

**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO ESCOLA POLITÉCNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA**

**ESTUDO EXPERIMENTAL E NUMÉRICO DOS EFEITOS DAS
TENSÕES RESIDUAIS NOS RESULTADOS DO ENSAIO DE
INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA E VIABILIDADE DO
CÁLCULO EM FILMES**

Carlos Eduardo Keutenedjian Mady

São Paulo

2009

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO ESCOLA POLITÉCNICA

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

**ESTUDO EXPERIMENTAL E NUMÉRICO DOS EFEITOS DAS
TENSÕES RESIDUAIS NOS RESULTADOS DO ENSAIO DE
INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA E VIABILIDADE DO
CÁLCULO EM FILMES**

Trabalho de formatura apresentado à Escola
Politécnica da Universidade de São Paulo para
obtenção do título de Graduação em Engenharia

Carlos Eduardo Keutenedjian Mady

Orientador: Prof. Dr. Roberto Martins de Souza

Co-orientador: Prof. Dr. Deniol Katsuki Tanaka

Área de Concentração:
Engenharia Mecânica

São Paulo

2009

FICHA CATALOGRÁFICA

Mady, Carlos Eduardo Keutenedjian

Estudo experimental e numérico dos efeitos das tensões residuais nos resultados do ensaio de indentação instrumentada e viabilidade do cálculo em filmes / C.E.K. Mady. – São Paulo, 2009.

72 p.

Trabalho de Formatura - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Tensão residual 2. Filmes finos 3. Método dos elementos finitos I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Mecânica II. t.

DEDICATÓRIA

*Dedico esse trabalho a minha
Família e a minha namorada,
Melissa, pelo apoio e orgulho
incondicional*

AGRADECIMENTOS

- ✓ À minha namorada, Melissa Hukai, companheira. Por todo apoio, carinho que me ajudaram dos momentos mais triviais até os mais difíceis da minha trajetória. Não teria nenhuma apresentação elegante de *PowerPoint* se não fosse você.
- ✓ À minha família, que sempre esteve ao meu lado, independente das minhas decisões. Meu Pai, Charles Mady, que de sua forma única sempre soube me apoiar e aconselhar. Minha mãe, Carolina Mady, que ainda acha que seu filho tem três anos, e ao meu irmão, Fernando Mady por todo o apoio e orgulho.
- ✓ Ao Professor e amigo Roberto Martins de Souza pela orientação, dedicação e paciência com que conduziu a orientação desse trabalho e da minha iniciação científica. Acredito que essa postura me incentivou na escolha dos meus caminhos.
- ✓ Ao Professor Deniol Katsuki Tanaka pelo apoio, conversas, conselhos e por ter aceitado desenvolver o trabalho em conjunto quando solicitado.
- ✓ À Adriana Gómez Gómez por todo o apoio e colaboração nesse e em outros trabalhos e à Sara Aida Rodriguez pela ajuda com meu modelo.
- ✓ Ao Professor Amilton Sinatora pelas conversas e apoio dados durante minha presença no LFS. Assim como, o Prof. Tanaka, no momento em que eu precisei, abriu portas.
- ✓ Às pessoas que participaram desse trabalho de forma direta ou indireta, como María Cristina e Marcio Cuppari, sempre dispostos a ajudar, John Jairo, com quem tive a oportunidade de trabalhar em conjunto, Newton Fukumasu, por todas as ajudas em diferentes momentos desse trabalho, e Leandro, por ter me ensinado a trabalhar com as amostras na fase inicial do meu trabalho.
- ✓ Queria agradecer àquele que, no longínquo ano de 2002, foi responsável pelo empurrão inicial que me trouxe até aqui. Professor e amigo Alfredo Stávale Sobrinho, seus conselhos me ajudam e guiam até hoje.
- ✓ À FAPESP pela bolsa de estudos 2007/04735-9.

RESUMO

Nesse trabalho, um modelo bidimensional, axissimétrico, usando o método dos elementos finitos, foi desenvolvido para simular o ensaio de indentação instrumentada em filmes finos depositado em substrato de aço. O indentador foi modelado como um cone rígido (meio ângulo de $70,3^\circ$) e foram consideradas duas razões entre raio de arredondamento do indentador e profundidade máxima de penetração (R/h_{max}). O nível de tensões residuais (σ_r), o módulo de elasticidade do filme (E) e o coeficiente de encruamento do filme (n) foram variados como forma de análise dos seus efeitos no ensaio de indentação instrumentada. Os resultados indicaram que todas as grandezas (R , σ_r , E , n) tiveram influência na morfologia da indentação (*pile-up* e *sink-in*), na máxima carga necessária para atingir uma dada profundidade de penetração e na constante da curva de carregamento. No entanto, o expoente da curva de carregamento só mostrou-se afetado pelo raio do indentador. Os resultados numéricos foram usados como forma de análise dos resultados obtidos experimentalmente. Esses foram obtidos de amostras revestidas contendo filmes de nitreto de titânio, em cujas deposições a diferença de potencial (*bias*) aplicada ao substrato foi variada para obter filmes com diferentes níveis de tensões residuais. Bons resultados qualitativos foram obtidos na comparação dos resultados experimentais e numéricos, desde que todas as propriedades medidas dos filmes sejam consideradas, e não só a tensão residual. Por fim, foram calculadas tensões residuais por dois métodos: o de Suresh e o de Wang. O primeiro envolve uma clara distinção entre as tensões plásticas e elásticas e o segundo baseia-se na energia calculada da curva de indentação. Encontrou-se certa correlação com as tensões impostas no resultado numérico, porém na comparação dos resultados de indentação instrumentada com os de difração de raios-X foram encontradas tensões com ordem de grandeza maior e a correlação foi fraca.

ABSTRACT

In this work, an axisymmetric two dimensional finite element model was developed to simulate instrumented indentation testing of thin ceramic films deposited onto hard steel substrate. The indenter was modeled as a rigid cone (half angle of 70.3°) and two ratios between indenter tip radius and maximum penetration depth (R/h_{max}) were considered. The level of film residual stress (σ_r), the film elastic modulus (E) and the film work hardening exponent (n) were varied to analyze their effects on instrumented indentation data. Results indicated that all variables (R , σ_r , E , n) have effects on indentation morphology (pile-up and sink-in), on the maximum load necessary to achieve a given penetration depth and on the proportional curvature constant during loading. On the other hand, the load curve exponent was only affected by the indenter tip radius. These numerical results were used to analyze experimental data that were obtained with titanium nitride coated specimens, in which the substrate bias applied during deposition was modified to obtain films with different levels of residual stress. Good qualitative correlation was obtained when numerical and experimental results are compared, as long as all film properties are considered in the analyses, and not only the film residual stress level. Attempts to calculate film residual stresses were conducted following two methods: Suresh and Wang. The first one makes a clear distinction between elastic and plastic stresses and the second is based on the energy obtained from indentation data. For numerical results a correlation was obtained with imposed stress on test, but for experimental results calculated stress was an order of magnitude bigger than X-ray's stress. Good correlation was obtained when comparing the values calculated through these two methods with values selected as inputs for the numerical analyses, but when these methods was applied to the experimental specimens, residual stress values were one order of magnitude larger than those calculated through X-ray diffraction.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	2
2.1 FILMES CERÂMICOS FINOS	2
2.1.1 Influência dos Parâmetros de Deposição na Microestrutura dos Filmes.....	5
2.1.2 Caracterização de Filmes.....	8
2.2 ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA.....	12
2.2.1 Método de Oliver e Pharr para extração de propriedades mecânicas a partir do ensaio de indentação instrumentada.....	13
2.3 CÁLCULO DE TENSÕES RESIDUAIS EM FILMES A PARTIR DO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA.....	17
2.3.1 Método de Suresh	21
2.3.2 Método de Wang.....	30
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	33
3.1.1 Tratamento Térmico	33
3.1.2 Lixamento e polimento.....	34
3.2 DEPOSIÇÃO DOS FILMES.....	34
3.2.1 Parâmetros de deposição.....	35
3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X COM ÂNGULO DE INCIDÊNCIA RASANTE ..	36
3.3.1 Cálculo de tensões residuais pela difração de raios-X com ângulo de incidência rasante	38
3.4 INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA.....	41
3.4.1 Escolha dos parâmetros de ensaio de indentação	42
3.4.2 Ensaio de indentação instrumentada via método dos elementos finitos.....	43
3.4.3 Cálculo de tensões residuais por indentação instrumentada.....	45
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	48
4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X.....	48

4.1.1 Cálculo das tensões residuais pela difração de raios-X com ângulo de incidência rasante	48
4.2 INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA	49
4.2.1 Influência das tensões residuais no ensaio de indentação instrumentada.....	49
4.2.2 Parâmetros da curva de carregamento do ensaio	61
4.2.3 Cálculo de tensões residuais	64
4.2.4 Comparação dos parâmetros de ensaio quanto aos efeitos das tensões.....	69
5. CONCLUSÕES	71
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	72

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Modelo de um processo <i>sputtering</i>	3
Figura 2. <i>Magnetron Sputtering</i> balanceado e desbalanceado (10)	4
Figura 3. Campo magnético fechado ⁱ	4
Figura 4. Modelo proposto por Movchan, e Demchishin (12).....	6
Figura 5. Diagrama de Thorton (14)	6
Figura 6. Modelo de MZEs proposto por Messier (12)	8
Figura 7. Propriedades de sistemas revestimentos/substratos relevantes para aplicações tecnológicas (15).	8
Figura 8. Gráfico da tensão interna em filme de TiN em função do <i>bias</i> (12)	10
Figura 9. Variação da Tensão com a Espessura em filmes: (a) TiN (20) e (b) Cr (17)	11
Figura 10. Tensão por temperatura de crescimento (12).....	11
Figura 11. Curva de carga e profundidade de penetração obtidos do ensaio (21)	12
Figura 12. Representação esquemática da seção transversal da impressão de dureza na EII (21)	14
Figura 13. Fenômeno de <i>sink-in</i> e <i>pile-up</i> (21).....	14
Figura 14. Gráfico da área de contato em função das tensões residuais (2)	18
Figura 15. Micrografia óptica de impressões do ensaio de indentação para tensões uniaxiais de: (a) -290 MPa (compressão) e (b) +251 MPa (tração) (2)	18
Figura 16. Dureza e módulo de elasticidade calculados com a área real (2)	19
Figura 17. Efeito das tensões na geométrica do <i>pile-up</i> ao redor do indentedor durante o ensaio (27).....	20
Figura 18. Efeito da variação de tensões residuais na curva obtida do ensaio de indentação instrumentada: (a) curvas completas, (b) parte do descarregamento das curvas (27).....	20
Figura 19. Modelo do ensaio de indentação em um filme sujeito a tensões residuais até uma profundidade dR	21
Figura 20. Indentador com arredondamento na ponta de raio <i>a</i>	22
Figura 21. Influência das deformações plásticas na tensão de escoamento.....	23
Figura 22. Esquema de um ensaio de indentação em um corpo sujeito a tensões residuais de tração	24

Figura 23. Histórico de indentação durante alívio de tensões residuais em um corpo com tensões de tração e outro sem tensões	25
Figura 24. Histórico de indentação para um mesmo corpo com e sem tensões residuais de tração	26
Figura 25. Esquema do ensaio de indentação em um corpo sujeito a tensões residuais de compressão	26
Figura 26. Histórico de indentação para um mesmo corpo, com e sem tensões residuais de compressão	27
Figura 27. Histórico de indentação para um mesmo corpo com e sem tensões residuais de tração	28
Figura 28. Esquema de uma indentação de filmes com tensões residuais de compressão: a) esquema proposto por Suresh (3) b) esquema proposto por Atar	29
Figura 29. Gráfico de nanoindentações em amostras com e sem tensões residuais (4)	31
Figura 30. Impressão da nanoindentação após o descarregamento completo (4)	32
Figura 31. Aparato utilizado na deposição dos filmes	35
Figura 32. Câmara utilizada na deposição dos filmes	35
Figura 33. Difratômetro Rigaku	37
Figura 34. Gráfico dos picos de difração com respectivos planos (hkl)	38
Figura 35. Pico de difração já aproximado pela função <i>Pseudo-Voigt</i>	39
Figura 36. Esquema da difração de raios-X com ângulo de incidência rasante (35)	40
Figura 37. Gráfico do parâmetro de rede em função de $f(\psi)$	40
Figura 38. <i>Fischerscope</i> modelo H100V	41
Figura 39. Ciclo de carregamento e descarregamento adotado nos ensaios	42
Figura 40. Comparação entre dois ciclos de carregamento de descarregamento para duas seqüências distintas de indentação	43
Figura 41. Modelo utilizado para simular um ensaio de indentação instrumentada de um corpo com filme depositado	44
Figura 42. Malha na região próxima ao contato	45
Figura 43. Gráfico da variação das tensões residuais em função do bias	48
Figura 44. Gráfico da variação das tensões residuais pela espessura do filme	49
Figura 45. Relação entre profundidades residual e máxima	50

Figura 46. Relação de Suresh em função das tensões residuais obtidas por difração de raios-X.....	51
Figura 47. Variação da dureza em função das tensões residuais obtidas por difração de raios-X.....	51
Figura 48. Variação do módulo de elasticidade em função das tensões residuais obtidas por difração de raios-X.....	52
Figura 49. Área de contato em funções das tensões residuais obtidas por difração de raios-X.....	53
Figura 50. Gráfico da profundidade de contato em função das tensões residuais	53
Figura 51. Comparação entre duas curvas com diferentes tensões residuais. A amostra A1 possui menor módulo de tensão do que a amostra A4	54
Figura 52. Curva de carga por profundidade de penetração para indentador sem raio e encruamento 0,3	55
Figura 53. Curvas da profundidade máxima de penetração em função da tensão residual	56
Figura 54. Curvas cujo módulo de elasticidade foi variado.....	56
Figura 55. Curvas com variação de mais de uma propriedade mecânica	57
Figura 56. Variação das propriedades para curva de	58
Figura 57. Variação de h_f/h_{max} em função das tensões residuais e do coeficiente de encruamento	58
Figura 58. Variação da superfície da amostra em função do encruamento para uma mesma tensão residual.....	59
Figura 59. Comportamento da superfície da amostra para encruamento 0,1	60
Figura 60. Curvas para diferentes tensões residuais para dois raios de arredondamento da ponta do indentador	62
Figura 61. Constante da equação de carregamento em função da tensão residual	62
Figura 62. Expoente da equação de carregamento em função da tensão residual	63
Figura 63. Efeito do raio de arredondamento do indentador no expoente da curva de carregamento do ensaio.....	63
Figura 64. Variação do expoente da curva de carregamento em função do raio do indentador (39).....	64

Figura 65. Resultados de tensões residuais elásticas com fator de forma (vermelho) sem fator de forma (azul)	65
Figura 66. Cálculo das tensões residuais plásticas.....	65
Figura 67. Tensão residual elástica para resultados numéricos	66
Figura 68. Tensões residuais elásticas sem fator de forma para resultados numéricos	67
Figura 69. Tensões residuais plásticas para resultados numéricos	68
Figura 70. Tensão de Wang para resultados numéricos.....	69
Figura 71. Área real e área obtida por Oliver e Pharr para resultados numéricos (27)	70
Figura 72. Comparação dos parâmetros de ensaio de indentação (carga máxima e profundidade máxima de penetração do indentador).....	70

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Tabela com a composição química nominal do aço AISI D2.....	33
Tabela 2. Tratamentos térmicos do substrato.....	33
Tabela 3. Amostras depositadas com filme de TiN e respectivos parâmetros de deposição.....	36
Tabela 4. Faixas angulares utilizadas para DRX e respectivos parâmetros (passo, tempo em cada ângulo)	37
Tabela 5. Constantes elásticas do TiN, para $E=353$ GPa e $\nu=0,19$	41

LISTA DE SÍMBOLOS

- A : Área de contato
 A_0 : Área de contato do filme sem tensão residual
 A_{\max} : Área máxima de contato entre penetrador e filme;
 E : Módulo de elasticidade;
 P : Carga aplicada pelo indentador;
 P_{\max} : Carga máxima aplicada pelo indentador;
 S : Rigidez de contato;
 S_i^{hkl} : Constantes elásticas;
 U : Energia de deformação;
 a : Parâmetro de rede;
 a_0 : Parâmetro de rede sem tensão;
 c^* : Constante adimensional;
 h : Profundidade de penetração do indentador;
 h_f : Profundidade final ou residual;
 h_{\max} : Profundidade obtida com a força máxima;
 m : Expoente equação de carregamento e descarregamento da nanoindentação;
 p_{av} : Pressão média de contato;
 α : ângulo rasante da difração/ângulo de abertura do indentador;
 ε : Deformações;
 θ : Ângulo de difração;
 λ : Comprimento de onda;
 μ : Coeficiente efetivo linear de absorção
 σ_y : Tensão de escoamento do filme;
 σ_R^y : Tensão de escoamento do filme com tensão residual;
 σ_{res} : Tensão residual;
 τ : Espessura;

ψ : ângulo para difração de raios-X com ângulo rasante;

1. INTRODUÇÃO

O Laboratório de Fenômeno de Superfície (LFS) dedica-se ao estudo de fenômenos resultantes da interação entre superfícies ou do meio com as superfícies. O foco principal do grupo é o estudo da tribologia (estudo do atrito, corrosão e desgaste).

Filmes cerâmicos são geralmente aplicados como revestimentos resistentes ao desgaste e seu uso é baseado na idéia de que não é necessário modificar as propriedades do material para torná-lo resistente ao desgaste; basta modificar as características tribológicas da superfície. No entanto, filmes cerâmicos ficam geralmente sujeitos a altos níveis de tensões residuais, podendo chegar à ordem de 10 GPa devido aos processos de deposição. As tensões residuais estão diretamente correlacionadas ao desgaste do componente revestido. Em geral, quanto maior for a tensão residual de compressão, maior será a resistência ao desgaste do filme (1).

Por muitos anos tem-se discutindo a correlação das tensões residuais com os resultados obtidos em ensaio de indentação instrumentada: (i) como as tensões afetam a curva obtida no ensaio; (ii) como essas afetam a medida das propriedades mecânicas do filme e (iii) como esse efeito pode ser usado para medir as tensões residuais (2). A literatura apresenta trabalhos de análise qualitativa dos resultados de indentação instrumentada e sua correlação com as tensões residuais. Em geral, entre outros aspectos, procura-se determinar a validade, ou região de validade, que levou a proposição de métodos para cálculo de tensão com base nos dados de indentação (3; 4).

O cálculo de tensões residuais por indentação instrumentada vem sendo objeto de estudo do LFS nos últimos anos (5; 6; 7; 8), sendo que até agora não se encontrou uma boa correlação entre os resultados obtidos e os calculados por difração de raios-X.

Este trabalho apresenta um continuidade dessa linha de estudo, para tal, foram analisados resultados experimentais e numéricos, do ensaio de indentação instrumentada e calculadas tensões por métodos de Suresh ou Wang na tentativa de se obter correlação entre as tensões calculadas via ensaio de indentação com as de referência (imposta ou obtida por difração de raios-X).

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 FILMES CERÂMICOS FINOS

Há inúmeros processos para obtenção de filmes finos, sendo o PVD (*physical vapour deposition*) e o CVD (*chemical vapour deposition*) os mais utilizados. A grande diferença entre esses dois processos é que no PVD parte dos átomos que compõem o filme é obtida a partir de uma fonte sólida, enquanto que no CVD esses átomos são obtidos a partir de reagentes químicos (9).

O termo *physical vapour deposition* PVD tem suas origens no livro *Vapour Deposition* de 1966 por C. F. Powell, J. H. Oxley e J. M. Blocher Jr., porém o processo foi inventado bem antesⁱ. Em 1838, M. Faraday descobriu, acidentalmente, o processo observando a deposição de partículas na superfície interna de bulbos de lâmpadas incandescentes oriundas da explosão do filamentoⁱⁱ

O processo PVD pode ser dividido em diferentes tipos de processos; dentre eles o *sputtering*, a evaporação e o arco catódico são formas comuns para vaporizar o material que se deseja depositar. A aplicação desses processos permite a obtenção desde filmes com funções decorativas até filmes para revestimento de componentes usados em alta temperatura. A espessura dos filmes obtidos por PVD pode ser de nanômetros até dezenas de micrometros (10). Para recobrimentos tribológicos, o PVD geralmente é realizado na faixa de temperaturas de 250 a 550 °C (6).

Os processos PVD permitem depositar uma infinidade de metais puros e ligas, bem como uma série de nitretos e outros compostos. A obtenção de filmes compostos é conseguida introduzindo gases como: N_2 , C_2H_2 , O_2 , dentre outros na câmara de deposição. Nestes casos os gases se combinam com o material evaporado do alvo, formando, assim, os filmes compostos. Filmes de *TiN* são geralmente obtidos com um alvo de titânio e um plasma de Argônio e Nitrogênio, sendo que esse tipo de deposição é denominado PVD reativo (6).

No processo de *sputtering*, ou arrancamento, o alvo – corpo do material que irá produzir um dos elementos do filme - é conectado a uma fonte de tensão negativa. O suporte no qual o substrato será colocado, fica de frente para o alvo. Um gás inerte

ⁱ PVD-Coatings (<http://www.pvd-coatings.co.uk/>) Acessado em 25 de Maio de 2009

ⁱⁱ Bodycore Brasimet (<http://www.brasimet.com.br/>) Acessado em 25 de Maio de 2009

(geralmente argônio) é introduzido na câmara para produzir um meio no qual possa haver uma descarga elétrica. Como há fluxo de íons; alguns destes colidem com o alvo fazendo com que alguns átomos sejam arrancados, ocasionando o fenômeno de *sputtering* (9). As colisões com o alvo igualmente resultam no desprendimento de elétrons, que contribuem para manutenção do plasma. Um esquema simplificado pode ser visto na Figura 1.

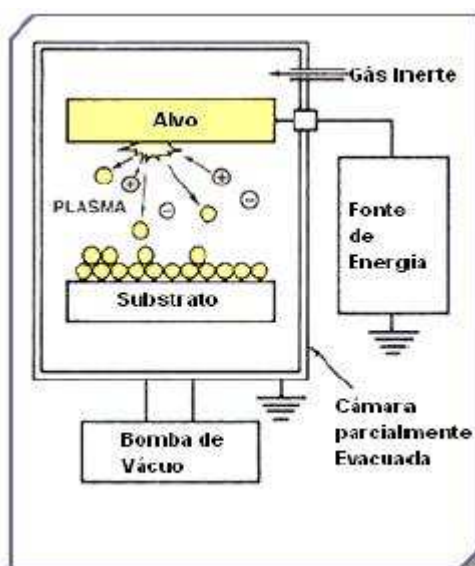


Figura 1. Modelo de um processo *sputtering*ⁱ

Ao longo dos anos, variações do processo *sputtering* foram desenvolvidas para manter os elétrons (e íons) perto do alvo, ou para direcioná-los para o substrato, por meio do uso de campos magnéticos (10). Trata-se dos processos denominados *Magnetron sputtering*, nos quais ímãs são posicionados por detrás do alvo, como pode ser visto na Figura 2ⁱⁱ

O *Magnetron sputtering* balanceado foi desenvolvido para aplicações em microeletrônica, em que o bombardeamento do substrato com partículas energéticas necessitava ser evitado. Nessa técnica, o campo magnético é configurado para manter os elétrons nas proximidades do substrato. Na técnica *Magnetron Sputtering* desbalanceado, muito utilizado para deposição de filmes duros, tem-se a necessidade de se bombardear o substrato com partículas altamente energéticas. Para esse fim, é

ⁱ Thermal Conductive Bonding, Inc (<http://www.tcbonding.com>) Acessado em 25 de Maio de 2009

ⁱⁱ PVD-Coatings (<http://www.pvd-coatings.co.uk/>) Acessado em 25 de Maio de 2009

necessário adaptar o campo magnético e, assim, permitir que o plasma se estenda em direção ao substrato (10). Para tal usa-se arranjo em que o pólo norte é mais forte que o pólo sul. Assim, as linhas de campo magnético se estendem por um espaço maior da câmara a vácuoⁱ. Na Figura 2 pode ser visto, de maneira esquemática, à esquerda o processo balanceado e à direita o processo desbalanceado.

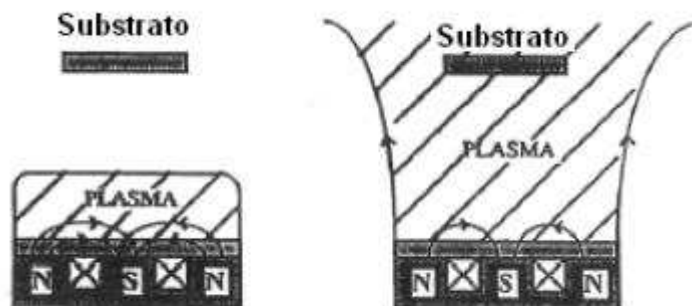


Figura 2. Magnetron Sputtering balanceado e desbalanceado (10)

Muitas vezes, no caso do Magnetron Sputtering desbalanceado, usam-se campos magnéticos de tal forma que os pólos opostos fiquem próximos um dos outros para, assim, se obter outras configurações de campo magnético, como mostrado na Figura 3. Montagens como essa previnem que elétrons escapem da região em torno dos substratos, resultando em uma densidade de corrente mais elevada e, por conseqüência, filmes mais densos, duros e com melhor aderênciaⁱ.

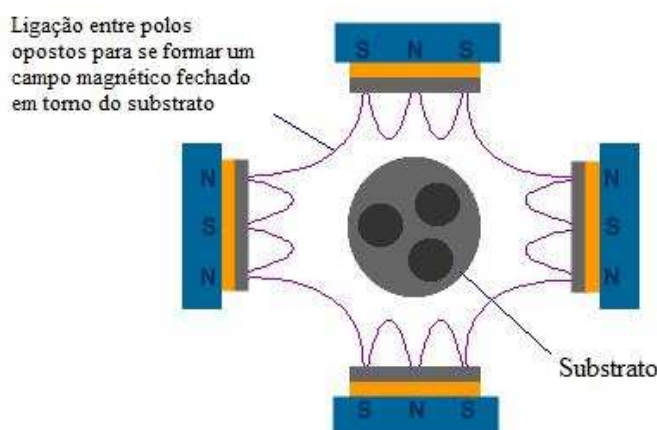


Figura 3. Campo magnético fechadoⁱ

ⁱ PVD-Coatings (<http://www.pvd-coatings.co.uk/>) Acessado em 25 de Maio de 2009

No triodo *magnetron sputtering* uma tela metálica é introduzida na frente do alvo, trazendo uma maior estabilidade na descarga e, conseqüentemente, uma alta taxa de deposição, com átomos de alta energia colidindo com o substrato e, portanto, melhorando a qualidade dos filmes. No *magnetron sputtering* convencional, a menor pressão que mantém a descarga de íons é de 0,60 Pa, enquanto que na configuração do triodo *magnetron sputtering* a mínima pressão é de 0,27 Pa, resultando em filmes mais densos e mais homogêneos devido a maior energia dos átomos que chegam no filme em crescimento (11).

2.1.1 Influência dos Parâmetros de Deposição na Microestrutura dos Filmes

Um bom entendimento das propriedades macroscópicas de um material depende do entendimento da sua microestrutura (12). No caso especial de filmes finos, a relação entre a estrutura e sua propriedade tem uma importância peculiar, dado que estes são depositados em condições distantes das de equilíbrio, implicando em uma quantidade de defeitos na rede cristalina maiores do que em materiais volumétricos, também conhecidos como *bulk materials* (12).

Quando se pretende depositar um filme fino, deve-se fazer a escolha de alguns parâmetros de deposição, que determinam a estrutura do revestimento e, por consequência, influenciam nas propriedades finais dos mesmos. Além do próprio tipo de processo, podem ser variados, dentre outros parâmetros: temperatura, pressão, diferença de potencial aplicada ao substrato – bias, dentre outros (6).

Movchan e Demchishin (13) foram os primeiros a observar que a estrutura morfológica de filmes evaporados de *Ti*, *Ni*, *W*, *ZrO₂* e *Al₂O₃* poderia ser relacionada com a temperatura normalizada, ou reduzida, T_s/T_m (onde T_s é a temperatura do filme durante a deposição e T_m é a temperatura de fusão, ambas em K) (12). O modelo de zonas estruturais desses autores pode ser visto na Figura 4.

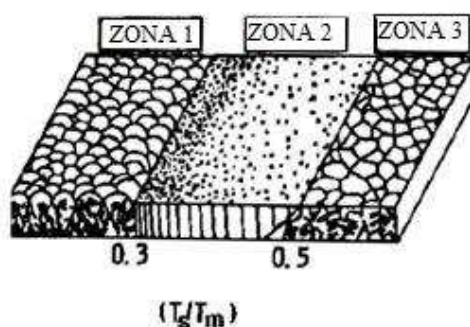


Figura 4. Modelo proposto por Movchan, e Demchishin (12)

O modelo de Thorton (14) é um diagrama simplificado, representado, também, pelo modelo de zonas estruturais (MZE), que relaciona microestrutura do filme com os parâmetros de deposição. Geralmente usa-se esse diagrama (Figura 5) na escolha dos parâmetros de deposição quando a técnica *sputtering* é empregada, focando assim a microestrutura desejada (6). A alteração que o diagrama de Thorton trouxe em relação ao modelo de Movchan e Demchishin foi a zona T, devido ao parâmetro “pressão” no processo *sputtering* (12).

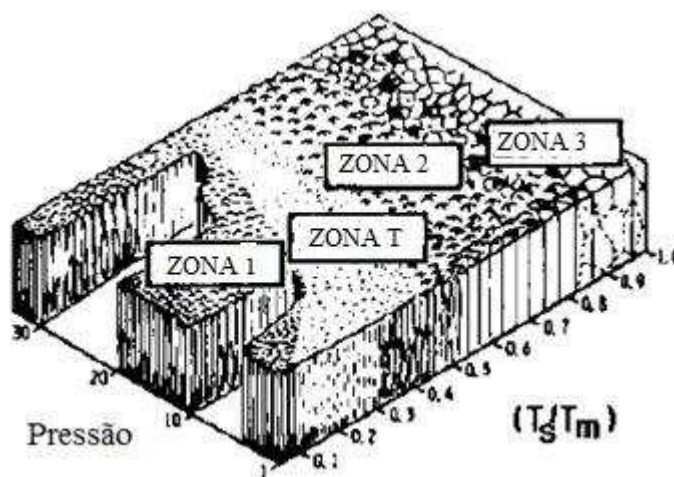


Figura 5. Diagrama de Thorton (14)

Na Figura 5, as zonas estruturais ou MZEs estão divididas da seguinte forma:

Zona I ($T_g / T_m < 0,1$): Caracterizada por uma região de grãos colunares e com uma grande quantidade de vazios entre as colunas. A estrutura é produzida pelo processo de nucleação contínua de grãos durante a deposição, devido à baixa mobilidade atômica (átomos incidentes permanecem no ponto de

impacto) (12). A presença de vazios entre as colunas contribui para que a estrutura possua propriedades mecânicas ruins.

Zona T ou transição ($0,1 < T_s / T_m < 0,5$): Encontra-se entre a zona I e a zona II.

Nesse caso a mobilidade dos átomos é suficiente para formar uma estrutura mais densa (5). Além da estrutura mais densa, os filmes formados na zona T possuem uma estrutura mais lisa dos que as zonas vizinhas (12) e geralmente apresentam boas propriedades mecânicas, elétricas e ópticas.

Zona II ($0,45 \leq T_s / T_m < 0,75$): Nesse intervalo, existe uma considerável mobilidade superficial dos átomos que chegam ao substrato. Logo, o movimento dos contornos de grãos e o processo de recristalização se tornam mais viáveis. O tamanho de grão aumenta com T_s / T_m e sob altas temperaturas o grão pode se estender por toda espessura do filme (12).

Zona III ($0,75 < T_s / T_m \leq 1$): Essa zona, por ser característica de altas temperaturas, é marcada por alta mobilidade superficial e volumétrica dos átomos que chegam ao substrato. Portanto, os grãos resultantes são equiaxiais ou colunares, dependendo dos parâmetros selecionados no processo de deposição (6).

Trabalhando com revestimentos de TiB_2 , BN e SiC , Messier descobriu que a fronteira das zonas 1-T pode variar em função da diferença de potencial (*bias*) aplicada ao substrato, de maneira semelhante ao efeito da pressão do gás. A Figura 6 mostra o diagrama de zonas estruturais proposto por Messier, em que as MZEs variam de acordo com os efeitos térmicos e mobilidade induzida pelo bombardeamento do filme durante seu crescimento. Nesse mesmo diagrama pode ser visto que a interface entre as zonas 1 e T muda de acordo com o aumento do potencial elétrico - aumentando assim a zona T. Foi descoberto, também, que dentro da estrutura colunar das zonas 1-T, a estrutura pode ser tanto poli-cristalina como amorfa (12).

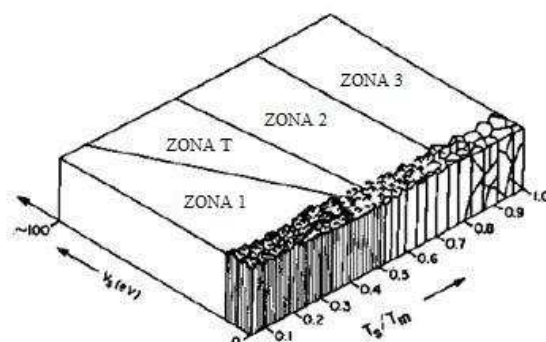


Figura 6. Modelo de MZEs proposto por Messier (12)

2.1.2 Caracterização de Filmes

A Figura 7 ilustra características superficiais de sistemas filme/substrato, incluindo comportamentos determinados pelo meio em que o material está inserido. Na mesma figura, apresenta-se características dos filmes em si e da interface filme/substrato (15).

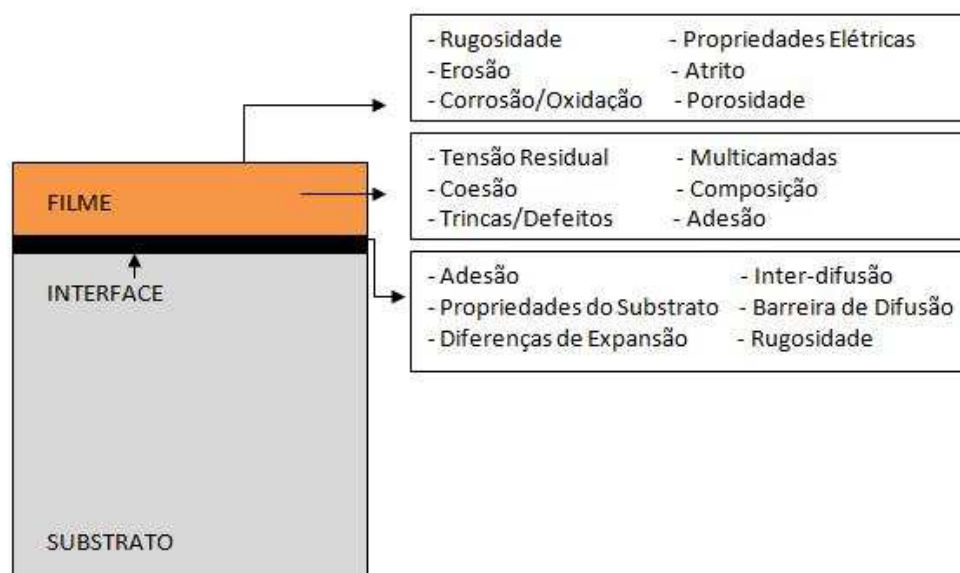


Figura 7. Propriedades de sistemas revestimentos/substratos relevantes para aplicações tecnológicas (15).

Muitas dessas propriedades e estado dos filmes são usadas somente em algumas aplicações peculiares, sendo as mais importantes para caracterização dos filmes: dureza, tensões residuais e adesão. Teoricamente, essas propriedades são

facilmente mensuráveis, mas, na prática, obter valores experimentais úteis é uma tarefa complexa (15).

2.1.2.1 Tensões Residuais

Tensões residuais podem ser definidas como “tensões internas existentes, em um corpo na ausência de qualquer força externa” (16).

Todos os filmes depositados a vácuo possuem tensões residuais. Em geral admite-se que os mesmos estão em um estado de tensões biaxial; já que estão próximos a uma superfície livre e a espessura é geralmente inferior a 10 μ m (17).

A literatura costuma dividir as tensões residuais de acordo com o momento em que elas surgem. Denomina-se como tensões intrínsecas àquelas que surgem durante a deposição do filme e extrínsecas àquelas que surgem após o processo de deposição. As primeiras surgem devido a imperfeições incorporadas na microestrutura do filme durante o crescimento e as outras devem-se principalmente a diferença entre os coeficientes de expansão térmica entre filme e substrato (18).

2.1.2.2 Efeitos dos Parâmetros de Deposição nas Tensões Residuais

2.1.2.2.1 Efeito da Polarização

Nos processos de *sputtering* uma diferença de potencial (*bias voltage*) pode ser aplicada ao substrato. Um aumento nessa voltagem e/ou na intensidade da corrente usada durante o processo de deposição acarreta em um aumento da tensão residual de compressão. Esse aumento é resultado de aumento na energia dos átomos que colidem com o substrato.

Dependendo da energia, as partículas poderão ser implantadas no filme, ainda em crescimento, resultando num aumento do número de defeitos. Isso irá resultar em uma distorção cristalina. Em princípio os níveis de tensão crescerão “proporcionalmente” com o aumento de energia dos íons, entretanto esse aumento chega a um nível de saturação que no caso do TiN depositado via PVD será por volta de -10 GPa (12), como mostrado Figura 8.

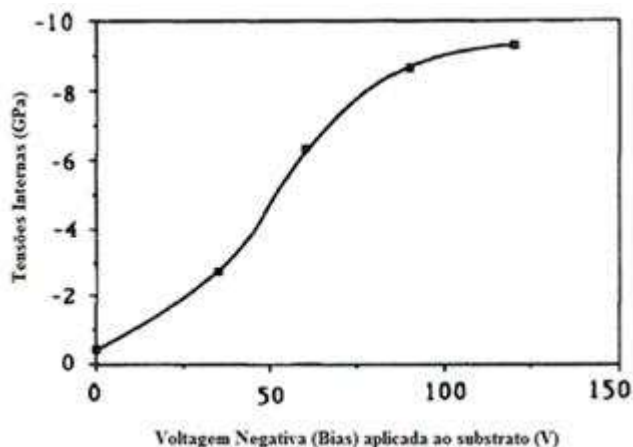


Figura 8. Gráfico da tensão interna em filme de TiN em função do *bias* (12)

2.1.2.2.2 Efeito da Pressão do Gás

Um aumento da energia das partículas que irão bombardear o substrato geralmente acarreta em um aumento das tensões de compressão. Esse comportamento é válido enquanto a pressão crítica está abaixo de um dado valor. Esse valor crítico depende da geométrica da câmara de deposição, gás utilizado, material do alvo, voltagem aplicada no alvo, e corrente usada (12).

Para pressões abaixo de um dado valor, observa-se, uma queda na tensão de compressão com o aumento da pressão de argônio (Ar) (19).

2.1.2.2.3 Efeito da Espessura

A Figura 9 (a) indica a variação das tensões residuais com o aumento da espessura dos filmes. Nota-se, neste caso, que quanto maior a espessura, menor o módulo das tensões (20). Outros autores, como Janssen (2007) encontraram comportamento diferente, embora a natureza dos filmes estudados por esse autor seja diferente (17), como pode ser visto na Figura 9 (b).

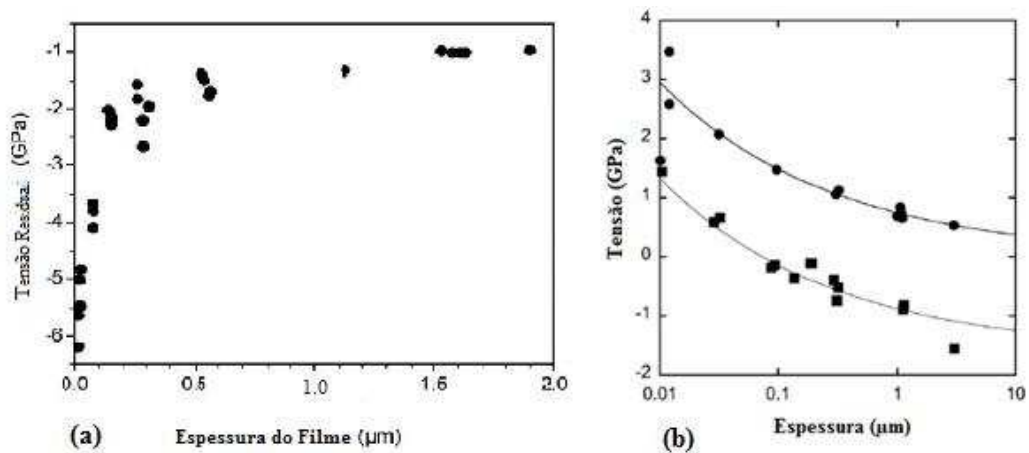


Figura 9. Variação da Tensão com a Espessura em filmes: (a) TiN (20) e (b) Cr (17)

2.1.2.2.4 Efeito da Temperatura

Enquanto a temperatura de crescimento do filme é aumentada, a estrutura vai se tornando mais densa. Em casos em que o bombardeamento com partículas energéticas é utilizado durante o crescimento, à taxa de alívio de tensões causada pelo aumento de temperatura se tornará mais alta do que a geração de tensão causada pelo bombardeamento, o que resultará em um filme livre de tensões de crescimento. No entanto, quanto mais se aumenta a temperatura, maiores serão as tensões térmicas, como é mostrado na Figura 10. Nessa Figura, tanto a tensão de crescimento como a térmica estão com o mesmo sinal, mas há situações em que elas possuem sinais opostos.

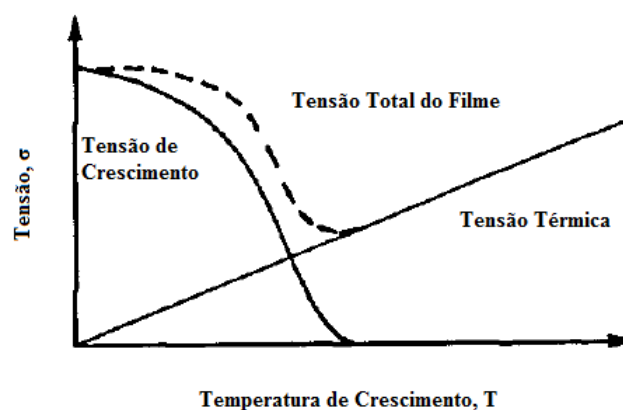


Figura 10. Tensão por temperatura de crescimento (12)

2.2 ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

O ensaio de indentação instrumentada (EII) ou nanoindentação tem despertado contínuo interesse científico nas últimas duas décadas. Essa técnica emprega uma instrumentação de alta resolução para monitorar e controlar continuamente as cargas e os deslocamentos de um penetrador na medida em que este penetra ou se afasta do corpo-de-prova.

Do ensaio de indentação instrumentada obtém-se uma curva de carga por deslocamento, como mostrado na Figura 11. Nessa figura P_{\max} corresponde à máxima carga aplicada, h_{\max} à profundidade obtida com a força máxima, h_f é a profundidade final, que é a profundidade da indentação após o descarregamento e $S = dP/dh$ é a rigidez de contato (21). Os três primeiros parâmetros são obtidos diretamente da curva de indentação, enquanto o último é obtido de forma analítica, como será visto nos itens a seguir.

Esse ensaio, tradicionalmente, permite que se encontre várias propriedades mecânicas como, por exemplo, dureza, módulo de elasticidade, coeficiente de encruamento; mais recentemente tem-se tentado encontrar tensões residuais.

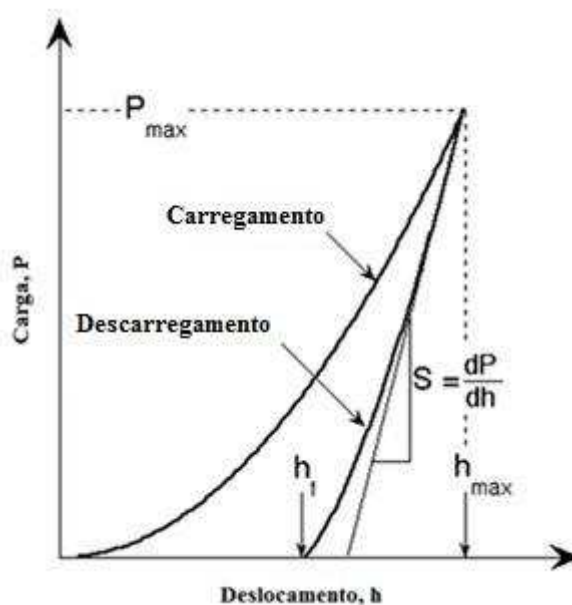


Figura 11. Curva de carga e profundidade de penetração obtidos do ensaio (21)

As curvas de carregamento e descarregamento são aproximadas por funções como indicado nas Equações 1 e 2 respectivamente (21). Nessas P é a carga aplicada, h é a profundidade de penetração do indentador e C , α , B e m são constantes.

$$P = Ch^\alpha \quad (1)$$

$$P = B(h - h_f)^m \quad (2)$$

2.2.1 Método de Oliver e Pharr para extração de propriedades mecânicas a partir do ensaio de indentação instrumentada

A teoria de Oliver e Pharr é geralmente utilizada para análise dos dados da indentação quando são utilizados indentadores *Vickers* (pirâmide de base quadrada) ou *Berkovich* (pirâmide de base triangular) (21).

A Figura 12 mostra uma representação esquemática da seção transversal da indentação em dois momentos da penetração. Durante o carregamento, o penetrador é deslocado produzindo uma deformação elástica e plástica da amostra. Isso faz com que se tenha uma impressão de dureza na região indentada (h_c), também chamada profundidade de contato. A região de contato é igualmente caracterizada pela dimensão a . Na etapa de descarregamento, ocorre a recuperação elástica do material e o deslocamento do mesmo até a profundidade residual, h_f . O deslocamento medido durante o processo de indentação inclui o deslocamento da superfície da amostra ao redor do perímetro de contato (h_s) e inclui, também, o deslocamento na profundidade de contato (h_c) (21).

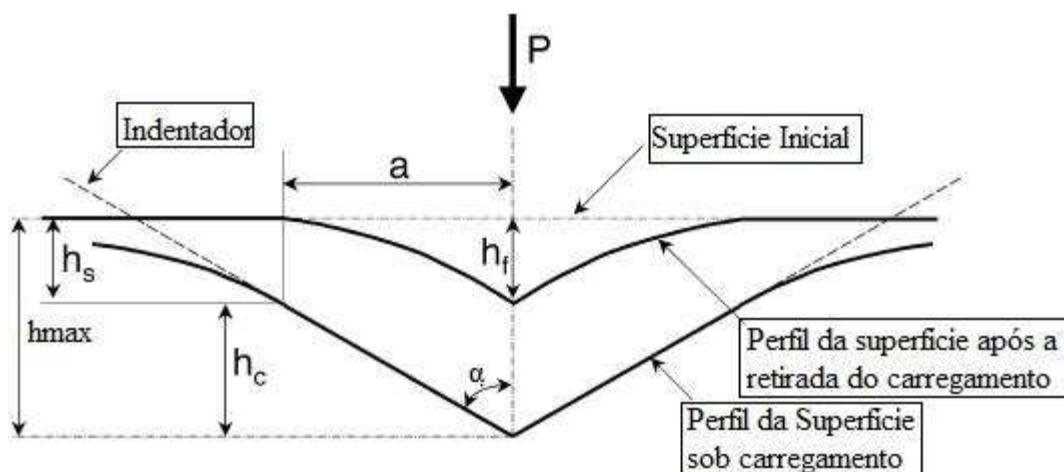


Figura 12. Representação esquemática da seção transversal da impressão de dureza na EII (21)

Considerações iniciais para o desenvolvimento do método de Oliver e Pharr (21):

- Materiais Isotrópicos.
- Materiais não apresentam deformação dependente do tempo.
- Materiais não apresentam o fenômeno *pile-up* ou empilhamento (Figura 13).

Em relação ao último item da lista acima, nota-se que a metodologia é bem descrita quando existe o fenômeno *sink-in* (afundamento). Quando o *pile-up* é significativo, a área de contato é maior e, desse modo, subestima-se a dureza e o módulo de elasticidade que são calculados a partir da área. Dessa forma, a teoria de Oliver e Pharr se mostra adequada para maioria dos materiais cerâmicos, metais com elevada dureza, dentre outros (6).



Figura 13. Fenômeno de *sink-in* e *pile-up* (21)

Uma forma proposta por Giannakopoulos e Suresh para indentificação do fenômeno de *pile-up* ou *sink-in*, é através da razão h_f/h_{max} . O fenômeno de *pile-up* ocorre quando $0,875 < h_f/h_{max} \leq 1$. Já o fenômeno de *sink-in* ocorre quando $0 \leq h_f/h_{max} < 0,875$. Quando $h_f/h_{max} = 0,875$, não ocorre nem *pile-up* nem *sink-in* e assim a área real de contato passa a ser a mesma do que a área aparente de contato e é calculada pela Equação 12 (22). Porém o fenômeno de *pile-up* foi encontrado para aço AISI 52100 temperado e revenido com a razão de $h_f/h_{max} = 0,8$ (23). Pharr recomenda não calcular área de contato quando $h_f/h_{max} > 0,7$, abaixo desse valor o *pile-up* é mínimo dependendo do encruamento (24).

A seguir será feita uma descrição passo a passo para implementação do método de Oliver e Pharr (21).

Obter a curva carga por profundidade de penetração;

Interpolar a parte superior da curva de descarregamento (entre 25-50% da parte superior) pela Equação 2. Por meio dessa equação, calcular a rigidez de contato (S) conforme mostra a Equação 3 que é a derivada de P em relação a h .

$$S = \frac{dP}{dh} = mB(h - h_f)^{m-1} \quad (3)$$

Calcular a profundidade de contato h_c através das Equações 4 e 5 (Figura 12).

$$h_c = h - h_s \quad (4)$$

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (5)$$

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

$\varepsilon = 0,7268$ para penetradores cônicos

$\varepsilon = 0,75$ para qualquer parabolóide de revolução

$\varepsilon = 1,00$ para penetradores de base circular (6)

Realizar várias indentações desde a mínima até a máxima carga para o equipamento.

Para as maiores indentações, calcular a área de contato através da função de forma de um indentador perfeito, dada pela Equação 6.

$$A(h_c) = 24,5h_c^2 \quad (6)$$

Com base nessas áreas de contato construir um gráfico de $C \times A^{-\frac{1}{2}}$, sendo C a deflexão elástica definida nas Equações 7 e 8, onde C_f é a flexibilidade (*compliance*) do equipamento e C_s a flexibilidade (*compliance*) da amostra e E_r o módulo de elasticidade reduzido, dado pela Equação 9.

$$C = C_s + C_f \quad (7)$$

$$C = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_r} \frac{1}{\sqrt{A}} \quad (8)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_{in}^2)}{E_{in}} \quad (9)$$

O índice *in* refere-se a propriedades do indentador.

Com o procedimento anterior podemos obter uma primeira estimativa de C_f e E_r . Com esses valores podemos calcular a área para todas as demais indentações através da Equação 10.

$$A = \frac{\pi}{4.E_r^2} \frac{1}{(C - C_f)^2} \quad (10)$$

De posse desses dados, uma estimativa inicial da função de área pode ser feita pela interpolação dos dados através da relação dada pela Equação 11

$$A(h_c) = 24,5.h_c^2 + C_{1h}h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (11)$$

Com essa nova função de área, itera-se os passos de 7 em diante até se conseguir convergência de valores (21).

2.3 CÁLCULO DE TENSÕES RESIDUAIS EM FILMES A PARTIR DO ENSAIO DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Desde 1932 já se vem estudando os efeitos que as tensões residuais acarretam nos ensaios de dureza convencionais (não instrumentados) como o Rockwell e Vickers (25). Estudos mostraram que as tensões de tração diminuem a dureza enquanto as tensões de compressão aumentam-na, sendo que no primeiro caso esse efeito é mais visível (2). Esse fato incentivou vários estudos para tentar encontrar o mesmo efeito utilizando-se o ensaio de indentação instrumentada (26).

Autores como Tsui et al. (2) encontraram esse comportamento ao calcular a área de contato (e propriedades mecânicas com essa área) a partir dos dados do ensaio de indentação instrumentada. Porém, quando os autores mediram a área de contato via recursos ópticos (Figura 14) concluíram que não há relação entre as tensões residuais e a área de contato. Outra conclusão importante, a respeito da área medida via recursos ópticos, e que a mesma está de acordo com a medida via dados obtidos da nanoindentação apenas na tensão residual máxima de tração. Portanto, ao calcular as propriedades com a área real (encontrada via recursos ópticos) não foram encontrados mais efeitos das tensões na dureza e módulo de elasticidade do material.

Os autores mostraram duas impressões do ensaio (Figura 15) como forma de explicar o efeito das tensões no ensaio de indentação. Nota-se que em ambas as impressões houve formação do *pile-up*, porém na amostra com tensão compressiva (Figura 15-a) o *pile-up* se estende por uma região maior.

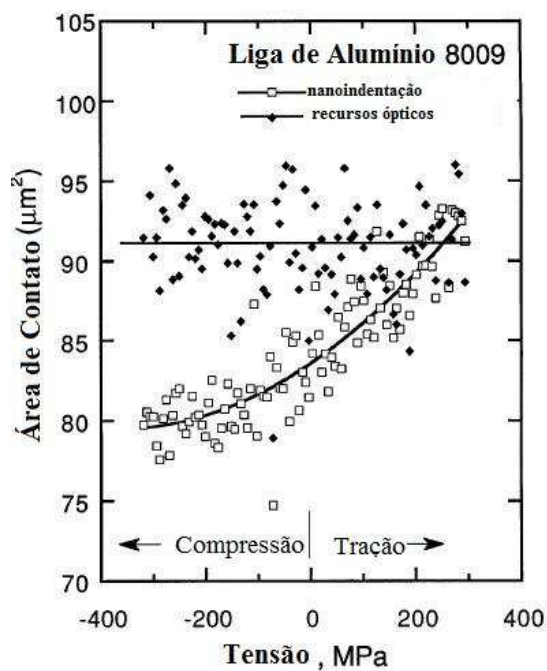


Figura 14. Gráfico da área de contato em função das tensões residuais (2)

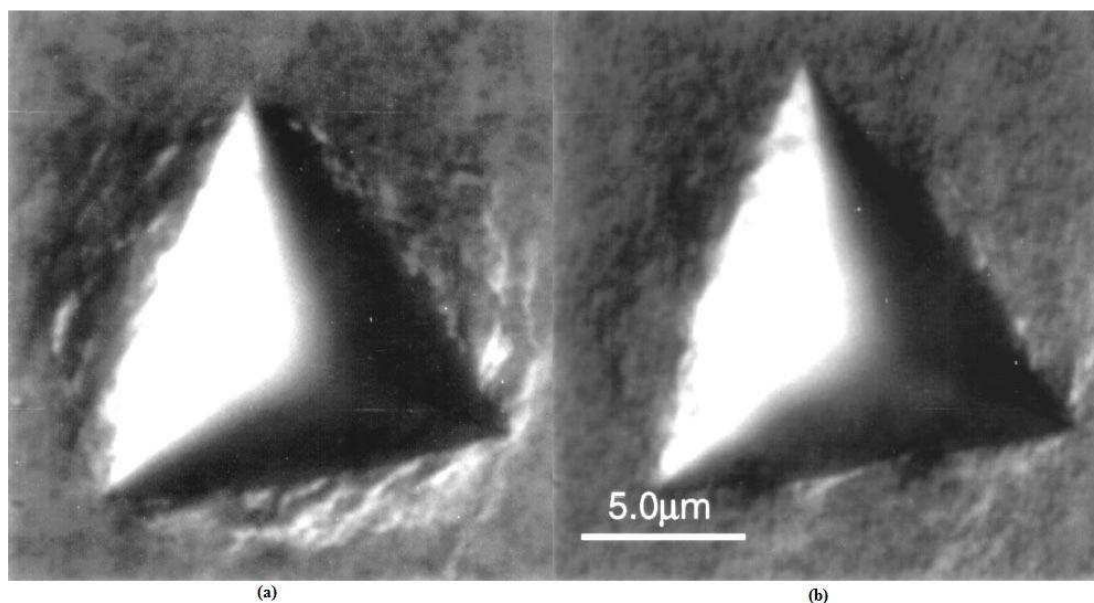


Figura 15. Micrografia óptica de impressões do ensaio de indentação para tensões uniaxiais de: (a) -290 MPa (compressão) e (b) +251 MPa (tração) (2)

Embora Tsui et al. terem mostrado que, de fato, não há influências da tensão na dureza verdadeira do material (Figura 16), a “dureza aparente” pode ser útil para caracterização das tensões e até viabilizar o cálculo delas via indentação.

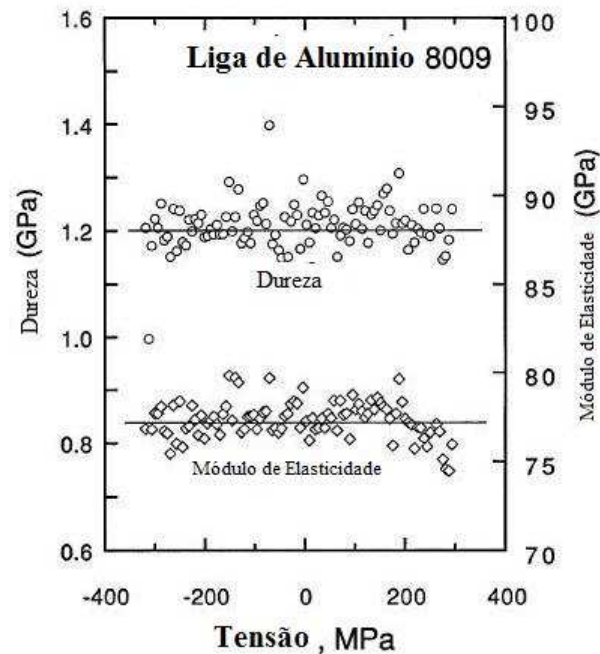


Figura 16. Dureza e módulo de elasticidade calculados com a área real (2)

Para tentar explicar essa “sub-estimação” da área de contato para as tensões compressivas, Bolshakov et al. (27) realizaram um estudo via o método elementos finitos (MEF). Foi escolhida a liga de alumínio 8009, a mesma usada por Tsui et al. (2), cujo módulo de elasticidade é baixo (aproximadamente 70 GPa). Encontrou-se que quanto maior forem as tensões residuais de compressão, maior o *pile-up*, como indicado na Figura 17. A Figura 18 indica os efeitos da mudança de tensões residuais nos resultados obtidos nas simulações via MEF (27). A forma de análise dos dados obtidos via indentação instrumentada ignora a existência de *pile-up* causando essa redução na área de contato calculada (já que ignora-se o material em contato acima da superfície da amostra), levando a resultados como o indicado na Figura 14.

Note-se que, de fato, como proposto por Tsui et al. ocorrem mudanças na geometria do *pile-up* devido à mudança de tensões. Essas mudanças levam a uma mudança no comportamento das curvas obtidas no ensaio (Figura 18). Esse resultado levou Suresh e Giannakopoulos (3; 22) sugerirem um método de cálculo de tensões residuais baseado nessa mudança de comportamento dos dados obtidos do ensaio de indentação instrumentada devido à presença de tensões (2; 26; 27; 28). Wang (4) baseou-se nessa mesma mudança de comportamento para calcular tensões residuais a partir de um método envolvendo cálculo da energia da deformação da indentação.

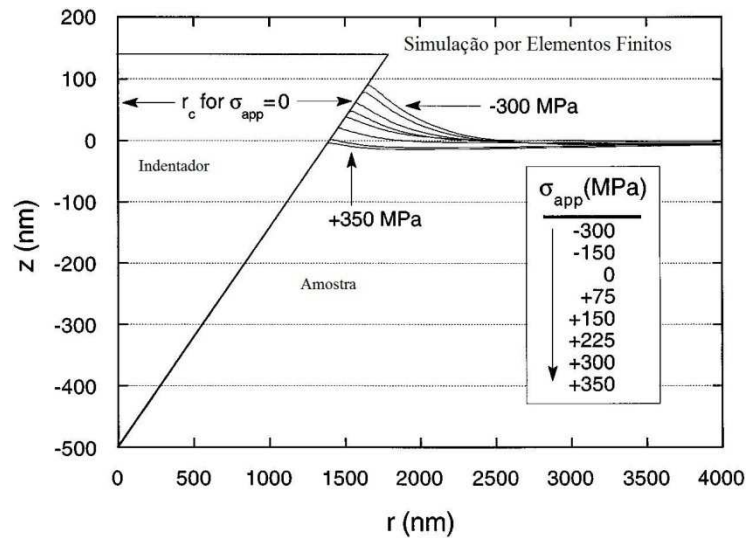


Figura 17. Efeito das tensões na geométrica do *pile-up* ao redor do indentedor durante o ensaio (27)

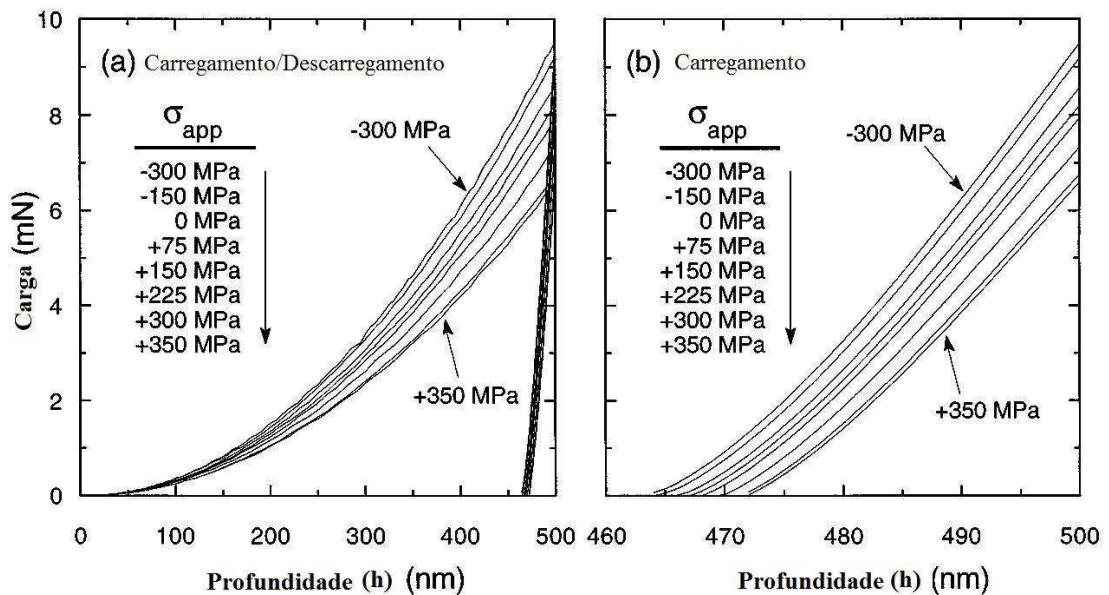


Figura 18. Efeito da variação de tensões residuais na curva obtida do ensaio de indentação instrumentada: (a) curvas completas, (b) parte do descarregamento das curvas (27)

Swadner et. al (28) também se basearam nos efeitos das tensões residuais no ensaio de indentação instrumentada para sugerirem um método de cálculo de tensões em materiais volumétricos com o uso de indentadores esféricos. Os autores alegaram que há uma maior sensibilidade a variação de tensões residuais do indentedor esférico comparado com os Vickers e Berkovich - *Sharp pyramidal indenters*. Nesse método de cálculo são adotadas duas vias: uma necessita do cálculo da tensão de

escoamento e outra precisa de uma amostra livre de tensões (28). Lepienski et al. aplicaram esse método em filmes e encontraram dificuldades com a obtenção da amostra livre de tensões, influência do substrato nas deformações dos filmes e elevada rugosidade superficial (26).

2.3.1 Método de Suresh

2.3.1.1 Premissas e aproximações

Considera-se uma indentação (indentador elástico) quase estática, sem atrito em um material isotrópico, homogêneo e elasto-plástico. O material a ser ensaiado pode sofrer encruamento. Assume-se que o material já tem um histórico de fabricação que acarrete na indução de tensões residuais (tratamento térmico, deposição de filmes, *shot peening*, dentre outros).

O estado de tensões é considerado equi-biaxial (trativas ou compressivas) cuja magnitude na superfície equivale a $\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ uniforme até uma profundidade d^R (Figura 19). Esse valor deve ser ao menos três e preferencialmente sete vezes o raio de arredondamento do indentador (a), como indicado na Figura 20.

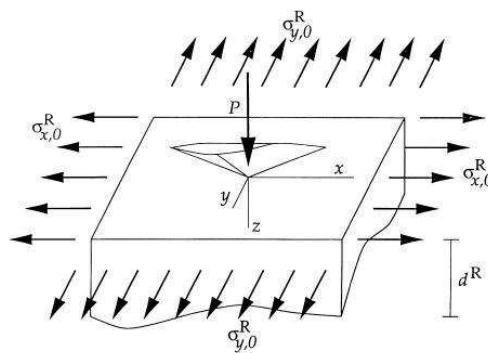


Figura 19. Modelo do ensaio de indentação em um filme sujeito a tensões residuais até uma profundidade d^R

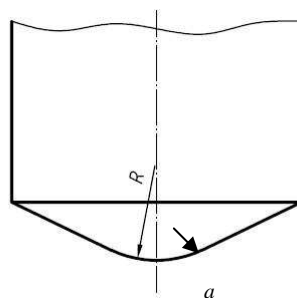


Figura 20. Indetador com arredondamento na ponta de raio a

2.3.1.2 Análise das tensões residuais

As tensões residuais podem ser elásticas ou plásticas. Se as tensões estiverem abaixo da tensão de escoamento do material, ou seja, sem deformações plásticas pré-existent, elas serão ditas elásticas. Quando as tensões residuais passarem do limite de escoamento do material, ou seja, as deformações plásticas pré-existent do material forem significativas, elas serão ditas plásticas.

Para cálculo das deformações residuais elásticas aplica-se a lei de Hooke para um estado plano de tensões, resultando na Equação 12.

$$\varepsilon_{x,0}^R = \varepsilon_{y,0}^R = \frac{\sigma_{x,0}^R}{E} (1 - \nu) = \frac{\sigma_{y,0}^R}{E} (1 - \nu) \quad (12)$$

Para o caso em que as deformações residuais plásticas forem significativas, a tensão de escoamento muda para σ_y^R devido à influência das deformações pré-existent (ε_0^{pl}), como mostrado na Figura 21. Sabendo-se que a deformação na superfície é equi-biaxial, com $\varepsilon_{x,0}^{pl} = \varepsilon_{y,0}^{pl}$ e pela conservação do volume (considera-se que as deformações são plásticas) é possível mostrar que $\varepsilon_{z,0}^{pl} = -2 \cdot \varepsilon_{x,0}^{pl} = -2 \cdot \varepsilon_{y,0}^{pl}$. Assim, para o cálculo das deformações plásticas equivalentes, é usada a equação de Von-Mises como mostrado na Equação 13.

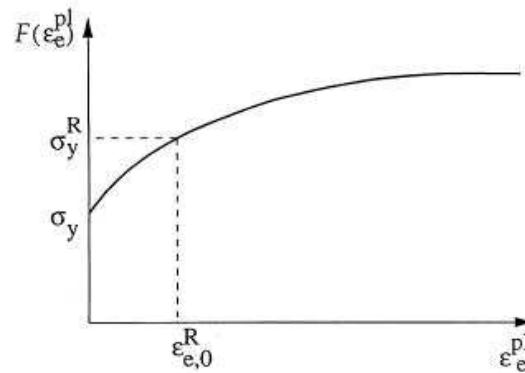


Figura 21. Influência das deformações plásticas na tensão de escoamento

$$\begin{aligned}\varepsilon_{e,0}^{pl} &= \frac{\sqrt{2}}{3} \sqrt{(\varepsilon_{x,0}^{pl} - \varepsilon_{y,0}^{pl})^2 + (\varepsilon_{z,0}^{pl} - \varepsilon_{y,0}^{pl})^2 + (\varepsilon_{x,0}^{pl} - \varepsilon_{z,0}^{pl})^2} = 2 \cdot |\varepsilon_{x,0}^{pl}| \\ &= 2 \cdot |\varepsilon_{y,0}^{pl}|\end{aligned}\quad (13)$$

As tensões plásticas podem ser calculadas a partir da equação de Von-Mises.

$$\sigma_{e,0}^{pl} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_{x,0}^R - \sigma_{y,0}^R)^2 + (\sigma_{z,0}^R - \sigma_{y,0}^R)^2 + (\sigma_{x,0}^R - \sigma_{z,0}^R)^2} = \sigma_{x,0}^R \quad (14)$$

A partir dos resultados das Equações 13 e 14, a tensão para um corpo com deformações plásticas pré-existentes pode ser calculada como função da deformação plástica, de uma constante de proporcionalidade e do coeficiente de encruamento (n) do material, como mostrado na Equação 15.

$$\sigma_{e,0}^{pl} = \sigma_y^R = C \cdot (\varepsilon_{e,0}^{pl})^n \quad (15)$$

2.3.1.3 Tensões Residuais Elásticas

Faz-se a hipótese de que a presença de tensões residuais elásticas não afeta a pressão média de contato p_{ave} (equivalente à dureza). Considera-se um corpo sem tensões residuais ensaiado com uma carga P_0 , resultando em uma área de contato A_0 . Já em um corpo com tensões residuais elásticas faz-se o ensaio com uma carga P , resultado em uma área de contato A . A igualdade mostrada na Equação 16 é válida

devido a hipótese anterior de invariância da dureza devido à variação de tensões residuais.

$$p_{ave} = \frac{P}{A} = \frac{P_0}{A_0} \quad (16)$$

I Tensões Residuais Elásticas Trativas

Dado um material sujeito a um estado equi-biaxial de tensões residuais de tração, $\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R$ o mesmo é equivalente a um estado hidrostático de tensões ($\sigma_{x,0}^R = \sigma_{y,0}^R = \sigma_{z,0}^R = \sigma_H$) mais uma componente de compressão na mesma direção da carga aplicada ($-\sigma_{z,0}^R = -\sigma_H$). Essa última é também denominada de força diferencial, quando multiplicada pela área de contato, como se pode observar na Figura 22.

É possível notar que essa força age na mesma direção do carregamento, assim pode-se concluir que, para uma mesma carga aplicada, ensaios em corpos com tensões residuais de tração resultariam numa área de contato maior que um material virgem (sem tensões). Já para atingir uma mesma profundidade de penetração seria necessária uma carga aplicada menor.

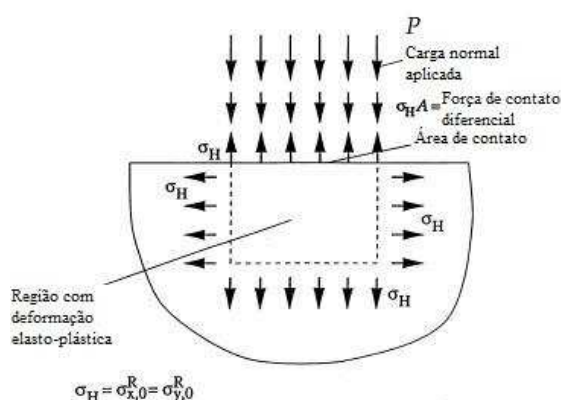


Figura 22. Esquema de um ensaio de indentação em um corpo sujeito a tensões residuais de tração

Busca-se encontrar os efeitos das tensões residuais na área de contato e profundidade de penetração do indentador. Supondo o histórico mostrado na Figura

23, em que pode-se notar o carregamento de um corpo sujeito a tensões trativas e de um corpo sem tensões.

Inicialmente, o corpo com tensões residuais de tração é carregado até uma carga P_1 e profundidade de penetração h_1 (ponto X). Mantendo a mesma profundidade de penetração e supondo que haja um relaxamento das tensões até zero, para que a pressão de contato média permaneça constante a deformação plástica abaixo do substrato não pode se alterar. Com isso o alívio das tensões deve ser hidrostático. Surgem componentes $-\sigma_{x,0}^R = -\sigma_{y,0}^R = -\sigma_{z,0}^R = -\sigma_H$ mais uma componente de tração na mesma direção da carga aplicada $\sigma_{z,0}^R = \sigma_H$. Com isso há um deslocamento da indentação do ponto X para Y (Figura 23).

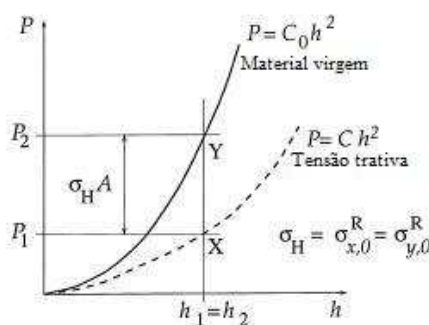


Figura 23. Histórico de indentação durante alívio de tensões residuais em um corpo com tensões de tração e outro sem tensões

Assim, pode-se afirmar que $P_2 = P_1 + \sigma_H A_1 = P_1 + \sigma_{x,0}^R A_1 = P_1 + \sigma_{y,0}^R A_1$, sendo A_1 a área de contato a uma profundidade h_1 . Dividindo a expressão por P_1 , chega-se na Equação 17, válida para materiais ensaiados em uma mesma profundidade de penetração.

$$\frac{A}{A_0} = \left\{ 1 + \frac{\sigma_{x,0}^R}{p_{ave}} \right\}^{-1} \quad (17)$$

Agora, considera-se um novo histórico de indentação em que, novamente, o corpo com tensões trativas é ensaiado até uma carga P_1 e uma profundidade de penetração h_1 (ponto X). Como é mostrado na Figura 24, o estado de indentação deve ir de X para Z. Para tal, se decresce P_1 até uma carga P_2 a uma mesma profundidade

(ponto Y). O próximo passo é a mudança da profundidade de penetração de h_1 para h_2 , movendo o estado de penetração de Y para Z. A partir da equação $P_2 = P_1 + \sigma_H A_1$, é possível obter a Equação 18, em que a razão entre a profundidade de penetração é equivalente a razão entre as áreas aparentes.

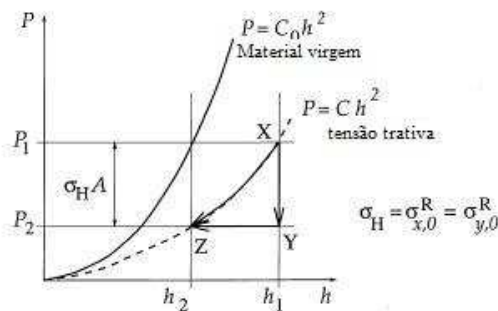


Figura 24. Histórico de indentação para um mesmo corpo com e sem tensões residuais de tração

$$\frac{A_{aparente}}{A_{0,aparente}} \approx \frac{h^2}{h_0^2} = \left\{ 1 - \frac{\sigma_{x,0}^R}{p_{ave}} \right\}^{-1} \quad (18)$$

II Tensões Residuais Elásticas Compressivas

Para o cálculo de tensões residuais compressivas é realizada uma rota alternativa, pois se o mesmo raciocínio fosse aplicado surgiria uma força fictícia contrária a carga aplicada, podendo acarretar perda de contato entre indentador e corpo de prova. A Figura 25 indica o modelo de ensaio adotado para as tensões de compressão.

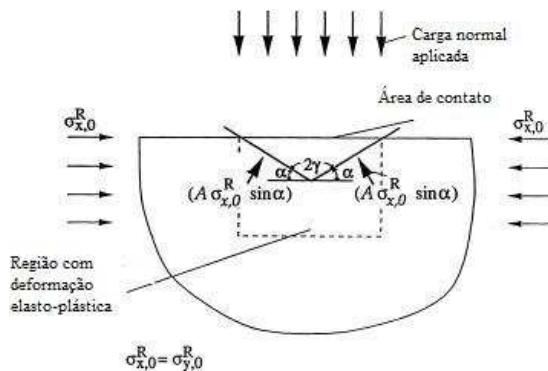


Figura 25. Esquema do ensaio de indentação em um corpo sujeito a tensões residuais de compressão

A componente da tensão residual que facilita o contato entre o indentador e superfície é a componente normal à face do indentador ($\sigma_{x,0}^R \cdot \text{sen}(\alpha) = \sigma_{y,0}^R \cdot \text{sen}(\alpha)$). O $\text{sen}(\alpha)$ é o fator de forma e para indentador do tipo Vickers $\alpha = 22^\circ$. Com isso, parte da carga aplicada com magnitude de $\sigma_{x,0}^R \cdot \text{sen}(\alpha) \cdot A$ é gasta para criar a tensão hidrostática que não contribui para mudança na dureza. Assim para uma mesma carga aplicada espera-se que a “carga efetiva” seja menor, acarretando em uma dificuldade de penetração do indentador em materiais com tensões de compressão.

A Figura 26 indica duas curvas de carregamento, uma para um material sem tensões e a outra para um material com tensões de compressão. Agora, assumindo o histórico de indentação indicado na mesma figura, aplica-se uma carga P_1 até uma profundidade h_1 (ponto X); em seguida, mantendo a profundidade de penetração e supondo um alívio de tensões, a carga decresce para P_2 , ou seja, ponto Y.

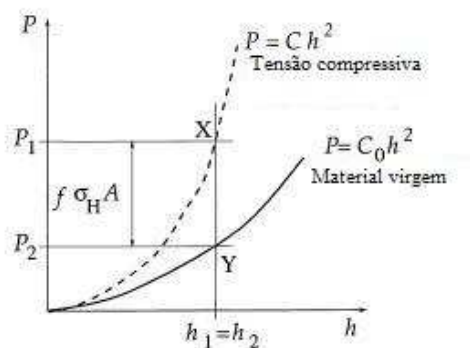


Figura 26. Histórico de indentação para um mesmo corpo, com e sem tensões residuais de compressão

De maneira similar às tensões trativas pode-se mostrar que para uma mesma profundidade de penetração, é possível calcular as tensões residuais pela Equação 19. Nessa equação α é o ângulo formado entre o indentador e o plano horizontal, que no caso de indentadores Vickers equivale a 22° .

$$\frac{A}{A_0} = \left\{ 1 - \frac{\text{sen}(\alpha) \cdot \sigma_{x,0}^R}{p_{ave}} \right\}^{-1} \quad (19)$$

Para um novo histórico de tensões como o indicado na Figura 27 e para uma mesma carga, aplica-se a Equação 29.

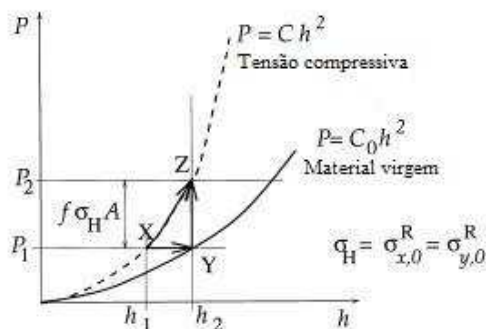


Figura 27. Histórico de indentação para um mesmo corpo com e sem tensões residuais de tração

Ao mudar a profundidade de penetração (alívio das tensões) há um deslocamento no gráfico de X para Y. Quando se desloca de Y para Z há uma adição da carga diferencial $\sigma_H \cdot \text{sen}(\alpha) \cdot A$, chegando-se assim na Equação 20.

$$\frac{A_{\text{aparente}}}{A_{0,\text{aparente}}} = \frac{h^2}{h_0^2} = \left\{ 1 + \frac{\text{sen}(\alpha) \cdot \sigma_{x,0}^R}{p_{\text{ave}}} \right\}^{-1} \quad (20)$$

Atar (29) sugeriu mudar o fator geométrico para $f=1$ (para indentadores Vickers e filmes cerâmicos sob tensão de compressão). Assim, usando a Equação 21, os autores (29) indicam que foi possível diminuir a discrepância entre os valores obtidos por indentação instrumentada e DRX.

$$\frac{A}{A_0} = \left\{ 1 + \left(\frac{\sigma_{\text{res}}}{p_{\text{ave}}} \right) \right\}^{-1} \quad (21)$$

A justificativa para essa mudança é que Suresh (3) afirma que a indentação de um filme com tensões residuais de compressão resulta em uma força normal na superfície da face do indentador com módulo de $A \cdot \sigma_{\text{res}} \cdot \text{sen}(\alpha)$. Já Atar (29) afirma que essa força atua na mesma direção da força de carregamento do indentador, porém em sentido contrário. A Figura 28 indica um esquema da

indentação instrumentada em filmes com tensões residuais de compressão, onde pode ser vista a alteração proposta por Atar em relação ao método de Suresh.

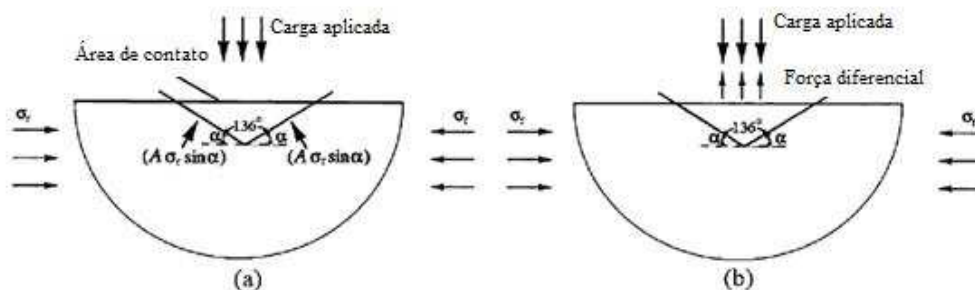


Figura 28. Esquema de uma indentação de filmes com tensões residuais de compressão: a) esquema proposto por Suresh (3) b) esquema proposto por Atar

III Tensões residuais plásticas

Se um material elasto-plástico, volumétrico (*bulk*) ou filme depositado sobre um substrato, contém uma deformação residual plástica pré-existente devido à seu histórico de fabricação, em alguns casos a magnitude das tensões pode ser calculada. São consideradas duas situações para esse cálculo. A primeira seria de um material volumétrico ou filme cujas propriedades elasto-plásticas são conhecidas a priori, ou seja, já se conhece a curva tensão-deformação. A segunda rota seria para materiais cujas propriedades mecânicas não são conhecidas.

Considerando a primeira rota modificada, é possível obter a área de contato e o módulo de elasticidade utilizando do método proposto por Oliver e Pharr (21). Trabalhos anteriores indicam que esse método é mais efetivo que o de Suresh (7).

O módulo de elasticidade reduzido pode ser calculado como uma composição das constantes elásticas do material ensaiado (E, ν) e do indentedor (E_{in}, ν_{in}), como indicado na Equação 8.

Como pode-se notar na Equação 22 a área de contato pode ser calculada em função do módulo de elasticidade reduzido, rigidez de contato S e da constante adimensional dependente somente da forma do indentedor C_u que para o tipo Vickers equivale a 1,142.

$$A = \left\{ S \cdot \frac{1}{C_u \cdot E_r} \right\} \quad (22)$$

Para uma mesma profundidade de penetração h_{max} a razão entre a área de contato de um filme com e sem tensões residuais é dada pela Equação 23.

$$\frac{A}{A_0} = \left\{ \frac{dP}{dh} \right\}^2 \left\{ \frac{dP_0}{dh_0} \right\}^{-2} \quad (23)$$

Para uma mesma carga aplicada, a razão entre as áreas equivale a 1, como indicado pela Equação 24, em que a rigidez de contato em um filme com tensões residuais equivale a rigidez em um filme sem tensões residuais.

$$\frac{dP}{dh} = \frac{dP_0}{dh_0} \quad (24)$$

A partir da área de contato e módulo de elasticidade, pode-se calcular as propriedades mecânicas como, σ_y , tensão de escoamento de um filme sem tensões residuais, σ_y^R , tensão de escoamento de filmes com tensões residuais e σ_u , que é a tensão de escoamento com uma deformação aplicada de 29 %. Essas grandezas podem ser calculadas através de um roteiro indicado no Apêndice C do artigo (3).

2.3.2 Método de Wang

Mais recentemente surgiram novos métodos para se tentar calcular tensão residual, dentre eles, o método de Wang (4). O método sugerido pelo autor é usado para um indentador cônico, com carga e profundidade relacionadas pela lei de Kick:

$$\begin{cases} P = c_e (h - h_f)^2 \\ P = c_p h^2 \end{cases} \quad (25)$$

A primeira equação é para carregamentos elasto-plásticos e a segunda equação descarregamento elásticos, sendo que C_e e C_p são relacionados com as propriedades do material e da geometria do indentador.

Para amostras sem e com tensões residuais, foi elaborado o gráfico da **Figura 29**.

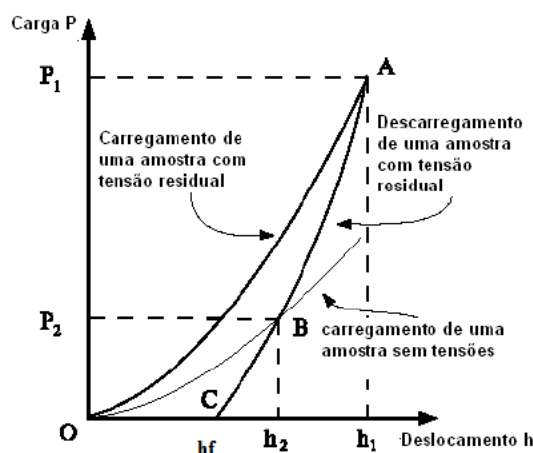


Figura 29. Gráfico de nanoindentações em amostras com e sem tensões residuais (4)

Para a curva com tensões (OAC) a diferença entre as áreas abaixo da curva de carregamento e abaixo da curva de descarregamento representa o trabalho do indentador (deformação plástica) mais a energia da contribuição elástica para tensão residual, como mostrado na Equação 26.

$$U_{OAC} = \int_0^{h_{max}} C_p h^2 dh - \int_{h_r}^{h_{max}} C_e (h - h_r)^2 dh = \frac{P_{max} h_f}{3} \quad (26)$$

Como pode ser visto na Figura 29, quando a amostra não tem tensões residuais, haverá um cruzamento entre as curvas no ponto B. A área entre as curvas AO, AB, e OB representa a contribuição de energia elástica da tensão residual, que pode ser calculada como pela Equação 27.

$$U_{OAB} = U_{OAC} - U_{OBC} = \frac{P_1 - P_2}{3} h_f \quad (27)$$

A contribuição de energia da tensão residual pode ser aproximadamente calculada da impressão da nanoindentação para uma tensão residual equi-biaxial, como mostrado na Figura 30.

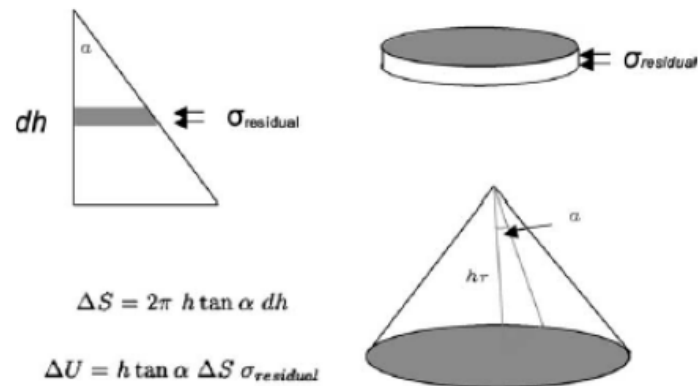


Figura 30. Impressão da nanoindentação após o descarregamento completo (4)

$$U_{OAB} = \int_0^{h_f} 2\pi h^2 \operatorname{tg}^2(\alpha) \sigma_{res} dh = 2\pi h_f^3 \operatorname{tg}^2(\alpha) \sigma_{res} \quad (28)$$

Igualando as Equações 27 e 28, chega-se em uma relação para tensão residual.

$$\sigma_{res} = \frac{P_1 - P_2}{2\pi h^2 \operatorname{tg}^2(\alpha)} \quad (29)$$

A aplicação do método de Wang implica na necessidade de se ter uma amostra com tensões residuais nula. A curva de indentação dessa amostra pode ser obtida por MEF (Método dos Elementos Finitos), ou através de uma amostra com baixas tensões ou tensões residuais nulas.

3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 PREPARAÇÃO DO SUBSTRATO

O substrato escolhido foi aço AISI D2. A composição nominal do aço usado pode ser vista na Tabela 1.

Tabela 1. Tabela com a composição química nominal do aço AISI D2

Aço	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	V
D2	1,590	0,340	0,290	0,02	0,006	11,200	0,560	0,940

3.1.1 Tratamento Térmico

Um fator limitante do uso de filmes finos é a baixa espessura destes, que pode levar o substrato a suportar grande parte das cargas aplicadas em uma dada aplicação. Se o substrato não tem resistência suficiente para suportar determinada carga, o sistema filme-substrato sofre deformações plásticas e, por consequência, pode falhar antes do esperado. Fazer um tratamento para endurecer o substrato, torna-se, portanto, recomendável. (30).

Tratamentos térmicos do substrato são usualmente utilizados, pois além de levar a um endurecimento do mesmo, pode acarretar em uma microestrutura com boa aderência do filme (para determinadas microestruturas não há uma boa adesão).

Para o tratamento térmico dos substratos usados neste trabalho realizou-se a têmpera (1080 °C durante 30 minutos com resfriamento em óleo) e o duplo revenimento (540 °C durante duas horas com resfriamento em ar). A Tabela 2 indica o ciclo térmico utilizado. Tomou-se cuidado com a temperatura de revenimento, pois a deposição é feita a 300 °C e essa não deve causar alterações significativas na microestrutura do substrato.

Tabela 2. Tratamentos térmicos do substrato

Tratamento	Temperatura (°C)	Tempo (min.)	Meio de Resfriamento
Têmpera	1080	30	Óleo
Duplo-revenimento	540	120	Ar

3.1.2 Lixamento e polimento

Para tentar diminuir a rugosidade do filme após a deposição, fez-se o lixamento e o polimento do substrato. Dessa forma, pretendia-se minimizar a interferência da rugosidade no cálculo de tensões, como observado anteriormente em trabalho realizado no próprio LFS (6).

Para lixar foi utilizada a lixadeira Politriz PLI, com lixas de granas: 220, 320, 400 e 600. Já para o polimento foi utilizada a TegraPol-25, e os panos de polimento com respectivas pastas de diamantes foram de 6, 3 e 2 μm . Por fim, foi realizado um polimento com sílica coloidal, com um pano de 0,25 μm .

3.2 DEPOSIÇÃO DOS FILMES

Os filmes foram depositados no Departamento de Engenharia Metalurgia e de Materiais da Escola Politécnica da USP. O método para a deposição foi o Triodo *Magnetron Sputtering* Desbalanceado (31) brevemente descrito no item 2.1 desse trabalho.

Os motivos para não utilizar o *sputtering* convencional foram:

1. A necessidade de se bombardear o substrato com partículas energéticas para, assim, obter filmes com maiores densidade e dureza. Para tal, utiliza-se uma configuração de campos magnéticos (*Magnetron Sputtering*), cujo pólo norte é mais forte que o pólo sul (desbalanceado), possibilitando que as linhas de campo se estendam até o substrato (Figura 2), o que aumenta a quantidade e energia dos átomos que atingem o substrato (32).
2. A variante Triodo (introdução de uma tela metálica à frente do alvo) produz um aumento na taxa de ionização. Isso torna possível realizar deposições a pressões inferiores, o que aumenta o livre caminho médio dos átomos que atingirão o alvo. Como os átomos do alvo serão arrancados com maior energia, esses irão colidir com o substrato, também com maior energia (31).

A Figura 31 mostra o aparato experimental completo usado na deposição dos filmes. Já na Figura 32 é mostrada a câmara de deposição.



Figura 31. Aparato utilizado na deposição dos filmes



Figura 32. Câmara utilizada na deposição dos filmes

3.2.1 Parâmetros de deposição

Para preparação inicial dos corpos-de-prova, na câmara de deposição, foi realizada uma limpeza a plasma dos substratos, ou seja, houve um bombardeamento com argônio nos mesmos. Posteriormente, antes da deposição do TiN propriamente dito, foi depositada uma pré-camada de titânio puro, o que foi obtido aplicando-se uma corrente de 2 A ao alvo durante dois minutos. Com isso houve formação de um filme cuja espessura girou em torno de 150 nm. O intuito dessa camada é conseguir

uma melhor adesão entre o filme e o substrato. Nenhum *bias* (diferença de potencial) foi aplicado ao substrato durante essa pré-deposição.

Passada essa etapa nitrogênio, gasoso (N_2) passou a ser depositado na câmara de deposição, com uma vazão de $4 \text{ cm}^3/\text{min}$. Neste instante a vazão de argônio (Ar) foi fixada em $20 \text{ cm}^3/\text{min}$. Esses gases são utilizados para formação da atmosfera em que possa haver descargas elétricas (plasma) e, no caso do nitrogênio, para a reação com o titânio e consequente formação do TiN (PVD reativo). A corrente aplicada ao alvo continuou igual a 2 A, a pressão na câmara de deposição foi de 3,3 mtorr e a temperatura dos substratos ficou em torno de $300 \text{ }^\circ\text{C}$.

Ao todo, dez amostras foram preparadas com diferentes parâmetros de deposição. A Tabela 3 indica os parâmetros de deposição utilizados em cada amostra. O *bias* é definido como a diferença de potencial aplicada ao substrato.

Tabela 3. Amostras depositadas com filme de TiN e respectivos parâmetros de deposição

Amostra	Tempo (h)	Bias (v)	Espessura (μm)
A0	2	0	1,5
A1	2	-20	1,5
A2	2	-40	1,5
A3	2	-60	1,5
A4	2	-90	1,5
A5	2	-100	1,5
A6	2	-150	1,5
A7	2	-200	1,5
A8	1,5	-40	1,1
A9	2,5	-40	1,9
A10	3,5	-40	2,6

3.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X COM ÂNGULO DE INCIDÊNCIA RASANTE

As medições de tensões residuais nos filmes por difração de raios-X foram realizadas no Laboratório de Cristalografia do Instituto de Física da Universidade de São Paulo. Foi utilizado um difratômetro Rigaku Ultima+ com gerador de raios-X de 3 kW usando radiação $\text{CuK}\alpha$ (comprimento de onda $\lambda=1,54178 \text{ \AA}$), 40 kV e 30 mA.



Figura 33. Difratorômetro Rigaku

Antes de cada medição, foi executado o alinhamento do difratômetro. Para diminuir a divergência do feixe, foram utilizadas fendas de Soller horizontais no feixe incidente e um monocromador plano no feixe refletido.

A Tabela 4 indica os parâmetros utilizados nas difrações de raios-X, sendo que a faixa angular (primeira coluna) é o intervalo de variação dos picos de difração 2θ ; o passo (segunda coluna) é o quanto se varia o ângulo a cada incremento; a terceira coluna é o tempo de permanência do feixe a cada passo e a quarta coluna é o tempo de permanência do feixe em cada faixa angular.

Tabela 4. Faixas angulares utilizadas para DRX e respectivos parâmetros (passo, tempo em cada ângulo)

Faixa Angular (°)	Passo (°)	Tempo (s)	Tempo por faixa (s)
34-38,5	0,05	38	3420
40-44,5	0,05	50	4500
59-64	0,05	75	7500
71-76	0,05	90	9000
106-112	0,05	90	10800

Os ângulos de incidência rasantes foram: $\alpha = 2,5^\circ$ para as amostras de espessura $1,5 \mu\text{m}$ e $\alpha = 3,5, 4,5$ e 6° para as amostras de espessura $1,1, 1,9$ e $2,6 \mu\text{m}$, respectivamente. Esses ângulos foram calculados utilizando a Equação 30 (33), com a finalidade de que o feixe de raios-X atingisse aproximadamente a metade da espessura do filme. Nessa equação, μ é o coeficiente linear de absorção do TiN, dependente da radiação utilizada (33).

$$\tau = \frac{\text{sen}(\alpha) \cdot \text{sen}(2\theta - \alpha)}{\mu \cdot (\text{sen}(\alpha) + \text{sen}(2\theta - \alpha))} \quad (30)$$

3.3.1 Cálculo de tensões residuais pela difração de raios-X com ângulo de incidência rasante

O ensaio de difração de raios-X fornece um conjunto de pontos que representam os “picos” de difração (Figura 34). Cada pico foi separado e individualmente aproximado por uma função *Pseudo-Voigt*, podendo, assim, ser obtido tanto o ângulo que representa a máxima intensidade 2θ como o parâmetro de rede (Equações 31 e 32). Para refinar os picos, foi utilizado o programa GSAS. Na Figura 35, a curva em **vermelho** representa a função utilizada para ajuste (os pontos X são obtidos do ensaio de difração), a reta horizontal em **verde** o *background* (ruído de fundo) e em **azul** tem-se a diferença entre uma curva base (tida como referência) e a curva calculada.



Figura 34. Gráfico dos picos de difração com respectivos planos (hkl)

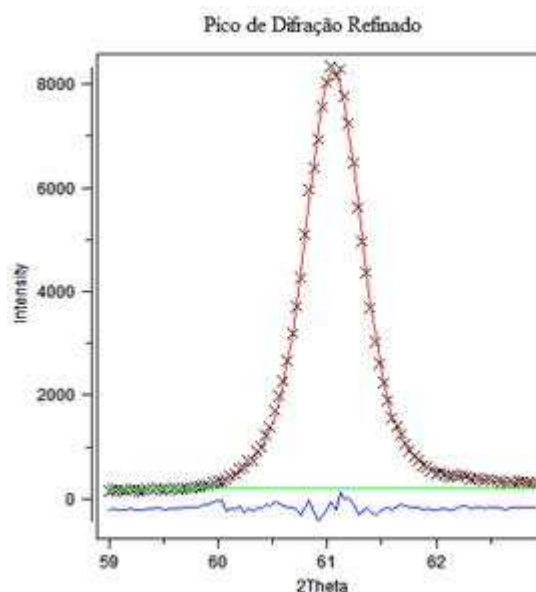


Figura 35. Pico de difração já aproximado pela função *Pseudo-Voigt*

Um filme com tensões residuais possui parâmetro de rede diferente de um filme sem tensões, ou seja, há uma deformação na estrutura cristalina devido às tensões. Essa mudança do parâmetro de rede acarreta em mudanças na posição do pico de difração (2θ), como pode ser visto nas Equações 30 e 31. Por fim, essa mudança no valor do parâmetro de rede torna possível o cálculo das tensões por difração de raios-X.

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (31)$$

$$2 \cdot d \cdot \sin(\theta) = m \cdot \lambda, \text{ onde } m = 1, 2, 3 \text{ é a ordem de difração} \quad (32)$$

Utilizando os métodos descritos por Quaeys et al. (34), foram obtidos os parâmetros de rede para cada plano (hkl), como indicado na Figura 34 e os respectivos valores de $f(\psi)$, ângulo definido entre a normal da superfície da amostra e a normal a uma dada família de planos (hkl) – Equação 33 e Figura 36. Com os valores de a e $f(\psi)$, foi elaborado o gráfico da Figura 37, no qual os pontos obtidos podem ser ajustados pela Equação 34, que por sua vez fornece o valor da tensão residual.

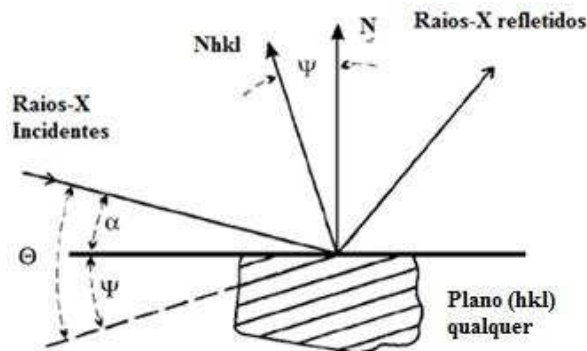


Figura 36. Esquema da difração de raios-X com ângulo de incidência rasante (35)

$$f(\psi) = \frac{1}{2} \cdot S_2^{hkl} \cdot \text{sen}^2(\psi) + 2 \cdot S_1^{hkl}, \text{ onde } \psi = \theta - \alpha \quad (33)$$

$$a = a_0 + a_0 \cdot \sigma \cdot f(\psi) \quad (34)$$

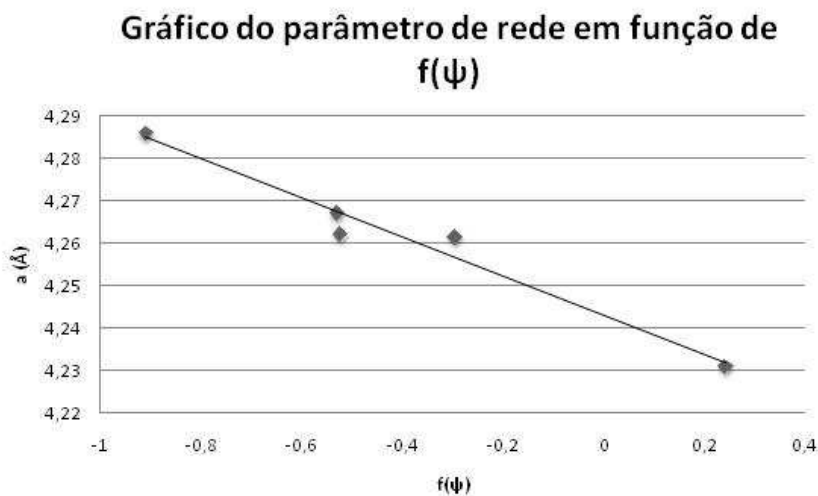


Figura 37. Gráfico do parâmetro de rede em função de $f(\psi)$

Na Equação 33 os termos S_i^{hkl} referem-se às constantes elásticas do material que dependem do índice de Miller (hkl) como indicado na Tabela 5.

Tabela 5. Constantes elásticas do TiN, para $E=353$ GPa e $\nu=0,19$

Plano (<i>hkl</i>)	$2S_1$ (TPa⁻¹)	$0.5S_2$ (TPa⁻¹)
(111) (222)	-1,34	3,77
(200) (400)	-0,67	2,77
(220)	-1,18	3,52
(311)	-0,99	3,24
(331)	-1,23	3,6
(420)	-1,00	3,25

3.4 INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

O equipamento utilizado para as indentações foi o *Fischerscope* modelo H100V (Figura 38), do Laboratório de Fenômenos de Superfície (LFS) do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola Politécnica da USP.

O indentador utilizado foi do tipo *Vickers*, de diamante (módulo de elasticidade 1029 GPa e coeficiente de Poisson de 0,07). Sua geometria é piramidal de base quadrada, com ângulo entre as faces opostas de 136°. Segundo o fabricante o raio de arredondamento da ponta é de 0,5 μm .



Figura 38. *Fischerscope* modelo H100V

3.4.1 Escolha dos parâmetros de ensaio de indentação

Para escolha dos parâmetros de ensaio foi utilizada a norma ISO14577-1 (36). Dentre os parâmetros deu-se atenção especial à carga aplicada, ao ciclo de carregamento, à temperatura ambiente e ao número de indentações por carga.

Inicialmente fez-se a opção de controle de carga em detrimento do controle da profundidade de penetração. Tentou-se escolher uma carga que na profundidade máxima não ultrapasse 30% da espessura do filme.

Para cada indentação foi utilizado um ciclo como o indicado na Figura 39, no qual é possível notar a variação da força aplicada pelo tempo. O objetivo desse ciclo é tentar realizar um ensaio “quase estático”. Para tal, o ciclo foi dividido em quatro etapas:

- Para o carregamento (a) foi adotado um ciclo com 100 iterações, cada qual com duração de 1 segundo.
- Em b, dá-se um intervalo de tempo para que ocorra uma “acomodação” (*creep*) do material, o tempo escolhido foi de 30 segundos.
- Para o descarregamento (c) foi adotado um ciclo de 100 iterações, qual com duração de 1 segundo.
- No intervalo d, foi adotado, novamente, um intervalo de tempo para *creep* de 30 segundos com uma carga de 0,4 mN.

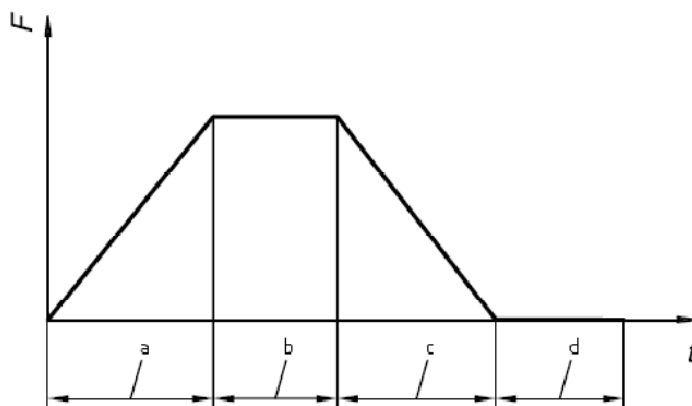


Figura 39. Ciclo de carregamento e descarregamento adotado nos ensaios

A Figura 40 indica dois ciclos de carregamento e descarregamento para uma mesma amostra sujeita a uma mesma carga. No gráfico a, foi usado o ciclo descrito

anteriormente; já no gráfico *b* foi usado um ciclo em que mudou-se o tempo de carregamento e descarregamento para 60 segundos e o tempo para fluência, também, para 60 segundos. Mesmo tendo um menor tempo para fluência em *a*, não houve mudanças significativas na profundidade durante essa etapa do ciclo, acarretando em medições mais confiáveis.

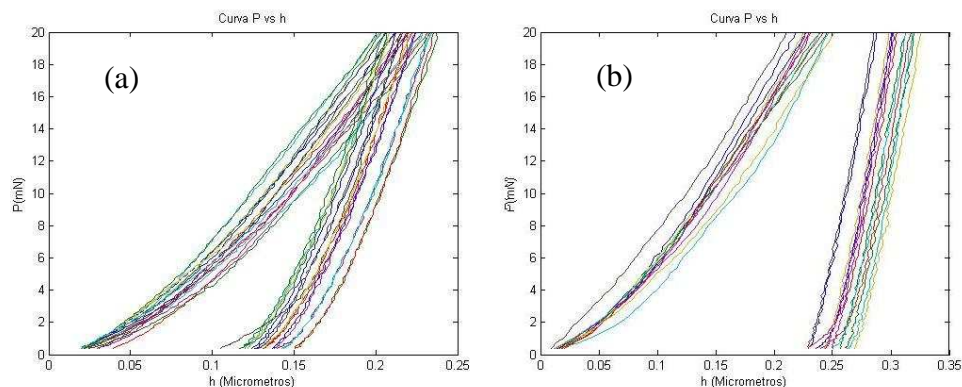


Figura 40. Comparação entre dois ciclos de carregamento de descarregamento para duas seqüências distintas de indentação

O outro parâmetro levado em conta nesse trabalho foi o acabamento superficial. Em geral, quanto melhor for esse, menores serão as dispersões dos resultados. Por isso, para filmes com menor rugosidade foram realizados quinze ciclos como o mostrado na Figura 39, porém em amostras em que o acabamento superficial poderia acarretar em uma maior dispersão dos dados foram realizados aproximadamente trinta ciclos.

A norma ISO14577-1 não define uma temperatura de ensaio, mas sim que o ambiente não pode apresentar variações bruscas de resultado, necessitando-se de um ambiente controlado. Tentou-se manter a temperatura ambiente por volta de 18°C.

3.4.2 Ensaio de indentação instrumentada via método dos elementos finitos

Foi utilizado um modelo bidimensional, axissimétrico para simular um ensaio de indentação instrumentada. Modelou-se um indentador rígido, com ângulo entre a vertical e a face do indentador de 70,3° (ângulo que acarreta equivalência com Vickers). Para tal, foi utilizado o programa ABAQUS versão 6.7-1.

Para o filme variou-se o módulo de elasticidade (E) de 200 a 350 GPa, tensões residuais (σ_r) de -5 a 2 GPa, e o coeficiente de encruamento (n) de 0,1 a 0,5. A tensão de escoamento do filme foi adotada como 4 GPa e o coeficiente de Poisson foi adotado como 0,2. As propriedades mecânicas dos substratos foram mantidas constantes. Adotou-se como módulo de elasticidade 200 GPa, tensão de escoamento 1,5 GPa, coeficiente de Poisson 0,29 e encruamento de 0,2.

A Figura 41 indica o modelo usado para simulação do ensaio de indentação, com uma malha de 16380 elementos. Na Figura 42, é possível notar a malha com melhor refino na região próxima ao contato. Restringiu-se o movimento horizontal da aresta esquerda do modelo e o movimento vertical da base; restringiu, também, o movimento de rotação e horizontal em relação ao ponto RP-1.

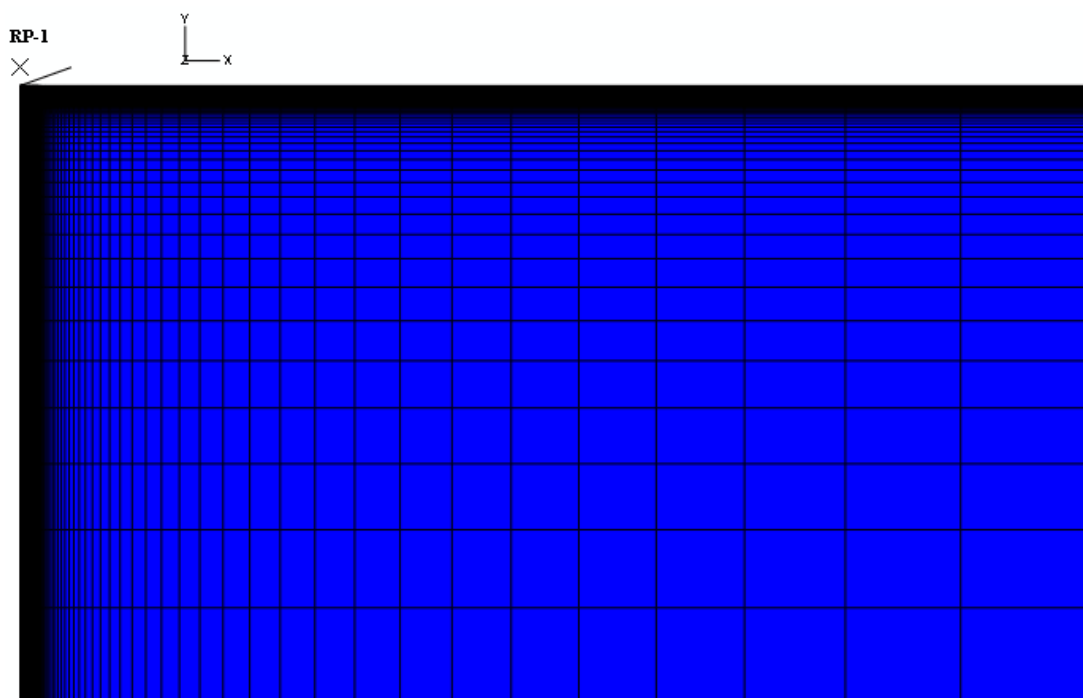


Figura 41. Modelo utilizado para simular um ensaio de indentação instrumentada de um corpo com filme depositado

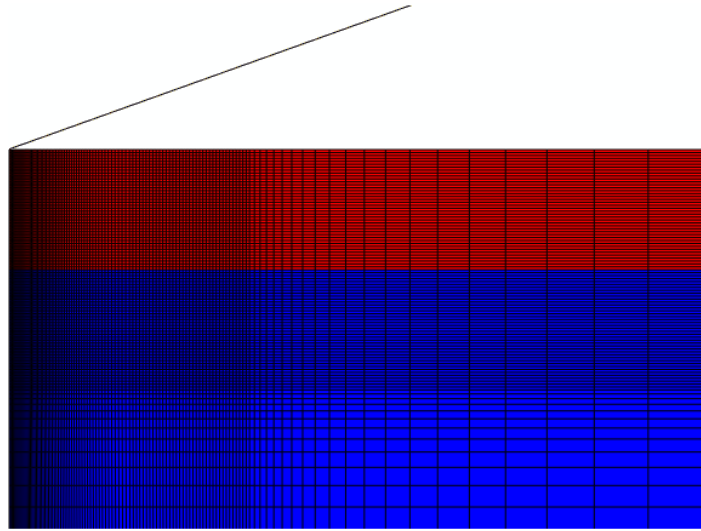


Figura 42. Malha na região próxima ao contato

3.4.3 Cálculo de tensões residuais por indentação instrumentada

3.4.3.1 Método de Suresh aplicado para filmes

Devido a trabalhos anteriores do grupo (7), utilizou-se o método proposto por Suresh com algumas modificações. De posse da curva de carga em função da profundidade do ensaio de indentação, deve-se realizar os seguintes passos:

- (i) A área de contato e módulo de elasticidade são calculados pelo método de Oliver e Pharr pelas Equações 9, 10 e 11.
- (ii) Calcula-se a chamada “Relação de Suresh”

$$\text{Relação de Suresh} = \frac{P_{max}}{A_{max} \cdot E \cdot \tan(\alpha)} \quad (35)$$

- (iii) Se a “Relação de Suresh for menor do que 0,1, predominam tensões elásticas e as propriedades σ_y , σ_y^R , σ_u são obtidas pela Equação 36.

$$\sigma_u \approx \sigma_y \approx \sigma_y^R = \frac{P_{max}}{2,8 \cdot A_{max}} \quad (36)$$

- (iv) Se a “Relação de Suresh” for maior que 0,1, predominam tensões plásticas e é possível aplicar as Equações 37 a 40 para cálculo das seguintes propriedades: σ_y , σ_y^R , σ_u e n (3).

$$\sigma_u = \sigma_y - 0,29 \cdot H \quad (37)$$

$$\frac{P_{max}}{h_{max}^2} = \frac{c^*}{(\tan(\alpha))^2} \cdot (\sigma_u + \sigma_y^R) \cdot \left(1 + \ln\left(\frac{E \cdot \tan(\alpha)}{3 \cdot \sigma_y^R}\right)\right) \quad (38)$$

$$\sigma_u - \sigma_y^R = 0,29 \cdot E^* \cdot \left[1 - 0,1419 \left(\frac{h_f}{h_{max}}\right) - 0,9568 \left(\frac{h_f}{h_{max}}\right)^2\right] \quad (39)$$

$$n = \frac{\ln \sigma_u - \ln \sigma_y^R}{\ln 150} \quad (40)$$

- (v) Usando-se o passo *ii* junto com a Equação 4 calcula-se a deformação residual plástica, $\varepsilon_{e,0}^{pl} = 2 \cdot |\varepsilon_{x,0}^{pl}| = 2 \cdot |\varepsilon_{y,0}^{pl}|$. E assim, torna-se possível o cálculo das tensões residuais plásticas pela Equação 15.

3.4.3.2 Método de Wang

Para aplicação do método de Wang, corrigiu-se o modelo para que a curva de carregamento e descarregamento ficassem na forma das Equações 1 e 2.

A Equação 41 indica o trabalho do indentador, onde o índice 1 refere-se às curvas com maior carga para a profundidade de penetração máxima.

$$U_{OAC,1} = P_{ma,1x} \left(\frac{h_{max,1}}{\alpha_1 + a} - \frac{h_{max,1} - h_{f,1}}{m_1 + 1} \right) \quad (41)$$

Para encontrar o ponto de contato entre o carregamento da amostra sem tensão e o descarregamento da amostra com tensão, usa-se a Equação 42. Nessa h_{int} refere-se à interseção, o índice 1 à amostras com tensão e o índice 2 à amostra sem tensão.

$$C_2 h_{int}^{\alpha_2} = k_1 (h_{int} - h_f) \quad (42)$$

Wang, faz a hipótese de que a curva de descarregamento independe das tensões residuais. Então o trabalho do indentador em uma amostra sem tensões fica da forma indicada na Equação 43.

$$U_{OBC,2} = P_{max,2} \left(\frac{h_{int}}{\alpha_1 + a} - \frac{h_{int} - h_{f,1}}{m_1 + 1} \right) \quad (43)$$

Assim, a tensão residual pode ser calculada pela Equação 44. Se estiver comparando a amostra sem tensões com a de tensão compressiva, a energia da curva do ensaio desta última terá o índice 1, se a tensão for de compressão, o índice desta será 2. O sinal da tensão depende de uma análise prévia das curvas.

$$\sigma_{res} = \frac{U_{OAB,1} - U_{OAB,2}}{2\pi h_f^3 t g^2(\alpha)} \quad (44)$$

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

4.1.1 Cálculo das tensões residuais pela difração de raios-X com ângulo de incidência rasante

A partir do método indicado no item 3.3.1, calculou-se a variação das tensões residuais em função do *bias* (Figura 43) e em função da espessura (Figura 44). Nota-se que há uma tendência de aumento das tensões residuais de compressão com o incremento do *bias*. É possível notar, também, como mostrado na Figura 8, que há uma tendência para um patamar no valor dessas tensões, cujo valor equivale a 6 GPa, com excessão da amostra de 60V. Esse valor não equivale ao indicado na Figura 8, porém a tensão residual não depende exclusivamente do *bias*. Ela depende de outros parâmetros como pressão e temperatura.

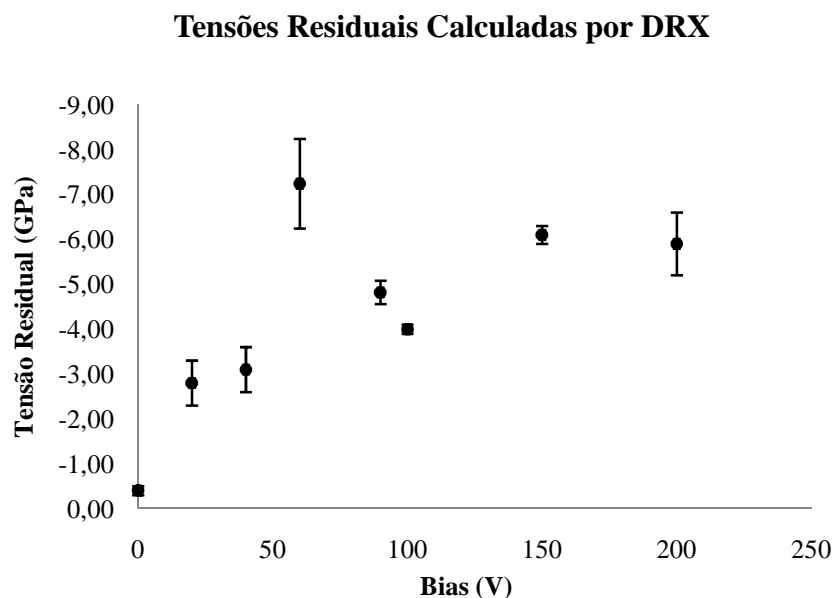


Figura 43. Gráfico da variação das tensões residuais em função do bias

Já para a variação das tensões residuais com a espessura, nota-se que não há variação das tensões, exceção à amostra com menor espessura, essa apresentou um valor menor de tensão. Assim como indicado na Figura 9, que a partir de uma certa espessura as tensões residuais são constantes. No caso da Figura 44 esse valor está

acima de 1 μm . A diferença, contudo, está no valor de amostra menos espessa, para o qual foi calculado um valor inferior aos dos demais. Este feito contraria alguns trabalhos da literatura (17), nos quais o módulo das tensões foi maior nas amostras menos espessas.

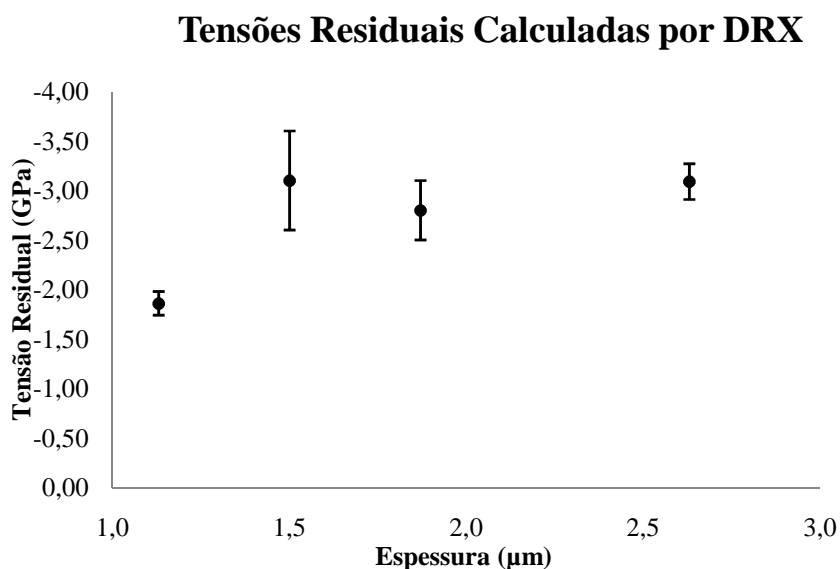


Figura 44. Gráfico da variação das tensões residuais pela espessura do filme

4.2 INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

4.2.1 Influência das tensões residuais no ensaio de indentação instrumentada

4.2.1.1 Resultados experimentais

Foi realizado um estudo para validação das premissas do método proposto por Suresh e Giannakopoulos. Como é possível notar na Figura 19, as tensões residuais devem ser constantes até uma profundidade d^R . Essa profundidade deve ser ao menos três e preferencialmente sete vezes o raio de arredondamento do indentador. Dado que o penetrador usado nesse trabalho possui um raio de arredondamento de 0,5 μm (indentador do Fisherscope H100V), com exceção da amostra A8 (espessura 1,1 μm), todas as amostras estão de acordo com essa afirmação.

Para o cálculo de propriedades mecânicas via método de Oliver e Pharr, deve-se saber se a relação h_f/h_{max} é menor do que 0,7. Como indicado na Figura 45 todos os valores estão abaixo de 0,7 indicando que o *sink in* é predominante, portanto, o método de Oliver e Pharr é válido.

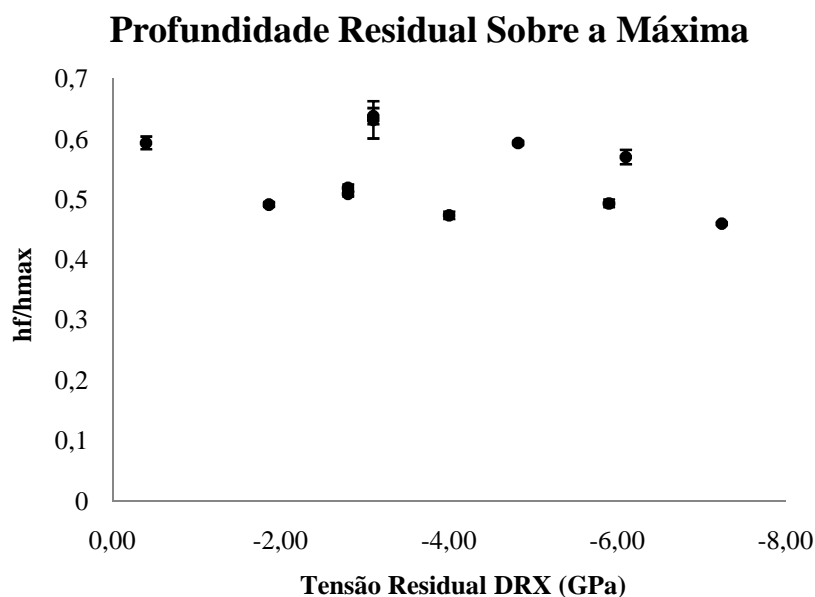


Figura 45. Relação entre profundidades residual e máxima

Foi calculada a “Relação de Suresh” para as indentações realizadas nos filmes. A Figura 46 indica a variação da relação em função das tensões obtidas por difração de raios-X. É possível notar que em todos os casos a relação gira em torno de 0,1, ou seja, as tensões estariam em uma região de transição entre o regime elástico e plástico. Nota-se que a magnitude das tensões residuais não influenciou diretamente na magnitude da “Relação de Suresh”, não sendo possível afirmar qual tensão leva o filme ao início do escoamento, ou seja, não é possível determinar a tensão de escoamento por esta via.

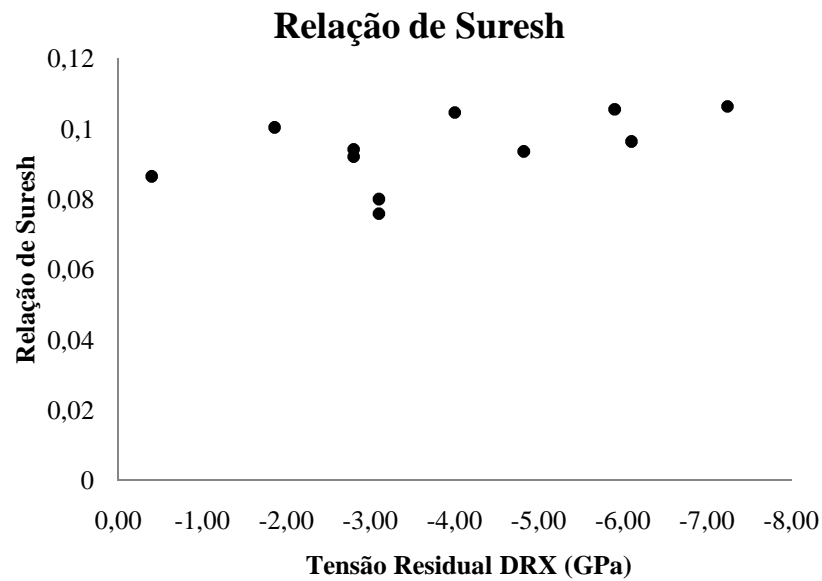


Figura 46. Relação de Suresh em função das tensões residuais obtidas por difração de raios-X

A proposição de que a pressão média de contato (equivalente a dureza) não depende das tensões residuais (3) está se mostrando válida não só para as tensões elásticas, mas também para qualquer nível de tensão. A Figura 47 indica a variação da dureza em função das tensões residuais, onde é possível notar que não há uma relação direta entre a dureza (medida como carga sobre a área de contato) do filme e as tensões residuais.

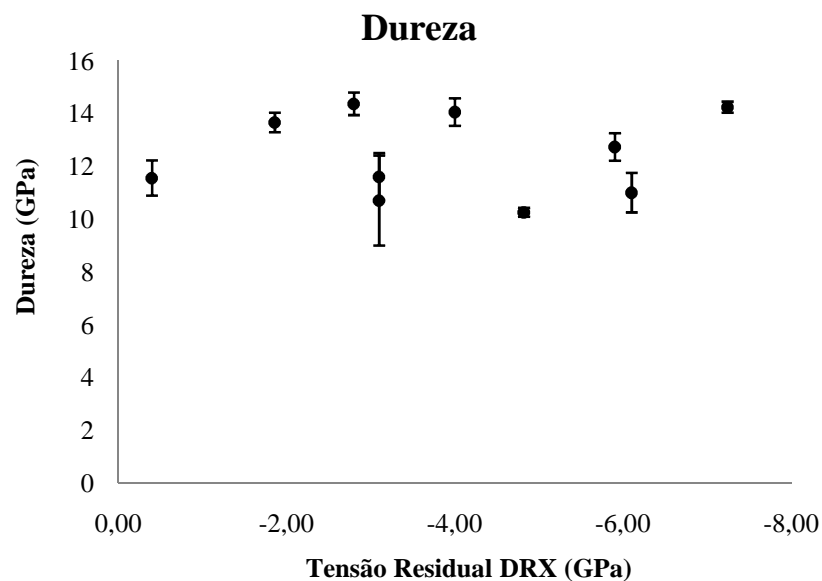


Figura 47. Variação da dureza em função das tensões residuais obtidas por difração de raios-X

Como mostrado na Figura 48, os dados mostrados nesse trabalho não indicam uma relação direta, também, entre o módulo de elasticidade e tensões residuais..

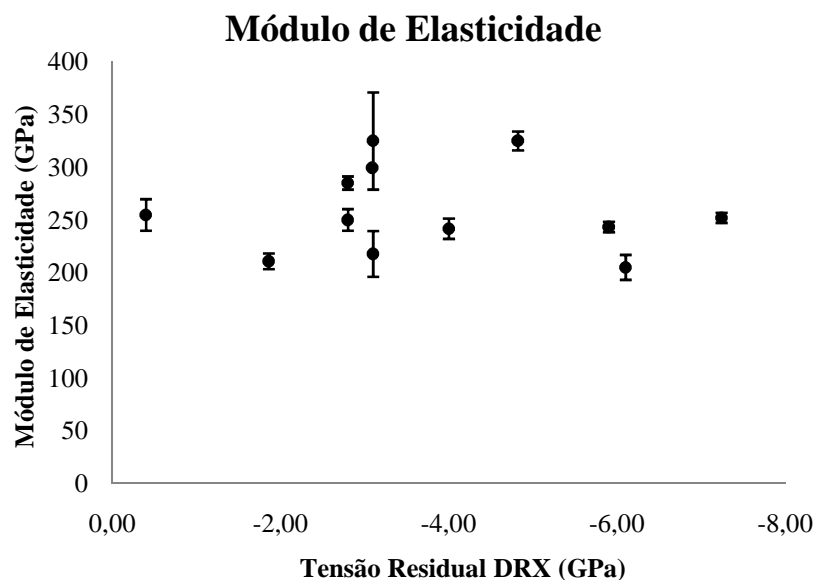


Figura 48. Variação do módulo de elasticidade em função das tensões residuais obtidas por difração de raios-X

Deve-se notar, ainda, que os valores de dureza variam em aproximadamente 5 GPa (maior valor menos o menor) e os valores de módulo de elasticidade variam em aproximadamente 100 GPa (maior valor menos o menor). Essas diferenças por si só já contradizem a premissa de que a pressão média de contato e módulo de elasticidade são constantes em função das tensões residuais. Deve-se notar que para se variar a tensão residual variou-se o *Ibias* e o tempo de deposição. Não há garantias que as outras propriedades permanecem constantes quando varia-se um parâmetro de deposição.

Tanto a dureza como o módulo de elasticidade não apresentaram tendência com as tensões calculadas por difração de raios-X (Figura 47 e 48). Ambos são função da área de contato, que por sua vez, é função da profundidade de contato. Uma má correlação da profundidade de contato com as tensões residuais poderia acarretar no mesmo com todas as grandezas citadas anteriormente, dado que tanto a dureza como o módulo de elasticidade são funções da profundidade de contato obtida do ensaio de indentação. A Figura 49 indica que a área de contato não se

correlaciona com a variação de tensões residuais, assim como a profundidade de contato (Figura 50).

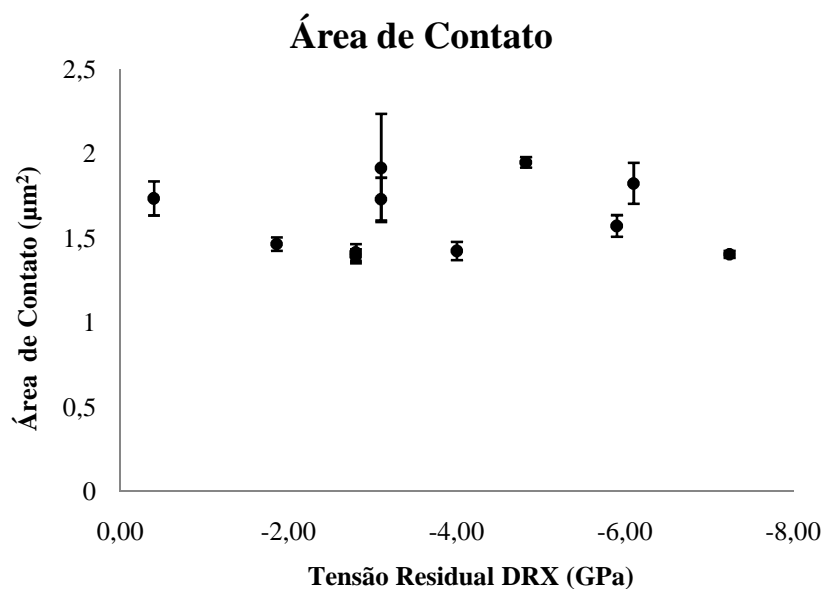


Figura 49. Área de contato em funções das tensões residuais obtidas por difração de raios-X

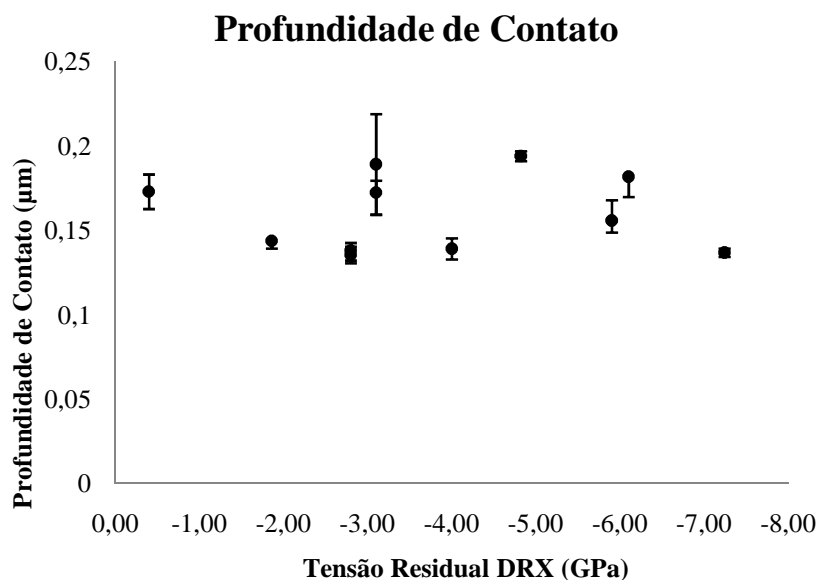


Figura 50. Gráfico da profundidade de contato em função das tensões residuais

A falta de tendência entre os dados do ensaio de indentação instrumentada (e propriedades mecânicas obtidas a partir desses) com as tensões residuais leva à resultados como os da Figura 51. A amostra A4, com maior nível de tensão residual (- 4,82 GPa), em relação à amostra A1 (- 0,4 GPa), para a mesma carga aplicada

possui uma maior profundidade de contato, indo contra a literatura. No item 4.2.1.2 será realizado um estudo das propriedades mecânicas que justificará a Figura 51.

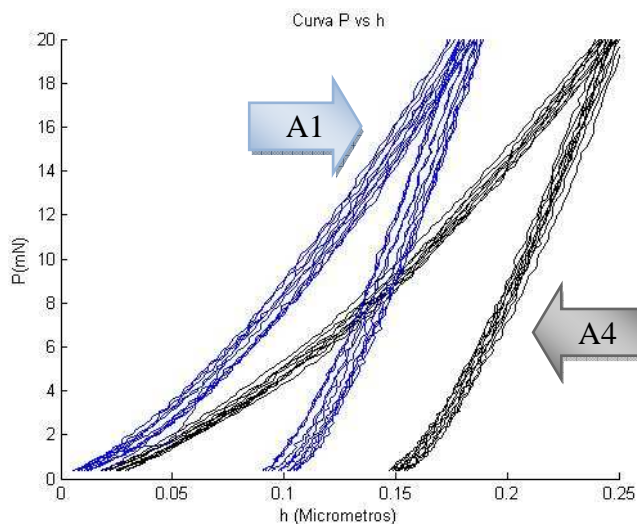


Figura 51. Comparação entre duas curvas com diferentes tensões residuais. A amostra A1 possui menor módulo de tensão do que a amostra A4

4.2.1.2 Resultados numéricos

A partir dos resultados obtidos via MEF, foi possível obter curvas do ensaio de indentação instrumentada para diferentes níveis de tensão residual, encruamento, módulo de elasticidade e raio de arredondamento do indentedor.

Inicialmente, para o indentedor sem raio de arredondamento na ponta, variaram-se as tensões residuais e as outras propriedades mecânicas foram mantidas constantes, como indicado na Figura 52. Nota-se que para alcançar a mesma profundidade de penetração, há uma necessidade de aplicar uma maior carga em filmes com maior nível de tensão residual de compressão. Esse resultado está de acordo com o indicado na literatura (Figura 18).

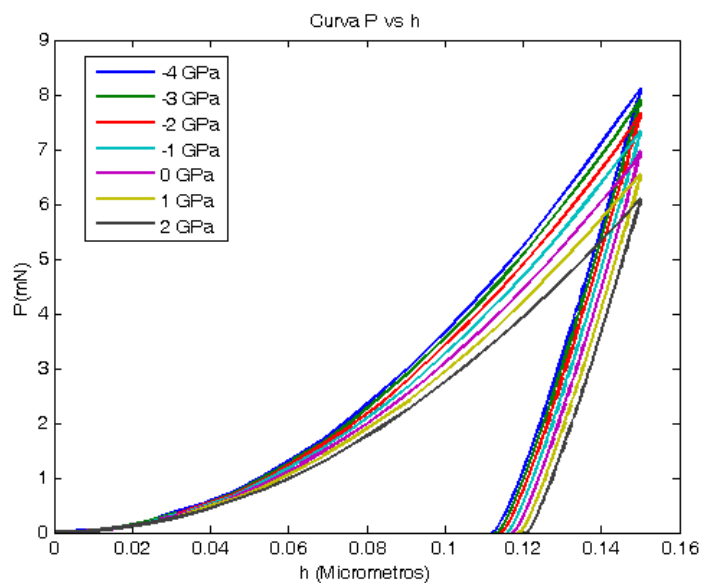


Figura 52. Curva de carga por profundidade de penetração para indentador sem raio e encruamento 0,3

Nota-se que ao se considerar os efeitos de outras propriedades mecânicas, o resultado da Figura 52 pode não ser mais encontrado. A Figura 53 indica filmes com diferentes encruamentos, em que foram comparadas as cargas máximas (para mesma profundidade de penetração do indentador) em função das tensões residuais. Nessa figura, é possível notar que para diferentes encruamentos é possível obter um filme com tensão compressiva maior e que durante o ensaio a carga máxima seja menor do que a de filmes com menores níveis de tensões, porém com encruamento diferente. Esse fato é evidenciado pela linha horizontal traçada a partir da amostra com -4 GPa de tensão residual e encruamento 0,1 (curva azul). Ela cruza com a curva de encruamento 0,3 no ponto de aproximadamente -0,5 GPa de tensão e cruza com a linha de encruamento 0,5 (vermelha) em um ponto de tensão tratativa maior que 2 GPa (fora dos limites do gráfico).

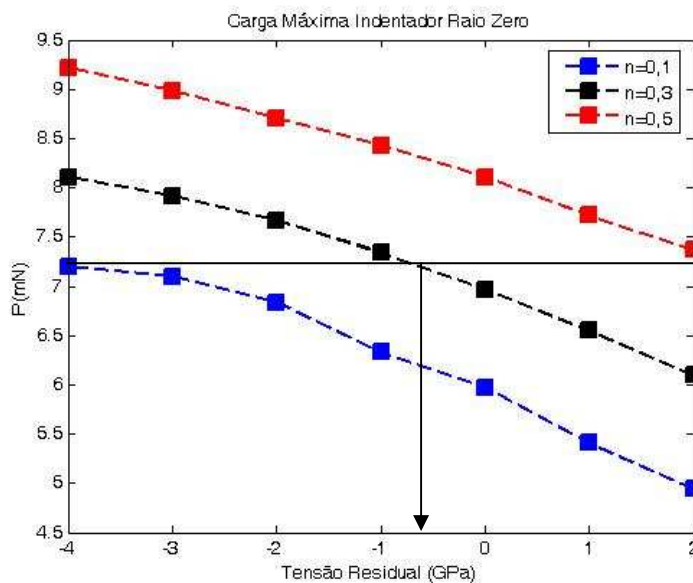


Figura 53. Curvas da profundidade máxima de penetração em função da tensão residual

Uma variação de módulo de elasticidade para um filme com um mesmo nível de tensão, leva a uma mudança no comportamento da curva como mostrado na Figura 54. Curvas com maior módulo de elasticidade necessitariam de uma maior carga para atingir a mesma profundidade de penetração do que curvas com menor módulo de elasticidade.

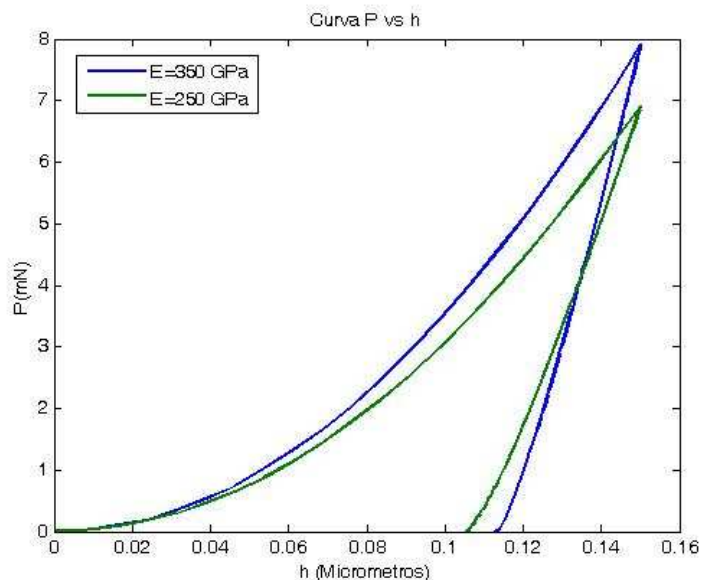


Figura 54. Curvas cujo módulo de elasticidade foi variado

Agora, ao agregar à variação de tensões residuais, uma variação no encruamento e no módulo de elasticidade, é possível obter o resultado da Figura 55.

Nessa, assim como na Figura 51, a curva em azul, apesar de possuir um maior valor de tensão residual, por apresentar um menor módulo de elasticidade, para uma mesma profundidade de penetração, apresentou uma menor carga máxima.

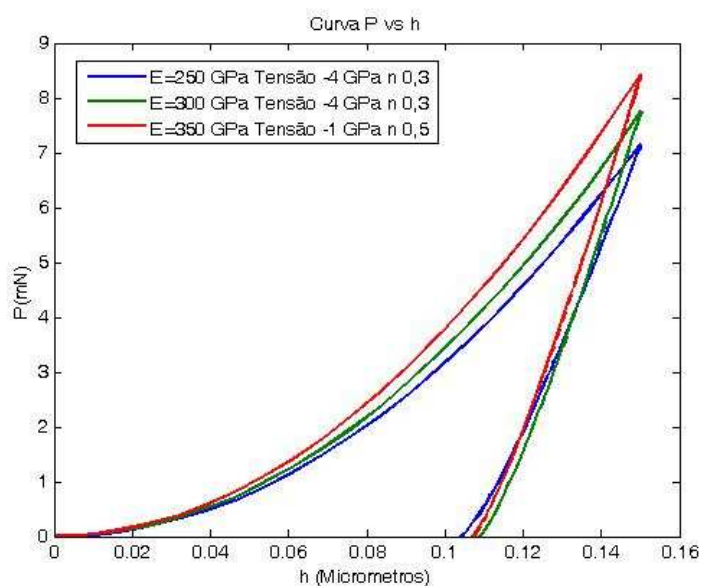


Figura 55. Curvas com variação de mais de uma propriedade mecânica

Usando o mesmo raciocínio para as amostras do artigo de Tsui et al. nota-se que o módulo de elasticidade varia de aproximadamente 10 GPa. Essa mudança não acarreta em alterações significativas na curva do ensaio de indentação (Figura 56), sendo que alterações nas tensões residuais acarretam em um efeito mais evidente. Na Figura 56 está indicado o comportamento da liga de alumínio analisada por Tsui et al. (2) e Bolshakov et al. (27) sob variação de módulo de elasticidade de 10 GPa e tensão residual de 0,2 GPa. Nota-se que essa mudança de 0,2 nas tensões é mais significativa que a mudança de módulo de elasticidade. Esse resultado validaria métodos indicados na literatura para cálculo de tensões residuais nesse material.

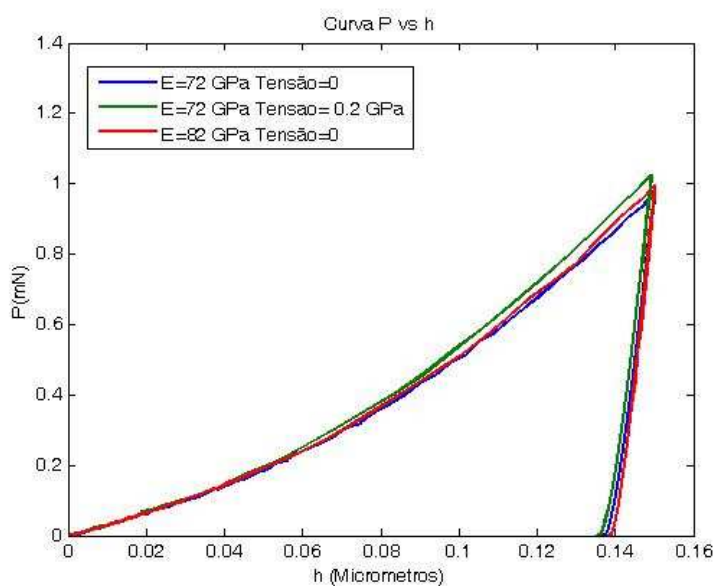


Figura 56. Variação das propriedades para curva de

Como dito anteriormente (item 2.2), o efeito do *pile-up* invalida o cálculo de propriedades mecânicas via método de Oliver e Pharr. A Figura 57 indica que assim tanto o encruamento como as tensões residuais influenciam na morfologia do ensaio (*pileu-up* e *sink-in*).

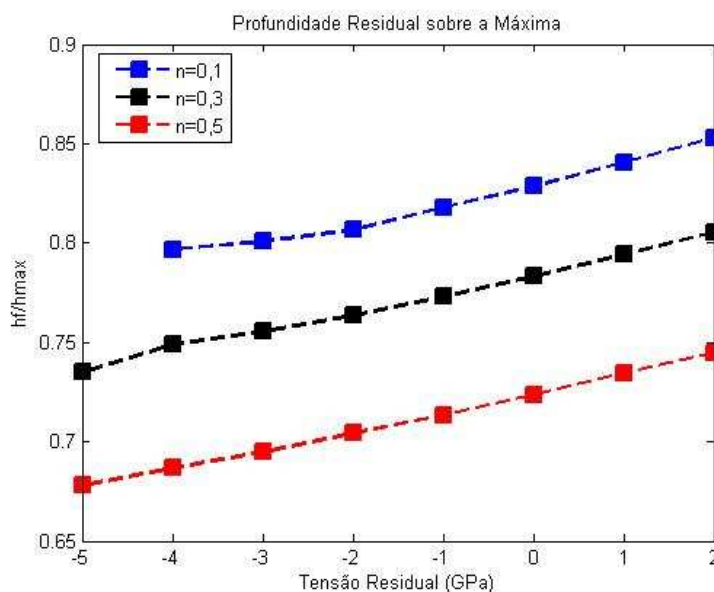


Figura 57. Variação de h_f/h_{max} em função das tensões residuais e do coeficiente de encruamento

A Figura 58 indica a variação da superfície da amostra na carga máxima do ensaio. Assim como na Figura 57, é possível notar que para uma mesma tensão

residual um menor encruamento leva a formação de *pile-up*. Esse resultado já foi obtido por outros autores na literatura (37), que fizeram um estudo detalhado da influência do encruamento e tensões residuais na morfologia do ensaio.

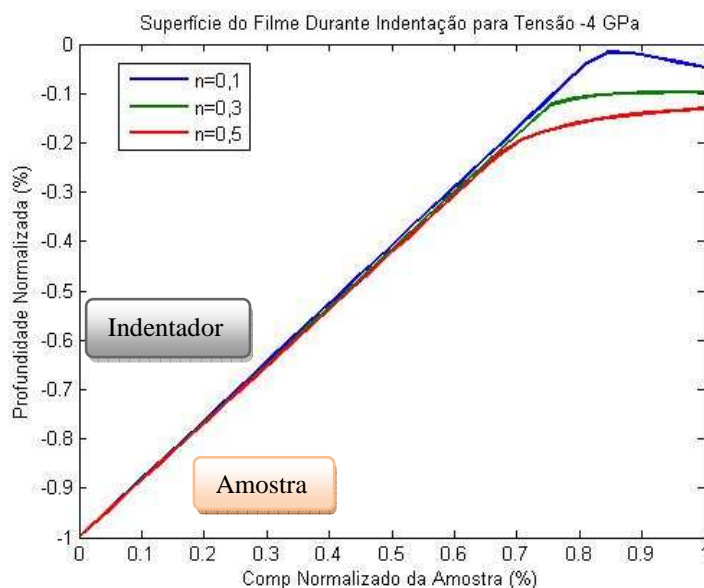


Figura 58. Variação da superfície da amostra em função do encruamento para uma mesma tensão residual

Para o caso mais crítico, encruamento 0,1 (Figura 59), nota-se que dependendo do valor de tensão de residual pode ocorrer *pile-up* ou *sink-in* (mesmo para relação de h_f/h_{max} maiores do que 0,7, o que é o caso da tensão de -4 GPa). O primeiro é mais freqüente para tensões compressivas e diminui conforme as tensões residuais aumentam.

Portanto é possível concluir que tanto o encruamento como as tensões residuais afetam a morfologia do ensaio, devendo-se tomar o cuidado de checar esses dados para aplicação do método de Oliver e Pharr, dado que esse é bem primordialmente aplicável para o fenômeno do *sink-in*.

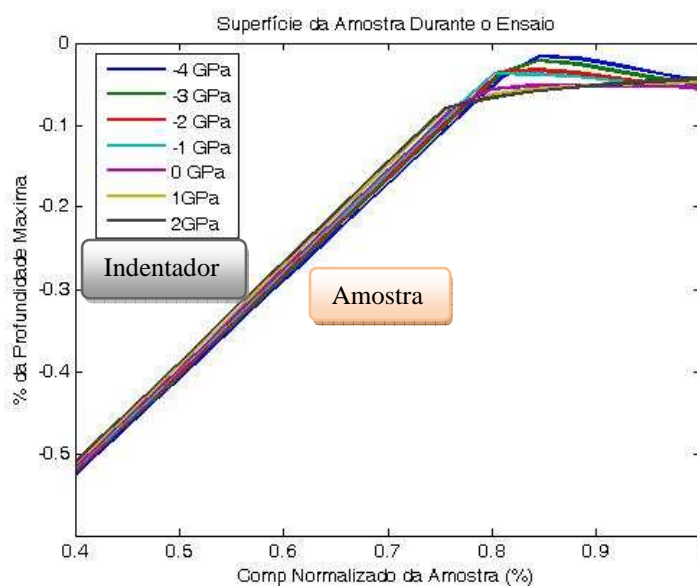


Figura 59. Comportamento da superfície da amostra para encruamento 0,1

4.2.1.3 Comparação dos resultados numéricos e experimentais

Como indicado no item 4.2.1.1, os resultados experimentais não indicaram qualquer correlação com as tensões residuais calculadas por difração de raios-X, enquanto os resultados numéricos mostrados nos itens 4.2.1.2 mostraram que existe correlação. Da Figura 45 a 51 é possível levantar a hipótese de que apesar dos resultados experimentais não terem mostrado correlação com as tensões residuais, há uma mudança nas propriedades mecânicas em função da tensão residual. Quando leva-se em conta esse fato, os resultados numéricos equivalem aos resultados experimentais como indicado na comparação das Figuras 54 e 55 com a 51.

Levantam-se, então, duas hipóteses para justificar esse fato:

- A primeira hipótese é de que os valores de propriedades mecânicas são diferentes; o que faz as curvas se comportarem de forma diferente. Essa hipótese pode ser provada por uma análise estatística. A partir de uma análise estatística para comparação de diferentes médias, foi usada a distribuição de Snedecor no qual mostrou-se que as médias são, de fato, diferentes (38). Na comparação das médias das 11 amostras, para o módulo de elasticidade a função F-Snedecor calculada equivale a 21, enquanto para a dureza equivale a 40. Para

esses valores (11 amostras, cada uma com números distintos de medições) o valor tabelado equivale a 1,6. Portanto, como ambos são maiores que os valores tabelados e, portanto, as médias são diferentes com intervalo de confiança de 99%.

- A segunda hipótese é que como o método de Oliver e Pharr é bem desenvolvido para o fenômeno de *sink-in*, os valores de área encontrados já são os valores reais (valor que Tsui et al. tiveram que usar recursos ópticos para encontrar), o que explicaria a não correlação dos resultados obtidos, porém, não explicaria a curva obtida na Figura 51.

É possível justificar os resultados com a soma das duas respostas. Pois além das propriedades mecânicas já serem as reais, devido a aplicação do método de Oliver e Pharr nada garante que elas permaneçam constantes na mudança dos parâmetros de deposição.

4.2.2 Parâmetros da curva de carregamento do ensaio

A curva de carregamento do ensaio de indentação pode ser aproximada por uma função de potência (Equação 1). Nessa função, C depende das propriedades mecânicas como, por exemplo, tensão residual, encruamento e depende, também, do raio do indentador. Já o expoente α mostrou-se dependente exclusivamente do raio do indentador em análises sem consideração das tensões residuais (39). A Figura 60 indica o efeito do raio nas curvas de indentação. Já a Figura 61 indica o efeito das tensões residuais e coeficiente de encruamento na constante da curva de carregamento do ensaio.

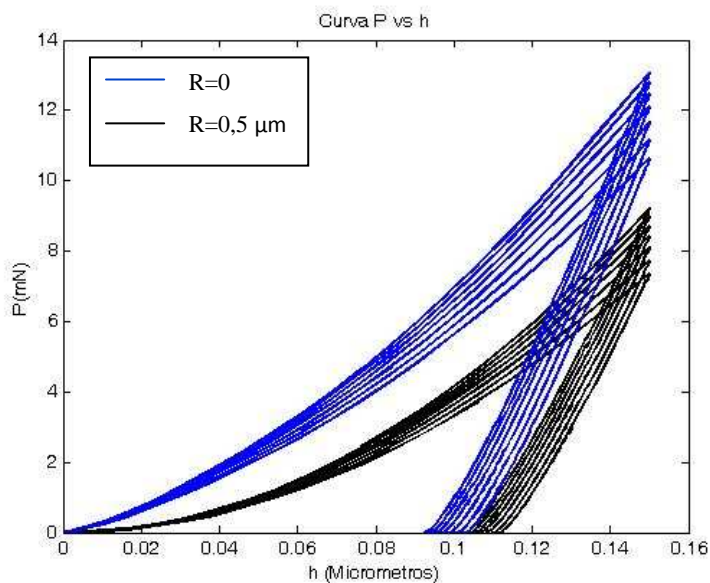


Figura 60. Curvas para diferentes tensões residuais para dois raios de arredondamento da ponta do indentedor

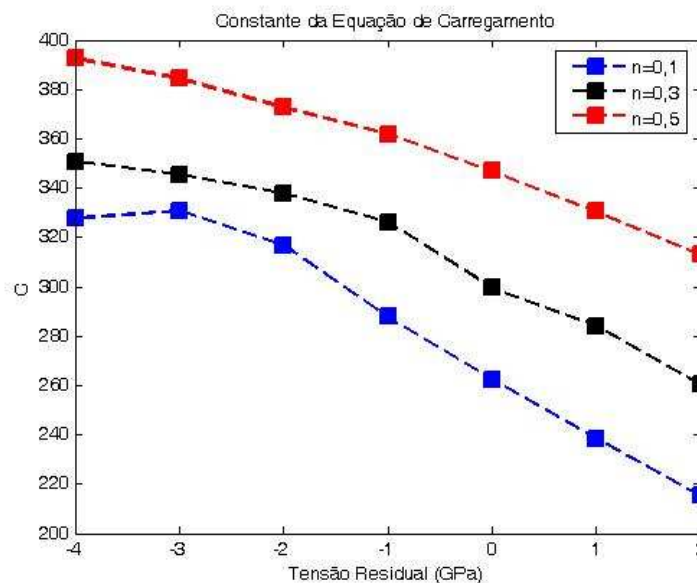


Figura 61. Constante da equação de carregamento em função da tensão residual

As Figuras 62 e 63 indicam o efeito das propriedades mecânicas e do raio no expoente da curva de carregamento. É possível notar que apenas o raio de arredondamento tem efeitos no expoente. Comparando figuras com a literatura nota-se que há coerência dos resultados obtidos para filmes, como o publicado sobre materiais volumétricos (*bulk*), como indicado na Figura 64 e mostrado por Rodriguez et al. (39).

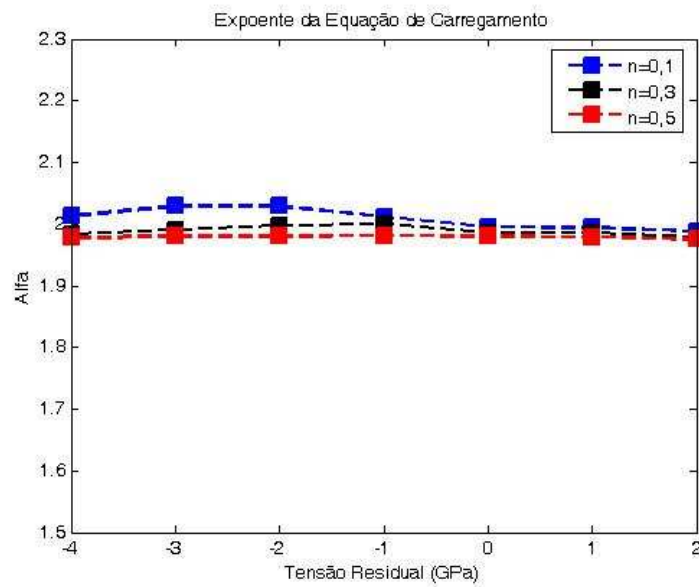


Figura 62. Expoente da equação de carregamento em função da tensão residual

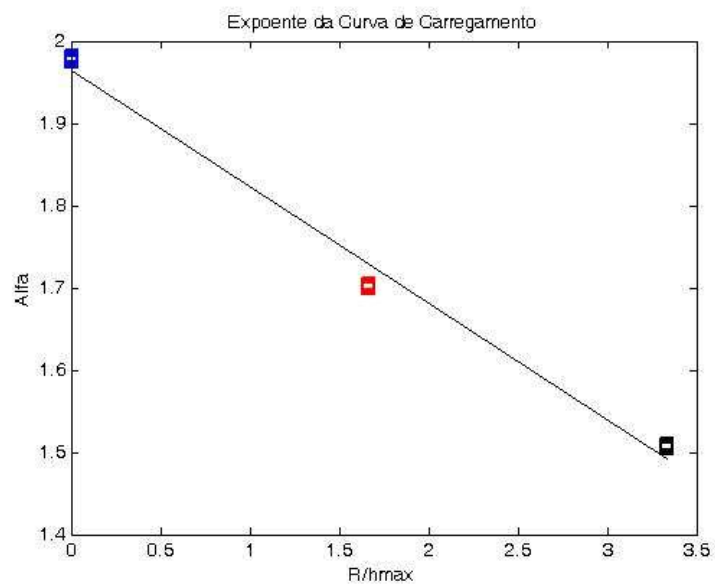


Figura 63. Efeito do raio de arredondamento do indentedor no expoente da curva de carregamento do ensaio

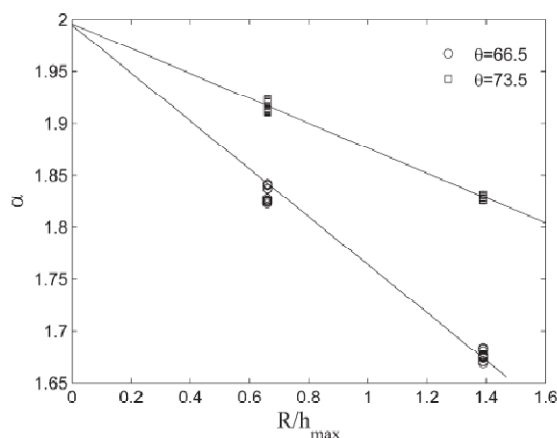


Figura 64. Variação do expoente da curva de carregamento em função do raio do indentador (39)

4.2.3 Cálculo de tensões residuais

Como descrito anteriormente (item 3.4.3), foram testados dois métodos de cálculo de tensões via indentação instrumentada (3; 4).

4.2.3.1 Resultados de tensões residuais por Suresh

Suresh dividiu o cálculo de tensões residuais em dois casos: elástico ou plástico. Porém como indicado na Figura 46, as tensões dos resultados experimentais devem estar em uma zona de transição, considerando que a “Relação de Suresh” tenha significado físico. Assim, todas as tensões foram calculadas como plásticas e elásticas independentes da natureza das mesmas.

A Figura 65 indica o cálculo das tensões residuais elásticas seguindo método de Suresh. Em vermelho é indicado o resultado a partir do método proposto por Suresh e em azul é indicado o resultado a partir da alteração proposta por Atar (retirada do fator de forma). Em ambos os casos, é possível notar que não há correlação entre as tensões residuais obtidas por difração de raios-X e por indentação. Porém, a retirada do fator de forma faz com que a ordem de grandeza das tensões obtidas por indentações se iguale com a obtida por DRX.

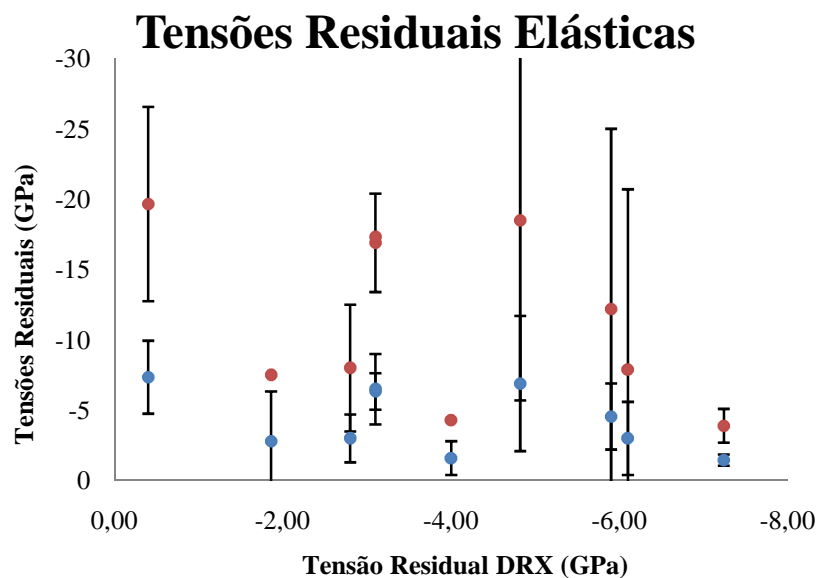


Figura 65. Resultados de tensões residuais elásticas com fator de forma (vermelho) sem fator de forma (azul)

A Figura 66 indica os resultados de tensões, considerando todas as tensões como plásticas, onde além de não haver correlação entre os resultados obtidos por indentação e difração de raios-X, a ordem de grandeza dos resultados obtidos não equivalem.

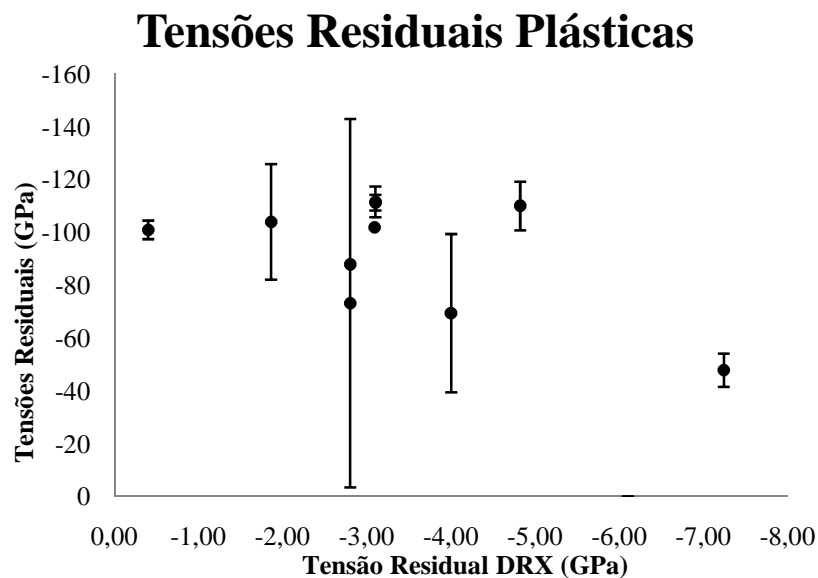


Figura 66. Cálculo das tensões residuais plásticas

A Figura 67 indica o cálculo das tensões elásticas com o fator de forma para os resultados obtidos via MEF. Nota-se que existe correlação entre as tensões

impostas e as tensões calculadas, porém o módulo das tensões calculadas é significativamente maior.

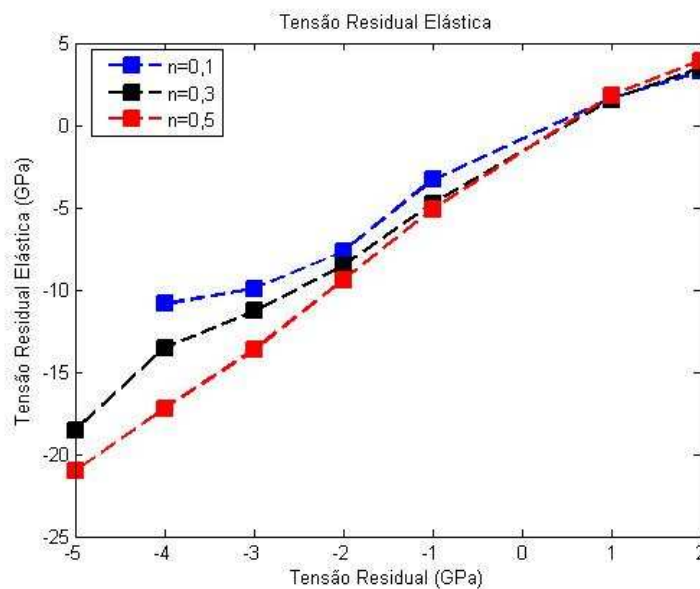


Figura 67. Tensão residual elástica para resultados numéricos

Por outro lado, retirando-se o fator de forma, é obtida a Figura 68 em que, além de haver correlação, os valores obtidos são bem próximos dos valores impostos. Nota-se nas Figuras 67 e 68 que o valor calculado de tensões depende do encruamento, que quanto maior, maior será o módulo das tensões calculadas. Nota-se, ainda, que quanto mais longe do comportamento plástico (tensões em módulo acima de 4 GPa) mais eficaz é o método de cálculo e o resultado se torna menos dependente do encruamento.

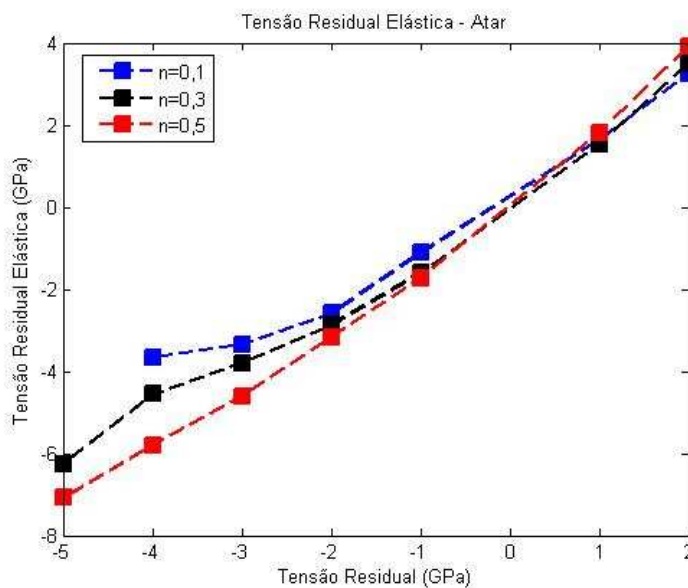


Figura 68. Tensões residuais elásticas sem fator de forma para resultados numéricos

Comparando os resultados numéricos, em que a única diferença entre as simulações é o módulo das tensões residuais, com os resultados experimentais (Figura 65), no qual não há garantias que só a tensão residual tenha variada na mudança dos parâmetros de deposição, há uma grande melhoria na correlação dos dados e os resultados passam a condizer com a realidade (Figura 68).

A Figura 69 indica o cálculo das tensões plásticas, onde é possível notar que os resultados numéricos apresentam uma relativa melhoria com relação ao experimental, porém, o valor obtido não condiz com os valores de tensões impostos. O que era de se esperar, com exceção ao caso de - 5 GPa, dado que as tensões são de natureza elástica.

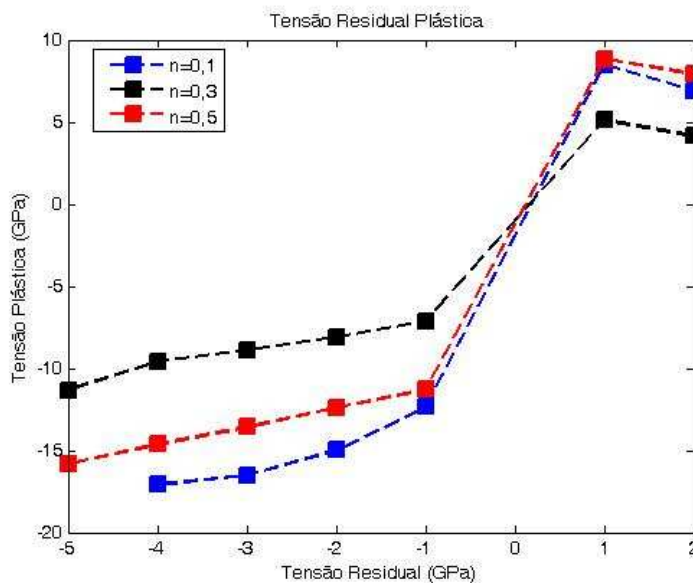


Figura 69. Tensões residuais plásticas para resultados numéricos

4.2.3.2 Cálculo de tensões residuais via método de Wang

O método de Wang foi aplicado somente nos resultados numéricos pela necessidade de um indentador cônico para o cálculo da energia residual, como indicado no 2.3.2.

Na Figura 70 estão indicados os gráficos do cálculo de tensões para três encruamentos. Nota-se que apesar de existir correlação entre as tensões impostas e as calculadas a ordem de grandeza difere. Porém, essa diferença se dá por um fator de correção de aproximadamente 10, que se for adicionado ao cálculo a correlação entre os resultados calculados e as tensões residuais iniciais do ensaio se tornaria próxima de uma reta com coeficiente angular 1.

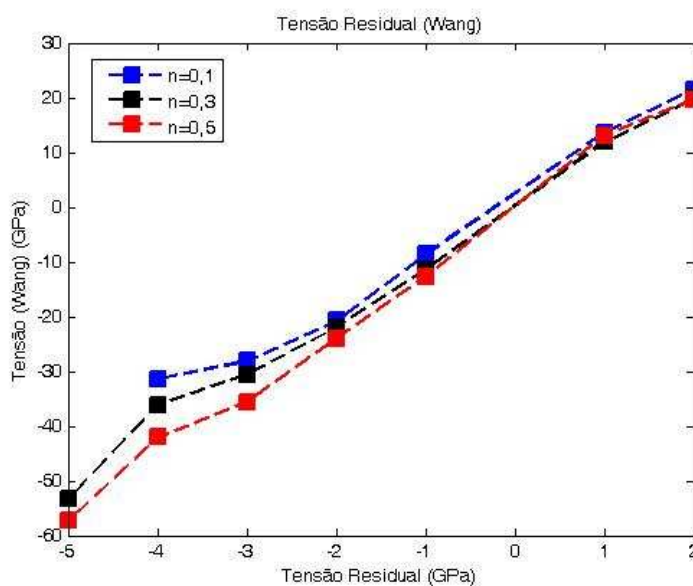


Figura 70. Tensão de Wang para resultados numéricos

4.2.4 Comparação dos parâmetros de ensaio quanto aos efeitos das tensões

Como visto no item 3.4.1, a escolha dos parâmetros de ensaio de indentação pode se limitando-se a carga máxima aplicada ou a profundidade de penetração.

Tsui et al. encontraram que quando limita-se a carga máxima a área obtida da curva de carga por profundidade de penetração varia em função das tensões residuais, enquanto que a área real não possui nenhuma variação em função das tensões (2). Já Bolshakov et al. limitaram a profundidade máxima de penetração e encontraram que enquanto que a área real não varia em função das tensões a área obtida pelo método de Oliver e Pharr varia (27). Esse resultado está indicado na Figura 71.

Nesse trabalho, os resultados experimentais (limitando-se a carga máxima) indicaram que quando limita-se a carga, a área calculada não variou. A explicação para esse resultado é que o método de Oliver e Pharr já fornece a área real quando ocorre o *sink-in*.

A Figura 72 indica os resultados obtidos via elementos finitos. A área real não varia significativamente quando limita-se a carga, como mostrado por Tsui et al., como limita-se a carga as propriedades mecânicas como dureza (carga dividido pela área) não varia. Porém, quando limita-se a profundidade máxima de penetração do

indentador para encruamentos próximos de 0,1 (*pile-up* predomina) há variações na área real, e como a carga máxima também varia em função das tensões esse resultado levaria a cálculos de propriedades mecânicas que independem das tensões. Porém, quando o encruamento é maior (*sink-in* predomina) a área real não varia de forma significativa com as tensões residuais, o que levaria a cálculos de propriedades mecânicas dependentes das tensões. Portanto, esse resultado obtido por Bolshakov et al. é válido para encruamentos baixos.

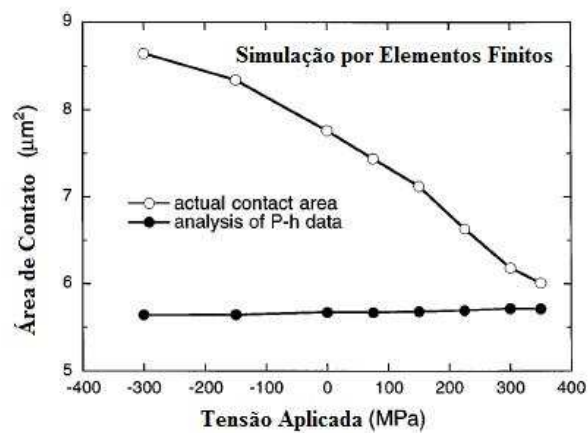


Figura 71. Área real e área obtida por Oliver e Pharr para resultados numéricos (27)

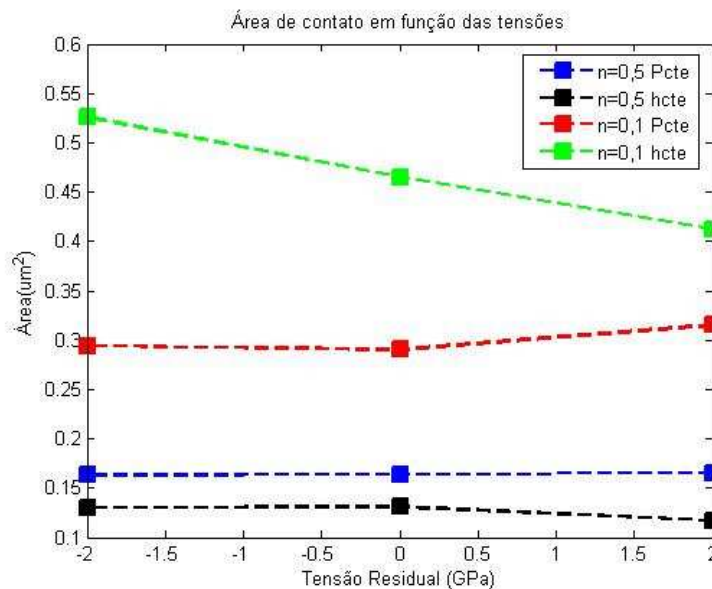


Figura 72. Comparação dos parâmetros de ensaio de indentação (carga máxima e profundidade máxima de penetração do indentador)

5. CONCLUSÕES

Da análise qualitativa do ensaio e análise das curvas obtidas chegou-se que as tensões residuais afetam o comportamento da morfologia do ensaio de indentação instrumentada (*pile-up* e *sink-in*), mesmo com relações de profundidade máximas sobre a mínima inferiores a 0,875. As tensões também afetam a constante da curva de carregamento do ensaio, porém não afetam o expoente.

O efeito das tensões residuais tradicionalmente encontrados na literatura pode ser minimizado com a variação das outras propriedades mecânicas levando a resultados como o da Figura 51. Tanto o encruamento como o módulo de elasticidade afetam na máxima carga aplicada no ensaio para uma mesma profundidade de penetração.

Da análise quantitativa do ensaio de indentação instrumentada, nota-se tensões residuais calculadas com base em curvas obtidas numericamente que os resultados numéricos apresentaram uma boa correlação com o valor de tensões residuais impostos no modelo. Esta boa correlação não foi obtida quando tensões residuais foram calculadas a partir de curvas obtidas experimentalmente com o correspondente valor de tensão calculada por DRX. Assim, pode-se levantar a hipótese de que ao se tentar variar as tensões residuais, mudando-se os parâmetros de deposição, acaba-se mudando os valores de propriedades mecânicas nos filmes, o que inviabiliza a aplicação dos modelos estudados nesse trabalho.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. **Cozza, R.C., Tanaka, D.K. e Souza, R.M.** Micro-abrasive wear of DC and pulsed DC titanium nitride thin films with different levels of film residual stresses. *Surface and Coating Technology*. 2006, Vol. 201, pp. 4294-4299.
2. **Tsui, T. Y., Oliver, W. C. e Pharr, G. M.** Influences of stress on measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I Experimental studies in an aluminum alloy. *J. of Material Research*. 1996, Vol. 11, pp. 752-759.
3. **Suresh, S. e Giannakopoulos, A. E.** A new method for estimating residual stress by instrumented sharp indentation. *Pergamon*. 1998, Vol. 46, pp. 50-63.
4. **Wang, Q., et al.** Indentation method do measure the residual stress induced by ion implantation. *Nuclear Instruments and Methods in Physucs Research*. 2006, Vol. 242, pp. 88-92.
5. **Queiroz, A. A.P.** *Método de medida de tensões residuais em filmes finos através de nanoindentação*. São Paulo : Trabalho de Formatura EP- USP, 2002. Orientador: Roberto Martins de Souza.
6. **Benegra, M.** *Viabilidade do cálculo de tensões residuais pela técnica de indentação instrumentada em filmes de nitreto de titânio*. s.l. : Mestrado: EP- USP, 2005. Orientador: Roberto Martins de Souza.
7. **Katsuragi, G.** *Influência do cálculo de área de contato e módulo de elasticidade na medida de tensões residuais pela técnica de indentação instrumentada*. São Paulo : Trabalho de Formatura: EP - USP, 2006. Orientador: Roberto Martins de Souza.
8. **Mady, C. E. K.** *Estudo comparativo de tensões residuais em filmes finos atrvés da firação de raios-X e indentação instrumentada*. FAPESP 2007/04731-9, 2008.
9. **Vossen, J.L. e Kern, W.** *Thin Film Processes*. San Diego : Academic Press, 1978. p. 564.
10. **Bunshah, R. F.** *Deposition Technologies, Properties and Applications. Handbook of Hard Coatings*. New Jersey : Noyens Publications, 2001.
11. **Fontana, L. C. e Muzart, J. L. R.** Triode Magnetron Sputtering TiN Film Deposition. *Surface and Coating Technology*. 1999, Vol. 114, pp. 7-12.
12. **Hultman, L e Sundgren, J. E.** Structure/Property Relationships for Hard Coatings. *Handbook of Hard Coatings*. New Jersey : Noyens Publications, 2001.

13. **Movchan, B. A. e Demchishin, A. V.** Investigations of the structure and properties of thick Ni, Ti, W, Al₂O₃ and ZrO₂ vacuum condensates. *Fizika Metalov i Metelovenije*. 1969, Vol. 28.
14. **Thorton, J. A. e Hoffman, D. W.** Stress-Related Effects in Thin Films. *Thin Solid Films*. 1989, Vol. 171, pp. 5-31.
15. **Bull, S.J. e Rickerby, D.S.** Characterization of hard coatings. *Handbook of hard coatings*. 2001, p. 550.
16. **Mura, T.** Micromechanics of Defects in Solids. *Mertimus Nijhoff Publishers The Hange*. 1982.
17. **Janssen, G. C. A. M.** Stress and strain in polycrystalline thin films. *Thin Solid Films*. 2007, Vol. 515, pp. 6654-6664.
18. **Holmberg, K., et al.** Residual stresses in TiN, DLC and MoS₂ coated surfaces with regard to their tribological fracture behaviour. *Wears*. 2009.
19. **Okolo, B., et al.** The effect of deposition parameters and substrate surface condition at texture, morphology and stress in magnetron-sputter deposited Cu films. *Thin solid films*. 2005, Vol. 474, pp. 50-63.
20. **Machunze, R. e Janssen, G.C.A.M.** Stress gradients in titanium nitride thin. *Surface and coating technology*. 2008, Vol. 203, pp. 550-553.
21. **Oliver, W. C. e Pharr, G. M.** An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*. 1992, Vol. 17, pp. 1564-1583.
22. **Giannakopoulos, A. E. e Suresh, S.** Determination of Elastoplastic Properties by Instrumented Sharp Indentation. *Scripta Materialia*. 1999, Vol. 40, pp. 1191-1198.
23. **Pinyaúde, G., et al.** A review of reverse analysis of mechanical properties extraction using instrumented Vickers indentation. *Zeitschrift für Metallkunde*. 2005, Vol. 11.
24. **Pharr, G.M.** Instrumented indentation testing. *ASM handbook, Mechanical testing and evaluation*. 2002, Vol. 8, pp. 231-242.
25. **Kokubo, S.** *Science report of the tohoku imperial univerty*. 1931. p. 256. 21.
26. **Lepienski, C. M., et al.** Factors limiting the measurement of residual stress in thin films by nanoindentation. *Thin Solid Films*. 2004, Vols. 447-448, pp. 251-257.

27. **Bolshakov, A., Oliver, W.C. e Pharr, G.M.** Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II Finite Elements Simulation. *Journal of Material Research*. 1996, Vol. 11.
28. **Swadener, J. G., Taljat, B. e Pharr, G. M.** Measurement of residual stress by load and depth sensing indentation with spherical indenters. *J. Mater. Research*. 2001, Vol. 16, pp. 2091-2102.
29. **Atar, E., et al.** Residual stress estimation of ceramic thin films by X-ray diffraction and indentation techniques. *Scripta Materialia*. 2003, Vol. 48, pp. 1331-1336.
30. **Podgornik, B., et al.** Tribological properties of plasma nitrided and hard coated AISI 4140 steel. *Wear*. 2001, Vol. 249, pp. 254-259.
31. **Fontana, L. C. e Muzart, J. L. R.** Triode magnetron sputtering TiN film deposition. *Surface and Coating Technology*. 1999, Vol. 114, pp. 7-12.
32. **Bunshah, R. F.** Deposition technologies properties and applications. *Handbook of hard coatings*. New Jersey : Noyens Publications, 2001.
33. **Rafaja, D., et al.** Depth profile of residual stress in metal-ion implanted TiN coatings. *Surface and Coating Technology*. 1996, Vol. 14, p. 2462.
34. **Quaeyhaegens, C., Knuyt, G. e Stals, L. M.** Study of residual macroscopic stress in TiN coatings deposited on various steel types (TuSA1). *Surface and coating technology*. 1995, Vols. 74-75, pp. 104-109.
35. **Welzel, U., et al.** Stress analysis of Polycrystalline Thin films and Surface Regions by X-Ray Diffraction. *Journal of Applied Crystallography*. 2005, Vol. 38, pp. 1-29.
36. Norma ISO14577. *Metallic materials - Instrumented indentation tests for hardness and materials parameters*.
37. **Bolshakov, A. e Pharr, G.M.** Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques. *Journal of materials research*. 1998, Vol. 13.
38. **Costa Neto, P.L. de O.** *Estatística*. 2a edição. São Paulo : Edgard Blücher, 2002.
39. **Rodriguez, S.A., Moré-Farias, M.C. e Souza, R.M.** Analysis of the effects of conical indentation variables on the indentation response of elastic-plastic materials

through factorial design of experiment. *Journal of Material Research*. 2009, Vol. 24.

40. **Wang, Q., et al.** Indentatio Method to Mesure the Residual Stress Induced by Ion Implantation. *Nuclear Instruments and Methods in Physycs Research*. 2006, Vol. 242, pp. 88-92.