

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA

RAFAEL MATOS GOULARTE

MÓDULO DE ELASTICIDADE DE MATERIAIS LAMELARES DETERMINADOS
COM A TÉCNICA DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

Joinville

2014

RAFAEL MATOS GOULARTE

**MÓDULO DE ELASTICIDADE DE MATERIAIS LAMELARES
DETERMINADOS COM A TÉCNICA DE INDENTAÇÃO
INSTRUMENTADA**

Trabalho apresentado ao Curso de Graduação em Engenharia Automotiva da Universidade Federal de Santa Catarina como parte dos requisitos para a obtenção do título de Engenheiro Automotivo.

Orientador: Prof. Dr. Alexandre Mikowski

Joinville

2014

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Goularte, Rafael Matos
Módulo de Elasticidade de Materiais Lamelares
Determinados com a Técnica de Indentação Instrumentada /
Rafael Matos Goularte ; orientador, Alexandre Mikowski -
Joinville, SC, 2014.
45 p.

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) -
Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Joinville.
Graduação em Engenharia Automotiva.

Inclui referências

1. Engenharia Automotiva. 2. Material Lamelar. 3. Módulo
de Elasticidade. 4. Grafite. 5. Indentação Instrumentada.
I. Mikowski, Alexandre. II. Universidade Federal de Santa
Catarina. Graduação em Engenharia Automotiva. III. Título.

RAFAEL MATOS GOULARTE

**MÓDULO DE ELASTICIDADE DE MATERIAIS LAMELARES DETERMINADOS COM A
TÉCNICA DE INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA**

Esse Trabalho de Graduação foi julgado adequado para obtenção de título de “Engenheiro Automotivo”, e aprovado em sua forma final pela Comissão examinadora e pelo Curso de Graduação em Engenharia Automotiva da Universidade Federal de Santa Catarina.

Joinville, 01 de Dezembro de 2014

Prof. Leonel Rincón Cancino, Dr.
Coordenador do Curso

COMISSÃO EXAMINADORA:

Prof. Alexandre Mikowski, Dr.
Orientador

Prof. Claudimir Antonio Carminatti, Dr.

Prof. Hazim Ali Al-Qureshi, PhD.

AGRADECIMENTOS

Dedico esse trabalho aos meus pais que apoiaram durante todo esse tempo de curso e permitiram a conclusão do mesmo.

Agradeço aos meus colegas de curso Antonio Neto, Felipe e Herlon que sempre estiveram ao meu lado durante toda a graduação e auxiliaram a superar os momentos de dificuldades do curso.

Agradeço também ao Prof. Alexandre Mikowski pela oportunidade de trabalhar nesses 4 anos de pesquisa e ensino, além do auxílio no desenvolvimento deste trabalho. Também agradeço a Cristina Mendes da Silva pelo suporte dado na fase experimental do trabalho.

Não poderia deixar de agradecer também a UFSC que durante todo o curso ofereceu uma estrutura e um corpo docente qualificado para proporcionar a melhor formação do engenheiro.

RESUMO

A busca pelo entendimento do comportamento dos materiais e das suas propriedades mecânicas tem solicitado métodos cada vez mais precisos. Em algumas situações uma determinada técnica não apresenta dados precisos para um determinado material. Alguns fatores que influenciam para tal cenário são as características químicas, físicas ou a aplicação do material. Um exemplo é o caso dos materiais lamelares que apresentam o fenômeno de fratura durante ensaios, e necessitando de modelos matemáticos para contorna essa situação. A proposta do trabalho é a determinação das propriedades mecânicas de materiais lamelares com o uso do método de energia proposto por Malzbender e corrigido por Souza *et al.* Além disso, um comparativo é realizado entre os resultados obtidos com o método de Oliver & Pharr, um método tradicional para determinação das propriedades mecânicas de materiais. Com base nos métodos apresentados é possível estimar o módulo de elasticidade da Grafite, caso em que os métodos convencionais (tração, compressão, ultra-som, etc.) não são apropriados

Palavras-Chaves: materiais lamelares, propriedades mecânicas, módulo de elasticidade, indentação instrumentada, grafite.

ABSTRACT

The pursuit for understanding the behavior of materials and their mechanical properties requests more precise methods. In some instances, a particular technique does not provide accurate data for a given material. Some factors that influence the occurrence of these events are the chemical, physical or material application characteristics. An example is the layered materials that present the phenomenon of fracture during tests and requires mathematical models for circumvents this situation. The purpose of this study is to determine the mechanical properties of layered materials using the energy method proposed by Malzbender and corrected by Souza et al. In addition, a comparison is made between the results obtained with the method of Oliver & Pharr, a traditional method for determining mechanical properties of these materials. Based on these methods it is possible to estimate the modulus of elasticity of graphite, case which conventional methods (tension, compression, ultrasound, etc.) are not suitable.

Keywords: Lamellar materials, mechanical properties, modulus of elasticity, Instrumented indentation, graphite

Lista de Figura

| | |
|--|----|
| Figura 1 - Representação das cargas atuando na tração, compressão e cisalhamento do material. | 14 |
| Figura 2 - Diagrama correlacionando densidade e módulo de elasticidade para alguns tipos de materiais. | 16 |
| Figura 3 - Máquina de ensaio tração-compressão..... | 18 |
| Figura 4 - Representação da curva tensão-deformação convencional e real para um material metálico dúctil. | 19 |
| Figura 5 - Esquema básico dos componentes para o ensaio de vibração. | 20 |
| Figura 6 - Esquema de propagação do pulso ultra-sônico. | 21 |
| Figura 7 - Esquema de captação do eco do pulso ultra-sônico..... | 22 |
| Figura 8 - Representação do ciclo de carregamento-descarregamento com indicação dos principais pontos..... | 25 |
| Figura 9 - Imagem da ponta de indentação do tipo Berkovich obtida com uso de Microscopia Eletrônica de Varredura. | 26 |
| Figura 10 - Superfície do material durante o ensaio na (a) parte superior sobre carga máxima e (b) parte inferior após descarregamento. | 27 |
| Figura 11 - Comparativo entre curvas com carga de 1 mN sem fratura (a) e carga de 4 mN com fratura (b) no ensaio de indentação instrumentada para grafite HOPG. | 30 |
| Figura 12 - Ilustração de uma estrutura lamelar..... | 33 |
| Figura 13 - Grafite na forma de minério..... | 34 |
| Figura 14 - Estrutura cristalina da grafite. | 34 |
| Figura 15 - Determinação dos valores de W em (a) e W_e em (b)..... | 38 |
| Figura 16 - Área de fratura para ensaios com carga superior a 1mN..... | 42 |

Lista de Abreviaturas, Siglas e Símbolos

| | |
|-----------------------|---|
| ν | Coefficiente de Poisson |
| ε_{long} | Deformação elástica longitudinal do material (adimensional) |
| ε_{trans} | Deformação elástica lateral do material (adimensional) |
| E | Módulo de elasticidade (Pa) |
| E_R | Módulo de elasticidade reduzido(Pa) |
| σ | Tensão aplicada (Pa) |
| σ_p | Tensão de proporcionalidade |
| σ_Y | Tensão de escoamento |
| σ_U | Tensão máxima |
| σ_R | Tensão de ruptura |
| ψ | Constante da geometria da secção |
| m | Massa do corpo de prova |
| L | Comprimento do corpo de prova |
| f_f | Frequência de ressonância fundamental |
| T_1 | Fator de correção para o modo fundamental flexional |
| ρ | Densidade do material (kg/m ³) |
| T | Tempo medido de retorno do sinal |
| $P_{m\acute{a}x}$ | Carga máxima |
| h | Profundidade de penetração indentador |
| h_c | Profundidade de penetração de contato |
| $A(h_c)$ | Área ideal de contato |
| h_s | Deslocamento de superfície |
| h_f | Deformação plástica residual |
| h_{max} | Profundidade de penetração máxima |
| h_e | Profundidade de deslocamento recuperação elástica |
| h_{popin} | Profundidade de penetração abruptas devido a fratura |
| ε | Fator constante de intercepção |

| | |
|---------------|--|
| S_{\max} | Rigidez de contato |
| β | Fator de correção geométrica do indentador |
| ν_i | Coefficiente de Poisson indentador |
| E_i | Módulo de Elasticidade indentador |
| H | Dureza por indentação |
| HM | Dureza Martens |
| γ | Ângulo de um indentador cônico, |
| ε | Geométrica constante de um indentador |
| k^{-1} | Função da metade do ângulo do indentador |
| α | Proporcionalidade entre a área e a profundidade máxima na dureza Martens |
| W | Energia envolvida na deformação total |
| W_e | Energia envolvida na deformação elástica |
| W_p | Energia envolvida na deformação plástica |
| W_f | Energia envolvida na fratura |

Sumário

| | | |
|-----|------------------------------------|----|
| 1 | INTRODUÇÃO | 12 |
| 1.1 | Tema..... | 12 |
| 1.2 | Delimitação do Tema..... | 12 |
| 1.3 | Problema de Pesquisa..... | 12 |
| 1.4 | Justificativa | 13 |
| 1.5 | Objetivos | 13 |
| 2 | MÓDULO DE ELASTICIDADE..... | 14 |
| 3 | MÉTODOS DE MEDIÇÃO | 17 |
| 3.1 | Ensaio de Tração / Compressão..... | 17 |
| 3.2 | Ensaio de Vibração | 19 |
| 3.3 | Ensaio de Ultra-som..... | 21 |
| 3.4 | Considerações | 23 |
| 4 | INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA | 24 |
| 4.1 | Método de Oliver & Pharr..... | 24 |
| 4.2 | Método de Energia..... | 29 |
| 5 | MATERIAL LAMELAR – GRAFITE | 33 |
| 6 | METODOLOGIA..... | 36 |
| 6.1 | Obtenção dos dados..... | 36 |
| 6.2 | Tratamento dos dados..... | 37 |
| 7 | RESULTADOS E DISCUSSÃO | 40 |
| 7.1 | Análise com Carga de 1 mN..... | 40 |
| 7.2 | Análise com Carga de 4 mN..... | 40 |
| | CONCLUSÕES..... | 43 |
| | REFERÊNCIA..... | 44 |

1 INTRODUÇÃO

A correta compreensão e determinação das propriedades mecânicas dos materiais são de fundamental importância para o desenvolvimento de todos os projetos, independente do setor em que os mesmos são aplicados.

Atualmente, um dos grandes problemas para aplicação da grafite como lubrificante sólido é a determinação de suas propriedades mecânicas. A dificuldade é devido a formação de fraturas durante os ensaios, o que torna impreciso os valores obtidos pelos métodos tradicionais, como de Oliver & Pharr.

1.1 Tema

O trabalho aborda a aplicação do método de Oliver & Pharr e do método de Energia proposto por Malzbender, que apresenta uma correção realizada por Souza *et al*, para a determinação das propriedades mecânicas da grafite, material lamelar. Aplicado como lubrificante sólido em sistemas microeletromecânicos para o setor automotivo.

1.2 Delimitação do Tema

A propriedade a ser analisada será o módulo de elasticidade do material lamelar e a influência da carga utilizada.

1.3 Problema de Pesquisa

O método de Oliver & Pharr permite mensurar as propriedades mecânicas com uso de uma carga baixa durante a indentação no material. Porém, para os materiais que possuem uma estrutura lamelar, como é o caso da grafite, há dificuldade para garantir os valores obtidos neste ensaio. Devido à fratura no material durante aplicação da carga, ocorre uma variação acentuada na profundidade atingida durante a penetração do indentador piramidal de diamante. Como a profundidade de contato na penetração é uma das variáveis para determinação do módulo de elasticidade, tem-se uma variação no valor do módulo de elasticidade obtido nos ensaios que apresentam fratura. Nesses casos é necessário realizar uma transposição das curvas, ou seja, descontar a energia para geração da fratura. A partir dessa nova curva determina-se o módulo de elasticidade do material. Este procedimento é conhecido como método de Energia.

1.4 Justificativa

Uma palavra muito utilizada na indústria, de um modo geral, para representar uma melhoria de produto é aperfeiçoar. Essa palavra apresenta nos dicionários um significado de fazer algo perfeito ou melhorar, segundo MICHAELIS (2012). Então, quando um profissional deseja tornar algo melhor, deve conhecer muito bem seu comportamento e sua aplicação. No caso dos materiais é necessária uma boa compreensão das suas propriedades mecânicas (elasticidade, plasticidade, dureza, resiliência, ductilidade e tenacidade) e a solicitação que estão submetidos. Conhecendo essas informações é possível utilizar de modo mais coerente a matérias prima, reduzir custos e garantir a segurança dos usuários ou operação do componente. Neste trabalho será abordado o estudo de uma das propriedades mecânicas que é o módulo de elasticidade

A importância de estudar o método de determinação das propriedades mecânicas da grafita como lubrificante sólido é pelo crescente número de aplicações de sistemas microeletromecânicos. Um clássico sistema são os acelerômetros aplicados em sistemas de Air Bag nos veículos comercializados. Este sistema que, desde janeiro de 2014, é obrigatório em todos os veículos comercializados no país. De modo a garantir que o funcionamento ocorra sem falha, deve-se ter um conhecimento das propriedades mecânicas e do processo de fratura do lubrificante sólido para o mesmo não interferir na operação ou danifique o equipamento.

1.5 Objetivos

De uma maneira breve, o objetivo geral do trabalho é constatar qual o melhor procedimento para determinação do módulo de elasticidade da grafita de forma confiável e precisa independente da presença ou não da fratura. Para isso é necessário analisar se a fratura é relevante para determinação da propriedade do material e a possibilidade de aplicar qualquer valor de carga no ensaio. Portanto, será necessário estabelecer um valor de carga padronizado para o ensaio e com esse padrão estimar o valor do módulo.

Como objetivos específico temos dois pontos importante no trabalho. O primeiro ponto consiste na verificação da aplicação do método de Oliver & Pharr e do método de Energia na grafite para determinação do módulo de elasticidade. Já o segundo ponto refere-se a adaptação do método de Energia para determinação do módulo de elasticidade da grafite.

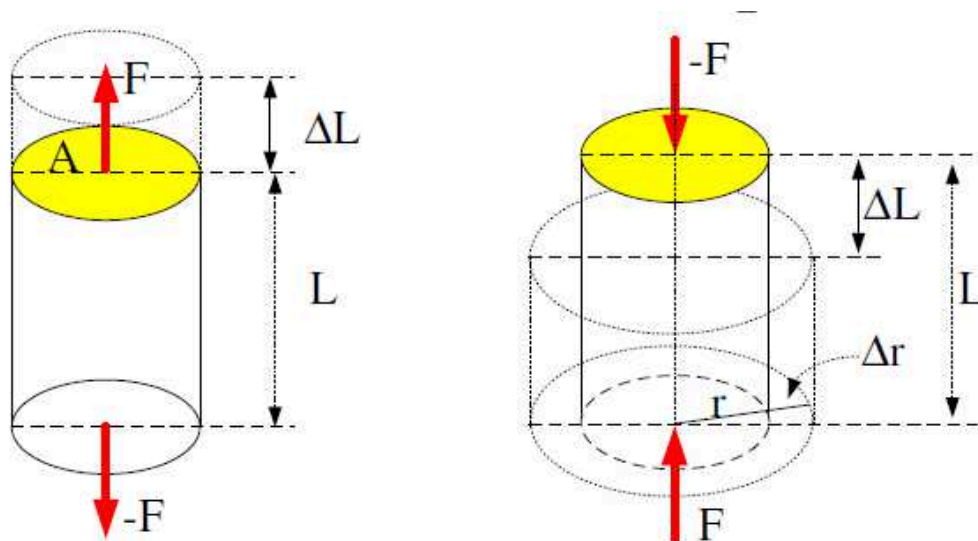
2 MÓDULO DE ELASTICIDADE

Os materiais quando submetidos a uma tensão podem apresentar dois tipos de deformação: plástica e/ou elástica. A primeira ocorre quando há o deslocamento dos planos cristalográficos do material. Neste caso, quando tensão é suspensa, o material não retorna a forma inicial. O segundo tipo representa o alongamento ou compactação das células unitárias na direção da tensão. Já nesta circunstância, após a suspensão da tensão, o material retorna a posição inicial, ou seja, a deformação desaparece.

A deformação produz um ajuste ou acomodação na estrutura cristalina quando um corpo está submetido a uma força de compressão ou tração, ou seja, na direção perpendicular a carga atuante no material. A acomodação da estrutura dependerá da força de ligação interatômica, da composição química, da microestrutura, da presença ou não de discordâncias, de defeitos, e da estrutura cristalográfica do material.

O comportamento da deformação é representado pela Figura 1.

Figura 1 - Representação das cargas atuando na tração, compressão e cisalhamento do material.



Fonte: Modificado de (KRUPCHACK, 2013)

Durante um carregamento de tração, ocorre o alongamento do material e na situação de compressão se tem compactação do comprimento da amostra. A deformação dará origem a um coeficiente importante para a análise do material, chamado de

Coefficiente de Poisson. O coeficiente é dado pela relação entre a deformação longitudinal e transversal de um material quando um corpo de prova cilíndrico submetido a uma tensão e conforme relação:

$$\nu = -\frac{\varepsilon_{trans}}{\varepsilon_{long}} \quad (1)$$

ν = Coeficiente de Poisson

ε_{long} = Deformação elástica longitudinal do material (adimensional)

ε_{trans} = Deformação elástica lateral do material (adimensional)

Conhecendo a carga atuante e a deformação provocada sobre o material é determinado uma das principais propriedades mecânicas dos materiais, chamado de Módulo de Elasticidade, ou também conhecido como Módulo de Young. Ela está correlacionada com o intervalo de deformação elástica do material, significando que a tensão é inferior a tensão de escoamento do material e não chega a ocorrer a deformação plástica do material. Ela apresenta a razão entre a tensão que o material está submetido e a deformação resultante, chamada de *Lei de Hooke*.

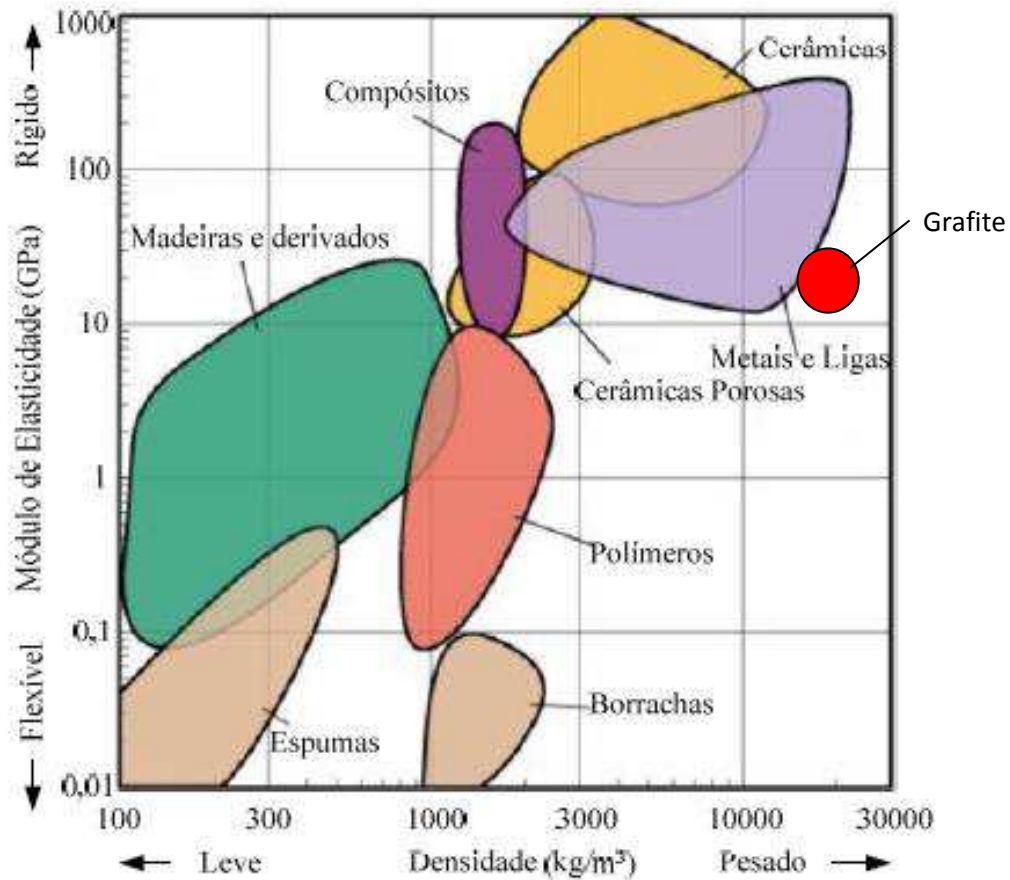
$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon_{long}} \quad (2)$$

E = Módulo de elasticidade (Pa)

σ = Tensão aplicada (Pa)

Nota-se pela equação (2), que define o módulo de elasticidade, um comportamento linear, logo para um gráfico de tensão por deformação será representada pela tangente da curva. Essa curva pode ser obtida através de ensaios de tração, compressão ou flexão do material.

Figura 2 - Diagrama correlacionando densidade e módulo de elasticidade para alguns tipos de materiais.



Fonte: Adaptado de (KRUPECHACKE, 2013)

Os valores típicos de alguns materiais são apresentados na Figura 2, a qual faz uma correlação da densidade do material com o módulo de elasticidade. Para o caso da grafite apresentado possui uma densidade aproximada de 2200 kg/m³ e o módulo de elasticidade de 20 GPa. Isso mostra como é fundamental conhecer o comportamento dos materiais quando se deseja aperfeiçoar um projeto. Por meio da substituição de um material convencional por outro com melhores características, pode-se atingir uma redução de peso, assegurando os mesmos requisitos de projetos. Outra opção é o aumento da resistência a deformação (material com maior rigidez), e chega-se a um produto com característica melhor ou uma maior resistência. Um evento que pode ser usado como analogia é o que vem ocorrendo na indústria automotiva é a substituição dos aços tradicionais por aços de alta resistência e a justificativa é melhorar a resistência da

estrutura do veículo e, ao mesmo tempo, reduzir o peso do veículo. Tudo isso conquistado com a compreensão das propriedades mecânicas e a melhoria dos materiais.

3 MÉTODOS DE MEDIÇÃO

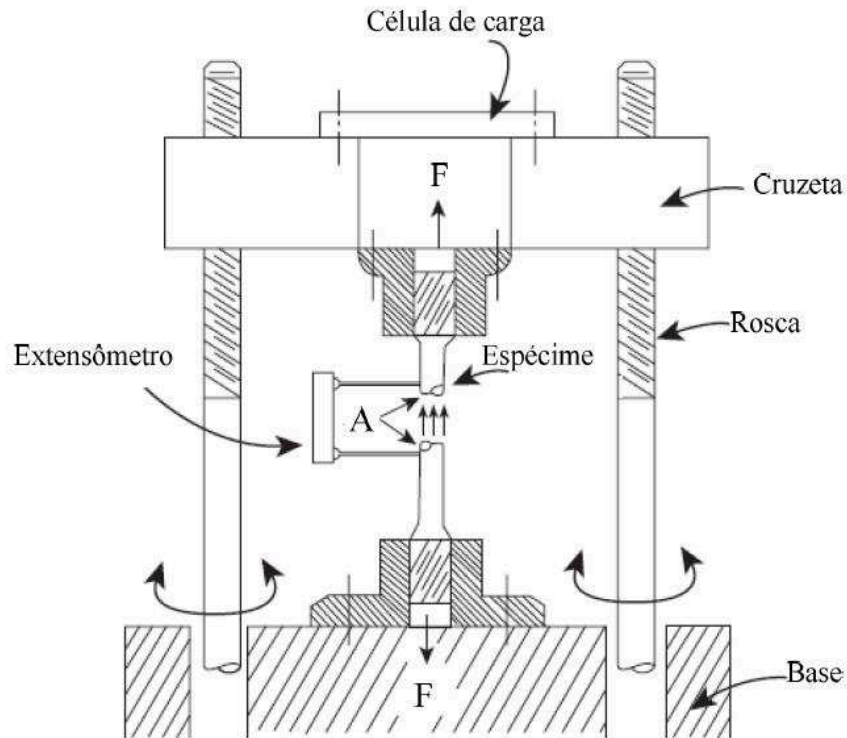
A determinação das propriedades mecânicas é de fundamental importância para todos os seguimentos de desenvolvimento de produto. De modo a garantir resultados em qualquer ambiente ou local são estabelecidas normas padrão para mensuração das propriedades. As normas são regulamentadas por órgãos competentes como a ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) para o Brasil e a padrão mundial ASTM (*American Society for Testing and Materials*). Atualmente para a determinação do módulo de elasticidade são seguidos um dos modelos de ensaio apresentados a seguir.

3.1 Ensaio de Tração / Compressão

O ensaio de tração / compressão são considerados ensaios quase-estáticos pela característica da carga imposta ao corpo de prova. Para estes casos a variação de carga ocorre de modo gradual e muito lento, permitindo a troca de calor entre o corpo de prova e o meio, processo chamado de isotérmico. Durante todo o processo a deformação provocada no material é mensurada com a utilização de um extensômetro, conforme ilustrado na Figura 3.

Para a realização do ensaio existem normas que estabelecem a variação da carga em função do tempo e as dimensões e formato que o corpo de prova deve apresentar. O funcionamento da máquina de ensaio mecânico ocorre pela movimentação das roscas (fusos), promovendo o deslocamento vertical da cruzeta. O deslocamento da cruzeta pode ser para cima ou para baixo. Na primeira situação ocorre o ensaio de tração e na segunda o ensaio de compressão do material. Importante notar que o ensaio de compressão não é usual para determinação do módulo de elasticidade.

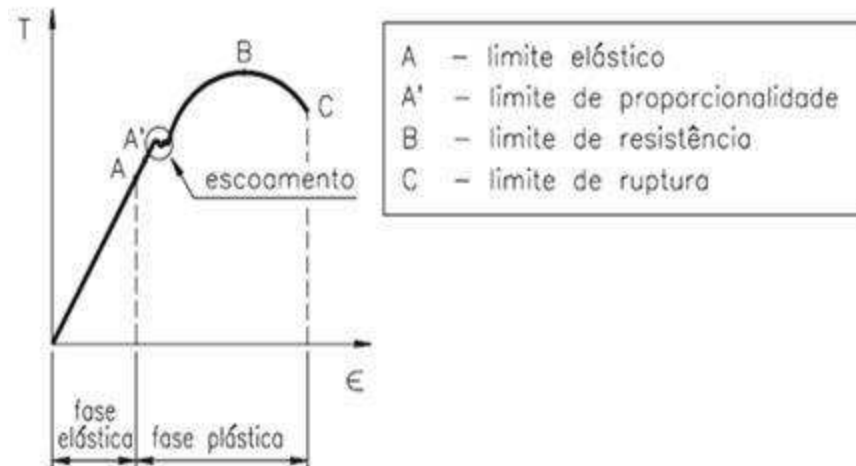
Figura 3 - Máquina de ensaio tração-compressão.



Fonte: (KRUPECHACKE, 2013)

Independente do tipo de ensaio, a carga que atuará sobre o corpo de prova será na direção axial e provocará a deformação do material até a sua ruptura. De modo a quantificar a carga aplicada utiliza-se uma célula de carga, que neste caso são transdutores de força que convertem os esforços em um sinal elétrico. Com as informações provenientes da célula de carga e do extensômetro, o gráfico de tensão-deformação do ensaio para um material genérico é apresentado na Figura 4. Através do gráfico é possível determinar o módulo de elasticidade do material em análise pela equação da lei de Hooke, ou seja, a curva tangente do regime elástico.

Figura 4 - Representação da curva tensão-deformação convencional e real para um material metálico dúctil.



Fonte: (TRIGO, 2014)

Na Figura 4 também é possível observar as fases de deformação do material durante o ensaio de tração. A primeira fase consiste na deformação elástica do material que vai da tensão nula até A , representado a região elástica do material. Quando a tensão é superior a A inicia-se a segunda fase chamada de deformação plástica do material. Nesta fase ocorre a deformação do material a uma tensão constante de A' até dar início ao encruamento e a elevação da tensão.

O encruamento é considerado a região onde ocorre a redução da seção transversal do corpo de prova e define a maior tensão que o material pode ser submetido que é a tensão máxima B . Após passar o ponto de tensão máxima há um decréscimo na tensão submetida ao material que atinge um valor C que ocorre a ruptura do material.

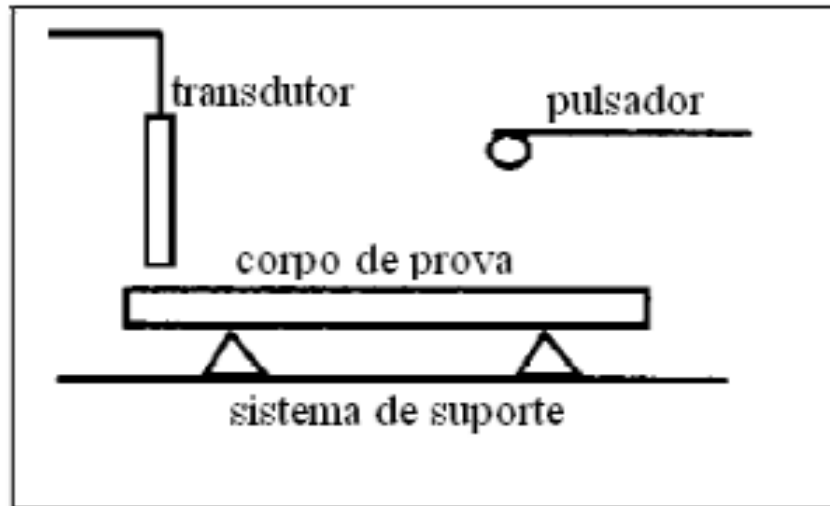
3.2 Ensaio de Vibração

O ensaio de vibração consiste em um método dinâmico para análise das propriedades mecânicas de um corpo além de ter como característica ser um ensaio não destrutivo. Considerada uma metodologia de ensaio simples, com rápida execução, necessitando de pequenos corpos de prova, utilizado pequenos valores de carga, contribuindo para assim um melhor controle das propriedades e suas variações.

O experimento consiste na excitação de um corpo de prova prismático com a utilização de um pulsador, como apresentado na Figura 5, induzindo uma propagação de onda no interior do material. A onda propagada é captada na outra extremidade com a

utilização de transdutores os quais convertem o sinal de uma onda mecânica em um sinal elétrico que fornecerá a frequência de ressonância do corpo de prova.

Figura 5 - Esquema básico dos componentes para o ensaio de vibração.



Fonte: (COSSOLINO, 2014)

Obtidos os dados, é possível realizar o tratamento dessas informações para determinação do módulo de elasticidade do material, que é descrita pela equação 3.

$$E = \psi m L^3 f_f^2 T_1 \quad (3)$$

Onde: ψ = Constante da geometria da secção (m^{-4})

m = Massa do corpo de prova (kg)

L = Comprimento do corpo de prova (m)

f_f = Frequência de ressonância fundamental (Hz)

T_1 = Fator de correção para o modo fundamental flexional (s^2/m)

A determinação do módulo de elasticidade depende da geometria do corpo de prova. A Tabela 1 apresenta as equações para duas geometrias: retangular e circular.

Tabela 1 – Equações para cálculo do módulo de elasticidade para barra de secção retangular e circular.

| Secção | ψ | T_1 |
|------------|---------------------------------------|--|
| Retangular | $\left[\frac{0,9465}{b.t^3} \right]$ | $\left[1 + 6,585 \left(\frac{t}{L} \right)^2 \right]$ para $\frac{L}{t} \geq 20$ |
| Circular | $\left[\frac{1,6067}{D^4} \right]$ | $\left[1 + 4,939 \left(\frac{D}{L} \right)^2 \right]$ para $\frac{L}{D} \geq 20$ |

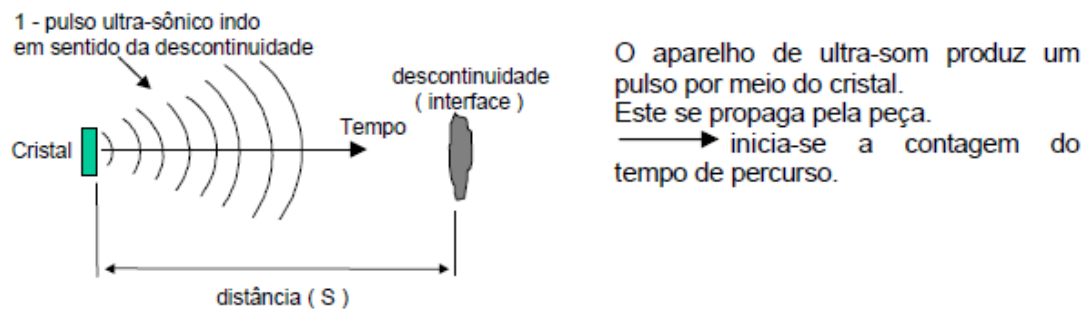
Fonte: O Autor baseado em (COSSOLINO, 2014)

3.3 Ensaio de Ultra-som

O método de ultra-som é similar ao utilizado por alguns animais como os morcegos e os golfinhos. A emissão de sons com alta frequência (superior a 20kHz) imperceptíveis ao ser humano, são propagados no meio e assim os animais detectam obstáculos, possíveis alimentos e reconhecem a região em que se encontram.

O funcionamento do método de ultra-som é por meio da emissão de ondas mecânicas de alta frequência, neste caso uma onda com frequência de ~ 20kHz é emitida na direção do material conforme ilustrado na Figura 6.

Figura 6 - Esquema de propagação do pulso ultra-sônico.



Fonte: (COSSOLINO, 2014)

Com a colisão da onda no material ocorre a reflexão conforme ilustrada na Figura 7, logo a onda refletida é captada pelo cristal que transforma em um sinal elétrico sendo interpretado e amplificado pelo sistema de aquisição de dados.

Figura 7 - Esquema de captação do eco do pulso ultra-sônico.



Fonte: (COSSOLINO, 2014)

O sinal captado pelo cristal e apresentado no *display* (Visor) do sistema de aquisição é proporcional ao tempo medido de retorno do sinal (T) e a distância até a peça (L) é pré definida pelo executor. Logo, a velocidade (V) é calculada pela seguinte relação:

$$V = \frac{L}{T} \quad (4)$$

Conhecida a variável velocidade, é possível calcular o módulo de elasticidade do material em análise.

$$E = \frac{\rho (V^2) (1+\nu) (1-2\nu)}{(1-\nu)} \quad (5)$$

E = Módulo de Elasticidade (Pa)

ρ = Densidade do material (kg/m^3)

ν = Coeficiente de Poisson do material.

A vantagem do método é a sua simplicidade para execução e a rápida determinação do módulo de elasticidade. Em contra partida existe o problema de incertezas de medição devido ao uso de acoplantes (gel, graxa, óleo ou vaselina) entre o transdutor e o corpo de prova que podem interferir no valor obtido na leitura. Outro ponto é a necessidade de uma estimativa para o valor do Coeficiente de Poisson, já que o

método não contempla a determinação deste valor para o material em estudo e havendo, assim, a necessidade de utilizar valores da literatura.

3.4 Considerações

Os métodos apresentados possuem vantagens e desvantagens quando utilizados em materiais tradicionais como os metais, cerâmicas, polímeros e compósitos aplicados no segmento industrial. Porém, a análise de materiais lamelares não é algo tão simples devido à fragilidade do material para sua fixação ou a dificuldade de elaboração de corpos de provas com dimensões seguindo as normas para o ensaio definidas pela *ASTM* e *ABNT*. Outros fatores são apresentados na Tabela 2, com uma análise comparativa dos métodos, em que fica fácil compreender como o método de indentação instrumentada será vantajoso por requerer um pequeno corpo de prova, não havendo a necessidade de fixá-lo, submeter a tensões do tipo compressão ou tração, com uma incerteza baixa. Mais informação sobre o ensaio de indentação instrumentada será abordado na próxima seção.

Tabela 2 – Análise comparativa dos métodos.

| | Ensaio destrutivo | Incerteza na medida | Tempo de medida | Amostras caracterizáveis | Constantes elásticas | Medidas em função da temperatura |
|-------------------------|-------------------|---------------------|-----------------|--------------------------|-------------------------------------|----------------------------------|
| Métodos quase-estáticos | sim | 15 % ou mais | ** | principalmente metais | foco no E | difícil |
| Métodos dinâmicos | não | < 2 % | segundos | qualquer material sólido | E, G e μ (simultaneamente) | fácil |
| Métodos por ultrassom | não | até 15%* | segundos | qualquer material sólido | E (com μ estimado e não medido) | difícil |

* Dependente do valor da razão de Poisson estimada

** Dependente do equipamento e de quem executa

Fonte: (COSSOLINO, 2014)

4 INDENTAÇÃO INSTRUMENTADA

A indentação instrumentada é um ensaio mecânico que permite a determinação de propriedades plásticas e elásticas dos materiais. O procedimento consiste na penetração do indentador na superfície do material. O indentador pode apresentar diferentes geometrias (Canto de Cubo, Cone, Pirâmide triangular ou quadrada). O equipamento registra instantaneamente a carga aplicada e a profundidade de penetração do indentador durante as fases do ensaio, sendo a primeira de carregamento e a segunda de descarregamento:

- Carregamento: Ocorre o aumento contínuo e gradual da força aplicada, partindo do valor de zero Newton até o valor máximo estabelecido.
- Descarregamento: Ocorre movimento inverso ao carregamento, uma redução contínua e gradual da carga aplicada do ponto de valor máximo estabelecido até a força zero.

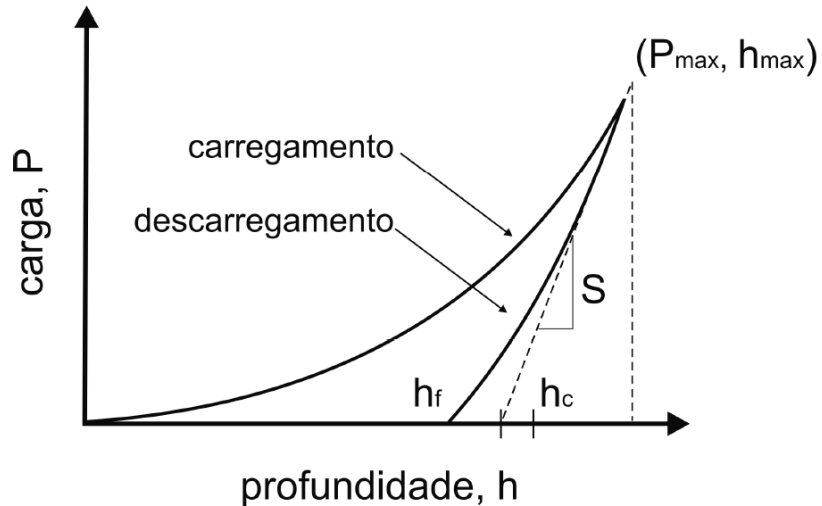
Nos métodos convencionais de mensuração de dureza há dependência da medição da geometria de impressão na superfície do material para cálculo da dureza, utilizando microscópio. Por meio da indentação não há dependência de medir a impressão residual deixada sobre a superfície do material, pelo fato do cálculo ocorrer com os dados obtidos da curva de carregamento-descarregamento. Essa vantagem é destacada principalmente no estudo de materiais com baixa deformação plástica que mesmo sem a impressão é possível calcular as propriedades desejadas.

4.1 Método de Oliver & Pharr

O ponto de partida para o trabalho é o artigo de Oliver & Pharr publicado em 1992 que atualmente contém mais de 9 mil citações segundo o portal *Web Of ScienceTM*. No artigo é proposto um método matemático para determinação das propriedades mecânicas de materiais com uso da indentação instrumentada, que registra a carga (P) e profundidade de penetração (h) a cada intervalo de tempo (t). A partir dos pontos registrados é possível montar uma curva de carregamento-descarregamento composta por n pontos de carga aplicada pela profundidade de penetração do indentador no material representada conforme a Figura 8. As vantagens apresentadas pelo uso da indentação instrumentada está no fato de permitir a medição de propriedade elástica,

como módulo de elasticidade, e a dispensa da mensuração da impressão formada durante o ensaio.

Figura 8 - Representação do ciclo de carregamento-descarregamento com indicação dos principais pontos.



Fonte: (MIKOWSKI, 2008)

A partir da curva pode-se extrair algumas informações importantes para determinação da dureza e do módulo de elasticidade que são: a carga máxima no ensaio, a profundidade de penetração da ponta do indentador e a rigidez de contato.

A carga máxima ($P_{máx}$) é determinada observando o gráfico e sua determinação é fundamental para obtenção do valor da dureza dada pela equação 6.

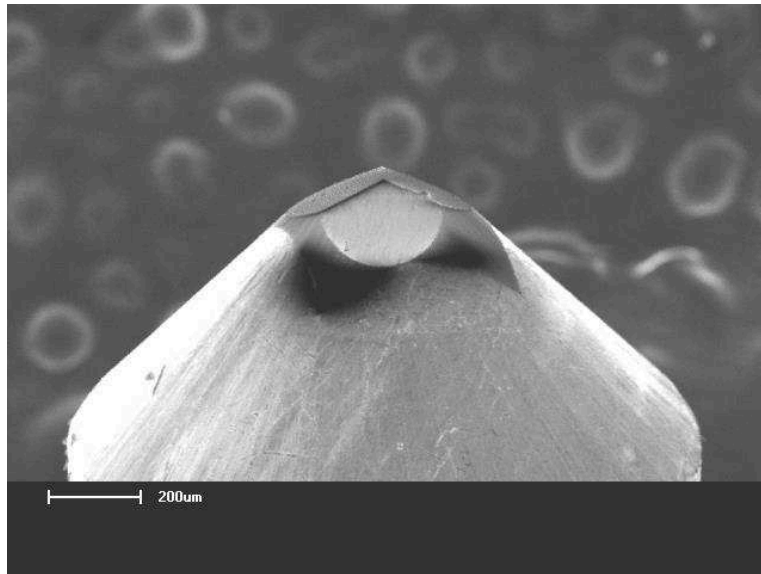
$$H = \frac{P_{máx}}{A(h_c)} \quad (6)$$

Porém para determinação da dureza há mais uma variável dada pela área de contato da ponta do indentador com a superfície do material. O valor da área é uma função da profundidade de penetração de contato (h_c) e a geometria do indentador utilizado. Na equação 7 é apresentada a área ideal que pode ser considerada próxima da área real para uma ponta do tipo Berkovich. Essa aproximação é propagada ao longo da determinação das propriedades mecânicas dos materiais e não afeta significativamente os resultados.

$$A(h_c) = 24,5h_c^2 \quad (7)$$

O formato de uma ponta Berkovich está apresentado na Figura 9, que consiste em uma imagem obtida com uso de *MEV* (Microscopia Eletrônica de Varredura).

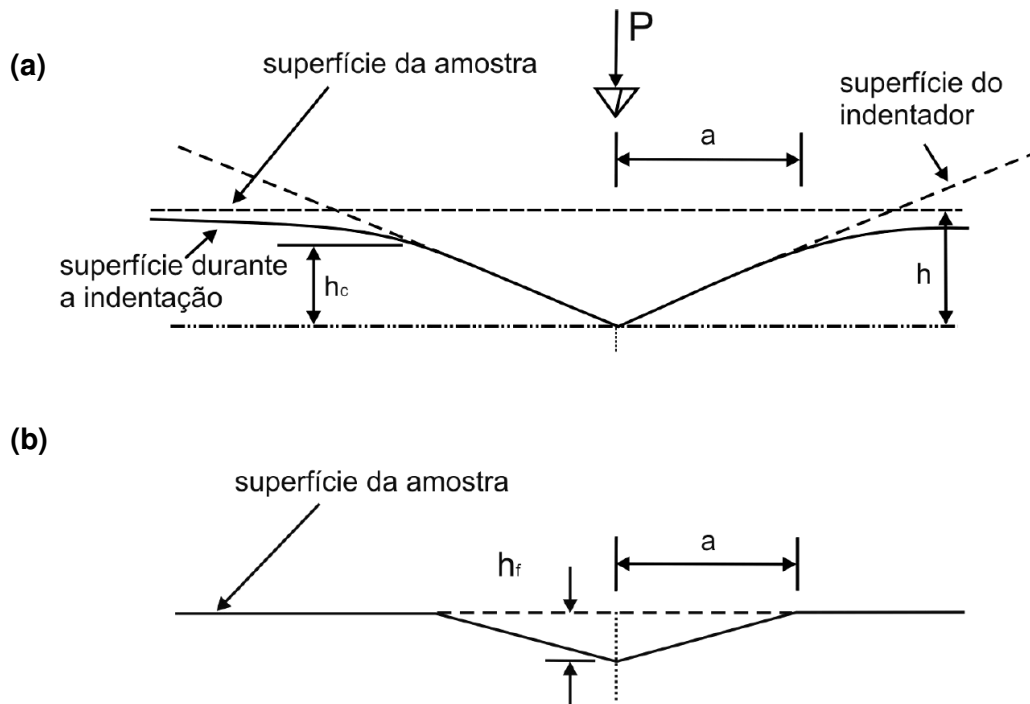
Figura 9 - Imagem da ponta de indentação do tipo Berkovich obtida com uso de Microscopia Eletrônica de Varredura.



Fonte: (MIKOWSKI, 2008)

Para compreender melhor a relação entre a profundidade e a área de contato deve-se observar a Figura 10, que apresenta uma representação esquemática de um perfil de indentação.

Figura 10 - Superfície do material durante o ensaio na (a) parte superior sobre carga máxima e (b) parte inferior após descarregamento.



Fonte: (MIKOWSKI, 2008)

Esse perfil mostra as duas principais situações no ensaio: a Figura 10–a mostra o indutor com carga máxima sabendo que o valor de profundidade de penetração h é dado pela soma da profundidade de penetração de contato (h_c) e o deslocamento de superfície (h_s) conforme a seguinte equação 8.

$$h = h_c + h_s \quad (8)$$

Para a Figura 10–b observa-se a deformação plástica residual (h_f) na superfície do material após a suspensão da carga. Então para uma situação onde a carga é $P_{máx}$ a profundidade de penetração será $h_{máx}$ no material e pode-se afirmar a seguinte relação sobre a situação conforme a equação 9.

$$h_{máx} = h_c + h_s = h_f + h_e \quad (9)$$

Importante notar que h_e representa a profundidade de deslocamento/recuperação elástica do material após a suspensão da carga contra superfície do material. Para isolar a profundidade de contato da ponta de indentação com a superfície deve-se manipular a equação 9 e finalmente chegar a seguinte relação dada equação 10.

$$h_c = h_{\max} - h_s \quad (10)$$

Onde a profundidade de deslocamento da superfície é igual a componente elástica da solução de força-deslocamento de Sneddon e assim obtendo a equação 11.

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (11)$$

Sendo que ε é um fator constante de intercepção que depende da geometria do indentador, e é igual a 0,75. Assim pode-se substituir a equação 11 em 10 e chegando a equação 12, que representa a profundidade de contato do indentador no material.

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (12)$$

Logo a equação para determinação da dureza para o uso de uma ponta Berkovich ideal é:

$$H = \frac{P_{\max}}{24,5 \left(h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \right)^2} \quad (13)$$

A última variável a ser extraída do ensaio de indentação instrumentada é a rigidez de contato determinada por meio da equação 14. Ela representa a derivação da parte superior da curva de descarregamento como ilustra a Figura 8.

$$S_{\max} = \frac{dP}{dh} \quad (14)$$

Permite-se, assim, a determinação do valor do módulo de elasticidade reduzido por meio da equação, que só é possível no início da curva de descarregamento devido ao comportamento elástico do material. O valor de β para o indentador Berkovich é de 1,034.

$$E_r = \left(\frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \right) \frac{S}{\sqrt{A(h_c)}} \quad (15)$$

O motivo para utilização do módulo de elasticidade reduzido é que em seu valor estará considerado os efeitos de indentadores não rígidos e está relacionado ao módulo de elasticidade do material e do indentador (CALLISTER, 2000). Após essas considerações pode-se obter o módulo de elasticidade do material com a equação 16.

$$E = \frac{1 - \nu^2}{\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}} \quad (16)$$

Na qual a Coeficiente de Poisson (ν_i) e Módulo de Elasticidade (E_i) são do indentador e o Coeficiente de Poisson (ν) para o material devem ser conhecidos. Os valores adotados para uma ponta Berkovich de diamante e uma amostra de grafite os parâmetros estão apresentados na Tabela 3.

| Tabela 3 - Parâmetros para determinação do módulo de elasticidade. | |
|--|----------|
| Parâmetro | Valor |
| ν | 0,30 |
| ν_i | 0,07 |
| E_i | 1411 GPa |

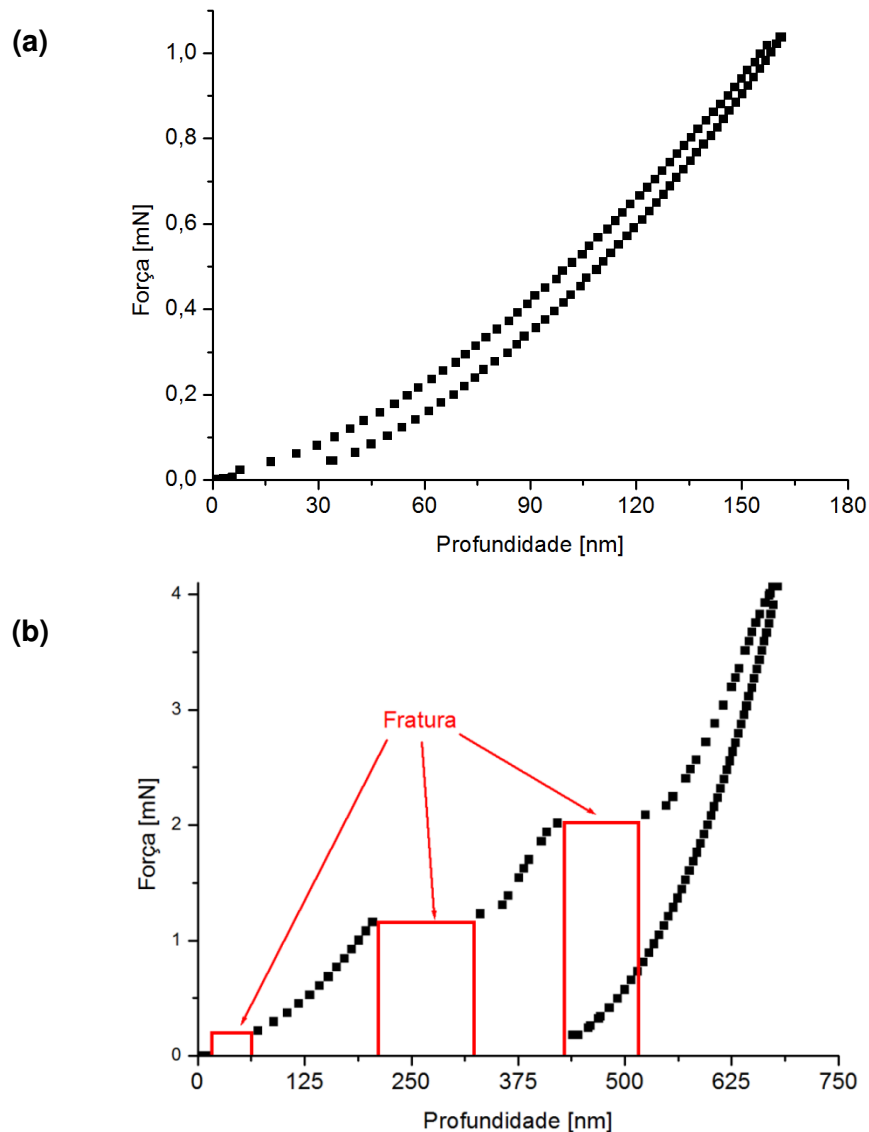
Fonte: O Autor com dados obtidos em Oliver & Pharr, 1992

4.2 Método de Energia

O método de Oliver & Pharr apresenta valores precisos das propriedades mecânica dos materiais quando o ensaio apresenta uma curva característica como a ilustrada na Figura 11-a, sem a formação de fratura ao longo do ensaio. Porém a determinação das mesmas propriedades em ensaio que ocorra a formação de fraturas como mostrado na Figura 11-b, gera-se uma distorção no valor obtido para a área de

contato. O deslocamento promovido pelo indentador será maior no ensaio que apresente fratura e utilizando uma da equação 7 da área de contato terá um valor maior. A dureza e o módulo de elasticidade reduzidos, determinados respectivamente pelas equações 13 e 15, são influenciados pelo valor da área de contato, o valor da propriedade será inferior com o aumento da área de contato.

Figura 11 - Comparativo entre curvas com carga de 1 mN sem fratura (a) e carga de 4 mN com fratura (b) no ensaio de indentação instrumentada para grafite HOPG.



Fonte: O Autor

O método de energia é uma das técnicas possíveis para o cálculo da dureza e do módulo de elasticidade. O modelo matemático utilizado neste trabalho foi de Souza

(2010), que usou como base os trabalhos de Malzbender (2003) no qual inicia seu equacionamento com a razão entre a dureza por indentação (H) e a dureza Martens (HM) dada pela equação 17 conforme apresentado no trabalho de Malzbender (2003).

$$\frac{HM}{H} = \left[\sqrt{\frac{\alpha}{\pi(\tan \gamma)^2}} + \frac{\varepsilon}{\beta} \sqrt{\frac{\alpha\pi}{4} \frac{H}{E_r}} \right]^{-2} \quad (17)$$

As constantes γ, ε e k^{-1} das equação 17 são constantes que depende do tipo do ponta de indentação aplicada no experimento. O primeiro representa metade do ângulo de um indentador cônico. Já o segundo reproduz a geométrica constante de um indentador parabólico. Por fim, o terceiro corresponde a uma função da metade do ângulo do indentador. Já a constante α representa a proporcionalidade entre a área e a profundidade máxima na dureza Martens. Os valores e funções aplicados para cada constante estão ilustrados na Tabela 4.

Tabela 4 - Constantes do modelo matemático.

| Constante | Valor | Referência |
|---------------|--|------------------|
| k^{-1} | 4,678 | MALZBENDER, 2003 |
| ε | 0,75 | SOUZA, 2010 |
| γ | 70,3° | SOUZA, 2010 |
| α | $\pi \tan \gamma \sqrt{1 + (\tan \gamma)^2}$ | SOUZA, 2010 |

Fonte: O Autor

Trabalhando sobre a equação 17 e aplicando a relação proposta por Malzbender e de With para H / E_r , chega-se a equação 18.

$$\frac{W_p}{W} = 1 - \frac{W_e}{W} = 1 - \left(\frac{\varepsilon}{2} + \frac{\beta}{\pi \tan \gamma} \frac{E_r}{H} \right)^{-1} \quad (18)$$

Na qual as variáveis W_e , W_p e W são as energias mecânicas envolvidas na deformação do material. A primeira representa à deformação elástica e a segunda a deformação plástica. A terceira variável é a soma das deformações elástica e plástica, ou

seja, é a deformação total promovida pelo ensaio de indentação instrumentada no material.

Ao trabalhar a equação acima, Souza (2010) propôs duas novas equações para determinação da dureza e do módulo de elasticidade a partir da profundidade penetração do indentedor (h) e das energias mecânicas envolvidas. As expressões para a dureza e o módulo de elasticidade reduzido são representadas respectivamente pela equação 19 e 20.

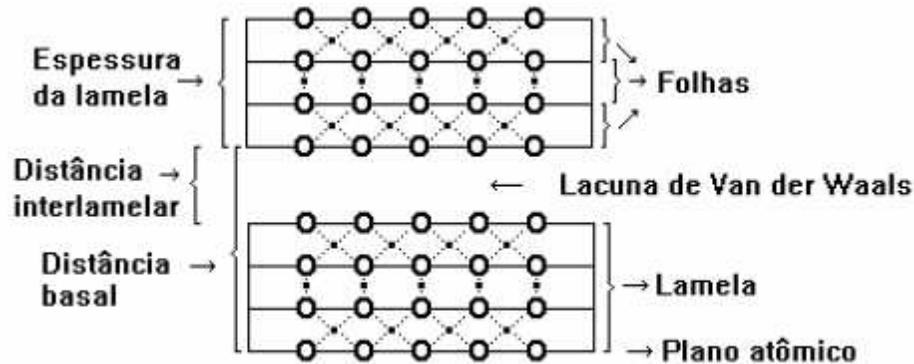
$$H = \frac{W}{h^3} \frac{3}{\pi \tan^2 \gamma} \left[1 + \frac{\varepsilon}{2W / W_e - \varepsilon} \right]^2 \quad (19)$$

$$E_R = \frac{3W_e}{\beta h^3} \left[\frac{(W / W_e)^2}{\tan \gamma (1 - \varepsilon W_e / 2W)} \right]^2 \quad (20)$$

5 MATERIAL LAMELAR – GRAFITE

Os materiais lamelares são compostos por um conjunto de unidades bidimensionais sobrepostas sendo, essas unidades chamadas de lamelas, as quais ficam distribuídas ao longo da direção basal (direção perpendicular às lamelas). As ligações que unem as lamelas são dadas por uma força de ligação fraca, ou seja, apresentam uma lacuna de Van der Waals, como representa a Figura 12.

Figura 12 - Ilustração de uma estrutura lamelar.



Fonte: (MIKOWSKI, 2008)

Por apresentar essas características, os materiais lamelares possuem uma anisotropia na sua estrutura, resultando em diferentes propriedades para cada direção do cristal.

A grafite é um típico material lamelar encontrado na natureza no formato de flocos ou em pó. A coloração da grafite é o cinza metálico, como mostrado na Figura 13. Atualmente o Brasil ocupa o posto de terceiro maior produtor, atrás da China e Índia. (CARVALHO, 2012).

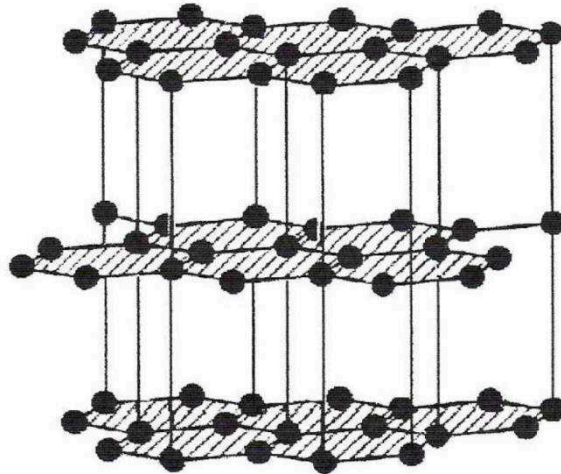
Figura 13 - Grafite na forma de minério.



Fonte: (FERREIRA, 2008)

É importante notar que o material possui uma estrutura cristalina derivada do carbono, disposta no formato de um plano de cristais hexagonais no qual as ligações dos átomos de carbono são do tipo covalente e assim formando as lamelas. As lamelas podem ser sobrepostas como mostra a Figura 14 e suas ligações são através das forças de Van der Waals, que mantem as camadas paralelas a uma distância de 0,335 nm. A ligação de Van der Waals são ligações fracas e permitem a formação de uma nuvem de eletrônica devido aos elétrons livres de valência presentes e, assim, garantindo as propriedades mecânicas da grafite. (MIKOWSKI, 2008)

Figura 14 - Estrutura cristalina da grafite.



Fonte: (MIKOWSKI, 2008)

Por apresentar estrutura lamelar a grafite possui propriedades interessantes como: condutividade elétrica, condutividade térmica, propriedade de lubrificante e resistência a altas temperaturas.

Dentre as aplicações da grafite no setor automotivo temos como material de adição para pastilhas e lonas de freios, retardante de chama em polímeros e lubrificante sólido de componentes mecânicos.

Para analisar melhor seu comportamento como lubrificante é importante conhecer e determinar as propriedades mecânicas da grafite. Para determinação das propriedades há algumas dificuldades devido a estrutura do material. No caso da grafite ao realizar a penetração do indentador na superfície da amostra, pode ocorrer a fratura sucessiva dessas lamelas e com isso provocar um deslocamento abrupto do indentador. Como visto na definição do método de Oliver & Pharr, a determinação do módulo de elasticidade é em função das variáveis deslocamento e carga aplicada. Para um deslocamento adicional, devido à fratura das lamelas, há uma perturbação no valor encontrado para as propriedades mecânicas analisadas.

6 METODOLOGIA

Nesta seção serão abordados os procedimentos para obtenção dos dados e os procedimentos para o tratamento dos dados coletados.

6.1 Obtenção dos dados

O material utilizado nos ensaios de indentação foi a grafite pirolítica (fornecido pela empresa SPI Supplies com certificação de 99,99% de grau de pureza) que apresenta um formato retangular (10 x 10 x 1 mm) e é altamente orientada (HOPG). As indentações foram realizadas por Alexandre Mikowski durante seu pós-doutorado na UFPR, no período de Agosto de 2008 até Fevereiro de 2010.

Para iniciar os ensaios experimentais foi necessária a limpeza e a redução da rugosidade superficial da amostra. O procedimento consiste na aplicação de uma fita adesiva sobre a superfície escolhida para realização do ensaio. Com a remoção da fita obtêm-se uma superfície plana e limpa, além da retirada de alguns planos lamelares por efeito de clivagem.

Os experimentos para coleta de dados foram definidos para dois valores de cargas diferentes, sendo 1 mN e 4 mN os valores estabelecidos para o experimento. Utilizando um indentador instrumentado Nanoindenter XP da MTS Systems Corporation instalado no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas da Universidade Federal do Paraná (UFPR) realizou-se um total de 200 indentações sobre a superfície da amostra (100 com uma carga de 1mN e 100 com uma carga de 4 mN). É importante informar que a distância entre os centros das indentações apresentava um valor mínimo de 2,5 vezes o diâmetro do indentador. Tal medida é necessária para não ocorrer influência da medida anterior na indentação seguinte, pois uma pequena área no entorno da indentação é afetada pelo carregamento e a deformação plástica no local.

Os dados obtidos no ensaio de indentação são compilados para o computador com uso do programa *TestWorks® 4* da *MTS Systems Corporation*. Cada ensaio forneceu uma curva de carregamento-descarregamento o que permitiu coletar as seguintes informações para cada amostra: carga e profundidade de penetração do indentador ao longo de cada ensaio, os resultados foram convertidos para uma planilha em *Microsoft® Excel* com o auxílio do programa *TestWorks® 4*.

6.2 Tratamento dos dados

Com as planilhas em *Excel* foi possível a manipulação dos dados para determinação do módulo de elasticidade tanto pelo método de Oliver & Pharr como pelo método de Energia.

O início do tratamento dos dados ocorreu com a rejeição de algumas curvas obtidas. Para os ensaios de 1 mN um total de 9 curvas foram descartadas por apresentarem fratura. Neste trabalho desejava-se que as curvas com esta carga apresentassem um comportamento contínuo na curva, ou seja, sem as discontinuidades apresentadas devido a ocorrência de fratura. Já para os ensaios de 4 mN apenas 1 curva foi descartada devido a um erro de leitura pelo sistema de ensaio.

A segunda fase de tratamento dos dados ocorreu com a determinação do módulo de elasticidade pelo método de Oliver & Pharr. Para essa fase houve a colaboração da Cristina Mendes da Silva, aluna do Programa Bolsista Voluntário de Iniciação Científica, para determinação dos pontos de carga máxima e deslocamento máximo em 1 mN e 4 mN. Com essas informações realizou-se a aplicação da equação 12 para obter a profundidade de contato entre o indentador e a superfície do material. Esse passo é importante, pois por meio dele foi determinada a área de contato do indentador com a superfície do material e, por fim, determinou-se o módulo de elasticidade do material. Para o tratamento estatístico dos resultados foi utilizado o programa *Microcal Origin®* para determinação da média e desvio padrão, além do cálculo de integração numérica.

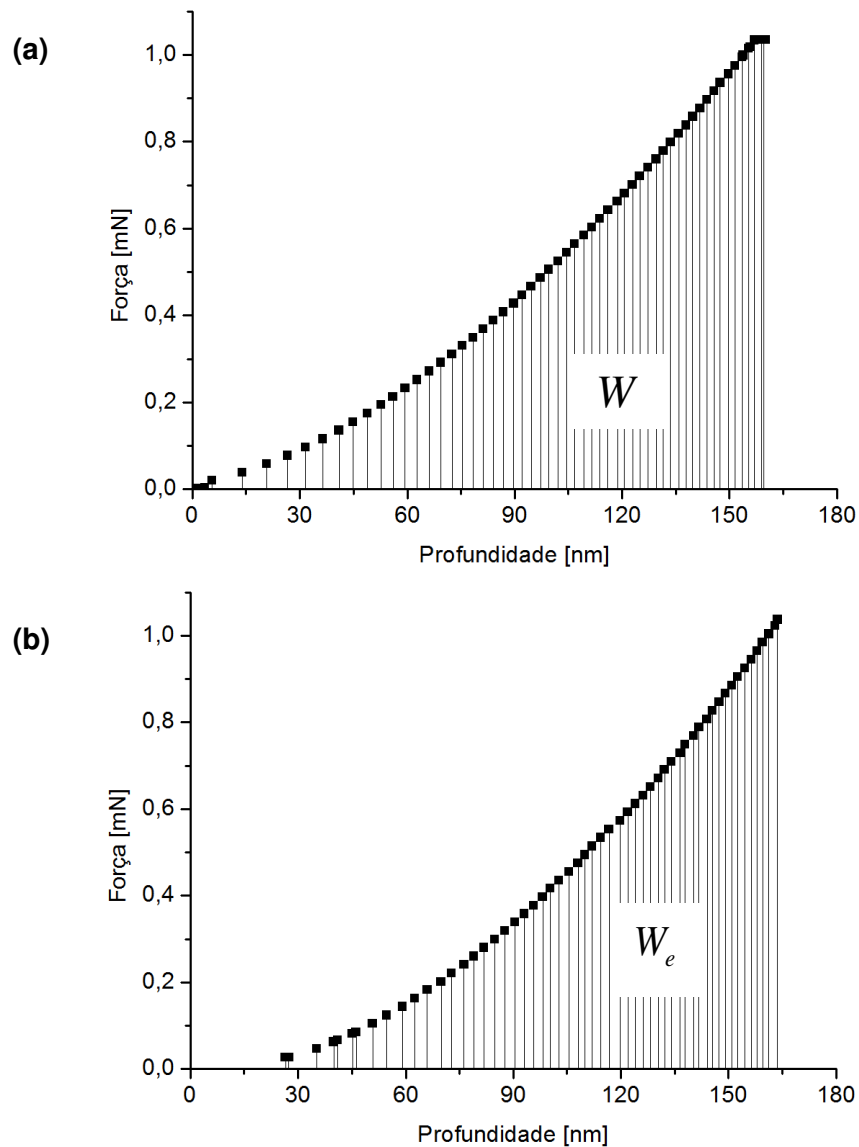
A próxima fase consistiu na determinação do módulo de elasticidade pelo método de energia. Para isso foi necessário determinar as áreas abaixo da curva de carregamento e descarregamento com a determinação dos valores de W e W_e com uso das equações 21 e 22, respectivamente.

$$W = \int_0^{h_{m\acute{a}x}} P.dh \quad (21)$$

$$W_e = \int_{h_f}^{h_{m\acute{a}x}} P.dh \quad (22)$$

A Figura 15 ilustra de modo esquemático o cálculo de W (a) e W_e (b) encontradas pela integral das curvas obtidas no ensaio de indentação instrumentada.

Figura 15 - Determinação dos valores de W em (a) e W_e em (b).



Fonte: O Autor

Os valores das áreas determinados foram transferidos para uma planilha em *Microcal Origin*®, o que permitiu a determinação do módulo de elasticidade com uso da equação 20 e o tratamento estatístico dos dados, ou seja, determinação da média e do desvio padrão.

7 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão abordados os resultados obtidos do comparativo entre o método de Oliver & Pharr (O&P) com o Método de Energia apresentado. Também apresenta-se as justificativas para alguns ajustes adotados na manipulação das planilhas para o correto comparativo.

7.1 Análise com Carga de 1 mN

O primeiro conjunto de dados tratados após os ensaios foi com a carga de 1 mN aplicada. Nesta análise foram descartadas um total de 7 amostras por apresentarem a presença de fratura. A escolha pelo descarte desses dados ocorreu pela intenção de comparar os métodos de O&P com o de Energia, onde as curvas de carregamento-descarregamento apresentassem comportamento idêntico aos materiais utilizados na proposta do artigo de Oliver & Pharr em 1992. Com essa abordagem obteve-se a Tabela 5 com os valores do módulo de elasticidade para a carga de 1 mN. Os resultados obtidos para esse valor de carga já apresentaram divergência entre os métodos utilizados.

Tabela 5 - Módulo de elasticidade apresentado em unidade de GPa.

| Método | $P_{MÁX} = 1 \text{ mN}$ |
|--|--------------------------|
| Oliver & Pharr | $17,54 \pm 0,78$ |
| Energia Modificado (Malzbender/Souza) | $22,36 \pm 1,03$ |

Fonte: O Autor

7.2 Análise com Carga de 4 mN

Para a segunda situação, o valor da carga máxima adotada está apresentado na Tabela 6 com os valores do módulo de elasticidade para os dois métodos aplicados.

Tabela 6 - Módulo de elasticidade apresentado em unidade de GPa.

| Método | $P_{MÁX} = 4 \text{ mN}$ |
|--|--------------------------|
| Oliver & Pharr | $8,87 \pm 1,16$ |
| Energia Modificado (Malzbender/Souza) | $17,15 \pm 2,90$ |

Fonte: O Autor

As indentações realizadas com carga máxima equivalente a 4 mN em sua totalidade apresentaram a presença de uma ou mais fraturas. Constatou-se que a carga na qual ocorriam as fraturas não apresentava um conjunto de valores similares, o que mostra a característica de anisotropia do material, ou seja, as propriedades do material não são contínuas para toda amostra.

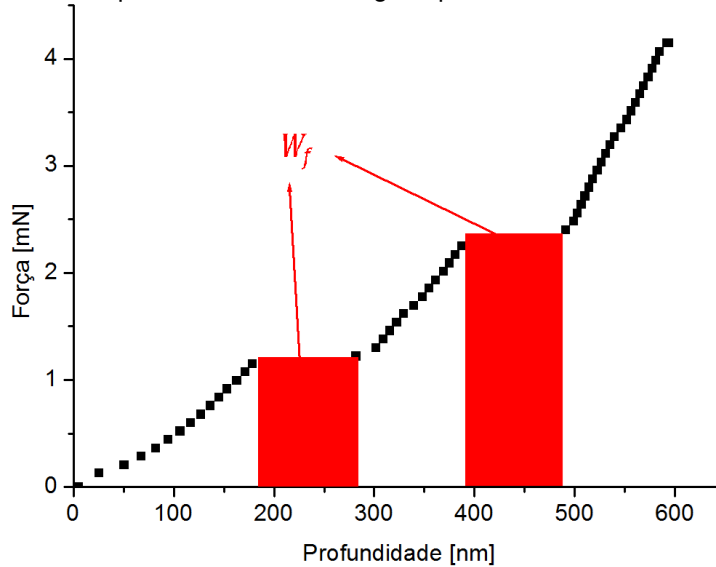
Para a determinação do módulo de elasticidade reduzido do material lamelar grafite houve a necessidade de realizar uma adaptação da equação de Souza et al (2010), pois a grafite quando submetida ao ensaio de indentação instrumentada utilizando uma ponta Berkovich com carga superior a 4 mN apresenta fratura na curva de carregamento. Assim a equação 23 deve ser reescrita como:

$$E_R = \frac{3}{(h - h_{popin})^3} \frac{k^{-1}}{\pi \tan^2 \gamma} \frac{(W - W_f)^2}{W_e} \left[1 + \frac{\varepsilon}{2(W - W_f) / W_e - \varepsilon} \right]^2 \quad (23)$$

em que h_{popin} representa a soma profundidade de penetração abrupta devido a fratura de lamelas durante o ensaio de indentação instrumentada com carga aplicada de até 4 mN e W_f representa a soma das áreas dos retângulos formados nesses deslocamentos abruptos conforme a equação 24. Na Figura 16 é representado um exemplo dessa situação com as regiões apresentadas em vermelho.

$$W_f = \sum_{i=1}^n (P_f \cdot h_{popin})_i \quad (24)$$

Figura 16 - Área de fratura para ensaios com carga superior a 1mN.



Fonte: O Autor

Para o carregamento de 4 mN a divergência entre o valor obtido pelo método de Oliver & Pharr com o método de energia apresentou uma diferença aproximada de 100%. Essa diferença é resultado da presença de fratura na curva de carregamento-descarregamento caso em que o método de O&P não leva em consideração, resultando em uma medida imprecisa do módulo de elasticidade.

Já na comparação para um mesmo método os valores foram bem expressivos para ambos. Para o método de energia a diferença do módulo de elasticidade com carga de 1 mN e 4 mN foi de aproximadamente 23%. O comparativo que utiliza o método de O&P superou a faixa de 100%. A ocorrência de divergência do valor para diferentes cargas não deveria ocorrer visto que o módulo de elasticidade é a derivada (tangente da curva carga por deformação do material), logo deveria possuir um valor constante para o intervalo elástico do material. Mas note que em indentação instrumentada, E_r depende de h_c que é afetada pela fratura. Para ambas as situações de cargas os valores obtidos estão próximos do valor fornecido pela *GE Advanced Ceramics* (2003), que é de 20 GPa.

CONCLUSÕES

No presente trabalho foi realizado um comparativo dos resultados obtidos por dois procedimentos para determinação do módulo de elasticidade que são o método de Oliver & Pharr e o método de Energia.

Uma série de ensaios de indentação instrumentada realizados em uma amostra composta de grafite HOPG foram tratados. Nas situações com 1 mN foi possível aplicar apenas as equações apresentadas por Oliver & Pharr e por Souza *et al.* Para a situação com carga de 4 mN foi necessário realizar uma modificação na equação apresentada por Souza *et al.* para contemplar o efeito da fratura na determinação do módulo de elasticidade.

Esta análise obteve valores satisfatórios para determinação do módulo de elasticidade da grafite, pois os valores encontrados são próximos aos obtidos em literatura. Além disso, o método de Energia apresentou um grande potencial para determinação desta propriedade mecânica e se sobressaiu ao método de Oliver & Pharr para determinação em situações onde há ocorrência de fratura ao redor da indentação.

Para trabalhos futuros recomenda-se trabalhar com um novo comparativo entre os métodos alterando a geometria da ponta de indentação, ou seja, utilizar pontas do tipo cone, canto de cubo e/ou Knoop. Com esses resultados será possível analisar a determinação do módulo de elasticidade e a influência da geometria na obtenção de melhores resultados.

REFERÊNCIA

POLITO, A. **Michaelis Moderno Dicionário Da Língua Portuguesa**, São Paulo, Walter Weiszflog, 2012.

MIKOWSKI A. **Propriedades Nanomecânicas e processos de fratura de materiais lamelares** [Tese]. Curitiba: Universidade Federal do Paraná. Curso de Pós-graduação em Física; 2008.

KRUPECHACKE, J. **Avaliação da dureza e do módulo de elasticidade pela teoria da propagação dos erros no método de Oliver & Pharr** [Qualificação]. Curitiba: Escola politécnica da Pontifícia Universidade Católica do Paraná (PUC-PR). Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2013.

TRIGO, T. **Ensaio de tração**. Portal InfoEscola Navegando e Aprendendo (www.infoescola.com/fisica/ensaio-de-tracao) acessado 20/11/2014

COSSOLINO, L. e PEREIRA A. **Módulos elásticos: visão geral e métodos de caracterização**. ITC-ME/ATCP (www.atcp.com.br) acessado 26/08/2014

CALLISTER, W. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma introdução**, 5 Ed., LTC, Rio de Janeiro, 2000.

CARVALHO FIM, F. **Síntese e propriedades de nanocompósitos de polietileno/nanolâminas de grafeno obtidos através de polimerização in situ**. [Dissertação]. Porto Alegre: Universidade federal do Rio Grande do Sul. Curso de Pós-graduação em Ciência dos Materiais; 2012.

OLIVER, W. e PHARR, G. **An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments**. J.Mater. Res. 1992 Jun; 7(6); 1564-83.

MALZBENDER, J.. **Comment on hardness definitions**, J. Eur. Ceram. Soc. 2003; 23; 1355-59.

SOUZA, G. et al. **Some comments about "Comment on hardness defenitions", by J. Malzbender [J. Eur. Ceram. Soc. 23 (2003)1355-59]**. J. Eur. Ceram. Soc. 2010; 30; 1967-69.

FERREIRA C. **Nanocompósitos PP/Grafite: Obtenção e propriedades**. Porto Alegre: Universidade federal do Rio Grande do Sul. Curso de Pós-graduação em Ciência dos Materiais; 2008.

GE ADVANCED CERAMICS. **Pyrolytic Graphite**: Typical Properties. Copyright General Electric Company, 2003. Disponível em 21/03/07 no site: <<http://www.advceramics.com/geac/downloads/documents/85507.pdf>>.