2} \right), \qquad r \le a$$
(5)

Observando-se a Equação (5) e a Figura 1 é possível verificar que a penetração máxima ocorre no ponto r = 0, e a penetração mínima de contato ocorre na posição r = a, de maneira que a razão entre a penetração máxima  $h_{max}$  e a penetração mínima de contato h(a) é igual a 2. Para pontos localizados fora do círculo de contato, o deslocamento da superfície é determinado pela Equação (6) [1].

16 (6)

$$h(z) = \frac{3p_m}{4aE_r} \left[ \left( 2a^2 - r^2 \right) \sin^{-1} \left( \frac{a}{r} \right) + r^2 \frac{a}{r} \left( 1 - \frac{a^2}{r^2} \right)^{\frac{1}{2}} \right], \qquad r \ge a$$

Onde  $p_m \acute{e}$  a pressão média de contato obtida pela Equação (7).

$$p_m = \frac{P}{\pi a^2} \tag{7}$$

Combinando-se a Equação (1) com a Equação (7) obtém-se uma equação que correlaciona as propriedades dos materiais em contato com a pressão média (Equação (8)).

$$p_m = \left(\frac{4E_r}{3\pi}\right) \frac{a}{R} \tag{8}$$

A distribuição das tensões normais em z = 0 causada por um indentador esférico foi determinada por Boussinesq (1885) como sendo (Equação (9))[18].

$$\frac{\sigma_z}{p_m} = -\frac{3}{2} \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right), \qquad r \le a$$
<sup>(9)</sup>

Como mostrado na equação acima, a distribuição de tensões normais atinge um valor máximo de  $\sigma_z = 1,5p_m$  diretamente abaixo do eixo de simetria do contato e é zero nas bordas do círculo de contato.

Tensões de contato internas, tais como tensão normal, tensão de cisalhamento ( $\tau$ ) e tensões na direção radial ( $\sigma_r$ ) também podem ser calculadas para o contato esfera-plano como mostrado nas Equações (10), (11) e (12) [19].

$$\frac{\sigma_{z}}{p_{m}} = \frac{3}{2} \begin{cases} \frac{2-2\upsilon}{3} \frac{a^{2}}{r^{2}} \left[ 1 - \left(\frac{z}{u^{\frac{1}{2}}}\right)^{3} \right] + \left(\frac{z}{u^{\frac{1}{2}}}\right)^{3} \frac{a^{2}u}{a^{2} + u^{2}z^{2}} + \left\{ \frac{z}{u^{\frac{1}{2}}} \left[ u \frac{1-\upsilon}{a^{2} + u} + (1+\upsilon) \frac{u^{\frac{1}{2}}}{a} \tan^{-1} \left(\frac{a}{u^{\frac{1}{2}}}\right) - 2 \right] \right\} \\
\frac{\tau}{p_{m}} = -\frac{3}{2} \left( \frac{rz^{2}}{u^{2} + a^{2}z^{2}} \right) \left( \frac{a^{2}u^{\frac{1}{2}}}{a^{2} + u} \right) \qquad (11)$$

$$\frac{\sigma_{z}}{p_{m}} = \frac{3}{2} \left( \frac{z}{u^{\frac{1}{2}}} \right)^{3} \left( \frac{a^{2}u}{a^{2} + u^{2}z^{2}} \right) \qquad (12)$$

Onde u é um parâmetro auxiliar para simplificação da expressão acima e é determinado pela Equação (13).

$$u = \frac{1}{2} \left\{ \left( r^2 + z^2 - a^2 \right) + \left[ \left( r^2 + z^2 - a^2 \right)^2 + 4a^2 z^2 \right]^{\frac{1}{2}} \right\}$$
(13)

17

A Figura 3 mostra como as tensões se comportam no eixo de simetria do contato (r = 0) em relação a profundidade normalizada z/a. Observa-se que, diferentemente das tensões radiais e normais, a tensão de cisalhamento apresenta um valor máximo abaixo da superfície de contato no ponto  $z/a \approx 0.5$ .



Figura 3 – Tensões em relação ao eixo de simetria do contato para a geometria de contato esfera-plano

Fonte: O autor

Na Figura 4 são apresentados os mapas de tensões normais e cisalhamento em relação a profundidade *z* medida a partir da superfície ou plano de contato.

Quando indentador e amostra são considerados materiais deformáveis, é possível determinar-se a distância de aproximação entre ambos ( $\delta$ ) por meio da Equação (14). Combinando a Equação(14) e Equação (1) obtém-se uma expressão para  $\delta$  dependente apenas dos parâmetros geométricos R e a (Equação (15)).

$$\delta^3 = \left(\frac{3}{4E_r}\right)^2 \frac{P^2}{R} \tag{14}$$

$$\delta^3 = \frac{a^2}{R} \tag{15}$$

A distribuição da pressão de contato em função de r é dada pela Equação (16).

$$p = p_0 \left( 1 - \left(\frac{r}{a}\right)^2 \right) \tag{16}$$

Logo, a força de carregamento P pode ser é obtida pela integral da função de distribuição de pressão com limites de 0 até a (Equação (17)):

$$P = \int_{0}^{a} (p2\pi r) dr = \frac{2\pi p_0}{3} a^2$$
(17)

Figura 4 - Mapas de tensões de cisalhamento e normais do contato esfera-plano



Fonte: O autor

Uma vez relacionados os parâmetros de tensão máxima ( $p_0$ ) com a carga (Equação (17)), pode-se estabelecer uma razão entre esse valor e a pressão de contato média ( $p_m$ ) expressa pela Equação (8), dando origem a um valor constante (Equação (18)).

$$\frac{p_0}{p_m} = \frac{3}{2}$$
 (18)

A taxa de deslocamento elástico apresentado por um material mediante a força aplicada por outro corpo é uma propriedade intrínseca do conjunto, da geometria dos corpos em contato e dos materiais que os constituem. A partir das equações apresentadas nesta seção, é possível calcular a rigidez do par de contato sujeito a esforços perpendiculares às suas superfícies. A Equação (19) mostra como a rigidez de contato *S* pode ser expressa como dP/dh. Nos ensaios de indentação instrumentada, o parâmetro *S* é calculado aplicando-se o método de Oliver e Pharr (O&P) para, subsequentemente, calcular o módulo reduzido [15].

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{E_r \sqrt{R}}{4\sqrt{h}} \tag{19}$$

#### 2.1.2 Contato com Geometrias Cônicas

Indentadores cônicos e piramidais são utilizados com grande frequência em ensaios de indentação instrumentada. As equações que representam as geometrias cônicas possuem grande similaridade com as de penetradores esféricos [20], como pode ser visto na Equação (20) se comparada com a Equação (1).

$$P = \frac{\pi}{2}a^2 E_r \cot(\alpha) \tag{20}$$

Neste caso  $\alpha$  é o ângulo do cone (Figura 5). Também é possível calcular os deslocamentos da superfície de contato pela relação apresentada na Equação (21).

$$h = \left(\frac{\pi}{2} - \frac{r}{a}\right) a \cot(\alpha), \qquad r \le a$$
<sup>(21)</sup>

O produto dos termos  $a \cot \alpha$  pode ser interpretado como a penetração de contato  $h_c$ .



Figura 5 - Geometria de contato para indentadores cônicos.

Fonte: Adaptado de [1].

Observando-se a Equação (21), conclui-se que a penetração h, atinge o valor máximo no ponto r = 0, logo é possível determinar uma expressão para a penetração máxima vista na Equação (22).

$$h_{\max} = \frac{\pi}{2} a \cot(\alpha) \tag{22}$$

Ao combinar-se as Equação (20), Equação (21) e Equação (22) pode-se determinar uma nova equação, Equação (23), a qual relaciona a carga aplicada com a penetração máxima  $h_{max}$ .

$$P(h_{\max}) = \left(\frac{2h_{\max}^2 E_r \tan(\alpha)}{\pi}\right)$$
(23)

Como mencionado na seção anterior, a derivada da carga em relação a penetração é utilizada para obtenção do parâmetro de rigidez de contato, logo:

$$\left. \frac{dP}{dh} \right|_{\max} = \frac{4h_{\max}E_r}{\pi} = 2E_r a \tag{24}$$

Dentre os indentadores piramidais, os mais comuns são pirâmides de base quadrada (Vickers) e de base triangular (Berkovich)[1]. As funções para a determinação da área de contato para essas e outras geometrias de indentadores estão presentes na Tabela 1.

| Tipo de<br>Indentador | Área projetada                                        | Semiângulo θ (graus)                   | Ângulo efetivo a (graus) |
|-----------------------|-------------------------------------------------------|----------------------------------------|--------------------------|
| Esférico              | $\mathbf{A}\approx 2\pi Rh_c$                         | N/A                                    | N/A                      |
| Berkovich             | $\mathbf{A} = 3\sqrt{3}(h_c \tan \theta)^2$           | 65,27                                  | 70,3                     |
| Vickers               | $\mathbf{A} = 4(h_c \tan \theta)^2$                   | 68                                     | 70,3                     |
| Кпоор                 | $\mathbf{A} = 2  h_c^{2} \tan \theta_1 \tan \theta_2$ | $\theta_1 = 86,25 \ e \ \theta_2 = 65$ | 77,64                    |
| Canto cúbico          | $\mathbf{A} = 3\sqrt{3}(h_c \tan \theta)^2$           | 35,26                                  | 42,28                    |
| Cônico                | $A = \pi (h_c \tan \alpha)^2$                         | α                                      | α                        |

Tabela 1 - Funções de área para diversos indentadores

Fonte: Adaptado de [1]

Para indentadores do tipo Vickers ou Berkovich, as funções de área de contato podem ser resumidas à expressão da Equação (25).

$$A_c = 24, 5h^2$$
 (25)

Entretanto, devido ao desgaste, indentadores reais necessitam de uma correção na função de área. Nos indentadores do tipo piramidal, essa correção corresponde à Equação (26), onde os valores das constantes são determinados por medições realizadas em dois materiais padrão com propriedades conhecidas (Al e vidro Bk7) [1],[15].

$$A(h_c) = 24,5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{(1/2)} + \dots + C_nh_c^{(1/2^{(n-1)})}$$
(26)

#### 2.2 ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

O principal objetivo da maioria dos ensaios de indentação instrumentada é extrair o módulo de Young e a dureza de materiais utilizando os parâmetros das curvas de carregamento e descarregamento obtidas experimentalmente. Diferentemente de ensaios de dureza convencionais que determinam a área de contato residual pela medição direta das arestas de impressão residual do indentador, os EII aplicam as equações da Tabela 1 juntamente com a profundidade de penetração medida no experimento para determinar a área de contato residual. O emprego desse método em oposição à medição direta das diagonais da impressão residual, decorre do fato de que os carregamentos aplicados nos ensaios de indentação instrumentada são muito pequenos, em alguns casos na ordem de 0.1 nN para a

nanoindentação, o que causa grande dificuldade na medição das áreas de contato devido ao seu tamanho reduzido [1],[2].

Ensaios de indentação instrumentada possuem diversas vantagens em relação aos ensaios de dureza convencionais. A instrumentação utilizada nos equipamentos de EII possibilita a medição precisa de deslocamentos e forças de maneira contínua em escalas muito pequenas, o que torna possível obter medições de propriedades mecânicas em pequenos volumes de materiais com uma preparação relativamente simples. Assim, pode-se utilizar esta técnica para caracterização não só de materiais homogêneos, mas também de materiais que passaram por algum tipo de transformação, como tratamentos químicos, físicos ou térmicos e também materiais que possuem camadas de filmes finos depositadas na superfície [1],[21].

A flexibilidade do EII permite que o ensaio seja utilizado em diversas áreas da indústria e em diversos tipos de materiais, como superfícies desgastadas, metais, cerâmicas, polímeros e compósitos (Figura 6).



Fonte: Adaptado de [22]

Na Figura 7 podem ser observados os componentes principais na construção de um indentador instrumentado, estes sendo: (i) o indentador de diamante com geometria prédeterminada, que está montado em uma coluna rígida utilizada na transmissão da carga, (ii) o atuador, composto do conjunto imã e bobina, o qual aplica a carga com a passagem de uma corrente elétrica, (iii) o sensor que realiza as medições dos deslocamentos do indentador.



Figura 7 - Esquema de componentes de um equipamento para indentação instrumentada

Fonte: Adaptado de [23]

#### 2.2.1 Tipos de geometria de indentador

Nos ensaios de identação com caga ultrabaixa, os indentadores mais comuns são os do tipo esférico ou piramidal. Os indentadores do tipo Berkovich são amplamente utilizados em indentações de pequena escala, e por possuírem uma geometria piramidal de base triangular, tem a vantagem de serem mais facilmente construídos, de modo que as extremidades de suas faces se encontram em um único ponto, evitando desta maneira a linha que ocorre nos indentadores do tipo Vickers, que é piramidal de base quadrada. Os indentadores Berkovich que são utilizados em ensaios de nanoindentação possuem um ângulo de 65,27°, para que possam ter a mesma razão entre área projetada A<sub>c</sub> e penetração h que possui o indentador do tipo Vickers [1].

Os diversos tipos de indentadores existentes podem ser utilizados com objetivos específicos, dado o fato de que cada um deles apresenta vantagens para medir certas propriedades específicas. O indentador tipo Knoop, é piramidal com dois ângulos de face diferentes, onde as medições das diagonais desiguais deixadas na indentação são muito uteis para o estudo da anisiotropia da superfície da amostra. Na Figura 8, indentador de canto cúbico, possui um semiângulo entre as faces de 35,26° e é muito similar ao Berkovich, por sua vez os indentadores esféricos, por apresentarem uma transição suave do contato elástico para o elasto-plástico, são então utilizados em ensaios onde a determinação das propriedades plásticas é objetivada. Por fim, indentadores cônicos são utilizados para determinação de tenacidade a fratura [1],[24].



Figura 8 - Diagaramas de indentadores e suas respectivas impressões

Fonte: Adaptado de [25]

#### 2.3 INTERPRETAÇÃO DAS CURVAS DE INDENTAÇÃO

As curvas de indentação (Figura 9) são a representação gráfica dos dados de força e de profundidade de penetração coletados durante o ensaio de indentação instrumentada. Essa informação pode ser utilizada para a determinação das propriedades mecânicas da amostra analisada pois é possível fazer uma correlação entre a carga aplicada, a profundidade de penetração obtida e a taxa com que a penetração varia com um carregamento incremental.

Analisando-se a Figura 9 percebe-se que ocorrem deformações plásticas do material após o ensaio e isso é evidenciado pelo fato das curvas de carregamento e descarregamento não possuírem colinearidade. Sendo assim, ambas as curvas interceptam o eixo de deslocamentos h em pontos diferentes, o carregamento intercepta a origem, e o descarregamento intercepta o ponto  $h_f$ . Também é possível observar que a coordenada  $h_f$  está à esquerda da penetração máxima  $h_{máx}$  obtida durante o carregamento, o que indica a presença de um comportamento elástico durante o descarregamento, o qual pode ser medido pela diferença entre  $h_{máx}$  e  $h_f$ .

É evidente que os comportamentos elástico e plástico citados podem ser mais ou menos intensos devido às propriedades mecânicas dos materiais ensaiados e aos níveis das cargas aplicadas durante o ensaio, como pode ser observado na Figura 10. Entretanto, a Figura 9 é boa representação dos aspectos principais que podem ser observados em um EII.





Fonte: Adaptado de [15]

Observa-se na Figura 10(a), que, durante o ensaio de tração de um material elastoplástico ideal, a primeira região da curva tensão-deformação possui um comportamento linear, que representa o comportamento elástico do material, e após atingir o limite de proporcionalidade, tem início o regime plástico, o qual continua até que a força de tração seja retirada. Uma vez interrompida a aplicação da força, ocorre a recuperação elástica do material, que se caracteriza por uma curva tensão-deformação linear e paralela à curva tensão-deformação do ciclo de carregamento inicial. Já na curva tensão-deformação real, pode-se perceber o desvio devido ao endurecimento por deformação (encruamento) do material. Ambos os comportamentos resultantes do ensaio de tração podem ser associados ao um contato elástico-plástico entre um indentador e o material a ser estudado. A impressão residual exibe bordas afundadas, em uma vista tridimensional, ou curvas, quando vistas em projeção bidimensional. Nesse caso, é possível obter-se estimativas tanto para o módulo de elasticidade quanto para a dureza do material a partir dos dados de carga e deslocamento gerados no ensaio de indentação instrumentada.

Nas curvas tensão-deformação de um material perfeitamente plástico (Figura 10(b)) não existe a região elástica inicial, ou seja, desde o primeiro momento em que a carga é aplicada no material, já ocorre uma deformação irreversível. Essa deformação plástica aumenta durante o período em que o corpo é tracionado ou comprimido, e, uma vez que a carga é removida, as deformações sofridas pela amostra mantêm o mesmo valor que possuíam ao final da aplicação da carga, sem qualquer indicação de recuperação elástica. Materiais rígidos perfeitamente plásticos durante um carregamento de tração ou compressão também apresentam esse comportamento durante contato por indentação. Nessa situação de contato, a impressão residual apresenta bordas que reproduzem perfeitamente o perímetro de contato do indentador com o material.

Figura 10 - Curvas tensão-deformação, curvas carga-deslocamento, esquema da indentação e esquema da indentação residual correspondentes a materiais com diferentes propriedades mecânicas ou comportamento elásto-plastico: (a) material elástico perfeitamente plástico (elasto-plástico ideal) e material elasto-plástico real, (b) material rígido perfeitamente plástico e (c) material elástico.



Fonte: Adaptado de [26].

A Figura 10(c), apresenta um material no regime elástico, que, após sofrer a ação de uma carga externa de tração, retorna à geometria inicial, sem qualquer indicação de deformação residual que se possa observar. Nos EII, obtém-se uma única curva cargadeslocamento, que contém informações tanto do regime elástico, quanto do regime plástico. Após a compreensão dos princípios básicos de mecânica do contato e dos procedimentos do ensaio de indentação instrumentada, bem como os tipos de indentadores e as curvas *P-h*, pode-se prosseguir com o estudo de métodos que envolvem o cálculo das propriedades mecânicas de materiais. Dentre esses métodos, destaca-se o método proposto por Oliver e Pharr (O&P) e outros mais voltados para obtenção de propriedades plásticas se baseiam em análise dimensional e simulações por elementos finitos.

#### 2.4.1 Método de Oliver e Pharr

Sabendo-se que, teoricamente, a curva de descarregamento do ensaio de indentação instrumentada indica que o material ensaiado possui características completamente elásticas, o método de O&P [27] utiliza as propriedades medidas de área de contato e rigidez de contato para a determinação do módulo de Young reduzido ( $E_r$ ) do conjunto indentador amostra.

Fisicamente, o procedimento considera a associação em série do indentador e da amostra, ou seja, o indentador e a amostra são modelados como duas molas em série cujas flexibilidades C (inverso da rigidez) são aditivas (Equação (27)), como representado na Figura 12. Portanto, a função inversa da rigidez total ou do conjunto indentador-amostra ( $S_{eq}$ ) é dada pela Equação (28), onde  $C_{eq}$  é a função inversa da rigidez (flexibilidade) do conjunto, C é a função inversa da rigidez da amostra, e  $C_i$  é a função inversa da rigidez do indentador. Subsequentemente, a rigidez da amostra pode ser calculada utilizando a teoria da elasticidade com a Equação (29) [27].

$$C_{ea} = C + C_i \tag{27}$$

$$\frac{1}{s} = \frac{1}{s} + \frac{1}{s}$$
 (28)

$$\frac{1}{S} = C_i = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta E_r} \frac{1}{\sqrt{A_c}}$$
(29)

Na Equação (29), o valor de  $\beta$  é uma constante intrínseca à geometria do indentador, que varia entre 1 a 1,08 [28].

Para a obtenção das propriedades mecânicas, o método de Oliver e Pharr propõe duas funções de potência que representam a etapa de carregamento ( $P_c$ ) e de descarregamento ( $P_d$ ), sendo estas, respetivamente, a Equação (30) e Equação (31). Os coeficientes k e B bem como os expoentes  $\lambda$  e m são determinados por meio de métodos numéricos, sendo o método de mínimos quadrados o mais utilizado.

$$P_c(h) = kh^{\lambda} \tag{30}$$

$$P_d(h) = B(h - h_f)^m \tag{31}$$

Integrando-se as equações de carregamento e descarregamento obtém-se as Equações ((32), (33), (34)) também é possível a determinação dos trabalhos de indentação total ( $W_{T}$ ),

elástico ( $W_E$ ) e plástico ( $W_P$ ) que correspondem a área abaixo das curvas de indentação, como ilustrado na Figura 11.

$$W_T = \int_0^{h_{\text{max}}} P_c \ dh \tag{32}$$

$$W_E = \int_{h_f}^{h_{\text{max}}} P_d \ dh \tag{33}$$

$$W_P = W_T - W_E \tag{34}$$



Figura 11 - Trabalhos de indentação

Fonte: Adaptado de [29]

Como descrito na seção 2.2.1, a rigidez de contato, S, é determinada pelo valor da inclinação da função de descarregamento, no ponto onde a profundidade de penetração é máxima, conforme a Equação (35).

$$\left. \frac{dP_d}{dh} \right|_{h_{\text{max}}} = S = mB(h_{\text{max}} - h_f)^{m-1}$$
(35)

Para estimar a profundidade de contato  $h_c$  entre o indentador e a amostra O&P propõem a seguinte relação (Equação (36)):

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S}$$
(36)



Figura 12 - Esquema de associação em série da rigidez dos pares de contato

Fonte: O Autor

Nesse caso,  $\varepsilon$  está relacionado ao tipo de indentador utilizado. Estudos empíricos mostram que, para um indentador Berkovich, esse parâmetro pode ter um valor aproximado de 0,75. Uma vez calculados os valores de rigidez e de profundidade de contato das Equação (35) e (36), torna-se possível determinar a dureza H e o módulo reduzido Er (Equação (37) e Equação (38), respectivamente) para um indentador do tipo Berkovich [15].

$$H = \frac{P_{\text{max}}}{A} \tag{37}$$

$$E_r = \frac{S\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A_c}}$$
(38)

Contudo, o valor do coeficiente  $\varepsilon$  obtido inicialmente por Oliver e Pharr [15] pode assumir diversos valores diferentes para o mesmo tipo de indentador, de forma que o estudo realizado por Pharr e Bolshakov [30], que relaciona o fator de correção de tipo de indentador com o coeficiente do ajuste polinomial *m* (Equação (31)), fornece valores mais precisos de  $\varepsilon$ , o que leva a obtenção de valores mais confiáveis das propriedades mecânicas.

#### 2.4.2 Métodos Numéricos

Esta seção tem como objetivo principal fornecer ao leitor de uma maneira introdutória os conceitos fundamentais sobre os métodos numéricos utilizados no presente trabalho, sendo estes o Método de Elementos Finitos (FEM) e análise dimensional.

O objetivo da implementação dos métodos abaixo é a tentativa da solução do problema da obtenção de propriedades mecânicas de materiais com a utilização dos dados coletados em ensaios de indentação instrumentada. No presente trabalho este problema é considerado como um problema inverso, desta forma uma breve explicação sobre este tema também é apresentada na seção 2.4.2.1.

#### 2.4.2.10 Problema Inverso

Os problemas inversos são problemas pertencentes ao campo da matemática pura e aplicada e resolve-los consiste em realizar uma inferência a respeito de um objeto utilizando medições ou dados obtidos de maneira direta ou indireta. Alguns exemplos familiares de problemas inversos além da indentação instrumentada podem ser as imagens geradas por ultrassom e o processamento de imagens para a diminuição de desfoque [12], [13],[31].

O nome "*problema inverso*" tem origem no fato de que existe um problema direto onde um conjunto de dados **y** depende de uma quantidade desconhecida **x** e ambos estão relacionados da seguinte forma:  $x \mapsto F(x) =: y$ .

Desta maneira o problema que relaciona a variável ou vetor **x** ao conjunto de dados **y** com a utilização da função F é chamado de problema direto, em contraponto o problema inverso busca o vetor **x** que originou **y** (Figura 13)[31], [32]. Em outras palavras:

- Problema direto: Busca determinar os efeitos a partir das causas.
- Problema inverso: Busca determinar as causas a partir dos efeitos.

Sendo assim, no presente trabalho o método de elementos finitos foi implementado com a geração de um espaço **x** (vetor de propriedades do material) para a geração e um espaço **y** (curvas de endentação simuladas), qualitativamente ilustrados na Figura 13, e o método de funções adimensionais foi utilizado para a elaboração da função inversa  $F^{1}(x)$  que relaciona as propriedades mecânicas dos materiais com as causas e efeitos obtidos por meio de simulações.



Figura 13 – Representação dos problemas diretos e inversos

Fonte: Adaptado de [32]

#### 2.4.2.2 Método de Elementos Finitos

Equações diferenciais parciais (EDPs) podem ser utilizadas como formulação para diversos problemas na área da ciência, as quais são apresentadas normalmente na forma da Equação de Poisson (Equação (39))[33], onde  $\Delta$  é o operador laplaciano,  $\Omega$  representa o domínio no qual o problema está definido e  $\partial \Omega$  os limites ou contornos deste domínio.

$$-\Delta w = f(x), \qquad em \ \Omega \tag{39}$$

É definido que em situações nas quais w = c, sendo c uma função constante por partes, o problema possui uma condição de fronteira de Dirichlet e para todos os casos em que c = 0, esta condição é do tipo homogênea. O conjunto da Equação de Poisson com uma condição de Dirichlet homogênea é denominado problema de Dirichlet Homogêneo (Equação (40)) [34].

$$\begin{cases} -\Delta w = f(x) & em \ \Omega \\ w = 0 & sobre \ \partial \Omega \end{cases}$$
(40)

Em casos mais simples, comuns em cursos de equações diferenciais, é possível resolver o problema de forma analítica, aqui chamada de formulação forte do problema. Entretanto, para domínios mais complexos, o MEF é uma ferramenta numérica robusta para obter-se uma solução aproximada do problema, aqui chamada de formulação fraca do problema [34].

Para uma maior compreensão, apresenta-se uma análise do problema de Dirichlet Homogêneo unidimensional com limites entre 0 e 1 (Equação (41)).

$$\begin{cases} \frac{d^2 w}{dx^2} = f(x) & em [0,1] \\ w(0) = w(1) = 0 \end{cases}$$
(41)

Como citado anteriormente, o método de elementos finitos objetiva a resolução da forma fraca do problema, logo, o problema da Equação (41) deve ser modificado. Em princípio, é definido um espaço de funções  $\mathbf{V} = \{v; v \in uma função contínua em [0,1], v_x \in limitada e contínua por partes, e <math>v(0) = v(1) = 0$ }.

Em seguida, multiplica-se uma função qualquer de  $\boldsymbol{V}$  integrando-se a função resultante em  $\Omega$ , Equação (42).

$$-\int_{0}^{1} \frac{d^{2}u}{dx^{2}} v \, dx = \int_{0}^{1} f(x) v \, dx \Longrightarrow \int_{0}^{1} \frac{du}{dx} \frac{dv}{dx} \, dx = \int_{0}^{1} f(x) v \, dx \tag{42}$$

Então a Equação (42) é a formulação fraca do problema para todo  $v \in V$ .

A próxima etapa do MEF consiste na discretização do problema, ou seja, na formulação original o problema apresentado é contínuo com uma dimensão infinita de soluções. Aproxima-se então o problema contínuo por um número finito de pontos em seu domínio trazendo a solução para um espaço de dimensão finita. Os valores obtidos entre os pontos do domínio discretizado são aproximados por interpolação linear, de maneira que quanto maior a discretização e menor a norma da partição, mais próxima a função discretizada u<sub>d</sub> estará de u. Isto pode ser observado na Figura 14 [34].

Para discretizar o problema, o espaço de funções V também deve ser aproximado por uma dimensão finita  $V_d$ , onde  $V_d \subset V$  em que  $v \in V_d$ . Sendo assim, o problema discretizado comsiste em: encontrar  $w_d \in V_d$  (Equação (43)).



Fonte: Adaptado de [33]

$$\int_{0}^{1} \frac{du_{d}}{dx} \frac{dv}{dx} dx = \int_{0}^{1} f(x)v dx$$
(43)

Considerando que o espaço discretizado de V,  $V_d$  constitui-se em aproximações lineares em cada intervalo  $I_j = [x_{j-1}, x_j]$ , é possível utilizar as funções da Equação (44) para constituir uma base para  $V_d$ .

$$\phi_{j}(x) = \begin{cases} \frac{x - x_{j-1}}{h_{j}} & se \ x \in [x_{j-1}, x_{j}] \\ \frac{x_{j+1} - x}{h_{j}} & se \ x \in [x_{j+1}, x_{j}] \\ 0 & caso \ contrário \end{cases}$$
(44)

Ora se,  $w_d \in \textbf{V}_d$ , então:

$$w_d(x) = \sum_{j=1}^{N} \rho_j \phi_j(x), \qquad x \in [0,1]$$
(45)

$$\int_{0}^{1} \frac{d}{dx} \left( \sum_{j=1}^{N} \rho_{j} \phi_{j}(x) \right) \frac{dv}{dx} dx = \int_{0}^{1} f(x) v \, dx, \qquad \forall v_{d} \in V_{d}$$

$$\tag{46}$$

Recordando que v é uma função qualquer de  $V_d$  pode-se escolher v como uma função base de  $V_d$ ,  $v = \phi_i(x)$ , assim a Equação (46) pode ser arranjado com um sistema linear de equações variando-se *i* de 1 a N (Equação (47)).

$$\sum_{j=1}^{N} \int_{0}^{1} \rho_j \frac{d\phi_j}{dx} \frac{d\phi_i}{dx} dx = \int_{0}^{1} f(x)\phi_i dx$$

32 (47)

$$\begin{bmatrix} \int_{0}^{1} \rho_{1} \frac{d\phi_{1}}{dx} \frac{d\phi_{1}}{dx} & \dots & \int_{0}^{1} \rho_{N} \frac{d\phi_{N}}{dx} \frac{d\phi_{1}}{dx} \\ \mathbf{M} & \mathbf{O} & \mathbf{M} \\ \int_{0}^{1} \rho_{N} \frac{d\phi_{1}}{dx} \frac{d\phi_{N}}{dx} & \dots & \int_{0}^{1} \rho_{N} \frac{d\phi_{N}}{dx} \frac{d\phi_{N}}{dx} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \rho_{1} \\ \mathbf{M} \\ \rho_{N} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \int_{0}^{1} f(x)\rho_{1} dx \\ \mathbf{M} \\ \rho_{N} \end{bmatrix}$$

Portanto, o problema de achar a função  $w_d \in V_d$  que satisfaz a Equação (47) se reduz a solução de um sistema linear. A resolução do sistema resulta na obtenção dos coeficientes  $\rho_j$  para construir a Equação (45) e determinar a solução aproximada do problema de Dirichlet Homogêneo.

#### 2.4.2.3 Análise dimensional

A análise dimensional pode ser um recurso muito importante no que tange à análise dos dados de deslocamento e carregamento resultantes dos ensaios de indentação com carga ultrabaixa, e é utilizada em diversos trabalhos [5],[7],[12]. Tal método baseia-se na formulação de funções adimensionais que são dependentes de razões entre propriedades mecânicas com a mesma unidade de medida. Entretanto, não se verifica a existência de alguma regra para a escolha do tipo de função utilizada no modelo, logo funções como as polinomiais, logarítmicas, exponenciais, trigonométricas e suas combinações podem ser utilizadas na composição de uma função adimensional.

Desta forma, diferentes estudos acerca do método de indentação instrumentada divulgados na literatura propõem inúmeras funções com diversas dependências ou relações entre propriedades mecânicas. A exemplo, os trabalhos de Cheng [1] e Dao [5] propõem funções que consideram o módulo de elasticidade reduzido ( $E_r$ ), a tensão representativa ( $\sigma_r$ ) e o expoente de encruamento (n). Entretanto, Pulecio [12] propõe as razões entre as penetrações residuais e máximas juntamente com o expoente de encruamento.

Usualmente, as variáveis adimensionais podem ser escolhidas seguindo-se o seguinte procedimento:

- a) Listar as variáveis que descrevem o problema.
- b) Listar o conjunto de unidades de medidas primárias das variáveis do problema.
- c) Transformar as unidades das variáveis em unidades primárias.
- d) Combinar algebricamente as variáveis afim de obter-se razões adimensionais dos parâmetros listados no passo (a).
- e) Verificar se as variáveis criadas são adimensionais.
- f) Combinar estas variáveis em funções adimensionais.

Uma vez escolhidas as variáveis e funções, é necessário realizar o ajuste dos coeficientes das variáveis adimensionais utilizando-se dados experimentais ou de simulação, para obter uma função contínua que possa fornecer uma razão adimensional de parâmetros de interesse [5],[12].

A Equação (48) é um exemplo de uma função adimensional do tipo polinomial que foi selecionada para ser ajustada aos pontos obtidos por meio de um conjunto de simulações, cujos resultados são apresentados na Figura 15 [35]. Essa função depende de uma propriedade mecânica (expoente n da equação de Holloman) e dos deslocamentos medidos no ensaio de indentação instrumentada ( $h_f e h_{max}$ ).

$$\frac{W_P}{W_T} = \prod_0 \left( n, \frac{h_f}{h_{\text{max}}} \right) = K_1 n^2 + K_2 n \left( \frac{h_f}{h_{\text{max}}} \right) + K_3 \left( \frac{h_f}{h_{\text{max}}} \right)^2$$
(48)

Os coeficientes  $K_1$ ,  $K_2$  e  $K_3$  da Equação (48) podem ser obtidos por meio do método de mínimos quadrados, que consiste na minimização do somatório dos desvios quadráticos entre a função aproximada e os pontos experimentais.

Uma vez que os coeficientes foram determinados, alguns dos parâmetros que caracterizam o EII ( $W_P/W_T e h_f/h_{max}$ ) foram substituídos na função e esta foi resolvida de modo a calcular a propriedade de interesse, nesse estudo, o expoente de encruamento *n*.



Figura 15 - Ajuste da função aos pontos de simulação.

Fonte: Adaptado de [35]

#### 2.5 DIFICULDADES DO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Muitos fatores podem afetar os ensaios de indentação instrumentada, aos quais se associam vários erros, destacando-se os fenômenos de *pilling-up* e *sinking-in*, dois dos problemas relacionados ao material indentado. Estes fatores afetam diretamente os valores da dureza e ainda são muito estudados [1].

#### 2.5.1 Pilling-up e Sinking-in

Durante o processo de indentação, o indentador transfere a carga P para a amostra, o que ocasiona um deslocamento do material da amostra para baixo e radial em relação ao ponto de contato. Desta forma, dois fenômenos distintos podem ocorrer, o material pode

contrair-se de maneira a formar uma borda com deslocamentos positivos de material ao redor do indentador, ou pode retrair-se, fazendo com que a penetração de contato  $h_c$  seja inferior a penetração total da ponta do indentador até a superfície do material h, fenômenos denominados, respectivamente, *pile-up* e *sink-in* Figura 16 (a) e Figura 16 (b).

Quando a indentação ocorre em regimes totalmente plásticos, (curva de carregamento do EII), percebe-se que esses comportamentos têm relação com a razão entre o módulo de elasticidade e a tensão de escoamento (E/Y) e também com a capacidade de endurecimento por deformação do material [1],[2],[26].

Em materiais não suscetíveis a endurecimento por deformação, e cuja razão E/Y é alta, o fenômeno predominante é o *pile-up*, já em materiais com baixos valores de E/Y, tais como cerâmicas, o fenômeno mais comumente observado é o de *sink-in*. Quando materiais que exibem a característica de encruamento são indentados, como alguns metais, a tensão de escoamento aumenta conforme o aumento da penetração do indentador, e como consequência, a região submetida a deformação plástica torna-se mais rígida, em contraste com as regiões onde a deformação plástica é menor ou não ocorre. É possível então, que, a região próxima ao indentador continue a penetrar mais profundamente no espécime e ali observa-se *sinking-in*.



Figura 16 - Representação dos fenômenos de pile-up (a) e sink-in (b)

Fonte: Adaptado de [36]

Pode-se perceber também na Figura 16, que os efeitos de *pile-up* e *sink-in* afetam a área de contato do indentador com a amostra. Nesses fenômenos a mudança na área de contato, pode chegar a ser da ordem de até 60%, o que compromete significativamente a confiabilidade dos resultados obtidos. Além disso, esses fenômenos podem ser extremamente prejudiciais durante a determinação da função área do indentador, caso a amostra ensaiada apresente comportamento diferente da utilizada para o ajuste da função de área [37].

Ao observarem os resultados de análises de elementos finitos, Bolshakov e Phar [37], descobriram que a razão entre a penetração residual  $h_f$  e a penetração máxima  $h_{max}$  é um parâmetro útil para prever a extensão do fenômeno de *pile-up* durante indentações, sendo a única desvantagem a suposição de que as propriedades mecânicas da amostra indentada serão as mesmas na profundidade máxima indentada e na profundidade residual, após o ensaio [1].

Esse estudo afirma que, para razões superiores  $h_{f}/h_{max}$  a 0,7, ocorrem deformações do tipo *pile-up* e para valores inferiores a 0,7, ocorrem deformações do tipo *sink-in*. Na Figura 17 é possível observar como os diferentes valores de  $h_{f}/h_{max}$  afetam a deformação do material ao redor do indentador. Na Figura 17(a), indica-se que o material não apresenta encruamento para o qual predominam deformações do tipo *pile-up* e, a Figura 17(b), ilustra o contato de um material endurecível por deformação e percebe-se que neste caso o fenômeno predominante é o sink-in.



Figura 17 – Ilustração do efeito de *pile-up* e *sink-in* para diferentes valores das razões entre penetrações,  $h_f/h_{max}$ 

Fonte: Adaptado de [2]

#### 2.5.2 Arredondamento da ponta do indentador

Embora, em teoria, os indentadores Berkovich, (piramidais de base triangular), possuam pontas perfeitamente convergentes, na prática observa-se um arredondamento da

ponta (Figura 18), de cerca de 100 nm. Apesar destes valores serem muito pequenos, os mesmos tornam-se extremamente relevantes em algumas aplicações, por exemplo: quando se objetiva mensurar as propriedades mecânicas de filmes finos com cerca de 500 nm de espessura, para os quais, a penetração máxima utilizada é de cerca de 50 nm [1].

O arredondamento da ponta do indentador, segundo Fischer-Cripps [1], pode resultar em erros durante a medição da dureza, *H*, isto porque tal arredondamento causa um contato inicial elástico similar ao de um indentador esférico, para estes indentadores a zona de deformação plástica é formada em penetrações maiores em relação aos indentadores cônicos ou piramidais, desta forma um indentador de ponta arredondada pode não atingir a tensão necessária para a medição da dureza. Em contrapartida, o módulo de elasticidade não é afetado, contanto que uma função de área adequada seja determinada para o indentador. Fischer-Cripps [1], então, propõe que a geometria mais adequada para a representação de indentador seria a de um esfero-cone como ilustrado na Figura 19.

A distância  $h_s$  (Figura 19) onde a ponta esférica é tangente a parede reta da geometria do esfero-cone de ângulo  $\alpha$  é dada pela Equação (49).

$$h_s = R(1 - \sin \alpha) \tag{49}$$

Assim o carregamento de um indentador Berkovich, com ângulo equivalente a 70,3°, e uma ponta arredondada de raio R deve ser idêntico a um indentador esférico para uma profundidade  $h_{max}/R < 0,058$ . E este carregamento só deve se aproximar ao de um indetador pontiagudo quando a razão  $h_{max}/R$  for muito superior a 0,058. Então, o processo de indentação pode ser caracterizado por dois regimes distintos, no primeiro, onde o indentador se comporta como esférico e no segundo, quando o mesmo tem o comportamento esperado de um indentador piramidal [1]. Entretanto, para Cheng e Cheng [8], as curvas *P*-*h* devem se assemelhar às de um indentador esférico, caso a razão  $h_{max}/R < 0,073$ , e a um indentador cônico ou piramidal caso  $h_{max}/R >> 0,073$ .

Figura 18 - Imagem de um indentador Berkovich com arredondamento da ponta.



Fonte: Adaptado de [1]

Na Figura 19(b),  $\Delta h$  representa a profundidade não alcançada pela ponta do indentador devido à natureza dos deslocamentos e geometria da ponta, de forma que, as quantidades

mensuradas  $h_{max}$  e  $h_c$  possuem um erro equivalente a  $\Delta h$ . Com o aumento da profundidade penetração, essa parcela ( $\Delta h$ ) torna-se cada vez menos relevante.



Figura 19 - Ilustração da geometria esférica (a) e esfero-cônica (b)

Fonte: Adaptado de [1]

#### **3 MATERIAIS E MÉTODOS**

Neste capítulo, apresentam-se os materiais e métodos utilizados para obtenção dos resultados do presente trabalho, no que se refere aos ensaios experimentais de indentação instrumentada e às simulações por elementos finitos, em conjunto com a aplicação do método de Análise Dimensional. Será apresentado o algoritmo que foi condicionado para a obtenção das propriedades mecânicas dos materiais ensaiados.

#### 3.1 MATERIAIS

Os materiais escolhidos para a realização dos ensaios foram os aços ao carbono SAE 1020 (normalizado), e SAE 1045 (normalizado e temperado e revenido) e o aço ao cromomolibdênio SAE 4140 (normalizado e temperado e revenido). Estes materiais foram escolhidos por apresentarem diferente comportamento elasto-plástico entre si, e também, por serem materiais de ampla aplicação nas indústria metal-mecânica.

A composição química dos materiais pode ser observada na Tabela 2

|   | Material | C (% m)     | Mn (% m)    | Si (% m)    | Cr (% m)   | Mo (% m)    |
|---|----------|-------------|-------------|-------------|------------|-------------|
| S | SAE 1020 | 0,18 a 0,23 | 0,30 a 0,60 | ≤0,10       | -          | _           |
| S | SAE 1045 | 0,43 a 0,48 | 0,60 a 0,90 | 0,15 a 0,30 | -          | -           |
| S | SAE 4140 | 0,38 s 0,43 | 0,75 a 1,00 | 0,15 a 0,35 | 0,8 a 1,10 | 0,15 a 0,25 |
|   |          |             |             |             |            |             |

Tabela 2 – Composição química dos aços SAE 1020 e 1045

#### Fonte: Adaptado de [38]

Tanto para os ensaios de tração quanto para os ensaios de indentação instrumentada, foram confeccionadas amostras de aço SAE 1020 com tratamento térmico de normalização a uma temperatura entre 920°C e 950°C e as amostras de aços SAE 1045 e SAE 4140 com tratamentos térmicos de normalização entre 920°C e 950°C e de têmpera e revenimento a temperaturas entre 450°C e 500°C.

As amostras e suas correspondentes curvas tensão-deformação sob tração foram cedidas pelo Laboratório de Ensaios Mecânicos (LAMEC) da UCS.

As amostras para os ensaios de indentação instrumentada foram confeccionadas seguindo o procedimento de preparação metalográfica, que consistiu em uma sequência de etapas descritas a seguir:

- 1. Corte com cortadeira metalográfica de precisão (ISOMET 1000, Buehler).
- 2. Embutimento a quente em resina baquelite.
- Lixamento manual com lixas de SiC grana # 100, # 220, #320, #420, # 600 e # 1200.
- Polimento mecânico em politriz manual utilizando pastas diamantadas com 6 μm e 3 μm de granulometria.

#### 3.2 ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

O equipamento utilizado para os ensaios de indentação instrumentada foi um ultramicrodurometro instrumentado Shimadzu, modelo DUH-211, equipado com um indentador de diamante do tipo Berkovich. Esse equipamento está instalado no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LMCer) da UCS. Em cada material foram realizadas 15 indentações, no mínimo, que consistiram de um ciclo de carregamento, manutenção (creep) na carga máxima, descarregamento e manutenção na carga mínima (Figura 20). A carga máxima utilizada foi de 500 mN para todas as amostras. Em cada ciclo de carregamento e descarregamento, foram coletados 60 pontos com um intervalo de 0,1s entre cada medição para a plotagem das curvas. Em cada etapa de manutenção, a carga foi mantida constante por 60 s para reduzir efeitos de fluência do material e da oscilação térmica do equipamento [39].



Figura 20 - Diagrama de carregamento para indentação instrumentada

Fonte: O Autor

Para a estimativa das propriedades mecânicas dos aços a partir dos dados coletados de carga-profundidade, o coeficiente de Poisson e o módulo de elasticidade do indentador foram considerados iguais a 0,07 e a 1140 GPa, respectivamente.

Prévio aos experimentos, a função de área da ponta do indentador e a flexibilidade *(compliance)* do equipamento foram corrigidos utilizando o procedimento de calibração sugerido pela norma ISO 14577-1 e pelo fabricante do equipamento. Este procedimento de calibração é realizado pelo LMCer.

Os coeficientes para a função de área do indentador estão na Tabela 3:

Tabela 3 - Coeficiente de ajustes da função de área.

| C1     | C2     | C3     | C4     | C5     | C6     | C7     | C8     |
|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0.0005 | 0.0111 | 0.1333 | 0.8068 | 2.1027 | 1.0978 | 2.8133 | 2.4925 |
|        |        |        | _      |        |        |        |        |

Fonte: LMCer

#### 3.3 FUNÇÕES PARA ANÁLISE DIMENSIONAL

No presente trabalho, duas funções adimensionais foram desenvolvidas, a função  $\Pi_1$ , utilizada para determinar o expoente de encruamento do material e a função  $\Pi_2$ , utilizada para determinar a tensão de escoamento *Y*.

Os coeficientes de  $\Pi_1$  e  $\Pi_2$  foram determinados utilizando o método de mínimos quadrados, minimizando o somatório dos resíduos quadráticos entre o modelo proposto e os dados obtidos por simulação, juntamente com a regularização dos pesos para evitar *overfitting*, devido ao alto grau dos polinômios escolhidos. A regularização consiste na penalização da função objetivo com a adição do somatório dos coeficientes encontrados [35].

Para a realização do ajuste foram utilizadas funções polinomiais de primeira a décima ordem, subsequentemente foram realizados testes de coeficiente de determinação  $R^2$  ajustado com o objetivo de determinar qual dos modelos propostos fornece o melhor ajuste aos dados das simulações. A escolha do teste de  $R^2$  ajustado, que penaliza o número de coeficientes utilizados no ajuste, ao invés do  $R^2$  usual, esta precaução foi tomada devido ao fato de que o coeficiente de determinação pode aumentar à medida que mais variáveis são incorporadas ao modelo, o que poderia causar a inclusão de termos desnecessários ao ajuste.

Para determinar a adequação das funções foi realizada a análise de variância (ANOVA) considerando-se um intervalo de confiança de 95%.

#### **3.3.1 Função** $\Pi_1$

Sob a hipótese de que o trabalho total de indentação (energia necessária para obter a penetração máxima do indentador no material) é um parâmetro que depende de propriedades como módulo de elasticidade da amostra e do indentador ( $E, E_i$ ), coeficiente de Poisson da amostra e indentador ( $v, v_i$ ), tensão de escoamento da amostra (Y), carga e penetração máximos ( $P_{max}, h_{max}$ ), expoente de encruamento da amostra (n), parâmetros geométricos do indentador (a, R) e também o coeficiente de atrito indentador-amostra ( $\mu$ ), pode-se escrever o trabalho total  $W_T$  como na Equação (50).

$$W_T = f(E, E_i, \upsilon, \upsilon_i, Y, P_{\max}, h_{\max}, n, \alpha, R, \mu)$$
(50)

Uma vez listadas as variáveis que compõem a Equação (50), uma segunda análise mais cuidadosa revela que algumas das propriedades acima citadas podem ser agrupadas em propriedades equivalentes, como o módulo reduzido. Também, foi considerado que a carga máxima é uma função dependente da penetração máxima e, desta forma, o trabalho total pode ser reescrito na forma da Equação (51).

$$W_{\tau} = f(E_r, Y, h_{\max}, n, \alpha, R, \mu) \tag{51}$$

41

Dado que os parâmetros geométricos do indentador são constantes, os mesmos são retirados da função  $W_T$ . Dao [5] afirma que em casos onde a razão entre a penetração máxima e a penetração residual ( $h_{max}/h_f$ ) é aproximadamente igual 1, a função  $\frac{W_P}{W_T} = \prod \left(\frac{h_f}{h_{max}}\right)$ , (onde  $W_P$  é o trabalho plástico de indentação) pode ser considerada uma boa aproximação. Entretanto, no presente trabalho, esta função foi modificada para incluir o expoente de encruamento (Equação (52)).

$$\frac{W_p}{W_T} = \prod_{1} \left( \frac{h_f}{h_{\text{max}}}, n \right)$$
(52)

Uma justificativa para essa alteração se encontra no fato de que as curvas de carregamento e descarregamento do ensaio de indentação instrumentada (que são integradas para o cálculo dos trabalhos plástico e elástico) variarem de acordo com o encruamento ocorrido durante o processo de deformação da amostra. Dessa maneira caso seja utilizada a relação proposta por Dao [13], a mesma razão entre a penetração residual e a máxima  $h_{f}/h_{max}$  pode ser encontrada em ensaios cujas razões dos trabalhos de indentação são diferentes.

#### **3.3.2 Função** $\Pi_2$

Uma vez que *n* tenha sido determinado, é necessária a construção de uma nova função com o intuito de calcular a tensão de escoamento *Y*. Dado que a etapa de descarregamento se inicia após a penetração alcançar a profundidade máxima de indentação ( $h_{max}$ ), é possível representar a carga no descarregamento ( $P_d$ ) em função da variável independente  $h_{max}$ , além dos parâmetros referentes às propriedades mecânicas e geométricas do par de contato conforme indicado na Equação (53).

$$P_d = f(E_r, Y, h_{\max}, n, \alpha, R, \mu)$$
(53)

Assim, a função adimensional de P<sub>d</sub> é:

$$\frac{P_d}{E_r h^2} = \prod_2 \left( \frac{h}{h_{\text{max}}}, \alpha, \mu, n, \frac{R}{h}, \frac{Y}{E_r} \right)$$
(54)

A profundidade residual  $h_f$  (Figura 9) corresponde ao ponto em que o valor do descarregamento é igual a zero e, dessa forma, se a Equação (53) for avaliada para  $P_d = 0$ , desconsiderando os efeitos geométricos e o coeficiente de atrito indentador-amostra, obtémse a função  $\Pi_2$  (Equação (55)).

$$\frac{0}{E_r h^2} = \prod_2 \left( \frac{h}{h_{\text{max}}}, n, \frac{Y}{E_r} \right) \quad \therefore \quad \frac{h_f}{h_{\text{max}}} = \prod_2 \left( n, \frac{Y}{E_r} \right)$$
(55)

#### 3.3.3 Etapas do Algoritmo

Os passos abaixo descrevem a sequência de etapas de cálculo correspondentes ao algoritmo inverso utilizando os dados experimentais dos ensaios de indentação instrumentada. A Figura 21 ilustra as etapas do algoritmo inverso para as funções  $\Pi_1 \in \Pi_2$ .

- 1. Cálculo dos dados de entrada do algoritmo:
  - a. Utilizar os dados de carga e profundidade de penetração coletados em cada ensaio de indentação para o ajuste das funções de carregamento (Equação (30)) e descarregamento (Equação (31)) do método de Oliver e Pharr [15].
  - b. Obter as penetrações máxima *h<sub>max</sub>* e residual *h<sub>f</sub>* dos dados do ensaio de indentação instrumentada.
  - c. Determinar os trabalhos de indentação  $W_P$  e  $W_T$  pelas integrais das Equações (30) e (31) já ajustadas aos dados obtidos nos ensaios.
- 2. Cálculo da rigidez de contato e expoente de encruamento
  - a. Obter a rigidez de contato S pela derivada da Equação (31) avaliada no ponto máximo (Equação (35)).
  - b. Calcular o expoente de encruamento n pela solução da função adimensional Π<sub>1</sub>. Nesta etapa, soluções imaginárias ou com valores negativos devem ser ignoradas no algoritmo. Caso duas ou mais soluções reais sejam encontradas, as mesmas devem ser apresentadas, e a seleção da solução deve ser feita pelo usuário.
- 3. Cálculo da área de contato real e módulo reduzido
  - a. Obter a penetração de contato  $h_c$  pela Equação (36), e calcular a área de contato entre o indentador e a amostra (Equação (26)).
  - b. Calcular o módulo de elasticidade reduzido *Er*, conforme a Equação (38), a partir dos valores de rigidez e área de contato obtidos nas etapas 2.a e 3.a, respectivamente.
- 4. Cálculo da tensão de escoamento e módulo de elasticidade da amostra
  - a. A partir do valor calculado do módulo de elasticidade reduzido obtido na etapa 3.b, compor a variável adimensional  $Y/E_r$  da função adimensional  $\Pi_2$ , e com o expoente de encruamento calculado na etapa 2.b, calcular a tensão de escoamento da amostra *Y*.
  - b. Determinar o módulo de elasticidade do material *E* pela Equação (2). O usuário deve informar o coeficiente de Poisson da amostra indentada.
- 5. Cálculo da dureza
  - a. Determinar a dureza da amostra pela razão entre a carga máxima de penetração e a área de contato (Equação (37)) calculada na etapa 3.a.

![](_page_43_Figure_1.jpeg)

Fonte: O Autor

#### 3.4 SIMULAÇÕES POR ELEMENTOS FINITOS

Um modelo numérico foi desenvolvido para realização de simulações por elementos finitos realizadas utilizando-se o software de simulação comercial ANSYS®. Em todas as simulações considerou-se o contato de um indentador elasto-plástico com propriedades mecânicas iguais às do indentador descrito no item 3.2. Com tal consideração leva-se em conta as possíveis deformações sofridas pelo indentador durante o EII. Para a amostra indentada, a modelagem foi feita assumindo um material elasto-plástico, isotrópico, homogêneo e comportamento plástico multilinear.

A validação do modelo se deu por meio da comparação das curvas de indentação experimentais com as obtidas nas simulações, admitindo-se um erro de até 5%, correspondente à diferença entre o trabalho plástico obtido por simulação por elementos finitos e o obtido experimentalmente. No presente trabalho, foram realizadas apenas simulações bidimensionais, devido ao longo tempo e à maior capacidade computacional requeridos para a resolução de modelos tridimensionais [5], [7].

#### 3.4.1 Modelo de indentação 2D

As simulações foram realizadas utilizando-se uma malha 2D axissimétrica com elementos de 4 nós e refino geométrico na direção do ponto de contato indentador-amostra para capturar resultados com maior precisão (Figura 22 (a) e (b)). Para evitar distorções excessivas de malha, também foi aplicado o recurso de malha adaptativa com critério para *remeshing* de 95º de distorção.

![](_page_44_Figure_5.jpeg)

Figura 22 - (a) e (c) Refino de malha. (b) e (d) Deslocamentos obtido pelo modelo numérico

Fonte: O Autor.

Foram impostas condições de contorno ao modelo, relacionadas à aplicação das cargas e à movimentação (Figura 23). A base do corpo indentado (B) foi engastada no eixo *x* para evitar deslocamentos de corpo rígido. Já, na direção *y*, apenas a parte do sólido colinear com o eixo de simetria (A) foi fixada para que não houvessem deslocamentos horizontais, o que resultou em um modelo composto por 29864 elementos distribuídos entre indentador e amostra. O carregamento foi aumentado de zero até 500 mN, no mesmo intervalo de tempo do procedimento experimental e foi aplicado na forma de uma pressão vertical uniformemente distribuída sobre a linha do topo do indentador (C).

Um ângulo de ponta do indentador de 70,3° foi utilizado para o modelamento do indentador 2D, dado que um penetrador Berkovich não pode ser representado em um modelo axissimétrico. Esse valor foi escolhido por ser uma representação de cone equivalente ao indentador piramidal e não produzir diferenças significativas entre curvas obtidas por elementos finitos nos modelos 3D piramidal e 2D cônico [5]. As simulações foram realizadas abrangendo uma faixa de materiais metálicos de engenharia, com módulo de elasticidade entre 80 GPa e 250 GPa, limite de escoamento entre 120 MPa e 2500 MPa e expoente de encruamento entre 0,1 e 0,4. Foi utilizado um valor fixo de coeficiente de Poisson de 0,3, para aços [38], totalizando 195 combinações diferentes de materiais simulados.

![](_page_45_Figure_2.jpeg)

Figura 23 - Condições de contorno aplicadas

Fonte: O Autor

#### 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Este capítulo apresenta os resultados obtidos referentes ao ajuste dos coeficientes das funções adimensionais  $\Pi_1 \in \Pi_2$ , bem como os valores estimados do expoente de encruamento, do módulo de elasticidade, da tensão de escoamento e da dureza dos materiais. Os valores estimados foram comparados com os resultados obtidos nos ensaios de tração e indentação realizados em laboratório.

#### 4.1 OBTENÇÃO DOS COEFICIENTES DE $\Pi_1$

Os testes estatísticos da função  $\Pi_1$ , conforme descritos na seção 3.3 (anexo A), indicaram um melhor ajuste para o polinômio de terceiro grau com  $R^2$  ajustado igual a 0,80, o que resultou em um total de 5 coeficientes a determinar (Equação (56)). O valor da análise de variância para este polinômio foi de F( $\infty$ ,4) = 199,98, superior ao F crítico que é igual a 2,37 da tabela ANOVA (anexo C).

$$\frac{W_{p}}{W_{T}} = \prod_{1} \left( \frac{h_{f}}{h_{\text{max}}}, n \right) = \eta_{1} + \eta_{2} \left( \frac{h_{f}}{h_{\text{max}}} \right)^{3} + \eta_{3} \left( \frac{h_{f}}{h_{\text{max}}} \right)^{2} n + \eta_{4} \left( \frac{h_{f}}{h_{\text{max}}} \right) n^{2} + \eta_{5} n^{3}$$
(56)

Os coeficientes calculados se encontram na Tabela 4.

Tabela 4 – Coeficientes calculados para a função adimensional  $\Pi_1$ .

| Coeficientes | $\Pi_1$ | Incerteza |
|--------------|---------|-----------|
| $\eta_1$     | 0,66    | ±0,02     |
| $\eta_2$     | 0,25    | ±0,055    |
| $\eta_3$     | 0,20    | ±0,09     |
| $\eta_4$     | 0,10    | ±0,05     |
| $\eta_{5}$   | 0,04    | ±0,01     |

Fonte: O Autor

#### 4.2 OBTENÇÃO DOS COEFICIENTES DE $\Pi_2$

O ajuste da função polinomial  $\Pi_2$  e avaliação da sua significância estatística foram realizados de forma semelhantemente ao realizado para a função  $\Pi_1$  (anexo A). Polinômios de primeira a décima ordem também foram ajustados.

Neste caso, o melhor ajuste dentre as equações testadas foi o polinômio de primeiro grau com R<sup>2</sup> ajustado igual a 0,99. Logo, obtiveram-se três coeficientes para a função  $\Pi_2$  (Equação (57)), apresentados na Tabela 5. O método de ajuste escolhido foi igual ao da função  $\Pi_1$  e os valores da análise de variância para este polinômio foi de F( $\infty$ ,2) = 21641, superior ao F crítico da tabela ANOVA (anexo C) que é igual 3,00.

$$\frac{h_f}{h_{\text{max}}} = \prod_2 \left( n, \frac{Y}{E_n} \right) = \varphi_1 + \varphi_2 \left( n \right) + \varphi_3 \left( \frac{Y}{E_r} \right)$$
(57)

| Coeficientes   | $\Pi_2$ | Incerteza |
|----------------|---------|-----------|
| $\phi_1$       | 1,07    | ±0,01     |
| $\phi_2$       | -0,05   | ±0,03     |
| φ <sub>3</sub> | -0,67   | ±0,05     |

Tabela 5 - Coeficientes calculados para a função adimensional  $\Pi_2$ 

Fonte: O Autor

# 4.3 ANÁLISE DOS RESULTADOS REFERENTES ÀS FUNÇÕES ADIMENSIONAIS E AO ALGORITMO INVERSO

Nesta seção, apresenta-se a análise dos coeficientes dos polinômios das funções adimensionais  $\Pi_1$  e  $\Pi_2$  e das possíveis fontes de erro presentes no algoritmo, afim de posteriormente explicar divergências entre os valores de referência e os calculados. Para isto uma análise da variação experimental foi realizada juntamente com uma análise de sensibilidade do algoritmo onde as variáveis adimensionais foram variadas de ±1,25% até ±5%.

#### 4.3.1 Variação experimental

Dada a escala do ensaio, pequenas perturbações podem ser fontes de grandes dispersões e ruídos nos resultados medidos no EII. Algumas destas fontes podem ser a variação da temperatura do local, anisotropia entre os grãos indentados, imperfeições na superfície da amostra e asperezas superficiais [6], [7]. Esses fatores, além das próprias pequenas variações nas propriedades mecânicas do material, são tratados no presente trabalho como variações experimentais.

Valores calculados pelo algoritmo podem ser expressivamente afetados por variações, caso este não esteja bem condicionado. Logo, é conveniente analisar as variações experimentais para verificar se estas possuem uma magnitude maior do que as testadas na análise de sensibilidade do algoritmo (seção 4.3.2) causando instabilidade às soluções.

A Tabela 6 apresenta quantitativamente a variação experimental obtida nos ensaios. A variação mais expressiva dentre as variáveis analisadas correspondeu ao módulo de elasticidade reduzido sendo superiores aos valores testados na análise de sensibilidade para os materiais SAE 1045 e SAE 1020 normalizados. Entretanto, a mudança não foi expressiva o suficiente para que fossem realizados novos testes de sensibilidade com perturbações maiores. As variações nos valores de  $h_{f}/h_{max}$  e  $W_P/W_T$  foram menores encontrando-se dentro dos limites testados pela análise de sensibilidade do algoritmo. A Figura 24 ilustra a dispersão das variações experimentais das amostras em relação à média para cada uma das variáveis adimensionais tratadas neste trabalho.

| Materiais                       | h <sub>f</sub> /h <sub>max</sub><br>médio | Variação<br>Experimental<br>(%) | W <sub>P</sub> /W <sub>T</sub><br>médio | Variação<br>Experimental<br>(%) | E <sub>r</sub> médio<br>(GPa) | Variação<br>Experimental<br>(%) |
|---------------------------------|-------------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|
| 1020<br>Normalizado             | 0,93                                      | ±1,07                           | 0,94                                    | ±0,23                           | 225,93                        | ±7,82                           |
| 1045<br>Normalizado             | 0,90                                      | ±1,58                           | 0,91                                    | ±0,39                           | 161,40                        | ±7,62                           |
| 1045<br>Temperado<br>e Revenido | 0,85                                      | ±0,84                           | 0,84                                    | ±0,50                           | 167,94                        | ±2,88                           |
| 4140<br>Normalizado             | 0,90                                      | ±1,46                           | 0,89                                    | ±0,70                           | 167,01                        | ±4,51                           |
| 4140<br>Temperado<br>e Revenido | 0,84                                      | ±0,91                           | 0,83                                    | ±0,68                           | 186,31                        | ±3,55                           |

Tabela 6 - Variação experimental das amostras ensaiadas

#### Fonte: O Autor

| Figura 24 – | Variação d | as variáveis | adimensionais | s h <sub>f</sub> /h <sub>ma</sub> | x, $W_P/W_T e$ | $E_{r}$ |
|-------------|------------|--------------|---------------|-----------------------------------|----------------|---------|
| ()          |            |              |               |                                   |                |         |

![](_page_48_Figure_4.jpeg)

Fonte: O Autor

#### 4.3.2 Sensibilidade do algoritmo a resultados experimentais

Como mencionado no item 3.3 as funções adimensionais apresentadas neste trabalho foram obtidas por ajustes realizados com dados provenientes de simulações pelo método de elementos finitos. Tais simulações não levam em consideração as possíveis variações apresentadas no ensaio laboratorial. Por exemplo, uma única amostra de mesmo material pode apresentar várias razões entre trabalho plástico e trabalho total ( $W_P/W_T$ ) que embora próximos entre si podem afetar as soluções do algoritmo.

Desta forma, o algoritmo deve ser capaz de lidar com pequenas variações nos dados de entrada sem grandes variações no vetor de respostas. Para avaliar o condicionamento do algoritmo, foram realizados testes de sensibilidade, em que as funções adimensionais e a equação de cálculo do módulo reduzido foram testadas para variações de  $\pm 1,25\%$  até  $\pm 5\%$  referentes aos valores médios encontrados nos experimentos. Os resultados para as variáveis de  $\Pi_1$  podem ser observados na Figura 25.

Observa-se que, de modo geral, as variações aplicadas não causaram grandes modificações nos valores do expoente de encruamento estimados pela função  $\Pi_1$  e nenhum valor calculado é fisicamente impossível. Entretanto, os aços SAE 1045 e SAE 4140 temperados e revenidos apresentaram maiores variações no expoente de encruamento, para as perturbações, principalmente se comparados aos demais materiais.

As amostras temperadas e revenidas possuem razões  $W_P/W_T$  e razões  $h_{f/}h_{max}$  com valores em torno de 0,85 e o restante das amostras apresentou valores em torno de 0,9 ou superiores (como mostrado no item 4.3.1), indicando que, para materiais que possuem baixos valores de  $W_P/W_T$  e  $h_{f/}h_{max}$ , o algoritmo começa a apresentar maiores inconsistências nas soluções de  $\Pi_1$ , tornando-o, possivelmente instável à medida que as razões de trabalho e profundidade de indentação tendem a diminuir. Uma tendência similar também foi encontrada por Pulecio [7].

Tal fato também pode ser observado na Figura 26, onde estão ilustradas as curvas de nível da função  $\Pi_1$ . Nesta figura, cada linha das curvas de nível é um valor de *n* e quanto mais próximas umas das outras, menor é a variação necessária nas variáveis para que ocorra uma mudança mais abrupta na solução, por outro lado se as linhas estão mais separadas é necessária uma maior variação na direção de um ou ambos os eixos para se atingir a mesma variação das curvas mais próximas. Este é o caso à medida que as variáveis  $W_P/W_T e h_f/h_{max}$ diminuem, fazendo com que menores variações do parâmetro adimensional  $W_P/W_T e h_f/h_{max}$ causem maiores variações nos valores de expoente de encruamento. Assim, materiais que possuem características como alto retorno elástico e/ou baixo trabalho plástico de indentação (características mais próximas ao contato perfeitamente elástico), possivelmente apresentarão valores menos precisos ou com maiores variações no cálculo do expoente de encruamento dado que neste tipo de contato os valores de  $W_P$  e  $h_f$  serão menores. O contato perfeitamente elástico pode ser observado na Figura 10 (c), onde a indentação não produz trabalho plástico ou penetração residual.

![](_page_50_Figure_0.jpeg)

Figura 25 – Sensibilidade da função  $\Pi_1$  à variação dos parâmetros  $W_P/W_T e h_f/h_{max}$ 

Fonte: O Autor

![](_page_51_Figure_1.jpeg)

Fonte: O Autor

Também algumas combinações de valores para as variáveis adimensionais de  $\Pi_1$  podem acarretar em valores negativos de *n* os quais são fisicamente impossíveis evidenciando assim um limite de aplicabilidade desta função adimensional. Uma maneira de quantificar este limite é substituir a variável *n* na Equação (56) por zero, desta forma pode-se obter uma expressão para a curva de nível *n* = 0, esta curva também é apresentada na Figura 26. Percebe-se que todos os valores negativos do expoente de encruamento são obtidos à medida que  $W_P/W_T$  diminui, sendo assim, o limite de aplicabilidade é o menor valor possível de  $W_P/W_T$ que ainda resulta em uma solução positiva, e tal valor é igual  $\eta_1$ =0.66, sendo atingido quando  $h_f/h_{max}$  é igual a zero.

Entretanto não é possível determinar um limite de aplicabilidade fixo para  $h_f/h_{max}$  pois existem infinitas combinações de  $W_P/W_T$  e  $h_f/h_{max}$  que podem resultar em valores negativos para o expoente de encruamento.

Além das funções adimensionais, também se optou pela realização de um teste de sensibilidade da Equação (38) para o módulo de elasticidade reduzido, pois ela incorpora a variável experimental rigidez de contato *S*, que é essencial para o cálculo do módulo de elasticidade da amostra e da tensão de escoamento. A Figura 27 ilustra a variação das soluções da equação aplicada aos dados de ensaio dos materiais utilizados neste trabalho. As perturbações também foram de  $\pm 1,25\%$  a  $\pm 5\%$  e os resultados sugerem que a variação de  $E_r$  não é fortemente afetada pela variação de *S*.

Para a função  $\Pi_2$ , as variáveis adimensionais  $n \in h_f/h_{max}$  também foram variadas entre ±1,25% e ±5%, como pode ser observado na Figura 28, porém, diferentemente da função  $\Pi_1$ , a variação dos resultados são constantes e homogêneas para todos os materiais, sem nenhuma variação maior para materiais ou razões específicas de  $Y/E_r$ .

A estabilidade da função pode ser verificada também pela observação da Figura 29, em que as curvas de nível da função  $\Pi_2$  são paralelas para todo o domínio estudado e com inclinação negativa, logo, o resultado do teste de sensibilidade não apresentou grande instabilidade no modelo.

Observando-se o mapa de contorno da Figura 29 também é possível concluir que pequenas variações da razão da penetração  $h_{f/}h_{max}$  causam um maior salto entre as curvas de nível (mudança na solução), enquanto no caso da variável n, maiores variações são necessárias para a obter o mesmo salto. Isto pode indicar que a razão  $Y/E_r$ , embora correlacionada, não é uma função fortemente dependente do expoente de encruamento, ou seja, se comparado com o parâmetro adimensional  $hf/h_{max}$  o expoente de encruamento necessita de uma variação muito maior para ter o mesmo efeito sobre a solução. Outra indicação da baixa correlação pode ser observado no baixo coeficiente associado a n na função  $\Pi_2$  cujo valor é de -0,05, aproximadamente 13 vezes menor do que o coeficiente referente a razão das penetrações.

![](_page_53_Figure_0.jpeg)

Figura 27 – Sensibilidade da equação do módulo reduzido em relação às perturbações aplicadas na variável de rigidez de contato

Fonte: O Autor

![](_page_54_Figure_0.jpeg)

Figura 28 - Sensibilidade da função  $\Pi_2$  à variação dos parâmetros de expoente de encruamento,  $n \in h_f/h_{max}$ 

Fonte: O Autor

![](_page_55_Figure_0.jpeg)

Figura 29 – Curvas de nível da função  $\Pi_2$ 

Fonte: O Autor

#### 4.4 CÁLCULO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS

Nesta seção são apresentados os resultados do coeficiente de encruamento, dureza, módulo de elasticidade e tensão de escoamento dos aços SAE 1020 normalizado, SAE 1045 normalizado, SAE 4140 normalizado, SAE 1045 temperado e revenido e SAE 4140 temperado e revenido calculados pelo algoritmo inverso. O erro calculado é referente aos valores experimentais.

#### 4.4.1 Expoente de Encruamento e Dureza

Com o objetivo de validar os resultados, a dureza foi calculada segundo a Equação (37) e comparada aos valores encontrados nos ensaios mecânicos de microdureza realizados em laboratório. Os valores para o expoente de encruamento foram comparados com os obtidos pela regressão linear da curva de tensão-deformação real obtida nos ensaios de tração dos materiais.

Na Tabela 7 estão apresentados os valores calculados para a dureza, segundo o método de Oliver e Pharr (Equação (37)).

Os valores calculados para a dureza foram, em geral, muito similares aos obtidos experimentalmente. O único erro considerado mais expressivo foi o do aço Cr-Mo SAE 4140 temperado e revenido. A razão média de  $h_f/h_{max}$  para este material foi de 0,84 e, observando-se a Figura 17(b), pode-se verificar que o fenômeno de *sink-in* está possivelmente presente

| Materiais                    | Valor experimental de<br><i>H</i> (GPa) | Valor médio<br>calculado de <i>H</i><br>(GPa) | Desvio<br>Padrão | Erro (%) |
|------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------|----------|
| 1020 Normalizado             | 1,66                                    | 1,67                                          | 0,11             | 0,60     |
| 1045 Normalizado             | 2,12                                    | 2,10                                          | 0,10             | -0,94    |
| 1045 Temperado e<br>Revenido | 3,34                                    | 3,23                                          | 0,10             | -3,29    |
| 4140 Normalizado             | 2,26                                    | 2,18                                          | 0,07             | -3,54    |
| 4140 Temperado e<br>Revenido | 4,23                                    | 3,68                                          | 0,13             | -13,00   |

Tabela 7 - Valores calculados para a dureza das amostras

Fonte: O Autor

De modo geral, baixos valores para o erro da dureza sugerem que os valores de área de contato obtidos no presente trabalho foram estimados corretamente.

Os valores para o expoente n (Equação (52)), calculados pela função adimensional  $\Pi_1$ são apresentados na Tabela 8.

| Materiais                    | Valor<br>experimental de<br><i>n</i> | Valor médio<br>calculado de <i>n</i> | Desvio<br>Padrão | Erro (%) |
|------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|------------------|----------|
| 1020 Normalizado             | 0,38                                 | 0,37                                 | 0,01             | -2,63    |
| 1045 Normalizado             | 0,35                                 | 0,34                                 | 0,02             | -2,86    |
| 1045 Temperado e<br>Revenido | 0,20                                 | 0,18                                 | 0,01             | -10,00   |
| 4140 Normalizado             | 0,47                                 | 0,27                                 | 0,01             | -42,55   |
| 4140 Temperado e<br>Revenido | 0,19                                 | 0,16                                 | 0,01             | -15,79   |

Tabela 8 - Resultados calculados para o expoente de encruamento das amostras

Fonte: O Autor

Observa-se que o algoritmo proposto permite estimar com precisão o exponente de encruamento do aço SAE 1020 normalizado, SAE 1045 normalizado e SAE 1045 temperado e revenido, resultando em valores próximos aos experimentais em relação aos trabalhos [5] e [12]. Isto pode ser atribuído ao fato da utilização do método de regularização dos pesos da função  $\Pi_1$  aqui utilizado, porém não mencionado por ambos os autores. Também a escolha das variáveis adimensionais de ajuste utilizadas no presente trabalho pode ter sido mais assertiva.

Entretanto, os valores obtidos para o aço SAE 4140 normalizado e SAE 4140 temperado e revenido não apresentaram valores tão próximos aos obtidos experimentalmente como os demais materiais. O resultado experimental para o expoente de encruamento do aço SAE 4140 normalizado foi considerado muito superior aos demais e próximo ao de materiais como o cobre, valores obtidos na literatura [40] indicam que o valor de *n* para este material estaria próximo a valores como 0,23, o que seria muito mais similar ao calculado pelo algoritmo, com um erro de 17,39%.

Desconsiderando-se o resultado para o expoente de encruamento obtido para o aço SAE 4140 normalizado, percebe-se o aumento do valor absoluto erro das soluções de n a medida que as variáveis adimensionais ( $W_P/W_T$  e  $h_f/h_{max}$ ) da função  $\Pi_1$  diminuem. Este comportamento da solução foi previsto na análise de sensibilidade do algoritmo seção 4.3.2 que apontou maior instabilidade para materiais que possuem baixas razões de  $W_P/W_T$  e  $h_f/h_{max}$ .

#### 4.4.2 Módulo de Elasticidade e Tensão de Escoamento

Os valores calculados para a tensão de escoamento e módulo de elasticidade foram comparados aos resultados fornecidos pelo relatório do ensaio de tração realizados nos corpos de prova dos materiais utilizados no trabalho.

A Tabela 9 apresenta os resultados para o módulo de elasticidade, obtido pelas Equações (2) e (38) e os valores calculados para a tensão de escoamento obtida pela Equação (57) estão apresentados na Tabela 10.

| Materiais                    | <i>E</i> experimental<br>(GPa) | <i>E</i> médio<br>calculado (GPa) | Desvio<br>Padrão | Erro (%) |
|------------------------------|--------------------------------|-----------------------------------|------------------|----------|
| 1020 Normalizado             | 153                            | 216,9                             | 24,51            | 41,76    |
| 1045 Normalizado             | 176                            | 165,17                            | 15,36            | -6,15    |
| 1045 Temperado e<br>Revenido | 192                            | 168,72                            | 6,18             | -12,13   |
| 4140 Normalizado             | 169                            | 167,77                            | 3,78             | -0,72    |
| 4140 Temperado e<br>Revenido | 189                            | 184,89                            | 3,03             | -2,17    |

Tabela 9 – Valores obtidos para o módulo de elasticidade das amostras de SAE 1020, SAE 1045 e SAE 4140

Fonte: O Autor

Percebe-se que os valores calculados para o módulo de elasticidade são de modo geral inferiores aos valores experimentais de referência que também estão abaixo dos valores esperados para o aço que é de aproximadamente 200GPa [38], o que contribui para as baixas tensões de escoamento encontradas pelo algoritmo (Tabela 10). Também é possível observar que os valores calculados de *Y* dos materiais SAE 1045 normalizado e SAE 4140 normalizado diferem muito pouco entre si, aproximadamente 17,81 MPa, enquanto a diferença desta propriedade obtida pelo ensaio de tração é aproximadamente 257 MPa. A causa provável desta diferença é a baixa dependência do expoente de encruamento apresentada pela função  $\Pi_2$ , de

forma que nesta análise materiais com razões similares de  $h_f/h_{max}$  produzem resultados semelhantes de tensão de escoamento, mesmo para valores muito diferentes de *n*.

Como a função  $\Pi_2$  apresenta soluções para tensões de escoamento muito similares mesmo com a variação do expoente de encruamento, conclui-se que dois materiais com expoentes *n* diferentes podem resultar em um mesmo valor para *Y*, o que levanta a hipótese de falta de unicidade para a equação.

| Materiais                    | Y experimental<br>(MPa) | Y médio<br>calculado (MPa) | Desvio<br>Padrão | Erro (%) |
|------------------------------|-------------------------|----------------------------|------------------|----------|
| 1020 Normalizado             | 330                     | 369,87                     | 37,65            | 12,08    |
| 1045 Normalizado             | 398                     | 357,78                     | 29,74            | -10,11   |
| 1045 Temperado e<br>Revenido | 945                     | 541,32                     | 24,57            | -39,22   |
| 4140 Normalizado             | 655                     | 375,59                     | 11,68            | -42,66   |
| 4140 Temperado e<br>Revenido | 1233                    | 610,83                     | 21,11            | -50,45   |

Tabela 10 – Valores obtidos para a tensão de escoamento das amostras de SAE 1020, SAE 1045 e SAE 4140

Fonte: O Autor

#### 4.4.3 Unicidade das Soluções

O presente trabalho não se propõe a provar a unicidade das soluções do problema inverso, porém apenas apresentar um algoritmo capaz de estimar as propriedades mecânicas de materiais elasto-plásticos com a utilização dos dados coletados pelo ensaio de indentação instrumentada. Entretanto alguns comentários sobre a unicidade da solução podem ser pertinentes.

A utilização de funções adimensionais embora seja um método eficaz para correlacionar as variáveis do ensaio e propriedades dos materiais dificulta muito a análise da unicidade, isto devido ao fato da razão de diferentes propriedades terem a possibilidade de apresentarem o mesmo valor. Desta maneira materiais diferentes podem resultar em mesmas soluções.

Tal problema pode ser contornado pela utilização de mais informações incorporadas as funções adimensionais ou até mesmo para composição de funções adimensionais adicionais que restrinjam o problema a uma solução única.

Como já mencionado na introdução deste trabalho alguns autores sugerem a utilização de indentação dupla, com dois tipos de penetradores diferentes, para a constituição de mais funções adimensionais que levem em consideração possíveis variáveis presentes nas curvas *P-h* do indentador extra [9], [13]. Medições da formação de borda de *pile-up* também são sugeridas para a introdução de novas variáveis que restrinjam o problema, porém nenhuma solução prática foi desenvolvida para a utilização de apenas um indentador até o final do presente trabalho.

#### 5 CONCLUSÕES

Neste trabalho, foram aplicadas metodologias de análise dimensional para o cálculo de expoente de encruamento e tensão de escoamento de materiais elasto-plásticos por um algoritmo inverso. Foram construídas por análise dimensional duas funções adimensionais que, após ajustadas por meio de simulações por elementos finitos foram utilizadas para relacionar os parâmetros do ensaio de indentação instrumentada ( $W_P/W_T$  e  $h_{f/}/h_{max}$ ) com as propriedades elasto-plásticas de materiais (H, n, Y,  $E_r$ ). Uma análise de sensibilidade foi realizada afim de estudar o comportamento das funções obtidas e verificar seus limites de aplicação. Os resultados foram comparados com valores obtidos experimentalmente afim de se obter maior conhecimento sobre a aplicabilidade dos métodos implementados e também suas fontes de erro.

Os cálculos executados com a função adimensional  $\Pi_1$  são consistentes, e os valores obtidos para o expoente de encruamento encontraram-se dentro de uma faixa aceitável para os materiais SAE 1020 normalizado, SAE 1045 normalizado e 1045 temperado e revenido com erro máximo de -10%, aproximadamente. O material SAE 4140 normalizado apresentou o pior resultado com um erro de -42,55%, e o material SAE 4140 temperado e revenido apresentou um erro menos significativo de -15,79%, notou-se que a função  $\Pi_1$  tende a subestimar os valores de expoente de encruamento para todos os materiais e a retornar valores imprecisos para materiais à medida que as variáveis  $W_P/W_T$  e  $h_f/h_{max}$  decrescem. Também a função  $\Pi_1$  sempre retornará valores fisicamente impossíveis para valores de  $W_P/W_T < 0,66$ .

As tensões de escoamento obtidas pela função adimensional  $\Pi_2$  resultaram em valores aproximados aos obtidos experimentalmente apenas para os materiais SAE 1020 normalizado e SAE 1045 normalizado com respectivamente 12,08% e -10,11% de erro, e assim como em  $\Pi_1$ , a função  $\Pi_2$  apresentou a tendência de subestimar o valor da tensão de escoamento. Uma falta de dependência do expoente de encruamento *n* com relação a tensão de escoamento *Y* foi determinada.

As demais propriedades elasto-plásticas foram determinadas pelo método de Oliver e Pharr [15] tendo resultados aproximados aos experimentais. Para a dureza, o maior erro calculado foi para o material SAE 4140 temperado e revenido, -13,00%, o restante das amostras apresentou erros inferiores à 4%. Para o módulo de elasticidade, o material SAE 1020 e o material SAE 1045 apresentaram respectivamente, 41,76% e -12,13% de erro e o restante das amostras tiveram erros calculados entre -6,15% e -2,17%.

#### 6 REFERÊNCIAS

- [1] A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*. New York, NY: Springer New York, 2002.
- [2] J. L. Hay and G. M. Pharr, "Instrumented Indentation Testing," *ASM Handb.*, vol. 8, pp. 232–243, 2000.
- [3] H. Chen and L. X. Cai, "Theoretical Conversions of Different Hardness and Tensile Strength for Ductile Materials Based on Stress-Strain Curves," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 49, no. 4, pp. 1090–1101, 2018.
- [4] M. Liu, J. Lin, C. Lu, K. Tieu, K. Zhou, and T. Koseki, "Progress in Indentation Study of Materials via Both Experimental and Numerical Methods," *Crystals*, vol. 7, no. 10, p. 258, 2017.
- [5] M. Dao, N. Chollacoop, K. J. Van Vliet, T. A. Venkatesh, and S. Suresh, "Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation," *Acta Mater.*, vol. 49, no. 19, pp. 3899–3918, Nov. 2001.
- [6] M. Mata and J. Alcalá, "Mechanical property evaluation through sharp indentations in elastoplastic and fully plastic contact regimes," *J. Mater. Res.*, vol. 18, no. 7, pp. 1705– 1709, 2003.
- [7] S. A. R. Pulecio, M. C. M. Farias, and R. M. Souza, "Finite element and dimensional analysis algorithm for the prediction of mechanical properties of bulk materials and thin films," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 5, pp. 1386–1392, 2010.
- [8] Y. T. Cheng and C. M. Cheng, "Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements," *Mater. Sci. Eng. R Reports*, vol. 44, no. 4–5, pp. 91–150, 2004.
- [9] A. R. Hosseinzadeh and A. H. Mahmoudi, "Determination of mechanical properties using sharp macro-indentation method and genetic algorithm," *Mech. Mater.*, vol. 114, pp. 57–68, Nov. 2017.
- [10] J. J. Kang, A. A. Becker, W. Wen, and W. Sun, "Extracting elastic-plastic properties from experimental loading-unloading indentation curves using different optimization techniques," *Int. J. Mech. Sci.*, vol. 144, pp. 102–109, Aug. 2018.
- [11] N. V. R. K. K. SIVA, "ELASTIC-PLASTIC INDENTATION DEFORMATION IN HOMOGENEOUS AND LAYERED MATERIALS: FINITE ELEMENT ANALYSIS," University of Kentucky.
- [12] S. A. R. Pulecio, "Modelamento do ensaio de indentação instrumentada usando elementos finitos e análise dimensional – Análise de unicidade , variações experimentais , Atrito e geometria e deformações do indentador," Universidade de São Paulo, 2010.
- [13] N. Chollacoop, M. Dao, and S. Suresh, "Depth-sensing instrumented indentation with dual sharp indenters," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 13, pp. 3713–3729, 2003.
- [14] M. Wang, J. Wu, X. Zhan, R. Guo, Y. Hui, and H. Fan, "On the determination of the anisotropic plasticity of metal materials by using instrumented indentation," *Mater. Des.*, vol. 111, pp. 98–107, Dec. 2016.
- [15] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," J. Mater. Res., vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583, 1992.
- [16] H. Hertz, "On the Contact of Elastic Solids," J. für die Reine und Angew. Math., vol. 92, pp. 156–171, 1882.
- [17] G. Stachowiak and A. W. Batchelor, *Engineering Tribology*. Elsevier Science, 2013.
- [18] K. L. Johnson and K. L. Johnson, *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, 1987.
- K. L. Johnson, "Contact Mechanics," Journal of the American Chemical Society, vol. 37. pp. 1–17, 1985.
- [20] B. Y. I. A. N. N. Sneddon, "Boussinesq's problem for a rigid cone," pp. 492–507, 1948.
- [21] D. A. Lucca, K. Herrmann, and M. J. Klopfstein, "Nanoindentation: Measuring methods and applications," *CIRP Ann.*, vol. 59, no. 2, pp. 803–819, 2010.
- [22] L. Duanjie, "nanovea: App Notes Nanoindentation," Nanovea, 2018. [Online].

Available: http://www.nanovea.com/app-notes/.

- [23] W. D. . W. W. FENG, G.; NIX, "No Title," J. Mater. Educ., vol. 35, pp. 135-144, 2013.
- [24] B. Bhushan and X. Li, "Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films," *Int. Mater. Rev.*, vol. 48, no. 3, pp. 125–164, 2003.
- [25] M. C. M. Farias, "Determinação de dureza por indentação instrumentada." CPTEC, São Paulo, 2011.
- [26] B. Bhushan and X. Li, "Nanomechanical characterisation of solid surfaces and thin films," *Int. Mater. Rev.*, vol. 48, no. 3, pp. 125–164, 2003.
- [27] F. R. Pharr, G. M., Oliver, W. C., and Brotzen, "On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation," *Mater. Res*, vol. 7, no. 3, pp. 613–617, 1999.
- [28] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology," *J. Mater. Res.*, vol. 19, no. 01, pp. 3–20, Jan. 2004.
- [29] M. Yetna N'Jock, F. Roudet, M. Idriss, O. Bartier, and D. Chicot, "Work-of-indentation coupled to contact stiffness for calculating elastic modulus by instrumented indentation," *Mech. Mater.*, vol. 94, pp. 170–179, Mar. 2016.
- [30] G. M. Pharr and A. Bolshakov, "Understanding nanoindentation unloading curves," vol. 17, no. 10, pp. 2660–2671, 2002.
- [31] S. Lasanen, "Introduction to inverse problems," 2014.
- [32] Haroldo Fraga de Campos Velho, "Introdução aos Problemas Inversos: Aplicações em Pesquisa Espacial," São José dos Campos, 2008.
- [33] B. L. Giancchini, "Uma Breve Introdução ao Método dos Elementos Finitos," Minas Gerais, 2012.
- [34] B. Szabó and I. Babuška, Introduction to Finite Element Analysis: Formulation, Verification and Validation. Wiley, 2011.
- [35] T. K. and H. Kurata, *Generalized Least Squares*, 1st ed. Wiley, 2004.
- [36] A. E. Giannakopoulos and S. Suresh, "DETERMINATION OF ELASTOPLASTIC PROPERTIES BY INSTRUMENTED SHARP INDENTATION," Scr. Mater., vol. 40, no. 10, pp. 1191–1198, 1999.
- [37] G. M. P. A. Bolshakov, "Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques," *J. Mater. Res.*, vol. 133, no. 4, pp. 1049–1058, 1998.
- [38] A. Mittal, "Guia do Aço." p. 132, 2013.
- [39] G. Feng and A. H. W. Ngan, "Effects of creep and thermal drift on modulus measurement using depth-sensing indentation," *J. Mater. Res.*, vol. 17, no. 03, pp. 660– 668, 2002.
- [40] A. M. S. Dias and G. C. D. Godoy, "Determination of Stress-Strain Curve through Berkovich Indentation Testing," *Mater. Sci. Forum*, vol. 636–637, pp. 1186–1193, Jan. 2010.
- [41] B. B. Neto, I. S. Scarminio, and R. E. Bruns, *Como Fazer Experimentos: Aplicações na Ciência e na Indústria*, 4th ed. Porto Alegre: Bookman, 2010.
- [42] G. E. P. Box and N. R. Draper, *Empirical model-building and response surfaces*, 1st ed. Minnesota: Wiley, 1987.
- [43] J. O. Rawlings, S. G. Pantula, and D. A. Dickey, *Applied Regression Analysis: A Research Tool*, 2nd ed. Raleigh: Springer US, 1998.

#### ANEXOS

#### ANEXO A – ANÁLISE ESTATÍSTICA

Para avaliar a qualidade do ajuste é necessária a análise dos resíduos do modelo. No modelo ideal, todas as previsões coincidiriam exatamente com as respostas observadas sem nenhum resíduo [41].

O método mais comum para avaliação da qualidade de um ajuste é o modela da Análise da Variância. Para avaliar-se um modelo é necessária a decomposição algébrica dos desvios das respostas observadas em relação à média global, sendo que o desvio de uma resposta individual pode ser decomposto em duas parcelas (Equação (58)) [41], [42].

$$\left(\gamma_{i}-\overline{\gamma}\right)=\left(\gamma_{i}-\overline{\gamma}\right)+\left(\gamma_{i}-\gamma^{2}\right)$$
(58)

A primeira parcela representa o desvio da previsão feita pelo modelo em relação à média global e a segunda é referente a diferença entre o valor observado e o previsto. Em modelos com boa qualidade de ajuste a segunda diferença é pequena, sendo assim o desvio entre o valor observado e a média deve ser aproximadamente o valor da diferença entre o valor previsto e a média. A Figura 30 ilustra as parcelas entre a média global, valores da regressão e valores observados [41].

Figura 30 – Decomposição do desvio de uma observação em relação a média global pela soma das parcelas  $(\hat{\gamma}_i - \bar{\gamma}) \in (\gamma_i - \hat{\gamma}_i)$ 

![](_page_62_Figure_7.jpeg)

Fonte: Adaptado de [41]

Os somatórios do quadrado dos desvios são chamados de somas quadráticas SQ e são dados pela Equação (59).

$$\sum \left(\gamma_i - \overline{\gamma}\right)^2 = \sum \left(\gamma_i^{\text{s}} - \overline{\gamma}\right)^2 + \sum \left(\gamma_i - \gamma_i^{\text{s}}\right)^2 \tag{59}$$

A notação abreviada para a Equação (60) é:

$$SQ_{T} = SQ_{R} + SQ_{r} \tag{60}$$

63

Desta forma uma parte da variação total das observações em torno da média é descrita pela equação de regressão e o restante é descrito pelos resíduos da regressão em relação as observações. Quanto maior for a parcela descrita pela regressão melhor é o ajuste do modelo, isto é quantificado por meio do coeficiente de determinação R<sup>2</sup> que é a razão entre SQ<sub>R</sub> e SQ<sub>T</sub> (Equação (61)).

$$R^2 = \frac{SQ_R}{SQ_T} \tag{61}$$

O limite máximo do valor de R<sup>2</sup> é 1, isto só ocorrerá para um modelo que não tenha resíduos e toda a variação em torno da média seja explicada pela regressão. A medida que o coeficiente de determinação fica mais perto de 1 melhor terá sido o ajusto do modelo em relação aos dados observados.

Ajustar o coeficiente de determinação em relação aos graus de liberdade do modelo (*GL*) (Equação (62)) é importante pois a medida que mais variáveis são adicionadas ao modelo R<sup>2</sup> sempre aumenta mesmo que estas novas variáveis independentes não sejam correlacionadas a variável dependente [43].

$$GL = i - 1 - \chi \tag{62}$$

Uma correção na escala do coeficiente de determinação pode ser realizada para o cálculo de um valor de R<sup>2</sup> ajustado aos graus de liberdade (R<sub>a</sub><sup>2</sup>), como na Equação (63).

$$R_a^2 = 1 - (1 - R^2) \frac{i - 1}{GL}$$
(63)

A Tabela 11 apresenta os valores do coeficiente de determinação ajustado para as equações de regressão utilizadas no presente trabalho com polinômios de primeiro a décimo grau.

Tabela 11 – Coeficiente de determinação ajustado para as funções  $\Pi_1 \, e \, \Pi_2$ 

| Ordem | $R_a{}^2 \ \Pi_1$ | $R_a{}^2 \Pi_2$ |
|-------|-------------------|-----------------|
| 1     | 0,69              | 0,99            |
| 2     | 0,78              | 0,93            |
| 3     | 0,80              | 0,51            |
| 4     | 0,80              | 0,01            |
| 5     | 0,78              | -0,04           |
| 6     | 0,75              | -0,05           |
| 7     | 0,69              | -0,05           |
| 8     | 0,59              | -0,06           |
| 9     | 0,41              | -0,07           |
| 10    | 0,05              | -0,07           |

Fonte: O Autor

Para a função  $\Pi_1$  o polinômio de terceiro grau foi escolhido para o modelo e para a função  $\Pi_2$  foi escolhido o polinômio de primeiro grau.

Cada observação utilizada para a composição de um modelo possui uma parcela possível de ser estimada e uma parcela aleatória. Se o modelo estiver correto e for realmente uma descrição da relação existente entre as variáveis, ao realizar-se um grande número de experimentos para um mesmo valor  $\chi$  haverá uma distribuição das respostas  $\gamma$  em torno da regressão. Assim o valor da regressão nada mais é do que a média das respostas observadas no ponto  $\chi$ . Desta forma as respostas de observações repetidas sempre flutuarão, levando a incerteza da determinação dos parâmetros do modelo, mesmo que estejam corretos [41]-[43].

Se o verdadeiro valor médio de  $\gamma$  é obtido pela regressão, espera-se que observações repetidas se distribuam simetricamente em torno do ajuste, com desvios positivos e negativos, de tal maneira que a média dos erros seja zero.

As incertezas de estimativas de parâmetros podem calculadas por meio de matrizes, para isso é necessária a definição da matriz de covariância dos coeficientes do modelo (Equação (64)). A diagonal principal desta matriz representa a variância de cada coeficiente do modelo e a raiz da variância é chamada, neste caso, de erro padrão *SE* [41], [42].

$$Var(K) = \begin{bmatrix} Var(K_0) & \dots & Cov(K_0, K_n) \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ Cov(K_n, K_0) & \dots & Var(K_n) \end{bmatrix}$$
(64)

É possível obter esta matriz pela Equação (65), onde  $\sigma^2$  é SQ<sub>r</sub> dividido pelo número de graus de liberdade do modelo *GL* [41], [42].

$$Var(K) = (X^t X)^{-1} \sigma^2 \tag{65}$$

A significância do valor estimado para os coeficientes da regressão pode ser calculada utilizando a distribuição de Student (t) (Anexo B), onde o número de graus de liberdade do valor t é o mesmo do erro padrão. Sendo o intervalo de confiança determinado pela Equação (66) [41], [42]:

$$K - t_{SQ_r} \times SE < K < K + t_{SQ_r} \times SE \tag{66}$$

Percebe-se que quanto melhor a qualidade do ajuste menores são os valores de *SE* e consequentemente restringe-se o intervalo de confiança.

O software MATLAB® foi utilizado para obtenção da solução da Equação 66 e determinação dos erros padrão dos coeficientes das expressões  $\Pi_1 e \Pi_2$  em um intervalo de 95% de confiança. Os intervalos de confiança dos coeficientes estão apresentados respectivamente na Tabela 12 e na Tabela 13 (Valor de t<sub>∞,0,025</sub> = 1,96).

Percebe-se que as faixas calculadas para todos os coeficientes do presente trabalho possuem valores acima ou abaixo de zero, sem nenhum dos limites possuir sinal contrário. Caso possuíssem, como nenhum dos valores num intervalo de confiança é mais provável do que outro, poderia ser verdadeiro que os valores para tais coeficientes fossem zero, sendo estatisticamente insignificativos.

| Coeficiente | Mínimo | Médio | Máximo |
|-------------|--------|-------|--------|
| $\eta_1$    | 0,64   | 0,66  | 0,68   |
| $\eta_2$    | 0,20   | 0,25  | 0,31   |
| $\eta_3$    | 0,11   | 0,20  | 0,29   |
| $\eta_4$    | 0,04   | 0,09  | 0,14   |
| $\eta_5$    | 0,03   | 0,04  | 0,05   |

Tabela 12 – Intervalo de confiança para os coeficientes de  $\Pi_1$ 

Tabela 13 - Intervalo de confiança para os coeficientes de  $\Pi_2$ 

| Coeficiente    | Mínimo | Médio | Máximo |  |  |
|----------------|--------|-------|--------|--|--|
| $\phi_1$       | 1,05   | 1,07  | 1,08   |  |  |
| φ <sub>2</sub> | -0,08  | -0,05 | -0,01  |  |  |
| φ3             | -0,71  | -0,67 | -0,62  |  |  |
|                |        |       |        |  |  |

Fonte: O Autor

As médias quadráticas (*MQ*) podem ser utilizadas para testar se a equação de regressão é estatisticamente significativa. Quando não há relação entre as variáveis independentes e a variável dependente, supõe-se que os coeficientes do modelo sejam todos iguais a zero e a razão entre as médias quadráticas *MQ<sub>R</sub>* e *MQ<sub>r</sub>* segue uma distribuição F (Equação (67)) [41].

$$\frac{MQ_R}{MQ_r} \approx F_{\chi,GL} \tag{67}$$

Para testar a hipótese nula basta comparar o valor calculado de  $MQ_R/MQ_r$  com a tabela de distribuição F (Anexo C) para F( $\chi$ , *GL*) para o nível de confiança desejado. Se for verificado que  $MQ_R/MQ_r > F(\chi, GL)$  a hipótese nula é descartada e obtêm-se a evidência estatística para a existência da relação as variáveis do modelo [41].

O resultado do teste F para as regressões do presente trabalho em um intervalo de confiança de 95% se encontra na Tabela 14.

Tabela 14 - Teste F para as funções adimensionais

|         | F(χ,GL) | $MQ_R/MQ_r$ |
|---------|---------|-------------|
| $\Pi_1$ | 2,37    | 199,98      |
| $\Pi_2$ | 3,00    | 21641       |
|         |         |             |

Fonte: O Autor

| ( | $\mathcal{A}$ |
|---|---------------|
|   | $\backslash$  |
|   | + 1+          |
|   |               |

| Tabela B.1.  | Pontos | s de pro | babil | idade ( | la  |
|--------------|--------|----------|-------|---------|-----|
| distribuição | t com  | GL grau  | ıs de | liberda | ađe |

|     |       | Área de probabilidade |       |       |        |        |        |        |        |        |  |  |  |
|-----|-------|-----------------------|-------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--|--|--|
| GL  | 0,4   | 0,25                  | 0,1   | 0,05  | 0,025  | 0,01   | 0,005  | 0,0025 | 0,001  | 0,0005 |  |  |  |
| 1   | 0,325 | 1,000                 | 3,078 | 6,314 | 12,706 | 31,821 | 63,657 | 127,32 | 318,31 | 636,62 |  |  |  |
| 2   | 0,289 | 0,816                 | 1,886 | 2,920 | 4,303  | 6,965  | 9,925  | 14,089 | 22,326 | 31,598 |  |  |  |
| 3   | 0,277 | 0,765                 | 1,638 | 2,353 | 3,182  | 4,541  | 5,841  | 7,453  | 10,213 | 12,924 |  |  |  |
| 4   | 0,271 | 0,741                 | 1,533 | 2,132 | 2,776  | 3,747  | 4,604  | 5,598  | 7,173  | 8,610  |  |  |  |
| 5   | 0,267 | 0,727                 | 1,476 | 2,015 | 2,571  | 3,365  | 4,032  | 4,773  | 5,893  | 6,869  |  |  |  |
| 6   | 0,265 | 0,718                 | 1,440 | 1,943 | 2,447  | 3,143  | 3,707  | 4,317  | 5,208  | 5,959  |  |  |  |
| 7   | 0,263 | 0,711                 | 1,415 | 1,895 | 2,365  | 2,998  | 3,449  | 4,029  | 4,785  | 5,408  |  |  |  |
| 8   | 0,262 | 0,706                 | 1,397 | 1,860 | 2,306  | 2,896  | 3,355  | 3,833  | 4,501  | 5,041  |  |  |  |
| 9   | 0,261 | 0,703                 | 1,383 | 1,833 | 2,262  | 2,821  | 3,250  | 3,690  | 4,297  | 4,781  |  |  |  |
| 10  | 0,260 | 0,700                 | 1,372 | 1,812 | 2,228  | 2,764  | 3,169  | 3,581  | 4,144  | 4,587  |  |  |  |
| 11  | 0,260 | 0,697                 | 1,363 | 1,796 | 2,201  | 2,718  | 3,106  | 3,497  | 4,025  | 4,437  |  |  |  |
| 12  | 0,259 | 0,695                 | 1,356 | 1,782 | 2,179  | 2,681  | 3,055  | 3,428  | 3,930  | 4,318  |  |  |  |
| 13  | 0,259 | 0,694                 | 1,350 | 1,771 | 2,160  | 2,650  | 3,012  | 3,372  | 3,852  | 4,221  |  |  |  |
| 14  | 0,258 | 0,692                 | 1,345 | 1,761 | 2,145  | 2,624  | 2,977  | 3,326  | 3,787  | 4,140  |  |  |  |
| 15  | 0,258 | 0,691                 | 1,341 | 1,753 | 2,131  | 2,602  | 2,947  | 3,286  | 3,733  | 4,073  |  |  |  |
| 16  | 0,258 | 0,690                 | 1,337 | 1,746 | 2,120  | 2,583  | 2,921  | 3,252  | 3,686  | 4,015  |  |  |  |
| 17  | 0,257 | 0,689                 | 1,333 | 1,740 | 2,110  | 2,567  | 2,898  | 3,222  | 3,646  | 3,965  |  |  |  |
| 18  | 0,257 | 0,688                 | 1,330 | 1,734 | 2,101  | 2,552  | 2,878  | 3,197  | 3,610  | 3,922  |  |  |  |
| 19  | 0,257 | 0,688                 | 1,328 | 1,729 | 2,093  | 2,539  | 2,861  | 3,174  | 3,579  | 3,883  |  |  |  |
| 20  | 0,257 | 0,687                 | 1,325 | 1,725 | 2,086  | 2,528  | 2,845  | 3,153  | 3,552  | 3,850  |  |  |  |
| 21  | 0,257 | 0,686                 | 1,323 | 1,721 | 2,080  | 2,518  | 2,831  | 3,135  | 3,527  | 3,819  |  |  |  |
| 22  | 0,256 | 0,686                 | 1,321 | 1,717 | 2,074  | 2,508  | 2,819  | 3,119  | 3,505  | 3,792  |  |  |  |
| 23  | 0,256 | 0,685                 | 1,319 | 1,714 | 2,069  | 2,500  | 2,807  | 3,104  | 3,485  | 3,767  |  |  |  |
| 24  | 0,256 | 0,685                 | 1,318 | 1,711 | 2,064  | 2,492  | 2,797  | 3,091  | 3,467  | 3,745  |  |  |  |
| 25  | 0,256 | 0,684                 | 1,316 | 1,708 | 2,060  | 2,485  | 2,787  | 3,078  | 3,450  | 3,725  |  |  |  |
| 26  | 0,256 | 0,684                 | 1,315 | 1,706 | 2,056  | 2,479  | 2,779  | 3,067  | 3,435  | 3,707  |  |  |  |
| 27  | 0,256 | 0,684                 | 1,314 | 1,703 | 2,052  | 2,473  | 2,771  | 3,057  | 3,421  | 3,690  |  |  |  |
| 28  | 0,256 | 0,683                 | 1,313 | 1,701 | 2,048  | 2,467  | 2,763  | 3,047  | 3,408  | 3,674  |  |  |  |
| 29  | 0,256 | 0,683                 | 1,311 | 1,699 | 2,045  | 2,462  | 2,756  | 3,038  | 3,396  | 3,659  |  |  |  |
| 30  | 0,256 | 0,683                 | 1,310 | 1,697 | 2,042  | 2,457  | 2,750  | 3,030  | 3,385  | 3,646  |  |  |  |
| 40  | 0,255 | 0,681                 | 1,303 | 1,684 | 2,021  | 2,423  | 2,704  | 2,971  | 3,307  | 3,551  |  |  |  |
| 60  | 0,254 | 0,679                 | 1,296 | 1,671 | 2,000  | 2,390  | 2,660  | 2,915  | 3,232  | 3,460  |  |  |  |
| 120 | 0,254 | 0,677                 | 1,289 | 1,658 | 1,980  | 2,358  | 2,617  | 2,860  | 3,160  | 3,373  |  |  |  |
| 00  | 0,253 | 0,674                 | 1,282 | 1,645 | 1,960  | 2,326  | 2,576  | 2,807  | 3,090  | 3,291  |  |  |  |

Fonte: Adaptado de [41]

| GL1 | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     | 9     | 10    | 12    | 15    | 20    | 24    | 30    | 40    | 60    | 120   | ~     |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| GL2 |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |       |
| 1   | 161,4 | 199,5 | 215,7 | 224,6 | 230,2 | 234,0 | 236,8 | 238,9 | 240,5 | 241,9 | 243,9 | 245,9 | 248,0 | 249,1 | 250,1 | 251,1 | 252,2 | 253,3 | 254,3 |
| 2   | 18,51 | 19,00 | 19,16 | 19,25 | 19,30 | 19,33 | 19,35 | 19,37 | 19,38 | 19,40 | 19,41 | 19,43 | 19,45 | 19,45 | 19,46 | 19,47 | 19,48 | 19,49 | 19,50 |
| 3   | 10,13 | 9,55  | 9,28  | 9,12  | 9,01  | 8,94  | 8,89  | 8,85  | 8,81  | 8,79  | 8,74  | 8,70  | 8,66  | 8,64  | 8,62  | 8,59  | 8,57  | 8,55  | 8,53  |
| 4   | 7,71  | 6,94  | 6,59  | 6,39  | 6,26  | 6,16  | 6,09  | 6,04  | 6,00  | 5,96  | 5,91  | 5,86  | 5,80  | 5,77  | 5,75  | 5,72  | 5,69  | 5,66  | 5,63  |
| 5   | 6,61  | 5,79  | 5,41  | 5,19  | 5,05  | 4,95  | 4,88  | 4,82  | 4,77  | 4,74  | 4,68  | 4,62  | 4,56  | 4,53  | 4,50  | 4,46  | 4,43  | 4,40  | 4,36  |
| 6   | 5,99  | 5,14  | 4,76  | 4,53  | 4,39  | 4,28  | 4,21  | 4,15  | 4,10  | 4,06  | 4,00  | 3,94  | 3,87  | 3,84  | 3,81  | 3,77  | 3,74  | 3,70  | 3,67  |
| 7   | 5,59  | 4,74  | 4,35  | 4,12  | 3,97  | 3,87  | 3,79  | 3,73  | 3,68  | 3,64  | 3,57  | 3,51  | 3,44  | 3,41  | 3,38  | 3,34  | 3,30  | 3,27  | 3,23  |
| 8   | 5,32  | 4,46  | 4,07  | 3,84  | 3,69  | 3,58  | 3,50  | 3,44  | 3,39  | 3,35  | 3,28  | 3,22  | 3,15  | 3,12  | 3,08  | 3,04  | 3,01  | 2,97  | 2,93  |
| 9   | 5,12  | 4,26  | 3,86  | 3,63  | 3,48  | 3,37  | 3,29  | 3,23  | 3,18  | 3,14  | 3,07  | 3,01  | 2,94  | 2,90  | 2,86  | 2,83  | 2,79  | 2,75  | 2,71  |
| 10  | 4,96  | 4,10  | 3,71  | 3,48  | 3,33  | 3,22  | 3,14  | 3,07  | 3,02  | 2,98  | 2,91  | 2,85  | 2,77  | 2,74  | 2,70  | 2,66  | 2,62  | 2,58  | 2,54  |
| 11  | 4,84  | 3,98  | 3,59  | 3,36  | 3,20  | 3,09  | 3,01  | 2,95  | 2,90  | 2,85  | 2,79  | 2,72  | 2,65  | 2,61  | 2,57  | 2,53  | 2,49  | 2,45  | 2,40  |
| 12  | 4,75  | 3,89  | 3,49  | 3,26  | 3,11  | 3,00  | 2,91  | 2,85  | 2,80  | 2,75  | 2,69  | 2,62  | 2,54  | 2,51  | 2,47  | 2,43  | 2,38  | 2,34  | 2,30  |
| 13  | 4,67  | 3,81  | 3,41  | 3,18  | 3,03  | 2,92  | 2,83  | 2,77  | 2,71  | 2,67  | 2,60  | 2,53  | 2,46  | 2,42  | 2,38  | 2,34  | 2,30  | 2,25  | 2,21  |
| 14  | 4,60  | 3,74  | 3,34  | 3,11  | 2,96  | 2,85  | 2,76  | 2,70  | 2,65  | 2,60  | 2,53  | 2,46  | 2,39  | 2,35  | 2,31  | 2,27  | 2,22  | 2,18  | 2,13  |
| 15  | 4,54  | 3,68  | 3,29  | 3,06  | 2,90  | 2,79  | 2,71  | 2,64  | 2,59  | 2,54  | 2,48  | 2,40  | 2,33  | 2,29  | 2,25  | 2,20  | 2,16  | 2,11  | 2,07  |
| 16  | 4,49  | 3,63  | 3,24  | 3,01  | 2,85  | 2,74  | 2,66  | 2,59  | 2,54  | 2,49  | 2,42  | 2,35  | 2,28  | 2,24  | 2,19  | 2,15  | 2,11  | 2,06  | 2,01  |
| 17  | 4,45  | 3,59  | 3,20  | 2,96  | 2,81  | 2,70  | 2,61  | 2,55  | 2,49  | 2,45  | 2,38  | 2,31  | 2,23  | 2,19  | 2,15  | 2,10  | 2,06  | 2,01  | 1,96  |
| 18  | 4,41  | 3,55  | 3,16  | 2,93  | 2,77  | 2,66  | 2,58  | 2,51  | 2,46  | 2,41  | 2,34  | 2,27  | 2,19  | 2,15  | 2,11  | 2,06  | 2,02  | 1,97  | 1,92  |
| 19  | 4,38  | 3,52  | 3,13  | 2,90  | 2,74  | 2,63  | 2,54  | 2,48  | 2,42  | 2,38  | 2,31  | 2,23  | 2,16  | 2,11  | 2,07  | 2,03  | 1,98  | 1,93  | 1,88  |
| 20  | 4,35  | 3,49  | 3,10  | 2,87  | 2,71  | 2,60  | 2,51  | 2,45  | 2,39  | 2,35  | 2,28  | 2,20  | 2,12  | 2,08  | 2,04  | 1,99  | 1,95  | 1,90  | 1,84  |
| 21  | 4,32  | 3,47  | 3,07  | 2,84  | 2,68  | 2,57  | 2,49  | 2,42  | 2,37  | 2,32  | 2,25  | 2,18  | 2,10  | 2,05  | 2,01  | 1,96  | 1,92  | 1,87  | 1,81  |
| 22  | 4,30  | 3,44  | 3,05  | 2,82  | 2,66  | 2,55  | 2,46  | 2,40  | 2,34  | 2,30  | 2,23  | 2,15  | 2,07  | 2,03  | 1,98  | 1,94  | 1,89  | 1,84  | 1,78  |
| 23  | 4,28  | 3,42  | 3,03  | 2,80  | 2,64  | 2,53  | 2,44  | 2,37  | 2,32  | 2,27  | 2,20  | 2,13  | 2,05  | 2,01  | 1,96  | 1,91  | 1,86  | 1,81  | 1,76  |
| 24  | 4,26  | 3,40  | 3,01  | 2,78  | 2,62  | 2,51  | 2,42  | 2,36  | 2,30  | 2,25  | 2,18  | 2,11  | 2,03  | 1,98  | 1,94  | 1,89  | 1,84  | 1,79  | 1,73  |
| 25  | 4,24  | 3,39  | 2,99  | 2,76  | 2,60  | 2,49  | 2,40  | 2,34  | 2,28  | 2,24  | 2,16  | 2,09  | 2,01  | 1,96  | 1,92  | 1,87  | 1,82  | 1,77  | 1,71  |
| 26  | 4,23  | 3,37  | 2,98  | 2,74  | 2,59  | 2,47  | 2,39  | 2,32  | 2,27  | 2,22  | 2,15  | 2,07  | 1,99  | 1,95  | 1,90  | 1,85  | 1,80  | 1,75  | 1,69  |
| 27  | 4,21  | 3,35  | 2,96  | 2,73  | 2,57  | 2,46  | 2,37  | 2,31  | 2,25  | 2,20  | 2,13  | 2,06  | 1,97  | 1,93  | 1,88  | 1,84  | 1,79  | 1,73  | 1,67  |
| 28  | 4,20  | 3,34  | 2,95  | 2,71  | 2,56  | 2,45  | 2,36  | 2,29  | 2,24  | 2,19  | 2,12  | 2,04  | 1,96  | 1,91  | 1,87  | 1,82  | 1,77  | 1,71  | 1,65  |
| 29  | 4,18  | 3,33  | 2,93  | 2,70  | 2,55  | 2,43  | 2,35  | 2,28  | 2,22  | 2,18  | 2,10  | 2,03  | 1,94  | 1,90  | 1,85  | 1,81  | 1,75  | 1,70  | 1,64  |
| 30  | 4,17  | 3,32  | 2,92  | 2,69  | 2,53  | 2,42  | 2,33  | 2,27  | 2,21  | 2,16  | 2,09  | 2,01  | 1,93  | 1,89  | 1,84  | 1,79  | 1,74  | 1,68  | 1,62  |
| 40  | 4,08  | 3,23  | 2,84  | 2,61  | 2,45  | 2,34  | 2,25  | 2,18  | 2,12  | 2,08  | 2,00  | 1,92  | 1,84  | 1,79  | 1,74  | 1,69  | 1,64  | 1,58  | 1,51  |
| 190 | 4,00  | 3,15  | 2,70  | 2,03  | 2,37  | 2,25  | 2,17  | 2,10  | 2,04  | 1,99  | 1,92  | 1,84  | 1,75  | 1,70  | 1,60  | 1,59  | 1,00  | 1,97  | 1,39  |
| 120 | 3,92  | 3,07  | 2,68  | 2,45  | 2,29  | 2,17  | 2,09  | 2,02  | 1,96  | 1,91  | 1,83  | 1,75  | 1,00  | 1,61  | 1,00  | 1,50  | 1,43  | 1,35  | 1,25  |
|     | 3,84  | 3,00  | 2,60  | 2,37  | 2,21  | 2,10  | 2,01  | 1,94  | 1,88  | 1,83  | 1,75  | 1,67  | 1,57  | 1,52  | 1,46  | 1,39  | 1,32  | 1,22  | 1,00  |

Tabela C.1. Pontos de percentagem da distribuição F, 5%

Fonte: Adaptado de [41]