



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO DE JOINVILLE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIAS MECÂNICAS

Fabrina Maria Soares Tiburcio

**Análise de definições de tenacidade à fratura de materiais frágeis pela teoria da
propagação de erros**

Joinville

2021

FABRINA MARIA SOARES TIBURCIO

**Análise de definições de tenacidade à fratura de materiais frágeis pela teoria da
propagação de erros**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas da Universidade Federal de Santa Catarina para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciências Mecânicas.
Orientador: Prof. Alexandre Mikowski, Dr.

Joinville

2021

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

Tiburcio, Fabrina Maria Soares

Análise de definições de tenacidade à fratura de materiais frágeis pela teoria da propagação de erros / Fabrina Maria Soares Tiburcio ; orientador, Alexandre Mikowski, 2021.

79 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Campus Joinville, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas, Joinville, 2021.

Inclui referências.

1. Engenharia e Ciências Mecânicas. 2. Tenacidade à fratura. 3. Indentação Vickers. 4. Propagação de erros. 5. Vidro. I. Mikowski, Alexandre. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas. III. Título.

Fabrina Maria Soares Tiburcio

**Desenvolvimento de modelos matemáticos pela propagação de erros para tenacidade à
fratura de materiais frágeis**

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca
examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Claudimir Antonio Carminatti, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Breno Salgado Barra, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Silvio Buchner, Dr.
Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado
adequado para obtenção do título de mestre em Engenharia e Ciências Mecânicas.

Prof. Rafael de Camargo Catapan, Dr.
Coordenador do Programa de Pós-Graduação

Prof. Alexandre Mikowski, Dr.
Orientador

Joinville, 2021.

Este trabalho é dedicado a Deus. Ao meu esposo, que esteve ao meu lado durante toda a minha formação. Aos meus pais, meu irmão e cunhada.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer a Deus, por estar presente em minha vida.

Ao meu esposo, Marcio Alexandre Lopes Junior, pelo amor, companheirismo, suporte e compreensão. Por me apoiar nessa jornada e incentivar a sempre continuar independente das dificuldades.

Aos meus pais, Simone e Edivaldo, por todo amor, dedicação, apoio e toda ajuda para que concluísse mais uma etapa da minha vida. Ao meu irmão Felipe e minha cunhada Leilane, por sempre estarem ao meu lado ajudando nas horas difíceis.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências Mecânicas e professores, em especial ao Professor Dr. Alexandre Mikowski, pela dedicação, paciência e orientação neste trabalho, pelo incentivo para a realização do mestrado e por todo o apoio nesse período.

RESUMO

O teste de indentação Vickers permite determinar a tenacidade à fratura (K_{IC}) a partir de uma constante empírica, módulo de elasticidade, dureza, força aplicada no teste de indentação, e comprimento de trincas. Da literatura, sabe-se que o valor verdadeiro de uma grandeza física só pode ser obtido de forma aproximada, ou seja, os resultados de medições serão acompanhados de alguma fonte de erro. Portanto, a finalidade desse trabalho é avaliar os erros das definições dos modelos matemáticos da tenacidade à fratura de Anstis, Niihara *et al.*, Evans e Charles, Tanaka, e Lankford aplicados a técnica de indentação Vickers para materiais frágeis isotrópicos. Baseado na teoria da propagação de erros para variáveis dependentes, modelos matemáticos dos erros da tenacidade à fratura foram desenvolvidos. Para o desenvolvimento do trabalho foram utilizados dados experimentais referentes aos testes de indentação Vickers em um vidro isolador de alta tensão previamente realizados por Mikowski *et al.* (2007). Para a obtenção dos objetivos foi aplicada estatística descritiva a fim de avaliar os resultados de média, desvio padrão e coeficiente de variação dos modelos matemáticos da tenacidade à fratura; aplicação da teoria de propagação de erros para tenacidade à fratura das variáveis dependentes, possibilitando a investigação de qual termo dentro dos modelos mais influencia para a propagação; a comparação dos modelos matemáticos dos erros padrões (desvios padrões) dos modelos com os modelos matemáticos desenvolvidos pela propagação de erros da tenacidade à fratura. Com isso, verificou-se que as fontes de erros que apresentaram os maiores valores em todos os modelos matemáticos de erro estão relacionadas com a metade da diagonal da impressão Vickers (a) e ao comprimento da trinca radial (c) gerada no ensaio mecânico de indentação Vickers. Também foi possível evidenciar que os modelos matemáticos de tenacidade à fratura que apresentam os erros padrões (desvios padrões) suprimem os erros das constantes empíricas. Os modelos desenvolvidos neste trabalho generalizam os modelos disponíveis na literatura.

Palavras-chave: Tenacidade à fratura. Indentação Vickers. Vidro. Propagação de erro.

ABSTRACT

The Vickers indentation test allows the determination of fracture toughness (K_{IC}) from an empirical constant, modulus of elasticity, hardness, applied force in the indentation test, and crack length. From the literature, it is known that the true value of a physical quantity can only be obtained in an approximate way, that is, the measurement results will be accompanied by some source of error. Therefore, the purpose of this work is to evaluate the errors in the definitions of the mathematical models of fracture toughness by Anstis, Niihara et al., Evans and Charles, Tanaka and Lankford applied to the Vickers indentation technique for isotropic brittle materials. Based on the theory of error propagation for dependent variables, mathematical models of fracture toughness errors are developed. For the development of the work, an experimental database referring to the Vickers indentation tests in a high-voltage insulating glass, previously carried out by Mikowski *et al.* (2007). To obtain the objectives, descriptive statistics were applied in order to evaluate the results of mean, standard deviation and coefficient of variation of the mathematical models of fracture toughness; application of the error propagation theory for fracture toughness of dependent variables, enabling the investigation of which term within the models most influences the propagation; the comparison of the mathematical models of the standard errors (standard deviations) of the models with the mathematical models developed by the propagation of errors from fracture toughness. Thus, it was found that the error sources that presented the highest values in all mathematical error models are related to the half of the diagonal of the Vickers impression (a) and to the length of the radial crack (c) generated in the mechanical test of Vickers indentation. It was also possible to show that the mathematical models of fracture toughness that present standard errors (standard deviations) suppress the errors of empirical constants. The models developed in this work generalize the models available in the literature.

Keywords: Fracture toughness. Vickers indentation. Glass. Error propagation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma de execução da pesquisa.....	13
Figura 2 - Representação esquemática do teste de indentação Vickers. (a) ponta do indentador Vickers (b) vista frontal da penetração do indentador na peça com o aparecimento de trinca radial/mediana (c) impressão da ponta do indentador Vickers deixada na amostra.....	17
Figura 3 - Tipos de trincas. (a) trinca cônica (b) trinca radial (c) trinca mediana (d) trinca semicircular (e) trinca lateral.....	18
Figura 4 - Comparação da geometria das trincas Medianas e Palmqvist em torno da indentação Vickers.....	19
Figura 5 - Fluxograma da metodologia utilizada.....	34
Figura 6 - Medidas do teste de indentação Vickers.....	36
Figura 7 - Impressão do indentador e suas relações geométricas.....	36
Figura 8 - Comparativo entre os modelos de tenacidade à fratura	42
Figura 9 - Gráfico comparativo entre os modelos para os erros relativos das variáveis	50
Figura 10 - Comparativo entre os modelos de erros para variáveis dependentes.....	52
Figura 11 - Análise do erro relativo quadrático e termos para o modelo de Anstis.....	53
Figura 12 - Análise do erro relativo quadrático e termos para o modelo de Niihara <i>et al.</i>	54
Figura 13 - Análise do erro relativo quadrático e termos para os modelos de Evans e Charles e Tanaka.	55
Figura 14 - Análise do erro relativo quadrático e termos para o modelo de Lankford.	56
Figura 15 - Gráfico comparativos do erro padrão com o erro propagado	60
Figura 16 - Gráfico comparativo dos modelos de propagação de erros para variáveis dependentes	61
Figura 17 - Passos da metodologia de RSL.....	68

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Modelos das equações de tenacidade à fratura.....	42
Quadro 2 - Siglas utilizadas para o entendimento dos modelos, onde ERQ = Erro Relativo Quadrático.	51
Quadro 3 - Relação sigla e termo para o modelo de Anstis.	53
Quadro 4 - Relação sigla e termo para o modelo de Niihara <i>et al.</i>	54
Quadro 5 - Relação sigla e termo para o modelo de Evans e Charles e Tanaka.	55
Quadro 6 - Relação sigla e termo para o modelo de Lankford.....	56
Quadro 7 - Conjunto de palavras-chaves.....	69
Quadro 8 - Dados brutos das bases selecionadas	69
Quadro 9 - Aplicação do filtro 1 da Fase 3	70
Quadro 10 - Aplicação do segundo filtro da Fase 3	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Incertezas estimadas dos parâmetros essenciais.....	29
Tabela 2 - Diferentes equações de tenacidade à fratura	32
Tabela 3 - Estatística descritiva aplicada aos dados experimentais (a, c, l).....	41
Tabela 4 - Tenacidade à fratura dos modelos analisados	43
Tabela 5 - Apresentação da média e erro padrão para as grandezas a e c	57
Tabela 6 - Média e erro de 5% para as grandezas H, E e F	58
Tabela 7 - Valor esperado e erro até 25% para as constantes empíricas.....	58
Tabela 8 - Média da tenacidade à fratura	59
Tabela 9 - Erro propagado de 5% a 25% para os modelos matemáticos dos erros.....	59
Tabela 10 - Desvio padrão da tenacidade à fratura	59
Tabela 11 - Banco de dados da metade da diagonal da impressão do indentador Vickers	71
Tabela 12 - Banco de dados da soma do comprimento de trinca com a metade da diagonal do indentador Vickers.....	72
Tabela 13 - Banco de dados do comprimento médio da trinca radial.	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CTJ	Centro Tecnológico de Joinville
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
LabMAD	Laboratório de Modelagem e Análise de Dados
RSL	Revisão Sistemática da Literatura
JCGM	Comitê Conjunto de Guias de Metrologia, do inglês <i>Joint Committee for Guides in Metrology</i>
PECVD	<i>Plasma enhanced Chemical deposition</i>
CI	Circuitos Integrados
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
CCDM	Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais
UFSCAR	Universidade Federal de São Carlos
ERQ	Erro Relativo Quadrático

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	9
1.1 OBJETIVOS.....	10
1.1.1 Objetivo Geral.....	10
1.1.2 Objetivos Específicos.....	10
1.2 DELINEAMENTO DO TEMA	10
1.3 RELEVÂNCIA DO TEMA	11
1.4 PROCEDIMENTOS PARA ALCANÇAR OS OBJETIVOS	12
1.5 ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO E METODOLOGIA DA PESQUISA	14
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	16
2.1 TENACIDADE À FRATURA DE MATERIAIS FRÁGEIS POR INDENTAÇÃO	16
2.2 TEORIA DE ERROS	20
2.2.1 Tipos de erros e conceitos associados.....	22
2.2.2 Propagação de Erros.....	23
2.3 ERROS ASSOCIADOS À TENACIDADE À FRATURA POR INDENTAÇÃO VICKERS.....	26
2.3.1 Aplicação da Revisão Sistemática da Literatura.....	26
2.3.2 Resultado da aplicação da RSL.....	27
3 METODOLOGIA.....	34
3.1 DADOS EXPERIMENTAIS DE TESTES DE INDENTAÇÃO VICKERS EM VIDRO.....	35
3.2 ANÁLISE DE DADOS DE TENACIDADE À FRATURA	37
3.3 APLICAÇÃO DA PROPAGAÇÃO DE ERROS PARA TENACIDADE À FRATURA.....	38
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	41
4.1 TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS	41
4.2 DESENVOLVIMENTO DOS MODELOS MATEMÁTICOS DE ERROS DA TENACIDADE À FRATURA PELA PROPAGAÇÃO DE ERROS	44
4.2.1 Propagação de Erros para Variáveis Dependentes – Modelo de Anstis	44

4.2.2 Propagação de Erros para Variáveis Dependentes – Modelo de Niihara <i>et al.</i>	45
4.2.3 Propagação de Erros para Variáveis Dependentes – Modelos de Evans e Charles e Tanaka.	46
4.2.4 Propagação de Erros para Variáveis Dependentes – Modelo de Lankford.....	47
4.3 ANÁLISE DO ERRO RELATIVO QUADRÁTICO DOS MODELOS DE ERROS DA TENACIDADE À FRATURA.....	48
4.4 ANÁLISE DAS DIFERENTES ABORDAGENS DE ERROS DE TENACIDADE À FRATURA	57
5 CONCLUSÕES.....	62
REFERÊNCIAS	64
APÊNDICE A – REVISÃO SISTEMÁTICA DA LITERATURA.....	68
APÊNDICE B – BANCO DE DADOS DA METADE DA DIAGONAL DA IMPRESSÃO DO INDENTADOR VICKERS (<i>a</i>)	71
APÊNDICE C – BADE DE DADOS DA SOMA DO COMPRIMENTO DE TRINCA COM A METADE DA DIAGONAL DO INDENTADOR VICKERS (<i>C</i>)	72
APÊNDICE D – BASE DE DADOS DO COMPRIMENTO MÉDIO DA TRINCA RADIAL (<i>l</i>)	73

1 INTRODUÇÃO

Para a obtenção de propriedades mecânicas faz-se necessário a realização de ensaios mecânicos, nos quais são aplicados esforços mecânicos no material, e as propriedades mecânicas são estimadas a partir das análises de tensões e/ou deformações.

Técnicas de indentação permitem determinar as propriedades mecânicas dureza e módulo de elasticidade de forma direta, e a tenacidade à fratura de forma indireta (ANSTIS *et al.*, 1981; LAWN *et al.*, 1981; SOUZA, 1982; OLIVER; PHARR, 1992; GARCIA *et al.*, 2000; CORIC *et al.*, 2017).

O conhecimento das propriedades mecânicas de materiais cerâmicos tem grande importância, principalmente para que os processos de fratura nesses materiais sejam entendidos e, desta forma, possa-se melhorar o desempenho e adequá-los a aplicações industriais cada vez mais específicas (MIKOWSKI, 2008).

Segundo Oliver e Pharr (1992), o ensaio mecânico de penetração através da técnica de indentação instrumentada é um ensaio mais rápido de ser realizado que os ensaios mecânicos convencionais. Ele não é destrutivo, possibilitando efetuar várias medidas em uma mesma amostra em diferentes regiões. Esse tipo de ensaio também é empregado para estimar a tenacidade à fratura em materiais frágeis (MICHEL *et al.*, 2004).

Vale ressaltar que é de extrema importância o conhecimento real das propriedades mecânicas. Esse entendimento pode possibilitar uma maior confiabilidade do processo ou produto, ou seja, probabilidade de um produto desempenhar a função requerida sob certas condições de trabalho em determinado intervalo de tempo. Dessa forma, conhecer com precisão as propriedades mecânicas dos produtos é um requisito para a alta confiabilidade.

Segundo Vuolo (1996), o valor verdadeiro de uma grandeza física é uma medida sempre desconhecida devido aos erros envolvidos no processo de medição, e só pode ser conhecido de modo aproximado. Portanto, identifica-se a necessidade do estudo dos erros envolvidos na caracterização de propriedades.

Sendo assim, o propósito do trabalho consiste em analisar os erros envolvidos nas definições matemáticas da propriedade mecânica da tenacidade à fratura pela propagação de erros. Para tal finalidade, uma base de dados de ensaios experimentais por técnica de indentação Vickers, previamente realizados, em um vidro isolador de alta tensão foi utilizada.

1.1 OBJETIVOS

Nesta seção são apresentados o objetivo geral e os objetivos específicos deste trabalho.

1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar os erros das definições dos modelos matemáticos de tenacidade à fratura obtidos por técnica de indentação para materiais frágeis baseados na teoria da propagação de erros (incertezas).

1.1.2 Objetivos Específicos

Visando o objetivo geral deste trabalho, foram definidos os seguintes objetivos específicos:

- Apresentar os modelos matemáticos existentes na literatura para o cálculo da tenacidade à fratura de materiais frágeis pelo método de indentação Vickers;
- Desenvolver modelos matemáticos baseados na teoria de propagação de erros para a tenacidade à fratura de materiais frágeis isotrópicos;
- Verificar as grandezas e termos das equações dos modelos de erros da tenacidade à fratura desenvolvidos que mais contribuem na parcela do erro;
- Comparar os erros determinados numericamente pelos modelos matemáticos da tenacidade à fratura baseados na teoria de propagação de erros e compará-los com os erros padrões determinados com a análise da estatística descritiva, ou seja, os desvios padrões.

1.2 DELINEAMENTO DO TEMA

O desenvolvimento deste trabalho que se caracteriza por uma pesquisa teórica, teve como suporte os dados experimentais disponibilizado por Alexandre Mikowski, na época que realizou um estudo de tenacidade à fratura de um vidro isolador de alta tensão (MIKOWSKI *et al.*, 2007).

O objetivo desta pesquisa não é a realização de ensaios mecânicos de penetração, mas sim a análise dos dados experimentais, que compreende o tratamento estatístico e o desenvolvimento de modelos matemáticos a partir da teoria de propagação de erros.

A pesquisa foi realizada no Centro Tecnológico de Joinville (CTJ) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), no Laboratório de Modelagem e Análise de Dados (LabMAD) e também, predominantemente, em regime de Home Office, dispondo e adaptando os recursos necessários para a sua realização devido à pandemia de COVID-19.

1.3 RELEVÂNCIA DO TEMA

A eletricidade e o transporte ferroviário têm uma história antiga, que começou na metade do século XVIII. O primeiro serviço de transporte em uma linha de trem eletrificada foi inaugurado em 1881 na Alemanha. No Brasil, as linhas eletrificadas tiveram início na segunda década do século XX (MCNEIL, 1990).

Desde o início do transporte ferroviário eletrificado diversas soluções vêm sendo desenvolvidas, sendo que o que vemos hoje é fruto de um longo processo que compõe um sistema de eletrificação ferroviário. As infraestruturas ferroviárias são um sistema elétrico complexo constituído por subestações de tração, linhas de transmissão (catenárias) e locomotivas. As subestações de tração e as catenárias constituem as redes de alimentação e as locomotivas constituem as cargas variáveis no espaço (elementos móveis do sistema) (MCNEIL, 1990).

O contato elétrico entre os trens e a catenária é realizado por dois elementos: fios de contato, conectados à catenária por cabos verticais suspensos, e o pantógrafo, um aparato mecânico posicionado na parte de cima dos trens que desliza sobre a parte de baixo do fio de contato suspensos pela catenária, permitindo que os trens colem a corrente necessária para a operação de seus motores.

Outro componente que compõe a rede de transmissão de energia elétrica são os isoladores de baixa ou alta tensão, que são utilizados tanto para isolar os condutores da terra como para suportar ou fixar condutores nas linhas de transmissão de energia elétrica. Individualmente ou na forma de cadeias devem apresentar resistência mecânica suficiente para suportar os esforços provenientes do levantamento do cabo, peso do cabo, temperatura, ação do vento, e o peso dos outros isoladores na cadeia. O uso de cadeias de isoladores nas linhas de

transmissão reduz a vibração mecânica transmitida à torre, reduz o custo e facilita a manutenção (FUCHS, 1979).

Nas linhas de transmissão de energia elétrica, o isolador está sujeito a um ambiente vulnerável, tais como cargas mecânicas, campo elétrico intenso, à ação de intempéries e danificações por vandalismos. Atualmente, existem vários tipos de isoladores, dentre eles, o isolador de vidro, que é utilizado há mais de 120 anos em linhas de transmissão (YANAGUIZAWA, 2003).

A quebra parcial e total da cadeia de isoladores de vidro (por exemplo), por vandalismo, é um problema nacional e é responsável por um número significativo de desligamentos não programados pelas empresas do setor elétrico, podendo gerar prejuízos financeiros (YANAGUIZAWA, 2003). Nesse contexto, o presente estudo tem o propósito de avaliar os modelos matemáticos para determinação da tenacidade à fratura de materiais frágeis por ensaio mecânico de penetração (CORIC, 2017), bem como verificar os erros das definições matemáticas desses modelos pela teoria da propagação de erros (VUOLO, 1996).

1.4 PROCEDIMENTOS PARA ALCANÇAR OS OBJETIVOS

A Figura 1 ilustra o fluxograma estabelecido para a execução da pesquisa teórica quantitativa e para alcançar os objetivos específicos.

A execução deste trabalho iniciará com uma revisão bibliográfica sobre tenacidade à fratura de materiais frágeis e teoria da propagação de erros. Busca-se apresentar de maneira objetiva as definições dos elementos para melhor entendimento do tema proposto.

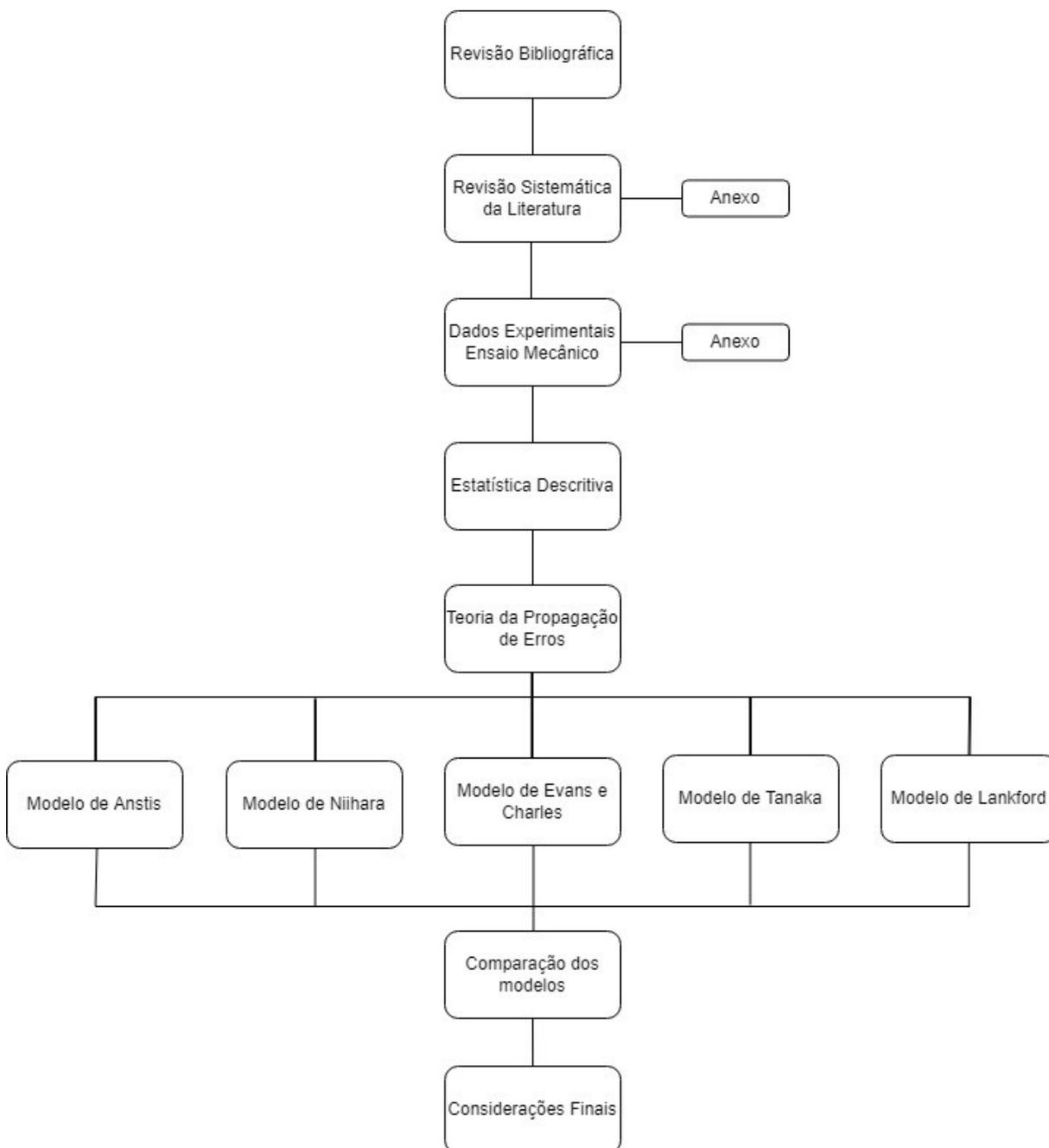
A partir das informações obtidas durante a construção da revisão bibliográfica foi possível selecionar palavras-chaves sobre o tema para a realização da Revisão Sistemática da Literatura (RSL). A RSL pode ser vista como um método padronizado de busca para realizar e analisar resultados, com contínuos ciclos de pesquisa, podendo responder questões específicas de um tema através de critérios de elegibilidade predefinidos.

A RSL foi utilizada para a catalogação dos artigos e confecção de um Estado da Arte, buscando trabalhos na literatura que tratam sobre a propagação de erros associados à tenacidade à fratura por indentação Vickers.

No desenvolvimento da metodologia presente no trabalho foram utilizados os resultados dos ensaios mecânicos realizados por Mikowski *et al.* (2007). Para início, os dados

foram tratados estatisticamente, como os cálculos de média, desvio padrão e amplitude, seguindo de representações tabulares dos dados tratados.

Figura 1 - Fluxograma de execução da pesquisa



Fonte: Autora (2021).

Após o tratamento estatístico, seguiu-se para o desenvolvimento de modelos matemáticos de erros das definições da tenacidade à fratura. A aplicação da teoria da

propagação de erros permite, além da dispersão dos resultados, avaliar os erros provenientes de outras fontes. Uma das dificuldades na determinação dos valores de tenacidade à fratura com precisão é a identificação do tipo de trinca gerado no ensaio mecânico de penetração com indentador Vickers.

Coric *et al.* (2017) propôs uma maneira de diferenciar os tipos de trincas que podem ser gerados no teste de indentação Vickers através da trinca radial. A primeira medida é o comprimento da trinca radial, a qual é medida do centro da indentação até a extremidade da ponta da trinca (c), e a segunda medida é a metade da diagonal da indentação (a). Se a relação c/a for menor que 2,5 o material mostra o sistema de trincas Palmqvist, enquanto no caso oposto mostra o tipo de trinca mediana.

Com a identificação das trincas contidas no sistema, foi possível selecionar os modelos matemáticos de equações adequadas e apresentadas por Coric *et al.* (2017), para a determinação da tenacidade à fratura, sendo eles: modelo de Anstis, modelo de Niihara *et al.*, modelo de Evans e Charles, modelo de Tanaka, e modelo de Lankford. Dessa maneira, a teoria de propagação de erros pôde ser aplicada considerando as variáveis dependentes (ou correlacionadas) para cada um dos modelos citados.

Por fim, foi analisado o erro relativo de cada termo das equações dos modelos matemáticos desenvolvidos para os erros da tenacidade à fratura.

1.5 ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO E METODOLOGIA DA PESQUISA

O presente trabalho está estruturado em cinco Capítulos, sendo eles:

Capítulo 1: Introdução do tema ao leitor, contendo o objetivo geral e os objetivos específicos, expondo a motivação e a justificativa, os procedimentos para alcançar os objetivos e a estrutura do trabalho.

Capítulo 2: Apresentação de uma revisão bibliográfica sobre tenacidade à fratura e teoria de erros. Busca-se apresentar de maneira objetiva as definições dos elementos para melhor entendimento do tema proposto. Ainda nesse capítulo é apresentada uma Revisão Sistemática da Literatura (RSL). Segundo Gil (2009), a pesquisa pode ser classificada como bibliográfica, pois é desenvolvida com base em material já

elaborado, constituído principalmente de livros e artigos científicos (CONFORTO *et al.*, 2011; TAGUE-SUTCLIFFE, 1992; VANTI, 2002).

Capítulo 3: Desenvolvimento da metodologia do trabalho, contendo as ferramentas estatísticas e equações de propagação de erros que serão utilizadas na abordagem dos dados experimentais e desenvolvimento de modelos matemáticos. Portanto, segundo Gil (2009), caracteriza-se como uma pesquisa documental, haja visto que estes dados experimentais são provenientes e disponibilizados de um estudo já realizado por Alexandre Mikowski.

Capítulo 4: Apresentação dos resultados obtidos com o desenvolvimento dos modelos matemáticos das equações de erros da tenacidade à fratura bem como as discussões levantadas. Segundo Tague-Sutcliffe (1992), o estudo dos aspectos quantitativos da produção, disseminação e uso da informação desenvolvendo padrões e modelos matemáticos para medir processos, usando os resultados para elaborar previsões e apoiar tomadas de decisões, pode ser classificada com uma pesquisa quantitativa.

Capítulo 5: Considerações finais e conclusões sobre o desenvolvimento de modelos matemáticos pela propagação de erros para a tenacidade à fratura.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo tem como objetivo apresentar uma revisão da literatura dos conceitos fundamentais para uma melhor compreensão dos estudos realizados no presente trabalho, tais como a definição de tenacidade à fratura de materiais frágeis, bem como a teoria de erros utilizada para o desenvolvimento da pesquisa e uma apresentação do estado da arte sobre o tema proposto.

2.1 TENACIDADE À FRATURA DE MATERIAIS FRÁGEIS POR INDENTAÇÃO

Segundo Medina (2014), a tenacidade à fratura de um dado material é definida como sendo a capacidade do material de absorver energia e resistir à propagação de uma trinca até sua ruptura. Pode-se testar a tenacidade à fratura aplicando uma tensão a um corpo de prova de tamanho e geometria conhecidos. Para Anderson (1995), a energia necessária para levar este corpo à ruptura pode ser avaliada pela área sob a curva de um diagrama de tensão (σ) em função da deformação (ϵ), produzindo uma medida de tenacidade à fratura, dada por:

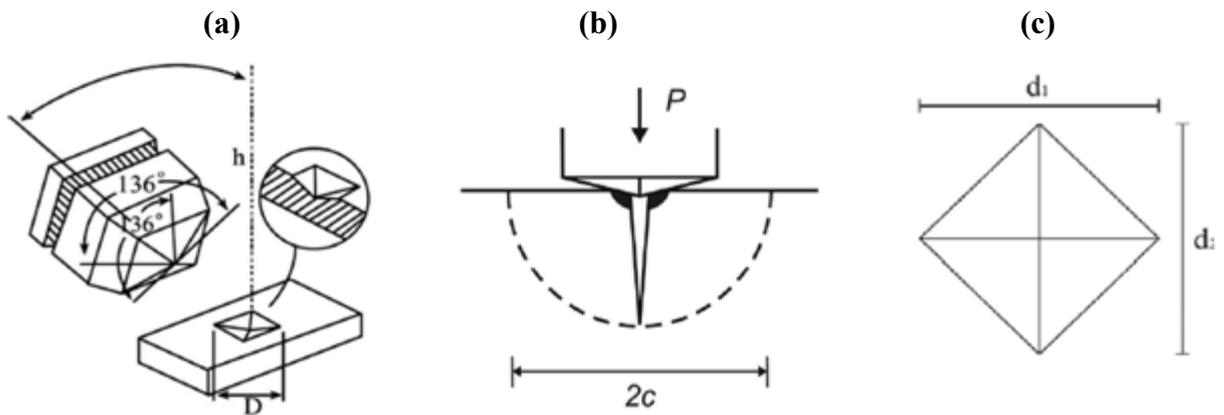
$$\frac{\text{Energia}}{\text{Volume}} = \int_0^{\epsilon_f} \sigma \, d\epsilon \quad (1)$$

onde ϵ_f é o valor da deformação máxima até o momento da fratura.

Apesar da possibilidade de analisar a tenacidade à fratura de materiais frágeis usando o método apresentado acima, a sua utilização torna-se inviável devido às limitações na fabricação dos corpos de prova necessários para essa aplicação (ANDERSON, 1995).

Um método convencional empregado para estimar a tenacidade à fratura em materiais frágeis é a utilização do ensaio de dureza, onde é medida a resistência à penetração de um material duro em outro mais mole. Para se efetuar a penetração (ou indentação) no material é necessária uma ponta (indentador), de alguma forma geométrica apropriada, com uma carga pré-estabelecida. Existem vários tipos de indentadores, porém, o utilizado nos dados experimentais para o estudo do presente trabalho foi o indentador Vickers, como mostra a Figura 2 (SOUZA, 1982; ANSTIS *et al.* 1981).

Figura 2 - Representação esquemática do teste de indentação Vickers. (a) ponta do indentador Vickers (b) vista frontal da penetração do indentador na peça com o aparecimento de trinca radial/mediana (c) impressão da ponta do indentador Vickers deixada na amostra



Fonte: (a) Adaptado pela autora de Guder *et al.* (2011) (b) Adaptado pela autora de Arora *et al.* (1979) (c) Mikowski (2008).

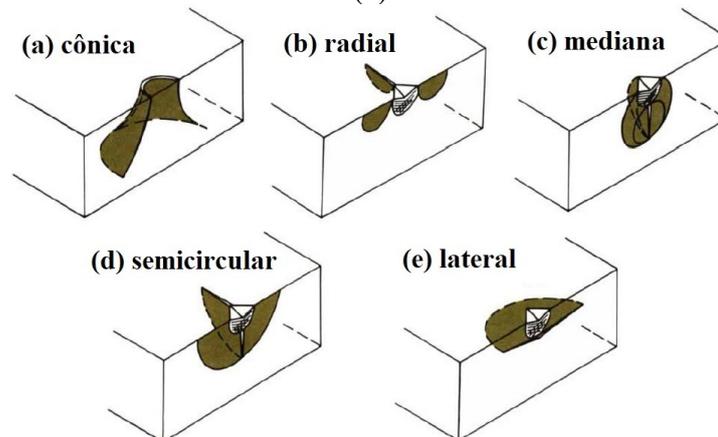
Na Figura 2 (a) é mostrada a ponta Vickers, que possui a forma geométrica piramidal rígida de base quadrada e possui quatro faces, com um ângulo de abertura entre as faces opostas da ponta de 136° . Segundo Dias *et al.* (2009), no procedimento experimental a carga é lentamente aplicada na superfície de uma amostra com velocidade de penetração entre 0,001 mm/s e 0,02 mm/s. A superfície do material deve ser cuidadosamente preparada para se evitar a ocorrência de tensões residuais superficiais provenientes da preparação da amostra.

Já na Figura 2 (b) é apresentada a vista frontal da penetração do indentador Vickers na amostra com uma carga aplicada (P). Também é apresentado o comprimento $2c$, característico de uma trinca radial, que é nucleada em materiais frágeis a partir dos cantos de impressão residual, em decorrência do processo de indentação, devido à elevada concentração de tensões nessas regiões (LAWN; EVANS, 1977).

E por fim, na Figura 2 (c) é mostrada a impressão do indentador Vickers na amostra. A partir da média aritmética d do comprimento das diagonais d_1 e d_2 do losango regular é obtido o valor da dureza Vickers H_V (SOUZA, 1982; GARCIA *et al.*, 2000).

De acordo com Cook e Pharr (1990), uma diversidade de trincas pode ser gerada quando um indentador pontiagudo, geralmente de diamante, entra em contato com a superfície de um material frágil. Em suas observações experimentais, os autores indicam que existem cinco tipos principais de trincas, apresentadas na Figura 3.

Figura 3 - Tipos de trincas. (a) trinca cônica (b) trinca radial (c) trinca mediana (d) trinca semicircular (e) trinca lateral



Fonte: Adaptado pela autora de Cook e Pharr (1990).

Na Figura 3 (a) a trinca cônica é nucleada pela formação de uma trinca em forma de um anel e com o acréscimo de carga, ela é nucleada na zona plástica e propagada para o interior do material com um determinado ângulo. A trinca radial (b) é gerada perpendicularmente à direção de aplicação da carga, emana da borda (ou corner) da impressão de contato e permanece próxima a superfície. Se a trinca radial é alinhada a diagonal, esta é denominada de trinca radial primária. Caso ocorra um desvio da trinca em relação a diagonal da impressão, esta denomina-se trinca radial secundária. A trinca mediana, mostrada em (c), é paralela a aplicação da carga, alinhada com as diagonais da impressão e se propaga para o interior do material. A combinação dos tipos radial e mediana é a chamada trinca semicircular, mostrada em (d). Por fim, a trinca lateral (e) que é perpendicular à direção de aplicação da carga e paralela à superfície do material (COOK; PHARR, 1990).

Segundo Anstis *et al.* (1981), para estimar o valor da tenacidade à fratura K_{IC} em materiais frágeis através do teste de indentação Vickers, utiliza-se a medida do comprimento do raio de uma trinca radial (c) ou trinca semicircular, sendo assim possível chegar a uma relação de equilíbrio relacionada com a carga de penetração (P) dada por:

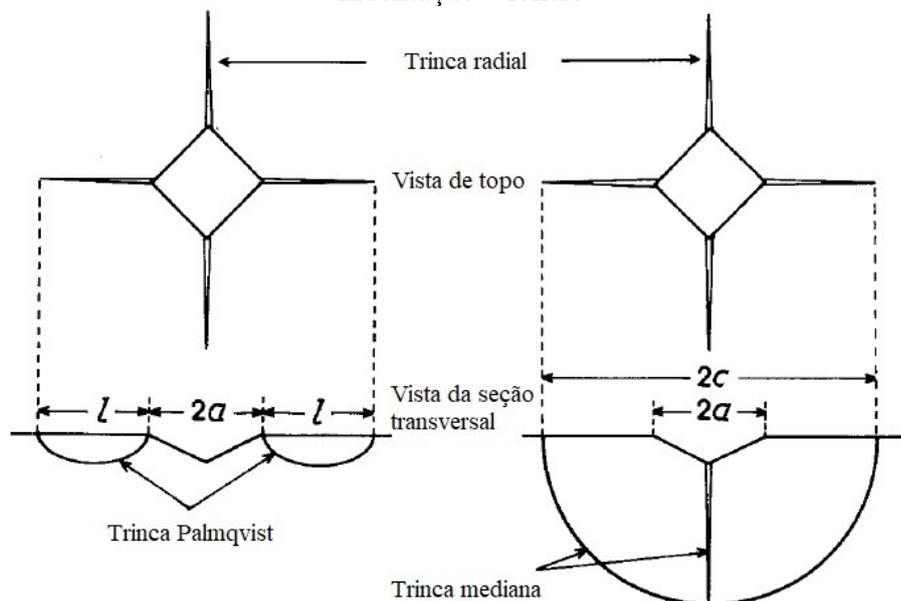
$$K_{IC} = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \left(\frac{P}{c^{3/2}} \right) \quad (2)$$

onde α é uma constante empírica adimensional que vale $0,016 \pm 0,004$, E é o módulo de elasticidade e H é a dureza superficial. A Equação (2) prevê uma relação linear entre P e $c^{\frac{3}{2}}$, cujo coeficiente angular depende da razão E/H e do comprimento (c) da trinca radial.

Assim como Anstis *et al.* (1981), outros autores também aplicaram a mecânica da fratura por indentação como uma técnica para avaliar várias propriedades mecânicas de materiais frágeis. Através de uma análise mecânica e dimensional de fratura, Evans e Charles (1976) caracterizaram exclusivamente as trincas radiais da superfície em materiais frágeis geradas pelo indentador Vickers. A análise dos autores abrangeu com sucesso uma grande variedade de resistência à fratura. A modificação da análise de Evans e Charles (1976) foi feita por Lawn *et al.* (1981), com uma abordagem mais fundamental para trincas medianas e radiais.

Em 1982, Niihara *et al.* modificou a análise de Evans e Charles (1976) e Lawn *et al.* (1981) incorporando trincas do tipo Palmqvist ao invés de trincas medianas, apresentado na Figura 4.

Figura 4 - Comparação da geometria das trincas Medianas e Palmqvist em torno da indentação Vickers



Fonte: Adaptado pelo autor de Niihara (1983).

Para avaliar a tenacidade à fratura a partir do teste de indentação Vickers, Niihara *et al.* (1982) utilizaram a expressão semiempírica para trincas radiais Palmqvist descrita na Equação 3.

$$\left(\frac{K_{IC}\phi}{Ha^{1/2}}\right)\left(\frac{H}{E\phi}\right)^{2/3} = 0,035\left(\frac{l}{a}\right)^{-1/2} \quad (3)$$

Segundo a literatura, se a relação entre o comprimento médio das trincas radiais (l), dividido pela metade da diagonal da impressão do indentador (a), estiver dentro da faixa de $0,25 \leq l/a \leq 2,50$, estas trincas radiais superficiais apresentam-se do tipo Palmqvist. Sendo assim, a Equação 3 pode ser reescrita para tenacidade à fratura, conforme a Equação 4, considerando-se o fator de restrição (ϕ) igual a 2,70 (NIIHARA *et. al.*, 1982; DIAS *et al.*, 2009).

$$K_{IC} = 0,019(Ha)\left(\frac{E}{H}\right)^{2/3}l^{-1/2} \quad (4)$$

Após o trabalho de Evans e Charles, vários autores usaram equações semelhantes para relacionar os comprimentos das trincas com a tenacidade à fratura do material. O cálculo da tenacidade à fratura apresenta algumas dificuldades na determinação dos valores, como a identificação do tipo de trincas formadas, medições precisas do comprimento da trinca e aplicação de uma equação de modelo de trinca adequada.

A aplicação da teoria dos erros permite, além da dispersão dos resultados, avaliar os erros provenientes de outras fontes. Portanto, nas próximas seções serão apresentados os tipos de erros, as principais definições sobre erros e a formulação matemática sobre a propagação de erros, considerando variáveis independentes e variáveis dependentes.

2.2 TEORIA DE ERROS

As grandezas físicas são determinadas experimentalmente usando medidas ou combinações de medidas, e o resultado é sempre uma aproximação ao valor verdadeiro da grandeza. Essas medidas tem uma incerteza intrínseca que decorre das características dos equipamentos utilizados, do operador e até mesmo do ambiente. Assim, a experiência mostra que, sendo uma medida repetida várias vezes com o mesmo cuidado e procedimento, os resultados obtidos geralmente não são idênticos (VUOLO, 1996).

A maneira de se obter e manipular os dados experimentais, com a finalidade de conseguir estimar com a maior precisão possível o valor da grandeza medida e o seu erro, exige um tratamento adequado, que é a chamada Teoria de Erros.

Segundo Vuolo (1996), a teoria de erros pode ser resumida em dois objetivos, sendo o primeiro a obtenção do melhor valor para o mensurando a partir dos dados experimentais disponíveis, isto significa determinar a melhor aproximação possível para o valor verdadeiro, em termos probabilísticos; e o segundo é obter a incerteza no melhor valor obtido, o que significa determinar quanto este melhor valor pode ser diferente do valor verdadeiro da grandeza física, em termos probabilísticos.

Para determinar o valor mensurado, isto é, o valor da grandeza específica a ser medida, o procedimento começa com uma especificação apropriada do mensurando, do método e do procedimento de medição. Dois conceitos qualitativos utilizados para descrever quanto o resultado de uma medição são próximos do valor verdadeiro é a acurácia (ou exatidão) e a precisão. Um valor muito acurado (ou muito exato) é um valor muito próximo do valor verdadeiro, com erro total muito pequeno. A precisão é usada para caracterizar resultados com erros estatísticos pequenos, com pequena dispersão em relação ao valor médio verdadeiro, tendo como base o desvio-padrão de uma série de repetições da mesma análise (VUOLO, 1996).

Embora o erro e a análise de erro tenham sido uma parte prática na ciência da medição ou metrologia, é agora amplamente reconhecido que, quando todos os componentes de erro conhecidos ou presumidos tenham sido avaliados e as correções adequadas tenham sido aplicadas, ainda permanece uma incerteza sobre quão correto é o resultado declarado, isto é, uma dúvida acerca de quão corretamente o resultado da medição representa o valor da grandeza que está sendo medida (JCGM 100: 2008).

A indicação de quanto um mensurando (y) pode se diferir do valor verdadeiro (y_v) é indicado com erro (η), e para Vuolo (1996), pode ser representado pela Equação 5.

$$\eta = y - y_v \quad (5)$$

No formalismo da teoria de erros, o valor verdadeiro é desconhecido e resulta que o erro também é uma quantidade desconhecida. O melhor valor e o respectivo erro (ou incerteza) só podem ser obtidos e interpretados em termos de probabilidades. Se fosse possível fazer qualquer afirmação de caráter mais determinístico sobre o melhor valor (y) ou sobre o erro (η), o valor verdadeiro (y_v) para a grandeza deixaria de ser uma quantidade desconhecida (VUOLO, 1996).

2.2.1 Tipos de erros e conceitos associados

Uma medição, normalmente, tem imperfeições que dão origem a vários tipos de erros. Os diferentes tipos de erros podem ser classificados em dois grandes grupos, sendo os erros estatísticos (também chamados de aleatórios) e os erros sistemáticos (JCGM 100: 2008).

Segundo Vuolo (1996), erros estatísticos (ou aleatórios) resultam de variações aleatórias no resultado da medição, devido a fatores que não podem ser controlados ou que, por qualquer motivo, não são controlados. Esses erros podem ser reduzidos se eliminar ou diminuir os fatores aleatórios que interferem no processo de medição. Outra solução para reduzir os erros estatísticos consiste em repetir muitas vezes a medição, visto que o valor médio de um grande número de resultados tem erro estatístico menor.

O erro sistemático, assim como o erro aleatório, não pode ser eliminado, porém ele também pode ser reduzido. É um erro derivado de falha no método empregado, falhas do observador, calibração do instrumento ou até mesmo um efeito do ambiente sobre a experiência. O erro sistemático é o mesmo para qualquer resultado quando a medição é repetida, assim, resulta que o efeito de um erro sistemático não pode ser avaliado simplesmente repetindo medições. Por isso, a incerteza relativa aos erros sistemáticos é, em geral, bem mais difícil de ser avaliada que a incerteza estatística. Para Vuolo (1996), as principais categorizações e causas associadas dos erros sistemáticos são:

- Erro sistemático instrumental: resultante da calibração do instrumento de medição;
- Erro sistemático ambiental: ocorre devido a efeitos do ambiente sobre a experiência;
- Erro sistemático observacional: é um erro devido a pequenas falhas de procedimento ou limitações do próprio observador;
- Erro sistemático teórico: resulta do uso de fórmulas teóricas aproximadas para obtenção dos resultados;
- Erro sistemático residual de qualquer tipo, que não podem ser reduzidos a um valor baixo ou não é possível fazer correções.

De modo geral, em uma medição, os dois tipos de erro ocorrem simultaneamente, e o objetivo do processo de medida é sempre determinar o valor médio verdadeiro. Como apresentado, o valor verdadeiro é desconhecido, e para se obter o valor médio verdadeiro, são

necessárias infinitas medidas, tornando o valor inacessível. Portanto, usam-se estimativas como média e desvio-padrão.

Para Vuolo (1996), conforme o número de resultados mensurados aumenta, o valor médio dos resultados se aproxima de um valor definido que é o valor médio verdadeiro. Devido a erros estatísticos, os resultados das n medições são diferentes. Espera-se que quanto maior for o número de medições, mais o valor médio se torna preciso, sendo o valor limite definido como valor médio verdadeiro

Apesar de o valor médio verdadeiro exigir muitas medições, ele não pode ser considerado como o valor verdadeiro, pois medições idênticas de um mensurando pode existir erro sistemático.

2.2.2 Propagação de Erros

Os erros sistemáticos, de modo geral, podem ser eliminados do resultado final quando for possível conhecer as correções, através de melhorias na acurácia do processo de medição ou por correções no próprio resultado. Após concluir todas as melhorias e correções possíveis, podem restar ainda erros sistemáticos residuais (VUOLO, 1996).

A propagação de erros é frequentemente usada na engenharia em problemas relacionados a tolerância estatística. Em tais problemas, a preocupação está no comportamento característico de uma função em relação ao comportamento característico de suas variáveis (KU, 1966).

No propósito da propagação de erro, nota-se que a principal fonte de erro é minimizada quando o desvio padrão da amostra tende a um valor próximo ao desvio padrão populacional, isto é, uma aproximação atribuída assume que o desvio padrão é principal fonte de erro aleatório. Quando os valores são divergentes, o desvio padrão da amostra é de uma ordem de grandeza maior que o da população, implicando em resultados irreais, possíveis indicativos de erro sistemático associado (KRUPECHACKE, 2014).

Segundo Vuolo (1996), o erro sistemático residual é considerado sistemático para um conjunto particular de medições idênticas. No entanto, se medir k conjuntos de n medições de uma grandeza, com diferentes observadores e ambientes, e instrumentos semelhantes, o erro sistemático se torna estatístico para um conjunto particular de medições.

Com isso, a incerteza padrão em uma grandeza pode ser definida como o desvio padrão do valor médio de n medições, mas com relação ao valor verdadeiro (y_v) e tendo em vista k conjuntos de medições.

Para realizar a dedução da fórmula de propagação de erro apresentada a seguir, foi utilizada a definição de Vuolo (1996) no livro Fundamentos da Teoria de Erros, onde as variáveis x , y e z são admitidas como grandezas com distribuição de erro simétrico e desvios padrões σ_x , σ_y e σ_z . Se cada conjunto de variáveis x , y e z é medido n vezes, é possível obter as variâncias σ_x^2 , σ_y^2 e σ_z^2 , dadas pelas Equações 6, 7 e 8, respectivamente. Vale ressaltar que μ_x , μ_y e μ_z são valores médios de x , y e z .

$$\sigma_x^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \mu_x)^2 \quad (6)$$

$$\sigma_y^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \mu_y)^2 \quad (7)$$

$$\sigma_z^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (z_i - \mu_z)^2 \quad (8)$$

A grandeza ω pode ser calculada para cada conjunto de variáveis x_i , y_i e z_i , obtendo-se assim, n resultados (Equação 9).

$$\omega_1 = \omega(x_1, y_1, z_1) \quad (9)$$

$$\omega_n = \omega(x_n, y_n, z_n)$$

Cada resultado de ω pode ser expandido em séries de potências dos desvios, onde as derivadas parciais devem ser calculadas para x , y e z , apresentada na Equação 10.

$$\omega_i \cong \omega(\mu_x, \mu_y, \mu_z) + \frac{\partial \omega}{\partial x} (x_i - \mu_x) + \frac{\partial \omega}{\partial y} (y_i - \mu_y) + \frac{\partial \omega}{\partial z} (z_i - \mu_z) + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 \omega}{\partial x^2} (x_i - \mu_x)^2 + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 \omega}{\partial y^2} (y_i - \mu_y)^2 + \frac{1}{2} \frac{\partial^2 \omega}{\partial z^2} (z_i - \mu_z)^2 + \dots \quad (10)$$

A condição para que a expressão apenas da primeira ordem no desvio $\sigma_{xi} = (x_i - \mu_x)$ seja uma boa aproximação é que o termo quadrático seja desprezível quando σ_{xi} é da ordem de grandeza do desvio padrão σ_x (Equação 11).

$$\frac{1}{2} \frac{\partial^2 \omega}{\partial x^2} (x_i - \mu_x)^2 \approx 0 \quad \text{para} \quad \sigma_{xi} = (x_i - \mu_x) \approx \sigma_x \quad (11)$$

A mesma condição deve valer para as demais variáveis. Se estas condições são satisfeitas, a função $\omega(x, y, z)$ do ponto de vista de propagação de erros, pode ser considerada como lentamente variável. Assim, considerando somente termos até a primeira ordem nos desvios, obtém-se a Equação 12 para variáveis independentes. Considerando dependência entre os erros envolvidos (variáveis dependentes), tem-se a fórmula geral para a propagação de erros, definida pela Equação 13, de modo que σ_{xy} representa a covariância (ou variância conjunta) das variáveis envolvidas (x, y) (Equação 14) (VUOLO, 1996).

$$\sigma_\omega^2 = \left(\frac{\partial \omega}{\partial x}\right)^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial \omega}{\partial y}\right)^2 \sigma_y^2 + \left(\frac{\partial \omega}{\partial z}\right)^2 \sigma_z^2 \quad (12)$$

$$\begin{aligned} \sigma_\omega^2 &= \left(\frac{\partial \omega}{\partial x}\right)^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial \omega}{\partial y}\right)^2 \sigma_y^2 + \left(\frac{\partial \omega}{\partial z}\right)^2 \sigma_z^2 + \dots \\ &+ 2 \left(\frac{\partial \omega}{\partial x}\right) \left(\frac{\partial \omega}{\partial y}\right) \sigma_{xy}^2 + 2 \left(\frac{\partial \omega}{\partial x}\right) \left(\frac{\partial \omega}{\partial z}\right) \sigma_{xz}^2 + 2 \left(\frac{\partial \omega}{\partial y}\right) \left(\frac{\partial \omega}{\partial z}\right) \sigma_{yz}^2 + \dots \end{aligned} \quad (13)$$

A covariância (σ_{xy}^2) e o coeficiente de correlação de Pearson ($r_{x,y}$) por x e y são definidos, respectivamente, por:

$$\sigma_{xy}^2 = cov(x, y) = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \mu_x)(y_i - \mu_y) \quad (14)$$

$$r_{x,y} = r(x, y) = \frac{\sigma_{xy}}{\sqrt{\sigma_x \sigma_y}} \quad (15)$$

Na equação acima, o coeficiente de correlação de Pearson é definido pela razão da raiz quadrada da covariância pela raiz quadrada do produto dos desvios padrões das variáveis x e y .

Seguindo a apresentação dos principais conceitos e formulações matemáticas sobre a tenacidade à fratura e a teoria de propagação de erros das seções anteriores, a seguir será apresentada a Revisão Sistemática da Literatura, a qual mostrará os estudos relacionados entre a propagação de erros associados à tenacidade à fratura por indentação Vickers.

2.3 ERROS ASSOCIADOS À TENACIDADE À FRATURA POR INDENTAÇÃO VICKERS

Nesta seção será apresentada a aplicação da metodologia de Revisão Sistemática da Literatura (RSL) e os resultados da aplicação da RSL, que consiste no Estado da Arte.

2.3.1 Aplicação da Revisão Sistemática da Literatura

Com a expansão da ciência e da tecnologia tornou-se cada vez mais evidente a necessidade de o pesquisador avaliar tais avanços científicos e determinar os desenvolvimentos alcançados pelas diversas áreas do conhecimento. Tal fato indica a mensuração das taxas de produtividade dos centros de pesquisa e dos investigadores individuais, com a produção de artigos científicos, por exemplo, sendo estes artigos os materiais utilizados nesta pesquisa teórica e bibliográfica (MARCONI; LAKATOS, 2003).

Neste trabalho, foi utilizada a metodologia de Revisão Sistemática da Literatura (RSL) para a catalogação dos artigos e confecção de um Estado da Arte. A RSL pode ser vista como um método padronizado de busca para realizar e analisar resultados, com contínuos ciclos de pesquisa, podendo responder questões específicas de um tema através de critérios de elegibilidade predefinidos (CONFORTO *et al.*, 2011; TAGUE-SUTCLIFFE, 1992; VANTI, 2002).

Essa fase do trabalho tem como objetivo a busca de trabalhos na literatura que tratam sobre a propagação de erros associados à tenacidade à fratura por indentação Vickers. Para isso, as principais palavras-chaves utilizadas nas buscas foram tenacidade à fratura e indentação Vickers. Vale lembrar que para a pesquisa dos periódicos, as palavras-chaves estavam escritas em inglês devido à programação de busca das bases de dados (Science Direct, Scopus, Web of Science).

Após a aplicação de todos os passos da RSL, conforme Apêndice A, foram identificados 3 (três) documentos que tratam especificamente sobre erros associados à tenacidade à fratura por indentação Vickers. Com isso, foi possível a realização de um estado da arte, sendo apresentado na próxima seção.

2.3.2 Resultado da aplicação da RSL

Em 2011, Wu *et al.* publicaram o trabalho *Mechanical property characterization of sputtered and plasma enhanced chemical deposition (PECVD) silicon nitride films after rapid thermal annealing*. Conforme relatado no artigo, os pesquisadores afirmam que o nitreto de silício é um material estrutural e eletrônico importante para várias aplicações em sistemas semicondutores e microeletromecânicos. Especificamente, os filmes de nitreto de silício são materiais estruturais típicos para passivação de circuitos integrados (CIs), máscaras de gravação, dielétricos de dispositivos e microestruturas MEMS. Entre essas aplicações, propriedades mecânicas como módulo de elasticidade, dureza, tensão residual e resistência à fratura desempenham papéis importantes na determinação do desempenho do dispositivo e nas avaliações de confiabilidade estrutural. Por esse motivo, os autores relatam uma caracterização abrangente do comportamento mecânico de dois tipos de filmes de nitreto de silício, sendo vitais para projetos de estruturas ou avaliações de confiabilidade.

Para a caracterização dos materiais, Filme Si_3N_4 e Filme PECVD Si_3N_4 , foram executadas três técnicas em paralelo. Em primeiro lugar, as tensões residuais foram caracterizadas por medição de curvatura. Em segundo lugar, os testes de nanoindentação e a metodologia de Oliver e Pharr (1992) foram utilizados para a caracterização mecânica, ou seja, módulo de elasticidade e dureza. E por fim, a tenacidade à fratura foi caracterizada por indentação Vickers utilizando a equação proposta por Marshall e Lawn (1979), Equação 16, onde α é um fator adimensional (0,016 para um indentador Vickers), E_f é o módulo de elasticidade, H_f é a dureza e c é o comprimento médio da trinca radial após a aplicação da carga máxima (P_{max}).

$$(K_{IC})_{equivalente} = \alpha \left(\frac{E_f}{H_f} \right)^{1/2} \left(\frac{P_{max}}{c^{3/2}} \right) \quad (16)$$

Segundo Wu *et al.* (2011), a tensão residual não é levada em consideração na Equação 16, por isso o resultado obtido foi definido como tenacidade à fratura equivalente, sendo a capacidade do material de resistir à fratura com a existência de tensões residuais. A tenacidade à fratura pode ser obtida eliminando a contribuição da tensão residual, utilizando o modelo modificado proposto por Zhang *et al.* (2010), apud Wu *et al.* (2011), que pode ser expresso na Equação 17, onde σ_r e h_f são tensão residual e espessura do material, respectivamente.

$$K_{IC} = \alpha \left(\frac{E_f}{H_f} \right)^{1/2} \left(\frac{P_{max}}{c^{3/2}} \right) + \frac{3,545}{c^{1/2}} \sigma_r h_f \quad (17)$$

Após realizar a caracterização mecânica dos materiais, os autores realizaram uma análise de incerteza (propagação de erros) para as propriedades obtidas. Para avaliar a incerteza da tenacidade à fratura, as seguintes considerações foram feitas (Equações 18, 19 e 20).

$$K_{IC} = K_{IC}^I + K_{IC}^{II} \quad (18)$$

Onde,

$$K_{IC}^I = \alpha \left(\frac{E_f}{H_f} \right)^{1/2} \cdot \left(\frac{P_{max}}{c^{3/2}} \right) \quad (19)$$

e

$$K_{IC}^{II} = \left(\frac{3,545}{c^{1/2}} \right) \cdot \sigma_r \cdot h_f \quad (20)$$

Com isso, foi possível expressar as incertezas (erros relativos) nas Equações 21 e 22. E por fim, na Equação 23, é obtido a incerteza da tenacidade à fratura K_{IC} .

$$\frac{\Delta K_{IC}^I}{K_{IC}^I} = \sqrt{\left(0,5 \frac{\delta E_f}{E_f}\right)^2 + \left(0,5 \frac{\delta H_f}{H_f}\right)^2 + \left(\frac{\delta P_{max}}{P_{max}}\right)^2 + \left(1,5 \frac{\delta c}{c}\right)^2} \quad (21)$$

$$\frac{\Delta K_{IC}^{II}}{K_{IC}^{II}} = \sqrt{\left(0,5 \frac{\delta c}{c}\right)^2 + \left(\frac{\delta h_f}{h_f}\right)^2 + \left(\frac{\delta \sigma_r}{\sigma_r}\right)^2} \quad (22)$$

$$\frac{\Delta K_{IC}}{K_{IC}} = \sqrt{\left(\frac{\Delta K_{IC}^I}{K_{IC}^I}\right)^2 + \left(\frac{\Delta K_{IC}^{II}}{K_{IC}^{II}}\right)^2} \quad (23)$$

Ao inserir os erros relativos para cada variável, o erro relativo final de medição da tenacidade à fratura foi estimado entre 10 a 15%. O principal fator de controle é a medição do comprimento da trinca. Na Tabela 1 é possível visualizar os erros numéricos calculados para cada propriedade (WU *et al.*, 2011).

Tabela 1 - Incertezas estimadas dos parâmetros essenciais

Variável	Incerteza (%)	Filme de Si_3N_4	Filme PECVD Si_3N_4
Espessura do filme [nm]	5	800 ± 20	500 ± 13
Tensão residual [MPa]	8	300 ± 12	950 ± 38
Módulo de elasticidade [GPa]	4	159 ± 3,2	90 ± 31,8
Dureza [GPa]	4	15,93 ± 0,33	11,12 ± 0,22
Força aplicada [mN]	0,6	490 ± 1,5	245 ± 0,7
Comprimento da trinca [μm]	6	9,56 ± 0,27	6,43 ± 0,39
$(K_{IC})_{equivalente}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]	10	0,84 ± 0,04	0,69 ± 0,03
K_{IC} [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$]	15	0,59 ± 0,05	1,35 ± 0,11

Fonte: Adaptado pela autora de Wu *et al.* (2011).

Além dos resultados acima mencionados, os dados e a correlação cruzada obtidos através deste estudo devem ser úteis para a análise estrutural e a otimização do design do processo, ajudando a manter a integridade estrutural das aplicações em sistemas semicondutores e microeletromecânicos (WU *et al.*, 2011).

Em 2011, Mikowski *et al.* apresentaram o artigo *A method to measure fracture toughness using indentation in $REBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ superconductor single crystals*. O trabalho é uma proposta para estimar a tenacidade à fratura por indentação com base na carga crítica para nucleação de trinca, calculada pela derivada da curva de carga. Este método é aplicado aos cristais únicos supercondutores $REBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ baseados em xenotima, onde é difícil observar comprimentos de trinca radial bem definidos devido à sua estrutura lamelar, por isso uma análise de propagação de erros foi empregada nesse trabalho para a determinação da tenacidade à fratura.

Após a preparação das amostras e caracterização dos testes, os autores do artigo analisaram a morfologia das trincas ao redor das indentações e o seu comprimento radial, sendo utilizada a microscopia eletrônica de varredura (MEV). O método convencional para determinar

a tenacidade à fratura baseado no comprimento das trincas utilizado foi baseado em Anstis *et al.* (1981), como já apresentado na Equação 2 (MIKOWSKI *et al.*, 2011).

Segundo Mikowski *et al.* (2011), a tenacidade à fratura foi calculada usando a equação proposta por Anstis *et al.* (Equação 2), considerando H e E iguais a $7,7 \pm 0,4$ e 143 ± 9 GPa, respectivamente. A dureza foi medida neste estudo por nanoindentação com a ponta Berkovich. O erro δK_c foi calculado pela propagação de erros, considerando variáveis independentes (Equação 24), a qual depende dos erros estimados de $\delta\xi$, δE , δH , δP e δc .

$$\delta K_c = \sqrt{\left(\frac{\partial K_c}{\partial \xi} \delta \xi\right)^2 + \left(\frac{\partial K_c}{\partial E} \delta E\right)^2 + \left(\frac{\partial K_c}{\partial H} \delta H\right)^2 + \left(\frac{\partial K_c}{\partial P} \delta P\right)^2 + \left(\frac{\partial K_c}{\partial c} \delta c\right)^2}$$

$$\delta K_c = \frac{K_c}{2} \sqrt{4 \left(\frac{\delta \xi}{\xi}\right)^2 + \left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + 4 \left(\frac{\delta P}{P}\right)^2 + 9 \left(\frac{\delta c}{c}\right)^2} \quad (24)$$

Enquanto os métodos usuais de cálculo de tenacidade à fratura são baseados na propagação de trincas, o método proposto pelos autores é baseado na nucleação de trincas, considerando o modelo desenvolvido por Lawn e Evans (MIKOWSKI *et al.*, 2011). O modelo fornece uma relação entre o tamanho crítico da trinca e a carga de indentação necessária para a propagação da falha em um teste de indentação. A carga crítica foi calculada em função da tenacidade à fratura, dureza e constantes geométricas, ou seja, o modelo consiste no cálculo da tenacidade à fratura por meio da medição da dureza e da carga crítica.

O método proposto consiste em quatro etapas, sendo a primeira medir a carga crítica para nucleação de trinca em diversos ensaios de indentação. A segunda etapa é a construção do gráfico de Weibull e estimativa da carga limite para nucleação de trinca por meio do melhor ajuste da função estatística de Weibull. Na terceira etapa é calculado o módulo de Weibull e o parâmetro de escala do gráfico, e por fim, é calculada a carga crítica como a carga em que há uma probabilidade de fratura de 50% a partir do valor médio da função de densidade de Weibull.

O erro estimado para a tenacidade à fratura por indentação δK_c é o desvio padrão para $K_C(P_C, H, \beta)$ definido na Equação 24 e usando a Equação 25, resultando então a Equação 26.

$$K_C = \frac{P_C^{1/4} H^{3/4}}{\beta^{1/4}} \quad (25)$$

$$\delta K_c = \frac{K_c}{4} \sqrt{\left(\frac{\delta P_c}{P_c}\right)^2 + 9\left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \left(\frac{\delta \beta}{\beta}\right)^2} \quad (26)$$

Este método proposto para estimar a tenacidade à fratura de indentação com base na carga limite para nucleação de trinca é validado quando comparado com o método tradicional de medição do comprimento de trinca radial. Não é destrutivo, não consome material e é rápido. As vantagens sobre o método tradicional são que não é necessário fazer a imagem das indentações e medir o comprimento da trinca radial.

No artigo *Vickers indentation fracture toughness of Y-TZP dental ceramics* publicado em 2017, Coric *et al.* avaliaram a tenacidade à fratura da cerâmica dentária de zircônia policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP) por meio do teste de tenacidade à fratura por indentação Vickers. Coric *et al.* (2017) comentam que o conceito de monitoramento de trincas criadas por recuos de dureza se originou com o Palmqvist na década de 1950, mas não foi defendido como um teste de resistência à fratura até meados da década de 1970, quando Evans e Charles (1976) apresentaram equações generalizadas aplicáveis a muitos materiais diferentes apresentados por Palmqvist. Em baixas cargas, as trincas Palmqvist são predominantemente formadas, enquanto em altas cargas ocorrem trincas medianas totalmente desenvolvidas. Após o trabalho de Evans e Charles (1976), vários autores usaram equações semelhantes para relacionar os comprimentos de trincas resultantes das reentrâncias de Vickers à tenacidade à fratura do material.

Coric *et al.* (2017) relatam no estudo que o valor apropriado da tenacidade à fratura depende da aplicação da carga, dureza do material, módulo de elasticidade, uma constante de calibração empírica, tipos de trincas geradas e o modelo da equação a ser utilizado.

Sobre as trincas geradas no material, existem duas maneiras de identificação, a primeira é polir as camadas superficiais, dessa maneira o sistema de trincas medianas permanecerá sempre conectado à pirâmide invertida do recuo, enquanto as trincas Palmqvist serão destacadas do recuo (LIN; DUH, 2002 apud CORIC *et al.*, 2017).

A outra forma de diferenciar os dois tipos de sistemas de trincas é a verificação da relação c/a , onde c é o comprimento do centro da indentação até a ponta da trinca, e a é a metade da diagonal da indentação. Se essa relação for menor que 2,5 o material mostra o sistema de trincas Palmqvist, enquanto no caso oposto mostra o tipo de trinca mediana (CORIC *et al.*, 2017).

Para confirmar a hipótese de que a tenacidade à fratura de indentação Vickers dependeria da aplicação da carga, o tipo de trinca e modelo da equação, os autores (CORIC *et al.*, 2017) realizaram testes em diferentes cargas, e calcularam a tenacidade à fratura por diversas equações (modelos matemáticos), como mostra a Tabela 2.

Tabela 2 - Diferentes equações de tenacidade à fratura

Tipo de trinca	Autor	Equação	Referência
Palmqvist	Palmqvist	$K_{IC} = 0,0028 \cdot H^{1/2} \cdot \left(\frac{F}{T}\right)^{1/2}$	PALMQVIST, 1957
Palmqvist	Casellas	$K_{IC} = 0,024 \cdot \frac{F}{c^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2}$	MORAES <i>et al.</i> 2004
Palmqvist	Shetty <i>et al.</i>	$K_{IC} = 0,0319 \cdot \frac{F}{a \cdot l^{1/2}}$	DELIORMANLI; GUDEN, 2005
Palmqvist	Niihara <i>et al.</i>	$K_{IC} = 0,0089 \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} \cdot \frac{F}{a \cdot l^{1/2}}$	DELIORMANLI; GUDEN, 2005
Radial/Mediana	Anstis	$K_{IC} = 0,016 \cdot \frac{F}{c^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2}$	ANSTIS, 1981
Radial/Mediana	Niihara <i>et al.</i>	$K_{IC} = 0,0309 \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} \cdot \frac{F}{c^{3/2}}$	NIIHARA <i>et al.</i> , 1982
Radial/Mediana	Evans e Charles	$K_{IC} = 0,0752 \cdot \frac{F}{c^{3/2}}$	EVANS; CHARLES, 1976
Radial/Mediana	Tanaka	$K_{IC} = 0,0725 \cdot \frac{F}{c^{3/2}}$	NASTIC <i>et al.</i> , 2015
Palmqvist Radial/Mediana	Lankford	$K_{IC} = 0,0782 \cdot (H \cdot a^{1/2}) \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} \cdot \left(\frac{c}{a}\right)^{-1,56}$	DELIORMANLI; GUDEN, 2005

Fonte: Adaptado pela autora de Coric *et al.* (2017).

Segundo Coric *et al.* (2017), os valores de tenacidade à fratura obtidos por diferentes equações diminuem com o aumento da carga aplicada. Dependendo da carga aplicada e do modelo matemático, os valores calculados de tenacidade à fratura das cerâmicas Y-TZP investigadas variam na faixa de 3,96 a 7,73 MPa.m^{1/2}. A diferença é significativa e deve ser considerada. O menor valor de tenacidade à fratura foi calculado pelo modelo Anstis sob a carga de 294,20 N, enquanto o valor mais alto resultou do modelo de Lankford sob a carga de 29,42 N.

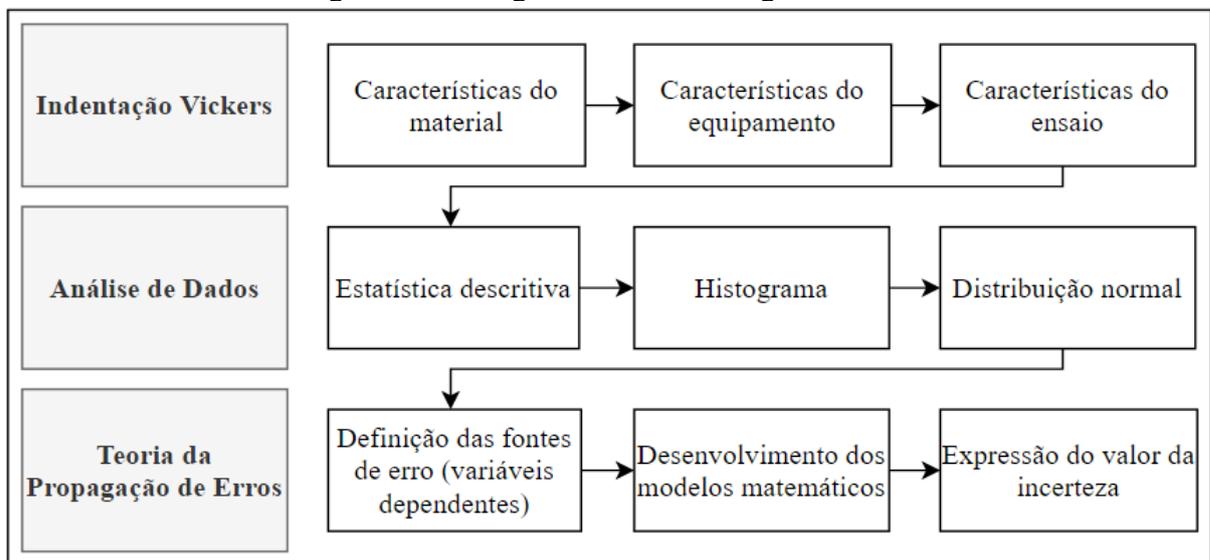
Esse estudo revelou que, embora a morfologia da trinca por indentação seja perfeitamente definida para a cerâmica investigada em qualquer carga de indentação, a escolha do melhor modelo de ajuste para a determinação da tenacidade à fratura é difícil e precisa ser

comparada com os resultados de testes convencionais, pois os valores de tenacidade à fratura de indentação são fortemente dependentes do modelo escolhido.

3 METODOLOGIA

Para a elaboração do estudo presente neste documento foram utilizados os resultados dos ensaios mecânicos por testes de indentação Vickers realizados por Mikowski (2007). Com isso, a metodologia caracteriza os procedimentos para propor e validar modelos matemáticos baseados na teoria da propagação de erro para a tenacidade à fratura de indentação Vickers de materiais frágeis. Portanto, a ordem das etapas propostas para o desenvolvimento da metodologia é descrita pela Figura 5.

Figura 5 - Fluxograma da metodologia utilizada



Fonte: Autora (2021).

Dessa maneira, neste capítulo será exposta cada etapa apresentada na Figura 6, começando pelos dados experimentais dos testes de indentação Vickers em vidro, onde serão tratadas as características do material, do equipamento e do ensaio, resultando em uma base de dados de comprimento de trincas (MIKOWSKI *et al.*, 2007). Em seguida, serão abordados os métodos para o tratamento e análise da base de dados experimentais. Por fim, será relatado o procedimento para o desenvolvimento dos modelos de erros através da teoria da propagação de erros para variáveis dependentes.

3.1 DADOS EXPERIMENTAIS DE TESTES DE INDENTAÇÃO VICKERS EM VIDRO

A resistência à fratura de materiais frágeis é geralmente caracterizada pelo valor de tenacidade à fratura. A tenacidade à fratura, K_{IC} , refere-se ao valor crítico do fator de intensidade de tensão no modo de abertura com a ocorrência de início de fratura e propagação de trinca.

As técnicas convencionais de medição de tenacidade à fratura não são adequadas para testes diários porque requerem amostras relativamente grandes, equipamentos sofisticados e medição de alta precisão da propagação de trincas. Um método que é frequentemente usado para determinar a tenacidade à fratura de materiais frágeis é o chamado teste de tenacidade de fratura por indentação Vickers (CORIC *et al.*, 2017).

Métodos de indentação, consistindo em pressionar um material mais duro em uma amostra de teste e medir a resposta, têm sido cada vez mais usados para caracterização mecânica de metais, vidros, cerâmicas, compostos de polímero e materiais de revestimento.

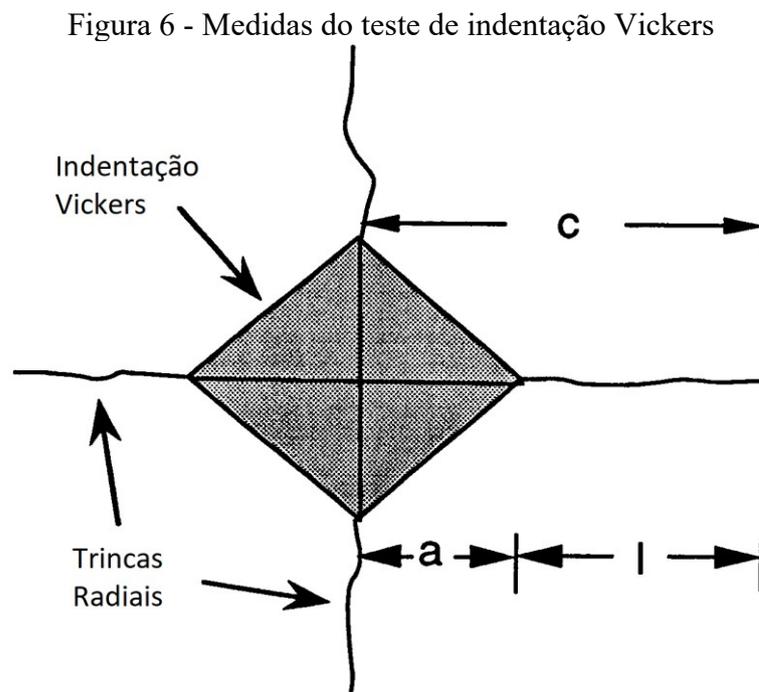
A presente pesquisa consiste no estudo de amostras de vidro isolador de alta tensão. A análise da composição química do material foi realizada no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais (CCDM) da Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR), sendo descrita em porcentagem de peso por: $\text{Al}_2\text{O}_3(3,91) - \text{Fe}_2\text{O}_3(0,014) - \text{CaO}(6,86) - \text{MgO}(4,06) - \text{Na}_2\text{O}(12,61) - \text{K}_2\text{O}(2,3) - \text{BaO}(3,44) - \text{SiO}_2(66,81)$ (MIKOWSKI *et al.*, 2007).

Os testes de indentação para a obtenção do módulo de elasticidade ($E = 80,6 \text{ GPa}$), dureza Vickers ($H = 5,94 \text{ GPa}$) e as medições dos comprimentos das trincas radiais também foram realizadas por Mikowski *et al.* (2007).

A tenacidade à fratura e a dureza foram medidas a partir de um conjunto de 100 indentações com uma força aplicada (F) de 9,807 N (1 kgf) e tempo de permanência em força máxima de 30 s. O equipamento utilizado foi o Digital Microhardness Tester – HVS 1000 (Fisher). Vale ressaltar que foi utilizada a ponta do indentador do tipo Vickers, sua forma geométrica piramidal rígida de base quadrada possuindo quatro faces, com um ângulo de abertura entre as faces opostas da ponta de 136° (GARCIA *et al.*, 2000).

Quando o indentador Vickers é pressionado na superfície plana, trincas se desenvolvem ao redor da indentação a partir dos vértices. Durante a descarga, as trincas aumentam tanto em comprimento como em profundidade (COOK; PHARR, 1990).

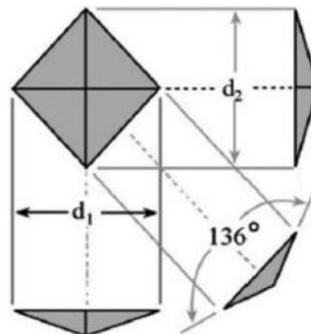
No ensaio mecânico realizado por Mikowski *et al.* (2007) foi possível medir o comprimento de 100 trincas radiais geradas nos testes de indentação Vickers, bem como as respectivas diagonais da impressão Vickers. Nos apêndices B, C e D são apresentadas as tabelas dos dados experimentais. A Figura 6 ilustra as medidas das grandezas (l), representa o comprimento médio da trinca radial a partir do corner da impressão, (a), que é a metade da diagonal da impressão do indentador, e (c), que é a soma do comprimento médio da trinca radial com a metade da diagonal do indentador.



Fonte: Adaptado pela autora de Pharr (1998).

Para o cálculo do comprimento (a) foram utilizadas as diagonais (d_1) e (d_2), representadas na Figura 7 a seguir.

Figura 7 - Impressão do indentador e suas relações geométricas



Fonte: Guder *et al.* (2011).

Dessa maneira, podemos representar o cálculo de (a) por:

$$a = \frac{d_1 + d_2}{4} \quad (27)$$

3.2 ANÁLISE DE DADOS DE TENACIDADE À FRATURA

O domínio de estatística envolve desde a coleta e apresentação até análise de dados a fim de facilitar tomadas de decisões, resoluções de problemas e, inclusive, o planejamento de processos e produtos. Portanto, o conhecimento de técnicas estatísticas é de fundamental importância em projetos e estudos de engenharia (MONTGOMERY; RUNGER, 2000).

A estatística descritiva é de fundamental importância em etapas iniciais de estudos experimentais, pois tem como objetivo a organização e apresentação dos dados sem inferir qualquer análise probabilística nos mesmos.

Convencionalmente em laboratórios e indústrias, a variabilidade e incerteza dos ensaios é medida apenas pelo desvio padrão experimental. Desse modo, as medidas descritivas utilizadas serão a média e desvio padrão, apresentadas pelas Equações 28 e 29, respectivamente (VUOLO, 1996), onde x representa a variável aleatória em estudo e n o tamanho da população.

$$\mu_x = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (28)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu_x)^2}{n}} \quad (29)$$

Tais valores serão utilizados para o comprimento das diagonais medidas pelo teste de indentação Vickers.

Para a representação gráfica dos resultados dos ensaios, as distribuições de frequência serão apresentadas por histograma. A amplitude total (AT) do conjunto de dados é definida pela Equação 30.

$$AT = LS - LI \quad (30)$$

De maneira que LS representa o limite superior, ou valor máximo do conjunto de dados, e LI o limite inferior ou valor mínimo dos dados.

3.3 APLICAÇÃO DA PROPAGAÇÃO DE ERROS PARA TENACIDADE À FRATURA

Com os resultados dos testes de indentação Vickers dos dados experimentais, é possível realizar apenas análises estatísticas e probabilísticas em função da média e dos desvios. A aplicação da teoria dos erros permite, além da dispersão dos resultados, avaliar as incertezas provenientes de outras fontes. As principais dificuldades na determinação dos valores de tenacidade à fratura com precisão são: identificação do tipo de trincas formadas, medições precisas do comprimento da trinca e aplicação de uma equação de modelo de trinca adequada.

O conceito de monitoramento de trincas criadas por indentação de dureza originou-se com Palmqvist na década de 1950, mas não foi defendido como teste de tenacidade à fratura até meados da década de 1970, quando Evans e Charles apresentaram equações generalizadas aplicáveis a muitos materiais diferentes em que existem trincas Palmqvist e/ou medianas. Em cargas baixas, as trincas Palmqvist são formadas predominantemente, enquanto que em cargas altas ocorrem trincas medianas totalmente desenvolvidas (CORIC *et al.*, 2017).

Após o trabalho de Evans e Charles, vários autores usaram equações semelhantes para relacionar os comprimentos das trincas com a tenacidade à fratura do material. O cálculo da tenacidade à fratura depende da natureza da trinca, portanto, é necessário identificar seu perfil para obter os valores precisos de tenacidade à fratura.

Existem duas maneiras de identificar o sistema de trincas presente em um material. Uma delas é polir as camadas superficiais, dessa maneira o sistema de trincas medianas permanecerá sempre conectado à pirâmide invertida do recuo, enquanto as trincas Palmqvist serão destacadas do recuo (LIN; DUH, 2002).

A outra forma de diferenciar os dois tipos de sistemas de trincas é a verificação da relação c/a , onde c é o comprimento do centro da indentação Vickers até a ponta da trinca, e a é a metade da diagonal da indentação. Se essa relação for menor que 2,5 o material mostra o sistema de trincas Palmqvist, enquanto no caso oposto mostra o tipo de trinca radial/mediana (CORIC *et al.*, 2017).

Como o trabalho foi desenvolvido com os dados experimentais disponibilizados por Alexandre Mikowski, será utilizada para identificação das trincas a relação c/a . Dessa

maneira será possível identificar as equações adequadas para aplicação da tenacidade à fratura de acordo com o tipo de trinca gerado.

Através da base de dados (Apêndices B, C e D) e da estatística apresentada na seção anterior, foi possível calcular a média da variável c e da variável a , utilizando a relação c/a , sendo o valor obtido 3,617. Conclui-se que as trincas geradas nos testes de indentação Vickers realizados são do tipo radial/mediana. Os cálculos estatísticos estarão detalhados na seção 4.1.

Com a identificação da trinca radial/mediana foi possível selecionar os modelos de equações adequados apresentados por Coric *et al.* (2017), sendo eles: modelo de Anstis, modelo de Niihara *et al.*, modelo de Evans e Charles, modelo de Tanaka, e modelo de Lankford. A seguir serão apresentados os modelos matemáticos de tenacidade à fratura e a respectiva aplicação da teoria de propagação de erros para variáveis dependentes (Equações 31 a 40).

Modelo de Anstis para tenacidade à fratura:

$$K_{IC} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{F}{c^{3/2}} = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{F}{c^{3/2}} \quad (31)$$

A propagação de erros aplicada para o modelo de Anstis:

$$\delta^2 K_{IC} = \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial \alpha} \delta \alpha \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} \delta E \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} \delta H \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \delta F \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta c \right)^2 + 2 \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta F \delta c r_{F,c} \right) \quad (32)$$

Modelo de Niihara *et al.* para tenacidade à fratura:

$$K_{IC} = 0,0309 \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{5}} \frac{F}{c^{3/2}} = \beta \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{5}} \frac{F}{c^{3/2}} \quad (33)$$

A propagação de erros aplicada para o modelo de Niihara *et al.*:

$$\delta^2 K_{IC} = \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial \beta} \delta \beta \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} \delta E \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} \delta H \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \delta F \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta c \right)^2 + 2 \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta F \delta c r_{F,c} \right) \quad (34)$$

Modelos de Evans e Charles e Tanaka, respectivamente, para tenacidade à fratura:

$$K_{IC} = 0,0752 \frac{F}{c^{3/2}} = \chi \frac{F}{c^{3/2}} \quad (35)$$

$$K_{IC} = 0,0725 \frac{F}{c^{3/2}} = \chi \frac{F}{c^{3/2}} \quad (36)$$

$$\chi = \begin{cases} 0,0752 ; & \text{modelo de Evans e Charles} \\ 0,0725 ; & \text{modelo de Tanaka} \end{cases} \quad (37)$$

A propagação de erros aplicada para o modelo de Evans e Charles e Tanaka, respectivamente:

$$\delta^2 K_{IC} = \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial \chi} \delta \chi \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \delta F \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta c \right)^2 + 2 \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta F \delta c r_{F,c} \right) \quad (38)$$

Modelo de Lankford para tenacidade à fratura:

$$K_{IC} = 0,0782 (H a^{1/2}) \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{c}{a} \right)^{-1,56} = \psi (H a^{1/2}) \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{c}{a} \right)^{-1,56} \quad (39)$$

A propagação de erros aplicada para o modelo de Lankford:

$$\delta^2 K_{IC} = \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial \psi} \delta \psi \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} \delta H \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial a} \delta a \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} \delta E \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta c \right)^2 + 2 \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial a} \frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta a \delta c r_{a,c} \right) \quad (40)$$

Dessa maneira, a teoria de propagação de erros pôde ser aplicada considerando as variáveis dependentes para cada um dos modelos apresentados acima. No próximo capítulo será realizado o desenvolvimento da aplicação da teoria de propagação de erros para cada umas dessas equações, obtendo-se os modelos matemáticos de erros para a tenacidade à fratura.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesse capítulo serão apresentados os resultados e discussões referentes à estatística descritiva aplicada aos dados experimentais com o cálculo de tenacidade à fratura para diferentes modelos, desenvolvimento dos modelos matemáticos de erros de tenacidade à fratura pela propagação de erros com variáveis dependentes, análise de erros relativos e comparação dos resultados obtidos.

4.1 TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS

Para o tratamento estatístico da base de dados experimentais, a estatística descritiva foi aplicada para o cálculo da média, desvio padrão, amplitude e os valores máximo e mínimo de cada grandeza apresentada, conforme as equações descritas na Seção 3.2 (Equações 27 a 31). Adicionalmente, também foi calculado o coeficiente de variação definido pela razão entre o desvio padrão e a média em termos percentuais. A Tabela 3 apresenta os resultados deste tratamento estatístico dos dados, tendo como base os valores apresentados nos Apêndices B, C e D.

Tabela 3 - Estatística descritiva aplicada aos dados experimentais (a, c, l)

Grandezas	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Máximo	Amplitude	Coefficiente de Variação [%]
a [μm]	27,74789	1,30676	22,70240	31,28903	8,58663	4,70940
c [μm]	100,37270	3,91421	86,30813	105,83200	19,52383	3,89967
l [μm]	72,62479	4,02047	59,89843	79,32766	19,42923	5,53594

Fonte: Autora (2021).

Como já apresentado na Seção 3.1 (Figura 7), a primeira grandeza (a) é referente a metade da diagonal da impressão do indentador Vickers, (c) é a soma do comprimento da trinca com a metade da diagonal do indentador Vickers e (l) representa o comprimento médio da trinca radial a partir do corner da impressão Vickers.

Após o tratamento estatístico na base de dados experimentais, foi possível a utilização dos valores das médias das grandezas a, c e l para o cálculo da tenacidade à fratura para os modelos de Anstis, Niihara, Evans e Charles, Tanaka e Lankford, apresentados no Quadro 1.

Quadro 1 - Modelos das equações de tenacidade à fratura

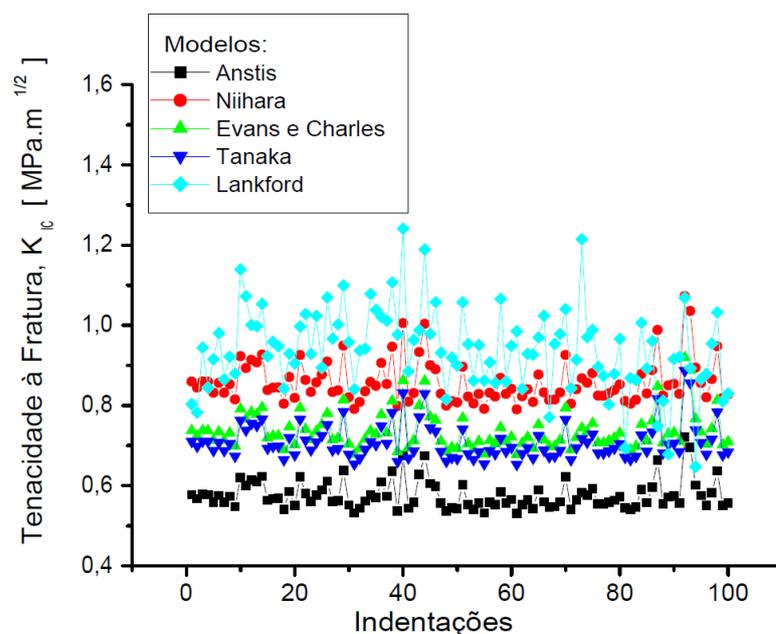
Mediana	Anstis	$K_{IC} = 0,016 \cdot \frac{F}{c^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2}$
Mediana	Niihara <i>et al.</i>	$K_{IC} = 0,0309 \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} \cdot \frac{F}{c^{3/2}}$
Mediana	Evans e Charles	$K_{IC} = 0,0752 \cdot \frac{F}{c^{3/2}}$
Mediana	Tanaka	$K_{IC} = 0,0725 \cdot \frac{F}{c^{3/2}}$
Qualquer tipo	Lankford	$K_{IC} = 0,0782 \cdot (H \cdot a^{1/2}) \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{2/5} \cdot \left(\frac{c}{a}\right)^{-1,56}$

Fonte: Autora (2021).

Vale lembrar o módulo de elasticidade ($E = 80,6$ GPa) medido com a nanoindentação por método de Oliver e Pharr (1992), e a dureza ($H = 5,94$ GPa) determinada pelo teste Vickers para uma força de 9,807 N, sendo ambas propriedades mecânicas obtidas por Mikowski *et al.* (2007).

Um comparativo dos cinco modelos de tenacidade à fratura em função dos 100 (cem) testes de indentação Vickers é apresentado no gráfico da Figura 8 para efetuar uma análise dos resultados.

Figura 8 - Comparativo entre os modelos de tenacidade à fratura



Fonte: Autora (2021).

Pelo gráfico é possível observar que a equação do modelo de Anstis foi a que obteve o menor valor de tenacidade à fratura, seguido pelos modelos de Tanaka, Evans e Charles, Niihara *et al.* e por fim o modelo de Lankford. Observa-se que os modelos que apresentam os maiores valores de tenacidade à fratura também apresentam as maiores variabilidades dos dados. Este fenômeno é observado nos modelos de Lankford e Niihara *et al.*

A estatística descritiva também foi aplicada para as equações de tenacidade à fratura, onde são apresentados os valores da média, desvio padrão, valores mínimos e máximos, amplitude e coeficiente de variação para cada modelo, conforme Tabela 4.

Tabela 4 - Tenacidade à fratura dos modelos analisados

$K_{IC} \left[MPa \cdot m^{\frac{1}{2}} \right]$	Média	Desvio Padrão	Mínimo	Máximo	Amplitude	Coefficiente de Variação
Anstis	0,57652	0,03623	0,53089	0,72086	0,18997	6,284257268
Niihara <i>et al.</i>	0,85783	0,05391	0,78993	1,07260	0,28267	6,284461956
Evans e Charles	0,73560	0,04623	0,67737	0,91976	0,24239	6,284665579
Tanaka	0,70919	0,04457	0,65305	0,88674	0,23369	6,284634583
Lankford	0,93919	0,10443	0,64726	1,24096	0,59369	11,11915587

Fonte: Autora (2021).

É possível notar pela análise da Tabela 4 que o modelo de equação de tenacidade à fratura que mais se destaca nos valores é o de Lankford, onde seu desvio padrão chega a uma diferença de aproximadamente 188% do modelo de Anstis, que apresenta o menor valor de desvio padrão. O coeficiente de variação também se destaca para o modelo, chegando a aproximadamente 77% de diferença para os demais modelos apresentados.

Para a média e amplitude, o modelo de Lankford também se destaca quando comparado com o modelo de Anstis, que apresenta os menores valores das variáveis. Para a média a diferença chega a 62% entre os modelos, para a amplitude o valor chega a 212%.

Coric *et al.* (2017) obtiveram valores de tenacidade à fratura das cerâmicas Y-TZP que variaram na faixa de 3,96 a 7,73 MPa m^{1/2} conforme o modelo matemático empregado e força aplicada no teste de indentação Vickers. Neste estudo, o menor valor de tenacidade à fratura foi calculado pelo modelo Anstis sob a carga de 294,20 N, enquanto o valor mais alto resultou do modelo de Lankford sob a carga de 29,42 N.

4.2 DESENVOLVIMENTO DOS MODELOS MATEMÁTICOS DE ERROS DA TENACIDADE À FRATURA PELA PROPAGAÇÃO DE ERROS

A seguir serão apresentados os desenvolvimentos dos cálculos matemáticos para obtenção dos modelos de erros da tenacidade à fratura pela propagação de erros para variáveis dependentes a partir das Equações 32, 34, 38 e 40 descritas na Seção 3.3.

4.2.1 Propagação de Erros para Variáveis Dependentes – Modelo de Anstis

A tenacidade à fratura para o modelo de Anstis é definida por:

$$K_{IC} = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{F}{c^{3/2}} \quad (41)$$

A aplicação da propagação de erros para o modelo de Anstis é dado por:

$$\delta^2 K_{IC} = \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial \alpha} \delta \alpha \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} \delta E \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} \delta H \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \delta F \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta c \right)^2 + 2 \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta F \delta c r_{F,c} \right) \quad (42)$$

Calculando as derivadas parciais e reescrevendo-as em termos da função tenacidade à fratura, encontra-se:

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial \alpha} = \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{F}{c^{3/2}} = \frac{K_{IC}}{\alpha} \quad (43)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} = \frac{\alpha}{2} \left(\frac{1}{EH} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{F}{c^{3/2}} = \frac{K_{IC}}{2E} \quad (44)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} = -\frac{\alpha}{2} (E)^{\frac{1}{2}} (H)^{-\frac{3}{2}} \frac{F}{c^{3/2}} = -\frac{K_{IC}}{2H} \quad (45)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{c^{3/2}} = \frac{K_{IC}}{F} \quad (46)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} = -\frac{3\alpha}{2} \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{1}{c^{5/2}} = -\frac{3 K_{IC}}{2 c} \quad (47)$$

Substituindo as derivadas parciais, ou seja, equações 43 a 47, na propagação de erros aplicado ao modelo de Anstis, encontra-se o modelo matemático de erro para a tenacidade à fratura:

$$\delta^2 K_{IC} = K_{IC}^2 \left[\left(\frac{\delta\alpha}{\alpha}\right)^2 + \frac{1}{4} \left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \frac{1}{4} \left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F}\right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F}\right) \left(\frac{\delta c}{c}\right) \right] \quad (48)$$

4.2.2 Propagação de Erros para Variáveis Dependentes – Modelo de Niihara *et al.*

A tenacidade à fratura para o modelo de Niihara *et al.* é definida por:

$$K_{IC} = \beta \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{F}{c^{3/2}} \quad (49)$$

A aplicação da propagação de erros para o modelo de Niihara *et al.* é dada por:

$$\delta^2 K_{IC} = \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial \beta} \delta\beta\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} \delta E\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} \delta H\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \delta F\right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta c\right)^2 + 2 \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta F \delta c r_{F,c}\right) \quad (50)$$

Calculando as derivadas parciais e reescrevendo-as em termos da função tenacidade à fratura, encontra-se:

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial \beta} = \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{F}{c^{3/2}} = \frac{K_{IC}}{\beta} \quad (51)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} = \frac{2\beta}{5} \left(\frac{1}{E}\right)^{\frac{3}{5}} \left(\frac{1}{H}\right)^{\frac{2}{5}} \frac{F}{c^{3/2}} = \frac{2 K_{IC}}{5 E} \quad (52)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} = -\frac{2\beta}{5} (E)^{\frac{2}{5}} (H)^{-\frac{7}{5}} \frac{F}{c^{3/2}} = -\frac{2 K_{IC}}{5 H} \quad (53)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} = \beta \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{5}} \frac{1}{c^{3/2}} = \frac{K_{IC}}{F} \quad (54)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} = - \frac{3\beta}{2} \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{5}} \frac{1}{c^{5/2}} = - \frac{3 K_{IC}}{2 c} \quad (55)$$

Substituindo as derivadas parciais (Equações 51 a 55) na propagação de erros aplicado ao modelo de Niihara *et al.*, encontra-se o modelo matemático de erro para a tenacidade à fratura:

$$\delta^2 K_{IC} = K_{IC}^2 \left[\left(\frac{\delta\beta}{\beta} \right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta E}{E} \right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta H}{H} \right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F} \right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c} \right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F} \right) \left(\frac{\delta c}{c} \right) \right] \quad (56)$$

4.2.3 Propagação de Erros para Variáveis Dependentes – Modelos de Evans e Charles e Tanaka

A tenacidade à fratura para os modelos de Evans e Charles e Tanaka são definidos por:

$$K_{IC} = \chi \frac{F}{c^{3/2}} \quad (57)$$

A aplicação da propagação de erros para os modelos de Evans e Charles e Tanaka é dada por:

$$\delta^2 K_{IC} = \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial \chi} \delta \chi \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \delta F \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta c \right)^2 + 2 \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} \frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta F \delta c r_{F,c} \right) \quad (58)$$

Calculando as derivadas parciais e reescrevendo-as em termos da função tenacidade à fratura, encontra-se:

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial \chi} = \frac{F}{c^{3/2}} = \frac{K_{IC}}{\chi} \quad (59)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial F} = \chi \frac{1}{c^{3/2}} = \frac{K_{IC}}{F} \quad (60)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} = -\frac{3\chi}{2} \frac{F}{c^{5/2}} = -\frac{3}{2} \frac{K_{IC}}{c} \quad (61)$$

Substituindo as derivadas parciais, ou seja, Equações 59 a 61, na propagação de erros aplicado aos modelos de Evans e Charles e Tanaka, encontra-se o modelo matemático de erro para tenacidade à fratura:

$$\delta^2 K_{IC} = K_{IC}^2 \left[\left(\frac{\delta\chi}{\chi} \right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F} \right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c} \right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F} \right) \left(\frac{\delta c}{c} \right) \right] \quad (62)$$

4.2.4 Propagação de Erros para Variáveis Dependentes – Modelo de Lankford

A tenacidade à fratura para o modelo de Lankford é definida por:

$$K_{IC} = \psi (H a^{1/2}) \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{c}{a} \right)^{-1,56} \quad (63)$$

A aplicação da propagação de erros para o modelo de Lankford é dada por:

$$\delta^2 K_{IC} = \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial \psi} \delta \psi \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} \delta H \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial a} \delta a \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} \delta E \right)^2 + \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta c \right)^2 + 2 \left(\frac{\partial K_{IC}}{\partial a} \frac{\partial K_{IC}}{\partial c} \delta a \delta c r_{a,c} \right) \quad (64)$$

Calculando as derivadas parciais e reescrevendo-as em termos da função tenacidade à fratura, encontra-se:

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial \psi} = (H a^{1/2}) \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{2}{5}} \left(\frac{c}{a} \right)^{-1,56} = \frac{K_{IC}}{\psi} \quad (65)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial H} = \psi \left(\frac{3}{5} H^{-\frac{2}{5}} \right) \left(a^{\frac{1}{2}} \right) \left(\frac{E^{\frac{2}{5}}}{H} \right) \left(\frac{c}{a} \right)^{-1,56} = \frac{3}{5} \frac{K_{IC}}{H} \quad (66)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial a} = \psi H (2,06 a^{1,06}) \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{2}{5}} (c)^{-1,56} = 2,06 \frac{K_{IC}}{a} \quad (67)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial E} = \psi \left(\frac{2}{5} E^{-\frac{3}{5}}\right) \left(a^{\frac{1}{2}}\right) \left(H^{-\frac{2}{5}}\right) \left(\frac{c}{a}\right)^{-1,56} = \frac{2}{5} \frac{K_{IC}}{E} \quad (68)$$

$$\frac{\partial K_{IC}}{\partial c} = \psi (H a^{1/2}) \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{2}{5}} (-1,56 c)^{-2,56} (a)^{1,56} = -1,56 \frac{K_{IC}}{c} \quad (69)$$

Substituindo as derivadas parciais (Equações 65 a 69) na propagação de erros aplicado ao modelo de Lankford, encontra-se o modelo matemático de erro para a tenacidade à fratura:

$$\delta^2 K_{IC} = K_{IC}^2 \left[\left(\frac{\delta\psi}{\psi}\right)^2 + \frac{9}{25} \left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \frac{10.609}{2.500} \left(\frac{\delta a}{a}\right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \frac{1.521}{625} \left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 - \frac{4.017}{625} \left(\frac{\delta a}{a}\right) \left(\frac{\delta c}{c}\right) \right] \quad (70)$$

4.3 ANÁLISE DO ERRO RELATIVO QUADRÁTICO DOS MODELOS DE ERROS DA TENACIDADE À FRATURA

Reescrevendo os modelos matemáticos obtidos para o erro da tenacidade à fratura apresentados pelas Equações 48, 56, 62 e 70, em termos do erro relativo quadrático para variáveis dependentes, obtemos respectivamente, para os modelos de Anstis, Niihara *et al.*, Evans e Charles e Tanaka, e Lankford (Equações 71, 72, 73 e 74):

$$\left(\frac{\delta K_{IC}}{K_{IC}}\right)^2 = \left[\left(\frac{\delta\alpha}{\alpha}\right)^2 + \frac{1}{4} \left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \frac{1}{4} \left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F}\right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F}\right) \left(\frac{\delta c}{c}\right) \right] \quad (71)$$

$$\left(\frac{\delta K_{IC}}{K_{IC}}\right)^2 = \left[\left(\frac{\delta\beta}{\beta}\right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F}\right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F}\right) \left(\frac{\delta c}{c}\right) \right] \quad (72)$$

$$\left(\frac{\delta K_{IC}}{K_{IC}}\right)^2 = \left[\left(\frac{\delta\chi}{\chi}\right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F}\right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F}\right) \left(\frac{\delta c}{c}\right) \right] \quad (73)$$

$$\left(\frac{\delta K_{IC}}{K_{IC}}\right)^2 = \left[\left(\frac{\delta\psi}{\psi}\right)^2 + \frac{9}{25} \left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \frac{10.609}{2.500} \left(\frac{\delta a}{a}\right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \frac{1.521}{625} \left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 - \frac{4.017}{625} \left(\frac{\delta a}{a}\right) \left(\frac{\delta c}{c}\right) \right] \quad (74)$$

Se o termo de covariância for suprimido, obtém-se os modelos matemáticos para os erros da tenacidade à fratura em termos do erro relativo quadrático para as variáveis independentes, para os mesmos modelos analisados, respectivamente (Equações 75 a 78):

$$\left(\frac{\delta K_{IC}}{K_{IC}}\right)^2 = \left[\left(\frac{\delta\alpha}{\alpha}\right)^2 + \frac{1}{4}\left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \frac{1}{4}\left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F}\right)^2 + \frac{9}{4}\left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 \right] \quad (75)$$

$$\left(\frac{\delta K_{IC}}{K_{IC}}\right)^2 = \left[\left(\frac{\delta\beta}{\beta}\right)^2 + \frac{4}{25}\left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \frac{4}{25}\left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F}\right)^2 + \frac{9}{4}\left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 \right] \quad (76)$$

$$\left(\frac{\delta K_{IC}}{K_{IC}}\right)^2 = \left[\left(\frac{\delta\chi}{\chi}\right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F}\right)^2 + \frac{9}{4}\left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 \right] \quad (77)$$

$$\left(\frac{\delta K_{IC}}{K_{IC}}\right)^2 = \left[\left(\frac{\delta\psi}{\psi}\right)^2 + \frac{9}{25}\left(\frac{\delta H}{H}\right)^2 + \frac{10.609}{2.500}\left(\frac{\delta a}{a}\right)^2 + \frac{4}{25}\left(\frac{\delta E}{E}\right)^2 + \frac{1.521}{625}\left(\frac{\delta c}{c}\right)^2 \right] \quad (78)$$

Dessa maneira, foi possível realizar uma comparação dos modelos em termos de erros relativos quadráticos para variáveis independentes com os modelos em termos de erros relativos quadráticos para variáveis dependentes.

Marshall e Lawn (1979) consideram em seu trabalho um erro de $0,0016 \pm 0,004$ para a constante empírica do modelo de Anstis, por esse motivo foi considerado para a comparação entre os modelos de erro relativo máximo de 0,25 (25%). Para os modelos matemáticos de erros relativos quadráticos para tenacidade à fratura na condição de variáveis dependentes (Equações 71 a 74), e na condição de variáveis independentes (Equações 75 a 78), para cada modelo foi calculado numericamente com 1% de erro relativo para todas as variáveis, no segundo cálculo foi considerado 2%, no terceiro cálculo 3%, e assim sucessivamente, até alcançar os 25% de erro relativo. Com os resultados dos cálculos numéricos foram gerados gráficos comparativos, conforme apresentado na Figura 9.

É possível notar nos gráficos que os modelos com as variáveis independentes são as equações que apresentam maiores valores de erros relativos quadráticos da tenacidade à fratura, para os diferentes níveis de erros relativos das variáveis. O modelo de Lankford foi o que apresentou o maior erro relativo quadrático da tenacidade à fratura, e ainda, vale ressaltar que

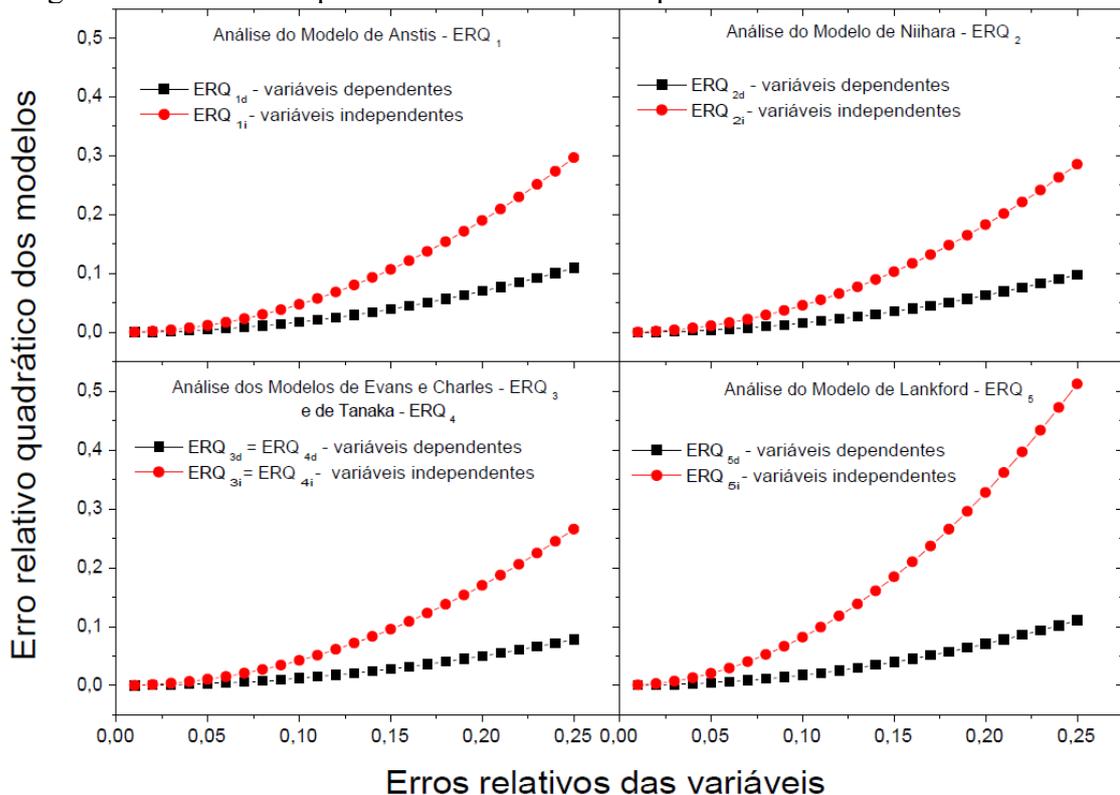
o modelo de Lankford também obteve o maior valor de média da tenacidade à fratura, como mostrado na Tabela 4.

Os modelos de Evans e Charles e Tanaka foram os que apresentaram os menores valores de erros relativos quadráticos para tenacidade à fratura das variáveis independentes, seguido do modelo de Niihara *et al.* e o modelo de Anstis.

Para as equações de erros relativos quadráticos da tenacidade à fratura para variáveis dependentes, os modelos de Lankford e Anstis apresentaram os valores mais elevados, sendo 0,11063 e 0,10938, respectivamente. Mesmo os valores dos erros relativos quadráticos sendo muito próximos, salienta-se que o valor da média de tenacidade à fratura do modelo de Anstis foi o menor dentre os cinco modelos.

O menor valor do erro relativo quadrático da tenacidade à fratura para as variáveis dependentes foi representado pelos modelos de Evans e Charles e Tanaka, seguido pelo modelo de Niihara *et al.*

Figura 9 - Gráfico comparativo entre os modelos para os erros relativos das variáveis



Fonte: Autora (2021).

Os resultados apresentados na Figura 10 justificam que a consideração física da correlação entre as variáveis F (força) e c (comprimento da trinca radial), assim como para as variáveis (a) (metade da diagonal da impressão Vickers) e c (comprimento da trinca radial), conduzem para modelos matemáticos obtidos pela propagação de erros considerando variáveis dependentes (Seção 4.2) e que não superestimam os erros relativos quadráticos da tenacidade à fratura.

Na literatura, considerando o modelo de Anstis, Wu *et al.* (2011) e Mikowski *et al.* (2011) desenvolveram modelos matemáticos para os erros da tenacidade à fratura pela teoria da propagação de erros para variáveis independentes, conforme Equações 21 e 24, respectivamente. Ressalta-se a importância dos resultados apresentados na Figura 9 e discutidos.

A Figura 11 ilustra graficamente a comparação do erro relativo quadrático para tenacidade à fratura entre os modelos, para variáveis dependentes.

O Quadro 2 apresenta as siglas utilizadas nos gráficos para os erros relativos quadráticos (ERQ) de seus respectivos modelos. O subscrito numérico de 1 a 5 indica a sequência dos modelos, enquanto o subscrito d e i referem-se, respectivamente, variáveis dependentes e independentes.

Quadro 2 - Siglas utilizadas para o entendimento dos modelos, onde ERQ = Erro Relativo Quadrático.

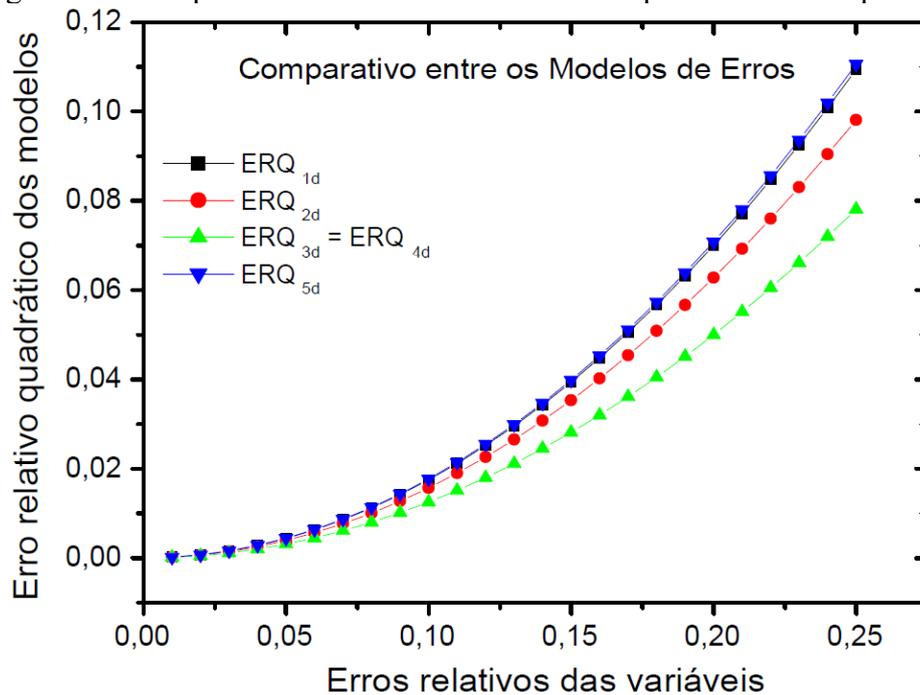
Sigla	ERQ _{1d}	ERQ _{2d}	ERQ _{3d} = ERQ _{4d}	ERQ _{5d}
Modelo	Anstis	Niihara <i>et al.</i>	Evans e Charles e Tanaka	Lankford

Fonte: Autora (2021).

Os valores dos erros relativos quadráticos da tenacidade à fratura para os modelos de Lankford e Anstis são muito próximos, sendo maiores quando comparados com os demais modelos. Cabe ressaltar que em todas as situações, considerando um erro relativo de 25% para cada variável dos modelos, a raiz quadrada dos erros relativos quadráticos da tenacidade à fratura ficam inferiores a 35% (0,3464).

Wu *et al.* (2011) apresentaram um erro de 15% para tenacidade à fratura (ver Tabela 1), porém resalta-se que o modelo desenvolvido neste estudo é para variáveis independentes, não considerando a correlação da força aplicada e o comprimento da trinca radial. E ainda, o modelo não considera a incerteza da constante empírica.

Figura 10 - Comparativo entre os modelos de erros para variáveis dependentes



Fonte: Autora (2021).

Após a comparação dos erros relativos quadráticos para tenacidade à fratura entre os modelos matemáticos de erros desenvolvidos, foram realizadas as comparações do erro relativo quadrático de cada termo dos modelos de tenacidade à fratura. As Figuras 11 a 14 e os Quadros 3 a 6 representam os modelos e os termos do modelo de Anstis, Niihara *et al.*, Evans e Charles e Tanaka, e Lankford, respectivamente.

Em suma, os termos que apresentaram os maiores valores de todos os modelos estão relacionados com a metade da diagonal da impressão Vickers (a) e ao comprimento da trinca radial (c) gerada no ensaio mecânico de indentação Vickers. Esses termos (T_{15} , T_{25} , $T_{33} = T_{43}$, T_{53}) são maiores que os erros relativos quadráticos das próprias equações de erros da tenacidade à fratura. Isso acontece por que os termos de covariância (T_{16} , T_{26} , $T_{34} = T_{44}$, T_{56}) possuem elevados valores em módulo, porém eles são subtraídos nas equações dos modelos matemáticos de erros, tornando possível que os termos mencionados anteriormente sejam mais elevados que os erros relativos quadráticos dos modelos matemáticos de erros para tenacidade à fratura.

Os próximos termos que tiveram elevados valores foram os modelos de Anstis e Niihara *et al.*, estando relacionados a força aplicada no teste de indentação Vickers (F) (T_{14} , T_{24}) e a constante empírica (T_{11} , T_{21}). Para o modelo de Lankford foram os termos da constante empírica (T_{51}) e a dureza Vickers (T_{52}), respectivamente. Lembrando que a dureza Vickers é

definida pela força aplicada no ensaio mecânico de penetração sobre a área de impressão gerada no ensaio.

Por fim, os termos que apresentaram os menores valores nos modelos de Anstis e Niihara *et al.* foram relacionados ao módulo de elasticidade (E) (T_{12} , T_{22}) e a dureza Vickers (H) (T_{13} , T_{23}). Para os modelos de Evans e Charles e Tanaka foram os termos relacionados a constante empírica ($T_{31} = T_{41}$) e a força (F) aplicada no teste de indentação Vickers ($T_{32} = T_{42}$). Por último, o modelo de Lankford, em que o termo que apresentou o menor valor foi relacionado ao módulo de elasticidade (E) (T_{54}).

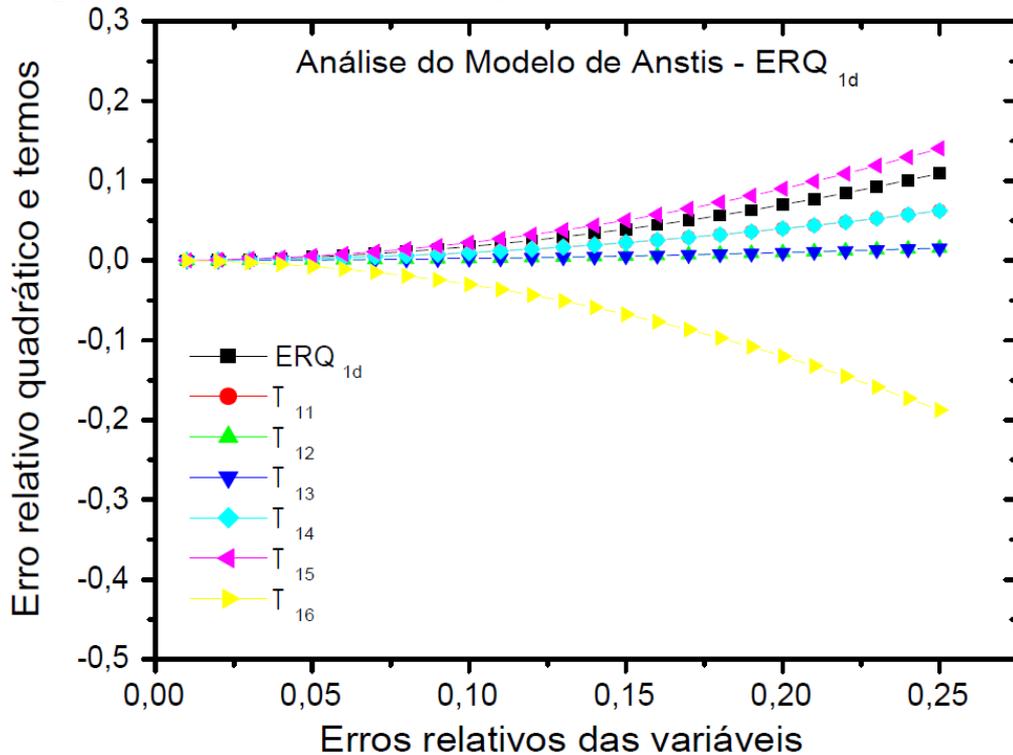
Na sequência, serão apresentados Quadros (3 a 6) com os termos e suas respectivas Figuras (12 a 15) com as representações gráficas.

Quadro 3 - Relação sigla e termo para o modelo de Anstis.

Sigla	T_{11}	T_{12}	T_{13}	T_{14}	T_{15}	T_{16}
Termo	$\left(\frac{\delta\alpha}{\alpha}\right)^2$	$\frac{1}{4}\left(\frac{\delta E}{E}\right)^2$	$\frac{1}{4}\left(\frac{\delta H}{H}\right)^2$	$\left(\frac{\delta F}{F}\right)^2$	$\frac{9}{4}\left(\frac{\delta c}{c}\right)^2$	$-3\left(\frac{\delta F}{F}\right)\left(\frac{\delta c}{c}\right)$

Fonte: Autora (2021).

Figura 11 - Análise do erro relativo quadrático e termos para o modelo de Anstis.

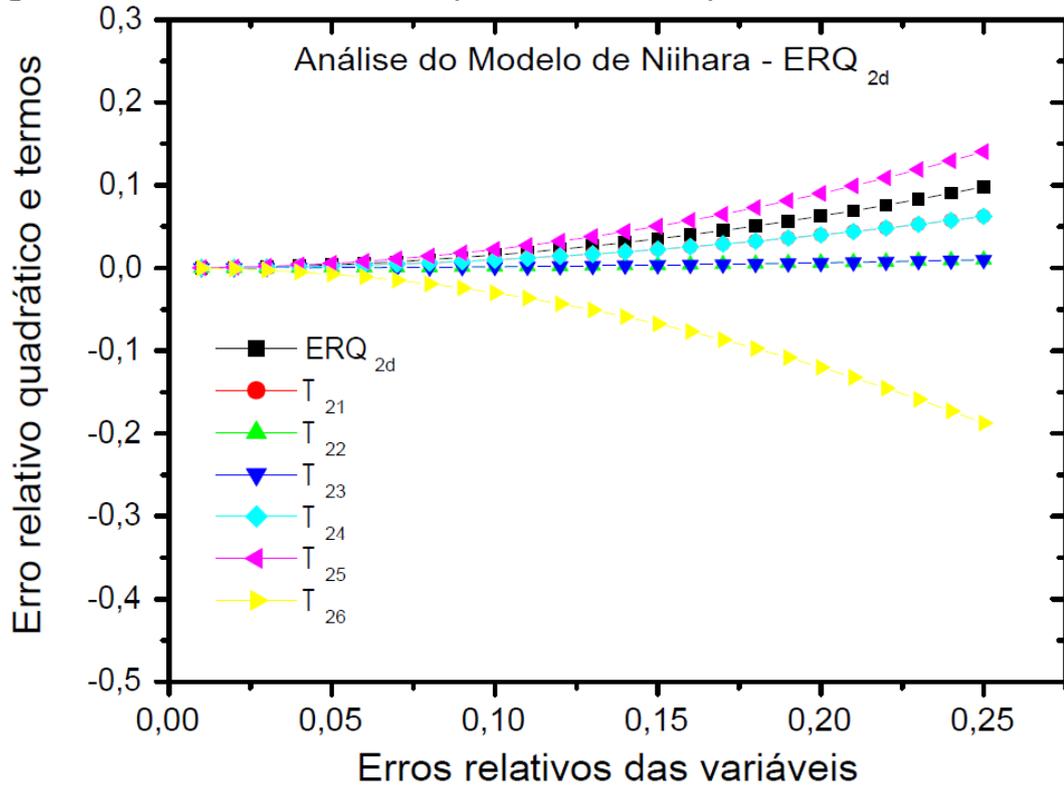


Fonte: Autora (2021).

Quadro 4 - Relação sigla e termo para o modelo de Niihara *et al.*

Sigla	T ₂₁	T ₂₂	T ₂₃	T ₂₄	T ₂₅	T ₂₆
Termo	$\left(\frac{\delta\beta}{\beta}\right)^2$	$\frac{4}{25}\left(\frac{\delta E}{E}\right)^2$	$\frac{4}{25}\left(\frac{\delta H}{H}\right)^2$	$\left(\frac{\delta F}{F}\right)^2$	$\frac{9}{4}\left(\frac{\delta c}{c}\right)^2$	$-3\left(\frac{\delta F}{F}\right)\left(\frac{\delta c}{c}\right)$

Fonte: Autora (2021).

Figura 12 - Análise do erro relativo quadrático e termos para o modelo de Niihara *et al.*

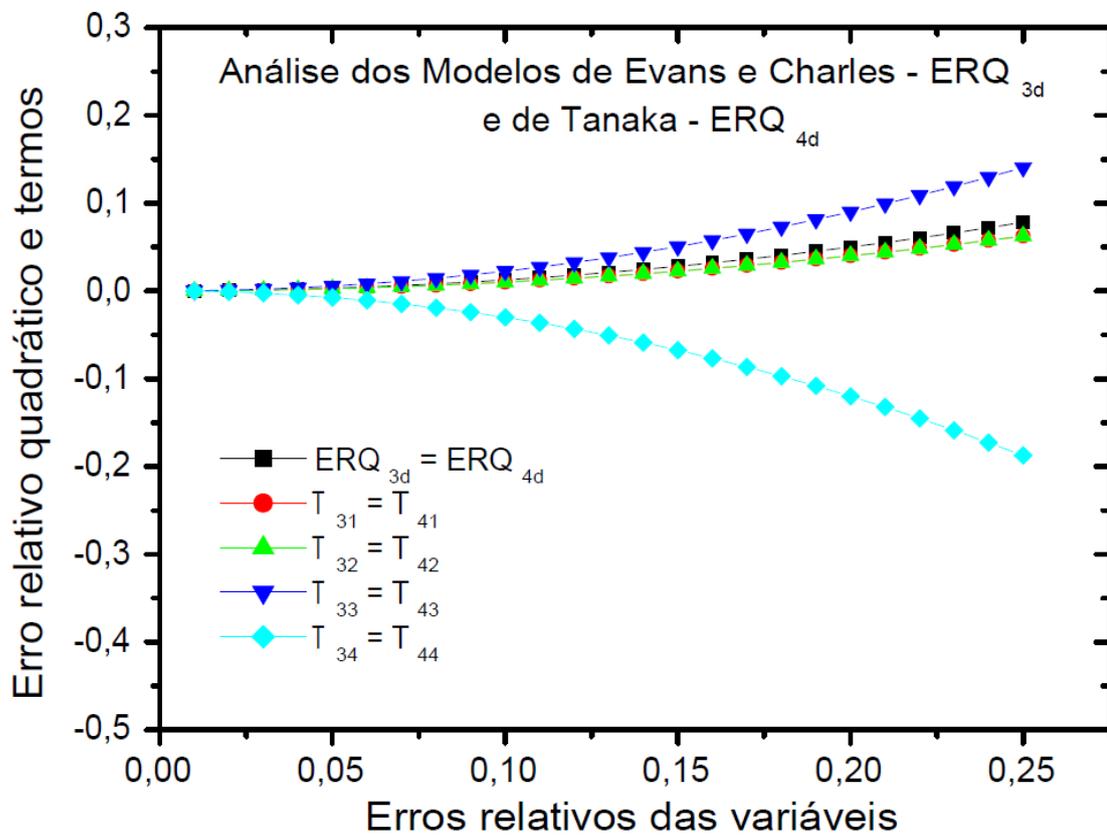
Fonte: Autora (2021).

Quadro 5 - Relação sigla e termo para o modelo de Evans e Charles e Tanaka.

Sigla	$T_{31} = T_{41}$	$T_{32} = T_{42}$	$T_{33} = T_{43}$	$T_{34} = T_{44}$
Termo	$\left(\frac{\delta\chi}{\chi}\right)^2$	$\left(\frac{\delta F}{F}\right)^2$	$\frac{9}{4}\left(\frac{\delta c}{c}\right)^2$	$-3\left(\frac{\delta F}{F}\right)\left(\frac{\delta c}{c}\right)$

Fonte: Autora (2021).

Figura 13 - Análise do erro relativo quadrático e termos para os modelos de Evans e Charles e Tanaka.



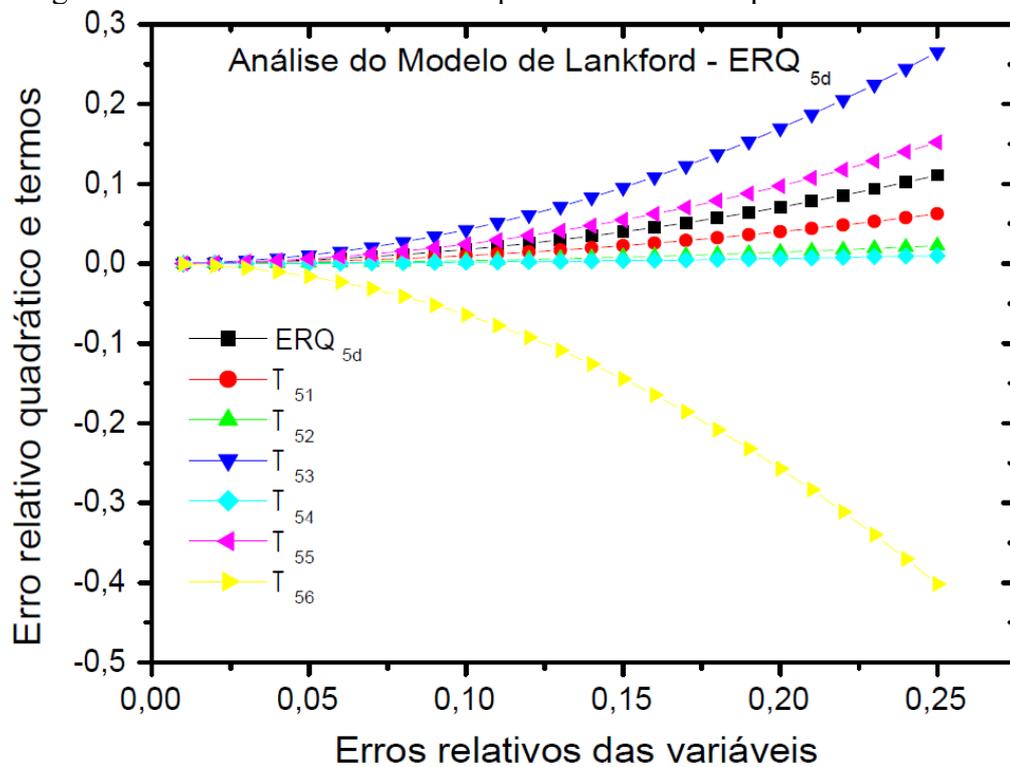
Fonte: Autora (2021).

Quadro 6 - Relação sigla e termo para o modelo de Lankford.

Sigla	T ₅₁	T ₅₂	T ₅₃	T ₅₄	T ₅₅	T ₅₆
Termo	$\left(\frac{\delta\psi}{\psi}\right)^2$	$\frac{9}{25}\left(\frac{\delta H}{H}\right)^2$	$\frac{10.609}{2.500}\left(\frac{\delta a}{a}\right)^2$	$\frac{4}{25}\left(\frac{\delta E}{E}\right)^2$	$\frac{1.521}{625}\left(\frac{\delta c}{c}\right)^2$	$-\frac{4.017}{625}\left(\frac{\delta a}{a}\right)\left(\frac{\delta c}{c}\right)$

Fonte: Autora (2021).

Figura 14 - Análise do erro relativo quadrático e termos para o modelo de Lankford.



Fonte: Autora (2021).

Em suma, é evidente que os maiores valores dos termos estão relacionados ao comprimento da trinca radial gerada no ensaio de indentação Vickers. Os termos de covariância também apresentam elevados valores em módulo, porém eles são subtraídos dentro das equações dos modelos matemáticos de erros, tornando os termos relacionados aos comprimentos das trincas radiais maiores que os erros relativos quadráticos das próprias equações dos modelos.

4.4 ANÁLISE DAS DIFERENTES ABORDAGENS DE ERROS DE TENACIDADE À FRATURA

As expressões desenvolvidas para os modelos matemáticos de erros da tenacidade à fratura baseados nos modelos de Anstis, Niihara *et al.*, Evans e Charles e Tanaka, e Lankford, respectivamente são (Equações 79 a 82):

$$\delta K_{IC} = K_{IC} \left[\left(\frac{\delta \alpha}{\alpha} \right)^2 + \frac{1}{4} \left(\frac{\delta E}{E} \right)^2 + \frac{1}{4} \left(\frac{\delta H}{H} \right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F} \right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c} \right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F} \right) \left(\frac{\delta c}{c} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (79)$$

$$\delta K_{IC} = K_{IC} \left[\left(\frac{\delta \beta}{\beta} \right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta E}{E} \right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta H}{H} \right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F} \right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c} \right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F} \right) \left(\frac{\delta c}{c} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (80)$$

$$\delta K_{IC} = K_{IC} \left[\left(\frac{\delta}{\chi} \right)^2 + \left(\frac{\delta F}{F} \right)^2 + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta c}{c} \right)^2 - 3 \left(\frac{\delta F}{F} \right) \left(\frac{\delta c}{c} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (81)$$

$$\delta K_{IC} = K_{IC} \left[\left(\frac{\delta \psi}{\psi} \right)^2 + \frac{9}{25} \left(\frac{\delta H}{H} \right)^2 + \frac{10.609}{2.500} \left(\frac{\delta a}{a} \right)^2 + \frac{4}{25} \left(\frac{\delta E}{E} \right)^2 + \frac{1.521}{625} \left(\frac{\delta c}{c} \right)^2 - \frac{4.017}{625} \left(\frac{\delta a}{a} \right) \left(\frac{\delta c}{c} \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (82)$$

Os valores da média (valor esperado) e do desvio padrão (ou erro padrão δx) das grandezas (a) metade da diagonal da impressão Vickers e (c) comprimento da trinca radial foram apresentados na Tabela 2, e aqui reapresentados novamente (Tabela 5). O x de δx representa a grandeza na linha da tabela, sendo essa notação a ser utilizada nas próximas tabelas.

Grandeza	Média	Erro padrão (δx)
a [μm]	27,74789	1,30676
c [μm]	100,37268	3,91421

Fonte: Autora (2021).

Na Tabela 6 são apresentados os valores da média (valor esperado) da dureza (H) e o módulo de elasticidade (E), que foram medidos experimentalmente por Mikowski *et al.* (2011). A força (F) corresponde a carga empregada nos ensaios de indentação Vickers na época de sua

realização. Para as três grandezas foi assumido um erro hipotético máximo de 5%, representando o desvio padrão. Essa estimativa é razoável pois a maior fonte de erro é o comprimento da trinca radial.

Tabela 6 - Média e erro de 5% para as grandezas H , E e F

Grandeza	Média	Erro de 5% (δx)
H [GPa]	5,94	0,29700
E [GPa]	80,6	4,03000
F [N]	9,807	0,49036

Fonte: Autora (2021).

Na Tabela 7 são apresentados os valores das grandezas empíricas de cada modelo matemático de tenacidade à fratura com a consideração de erros de 5%, 10%, 15%, 20% e 25%, ou seja, uma variação do comportamento do erro dessas constantes. Como já mencionado na Seção 4.3, sobre o trabalho de Marshall e Lawn (1979), este considera um erro relativo de 0,25 (25%) em suas análises para a constante empírica (α). Neste sentido, as variações dos erros foram mantidas constantes para todas as constantes empíricas.

Tabela 7 - Valor esperado e erro até 25% para as constantes empíricas

Grandeza	Valor esperado	Erro (δx)				
		5%	10%	15%	20%	25%
α	0,0160	0,0008	0,0016	0,0024	0,0032	0,004
β	0,0309	0,00154	0,00309	0,00464	0,00618	0,00773
χ_1	0,0752	0,00376	0,00752	0,01128	0,01504	0,0188
χ_2	0,0725	0,00363	0,00725	0,01087	0,0145	0,01812
ψ	0,0782	0,00391	0,00782	0,01173	0,01564	0,01955

Fonte: Autora (2021).

O valor da média de K_{IC} (apresentado na Tabela 4) é aqui reapresentado na Tabela 8, na próxima página.

Substituindo os valores das grandezas e dos respectivos erros (δx) das Tabelas 5, 6, 7 e 8 nas Equações 79, 80, 81 e 82, foi possível obter os valores numéricos dos erros propagados dos modelos matemáticos desenvolvidos em função do erro relativo das constantes empíricas para os modelos de Anstis, Niihara *et al.*, Evans e Charles, Tanaka e Lankford, respectivamente, conforme representados na Tabela 9 e na Figura 15.

Tabela 8 - Média da tenacidade à fratura

Modelos	$K_{IC} \left[MPa \cdot m^{\frac{1}{2}} \right]$
Anstis	0,57652
Niihara <i>et al.</i>	0,85783
Evans e Charles	0,7356
Tanaka	0,70919
Lankford	0,93919

Fonte: Autora (2021).

Tabela 9 - Erro propagado de 5% a 25% para os modelos matemáticos dos erros

Modelos	Erro propagado em função do erro relativo da constante empírica				
	5%	10%	15%	20%	25%
Anstis	0,03564	0,06134	0,08898	0,11719	0,14565
Niihara <i>et al.</i>	0,04981	0,08945	0,13114	0,17343	0,21595
Evans e Charles	0,03731	0,07382	0,11052	0,14725	0,18401
Tanaka	0,03597	0,07117	0,10655	0,14197	0,17740
Lankford	0,06713	0,10546	0,14882	0,19387	0,23965

Fonte: Autora (2021).

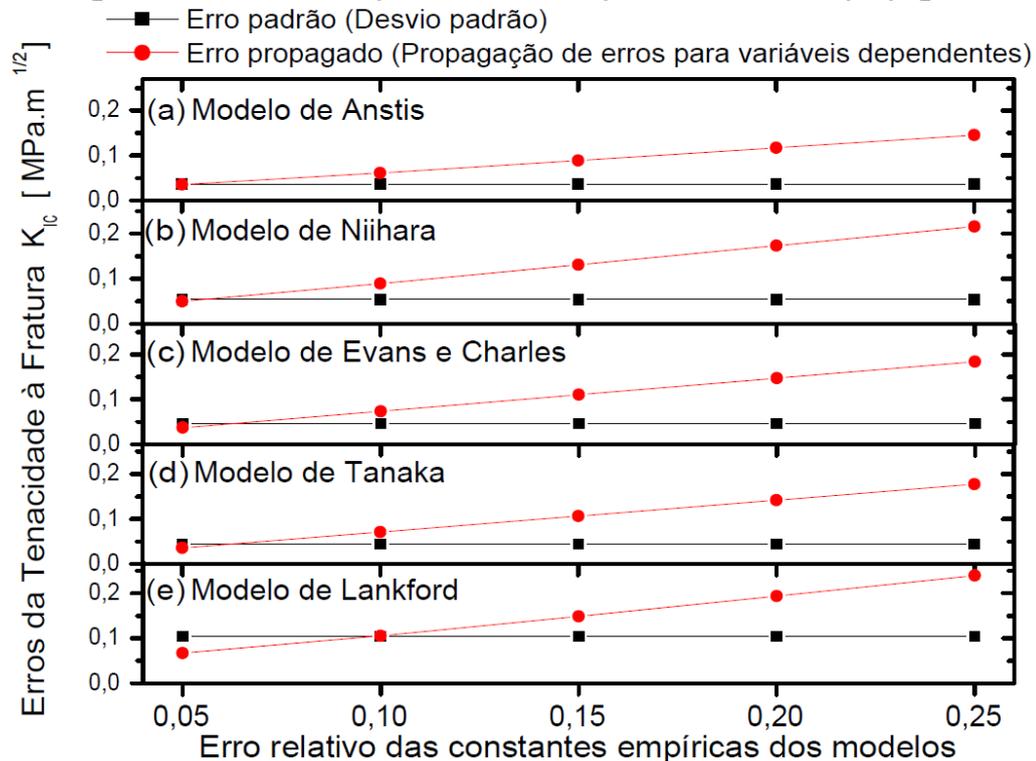
Adicionalmente no gráfico da Figura 15, os desvios padrões (erros padrões) da tenacidade à fratura (Tabela 10), conforme estatística descritiva (Seção 4.1, tratamento convencional), são representados para compará-los com os erros propagados, os quais foram obtidos pelos modelos matemáticos de erros de tenacidade à fratura.

Tabela 10 - Desvio padrão da tenacidade à fratura

Modelos	Desvio padrão
Anstis	0,03623
Niihara <i>et al.</i>	0,05391
Evans e Charles	0,04623
Tanaka	0,04457
Lankford	0,10443

Fonte: Autora (2021).

Figura 15 - Gráfico comparativos do erro padrão com o erro propagado

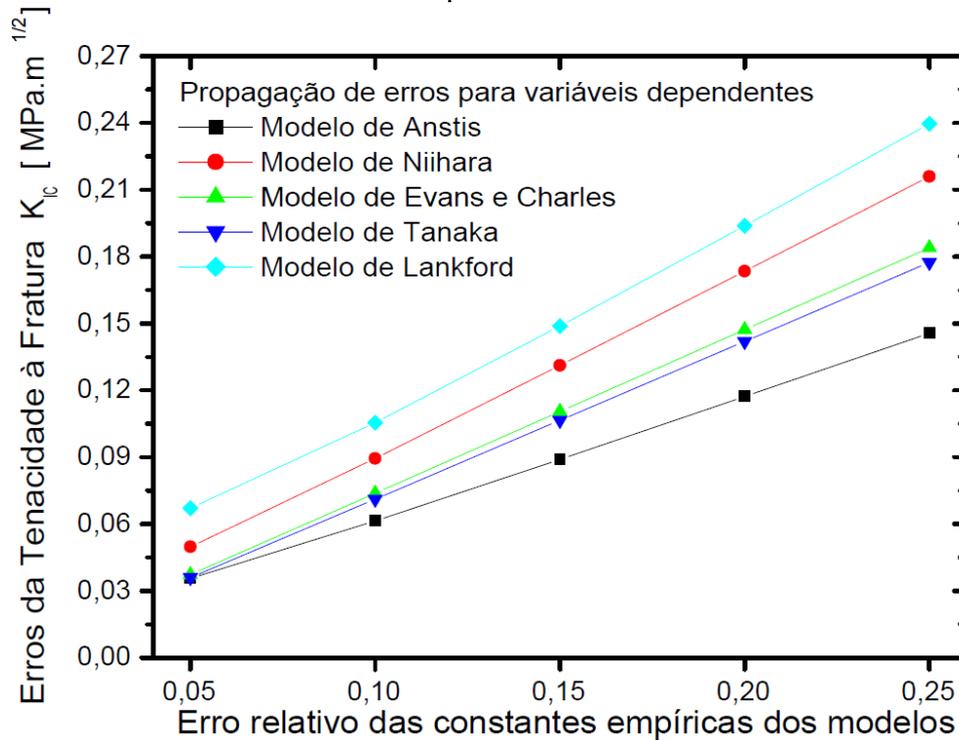


Fonte: Autora (2021).

É evidente que os modelos matemáticos de tenacidade à fratura que apresentam os erros padrões (desvios padrões) suprimem os erros das constantes empíricas. Quando comparado com a menor porcentagem considerada (5%), o erro propagado é menor em todas as situações com relação aos modelos matemáticos. Com o acréscimo percentual no erro da constante, os erros propagados são superiores aos erros padrões de tenacidade à fratura.

A Figura 16 apresenta um gráfico comparativo dos modelos matemáticos de erros da tenacidade à fratura obtidos pela propagação de erros para variáveis dependentes, considerando um erro relativo para as constantes empíricas de 5%, 10%, 15%, 20% e 25%. É possível observar que o modelo que apresenta o maior erro de K_{IC} é o de Lankford, seguido dos modelos de Niihara, Evans e Charles, e Tanaka. Por último, o modelo que apresenta o menor erro é o de Anstis.

Figura 16 - Gráfico comparativo dos modelos de propagação de erros para variáveis dependentes



Fonte: Autora (2021).

Por fim, o coeficiente de variação da tenacidade à fratura calculado com o desvio padrão para os modelos de Anstis, Niihara, Evans e Charles e Tanaka apresentam um valor de 6,28%, e o modelo de Lankford de 11,12%. Para confrontar com os resultados previstos dos modelos matemáticos de erros da tenacidade à fratura, o coeficiente de variação desta propriedade foi calculado com o erro propagado, considerando 5% de erro relativo para cada constante empírica. Os resultados dos coeficientes de variação para os modelos de Anstis, Niihara, Evans e Charles, Tanaka e Lankford foram, respectivamente, 6,18%; 5,80%; 5,07%; 5,07% e 7,15%. Ressalta-se que mesmo incluindo um erro de 5% na constante empírica no erro propagado, os valores percentuais forem inferiores quando comparados aos erros padrões (desvio padrões). No caso mais crítico, considerando 25% de erro para cada constante empírica, os coeficientes de variação da tenacidade à fratura calculados com os erros propagados para todos os modelos são de aproximadamente 25%.

5 CONCLUSÕES

Com base nos objetivos específicos definidos na Seção 1.1.2, o primeiro resultado que se obteve com a avaliação dos modelos matemáticos existentes na literatura para o cálculo da tenacidade à fratura de materiais frágeis pelo método de indentação Vickers para trincas radiais, foi que o modelo de Lankford apresenta o maior erro padrão (desvio padrão) e o modelo de Anstis apresenta o menor erro padrão, chegando a uma diferença aproximadamente 188% entre eles.

Em seguida, foram desenvolvidas quatro equações matemáticas baseadas na teoria da propagação de erros da tenacidade à fratura para variáveis dependentes, para os modelos de Anstis, Niihara, Evans e Charles e Tanaka, e Lankford, conforme apresentadas nas Equações 48, 56, 62 e 70, respectivamente.

Uma comparação foi realizada entre os modelos de erros relativos quadráticos para variáveis dependentes (Equações 71 a 74) e os modelos de erros relativos quadráticos para variáveis independentes (Equações 75 a 78). As equações que apresentam maiores valores de erros relativos quadráticos da tenacidade à fratura, para diferentes níveis de erros relativos das variáveis, são as equações para o modelo simplificado de erros para variáveis independentes. A justificativa física para o modelo de erro completo para variáveis dependentes consiste em incluir os termos de covariação entre as grandezas força aplicada e comprimento da trinca radial, assim como a metade da diagonal da impressão Vickers e o comprimento da trinca radial. O modelo de Lankford foi o que apresentou o maior valor do erro relativo quadrático da tenacidade à fratura, e o modelo de Anstis que apresentou o menor valor.

Ainda sobre a comparação dos termos relativos quadráticos para variáveis dependentes entre os modelos matemáticos desenvolvidos, foram evidenciados que os maiores valores dos termos estão relacionados ao comprimento da trinca radial gerada no ensaio de indentação Vickers.

Vale ressaltar que o modelo de Lankford apresentou um elevado valor em termos de erro relativo quadrático pois em sua equação é considerado tanto o termo relacionado ao comprimento da trinca radial quanto a metade da diagonal da impressão Vickers, diferentes das demais equações que só é considerado o comprimento da trinca radial.

Os termos de covariância também apresentaram elevados valores em módulo, porém eles são subtraídos dentro das equações dos modelos matemáticos de erros, tornando os termos

relacionados aos comprimentos das trincas radiais maiores que os erros relativos quadráticos das próprias equações dos modelos.

Por fim, a comparação dos erros determinados numericamente pelos modelos matemáticos de tenacidade à fratura para variáveis dependentes, baseados na teoria da propagação de erros, com os erros padrões (desvios padrões) determinados com a análise da estatística descritiva, evidenciou que os modelos matemáticos de tenacidade à fratura que apresentam os erros padrões suprimem os erros das constantes empíricas.

E ainda, destaca-se o coeficiente de variação da tenacidade à fratura calculado com o desvio padrão apresentou um maior valor para o modelo de Lankford, sendo de 11,12%. Confrontando com os resultados previstos dos modelos matemáticos de erros da tenacidade à fratura, o coeficiente de variação deste mesmo modelo calculado com o erro propagado foi de 7,15%. De forma geral, para o caso mais crítico, considerando 25% de erro para cada constante empírica, os coeficientes de variação da tenacidade à fratura calculados com os erros propagados para todos os modelos são de aproximadamente 25%.

Como proposta para trabalhos futuros, sugere-se a análise da propagação de erros para tenacidade à fratura para os tipos de trincas Palmqvist, e ainda a abrangência dos estudos para outros materiais, além de materiais frágeis isotrópicos. Outra sugestão é analisar a Equação de Lankford comparando com equações de tenacidade à fratura que possuem as mesmas variáveis em seus modelos, dessa maneira, será possível realizar uma comparação direta.

REFERÊNCIAS

ANDERSON, T. L. **Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications**. Second edition. Texas: CRC Press LLC, 1995.

ANSTIS, G. R.; CHANTIKUL, P.; LAWN, B. R.; MARSHALL, D. B. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 64, p. 533-538, 1981.

ARORA, A.; MARSHALL, D.B.; LAWN, B.R. Indentation deformation/fracture of normal and anomalous glasses. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 31, p. 415-428, 1979.

CONFORTO, E. C.; AMARAL, D. C.; SILVA, S. L. Roteiro para revisão bibliográfica sistemática: aplicação no desenvolvimento de produtos e gerenciamento de projetos. In: **Congresso brasileiro de gestão de desenvolvimento de produto**, n. 8. Porto Alegre, 2011.

COOK, R. F.; PHARR, G. M. Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 73, p. 787-817, 1990.

CORIC, D.; RENJO, M. M.; CURKOVIC, L. Vickers indentation fracture toughness of Y-TZP dental ceramics. **Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 64, p. 14-19, 2017.

DELIORMANLI, A.S; GUDEN, M. Microhardness and fracture toughness of dental materials by indentation method. **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**, v. 76, p. 257-264, 2006.

DIAS, A. M. S.; MIRANDA, J. S.; GODOY, G. C. Avaliação da tenacidade à fratura do ensaio de indentação em pastilhas de metal duro. **Revista Matéria**, v. 14, p. 869-877, 2009.

EVANS, A.G.; CHARLES, E.A. Fracture toughness determinations by indentation. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 59, p. 371-372, 1976.

FUCHS, R. D. **Transmissão de energia elétrica – Linhas aéreas**. v. 1, LTC/EFEI, 1979.

GARCIA, A.; SPIM, J. A.; SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais**. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos S. A. Capítulo 1, p. 1-6, 2000.

GIL, A. C. **Como elaborar projetos de pesquisa**. 4. ed. São Paulo: Atlas, 2009.

GUDER, H.S.; SAHIN, E.; SAHIN, O.; GOÇMEZ, H.; DURAN, C.; ÇETINKARA, A. H. Vickers and Knoop indentation microhardness study of β -SiAlON Ceramic. **Acta Physica Polonica**, Turkey, v. 120, n. 6, p. 1026-1033, 2011.

JCGM, BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML. **International vocabulary of metrology – basic and general concepts and associated terms (VIM)**. JCGM 200, 2008.

KRUPECHACKE, J.E. **Incerteza de medição da dureza e do módulo de elasticidade reduzido determinados por nanoindentação instrumentada**. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica – Pontifício Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2014.

KU, H. H. Notes on the Use of Propagation of Error Formulas. **Journal of research of the National Bureau of Standards – C. Engineering and Instrumentation**, v. 70, p. 263-273, 1966.

LAWN, B. R.; EVANS, A. G. A model for crack initiation in elastic/plastic indentation fields. **Journal of Materials Science**, v. 12, p. 2195-2199, 1977.

LAWN, B. R.; MARSHALL, D.B.; ANTIS, G. R.; CHANTIKUL, P. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, strength method. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 64, p. 539-543, 1981.

LIN, J.D; DUH, J.G. Fracture toughness and hardness of ceria and yttria-doped tetragonal zirconia ceramics. **Materials Chemistry and Physics**. v. 78, p. 253-261, 2002.

MARSHALL, D. B.; LAWN, B. R. Hardness, toughness, and brittleness: An indentation analysis. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 62, p. 347-350, 1979.

MARCONI, M. A.; LAKATOS, E. M. Fundamentos de metodologia científica. **Atlas S. A.**, São Paulo, 2003.

MCNEIL, I. **An encyclopaedia of the history of technology**. London: Routledge. 1990.

MEDINA, J. A. H. **Avaliação de previsões de fratura elastoplástica**. Tese (doutorado) – Pontifício Universidade Católica do Rio de Janeiro, Departamento de Engenharia Mecânica. Rio de Janeiro, 2014.

MICHEL, M. D.; MIKOWSKI, A.; LEPIENSKI, C. M.; FOERSTER, C. E.; SERBENA, F. C. High temperature microhardness of soda-lime glass. **Journal of Non-crystalline solids**, v. 348, p. 131-138, 2004.

MIKOWSKI, A.; SOARES, P.; BRAUN, S. E.; BUCHNER, S.; LEPIENSKI, C. M. Statistical Analysis of Indentation Fracture Toughness of High Voltage Insulator Glass. **In: IV International Symposium on Non-Crystalline Solids and VIII Brazilian Symposium on Glass and Related Materials**, Aracajú- SE, v 1, p. 190, 2007.

MIKOWSKI, A. **Propriedades nanomecânicas e processos de fratura de materiais lamelares**. Tese (Doutorado), Curso de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2008.

MIKOWSKI, A.; SERBANA, F. C.; FOERSTER, C. E.; JURELO, A. R.; LEPIENSKI, C. M. A method to measure fracture toughness using indentation in REBa₂Cu₃O_{7-δ} superconductor single crystals. **Journal of Applied Physics**, v. 110, p. 1-6, 2011.

MONTGOMERY, D.C.; RUNGER, G.C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros**: Tradução de Verônica Calado. 4. ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 2000.

MORAES, M.C.C.S.B.; ELIAS, C.N.; FILHO, J.D.; OLIVEIRA, L.G. Mechanical properties of alumina-zirconia composites for ceramic abutments. **Materials Research**, v. 7, n. 4, p. 643-649, 2004.

NASTIC, A.; MERATI, A.; BIELAWSKI, M.; BOLDUC, M.; FAKOLUJO, O.; NGANBE, M. Instrumented and Vickers indentation for the characterization of stiffness, hardness and toughness of zirconia toughnes Al_2O_3 and S_iC Armor. **Journal of Materials Science & Technology**, v. 31, p. 773-783, 2015.

NIIHARA, K.; MORENA R.; HASSELMAN, D.P.H. Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. **Journal Materials Science Lett.**, v. 1, n. 1, p. 13-16, 1982.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal of Materials Research**, v. 7, n. 6, p. 1564-1583, 1992.

PALMQVIST, S. A method to determine the fracture toughness brittle materials, especially hard metals. **Jenkontoret Ann.**, v. 141, p. 303-307, 1957.

PHARR, G.M.; Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation. **Materials Science and Engineering**, v. 253, p. 151-159, 1998.

SOUZA, S. A. **Ensaos Mecânicos de Materiais Metálicos**. 5a ed. São Paulo: Edgard Blucher. p. 59–164. 1982.

TAGUE-SUTCLIFFE, J. An introduction to informetrics. **Information Processing & Management**, v. 28, n. 1, p. -3, 1992.

VUOLO, J. H. **Fundamentos da teoria de erros**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1996.

VANTI, N. A. P. Da bibliometria à webmetria: uma exploração conceitual dos mecanismos utilizados para medir o registro da informação e a difusão do conhecimento. **Ciência da Informação**, v. 31, p. 152-162, 2002.

WU, P. H.; LIN, I. K.; YAN, H. Y.; OU, K. S. CHEN, K. S.; ZHANG, X. Mechanical property characterization of sputtered and plasma enhanced chemical deposition (PECVD) silicon nitride films after rapid thermal annealing. **Sensors and Actuators A: Physical**, v. 168, p. 117-126, 2011.

YANAGUIZAWA, J. A. **Desenvolvimento e avaliação de um escudo polimérico para a quebra de isoladores de vidro por vandalismo em linhas de transmissão**. Dissertação de

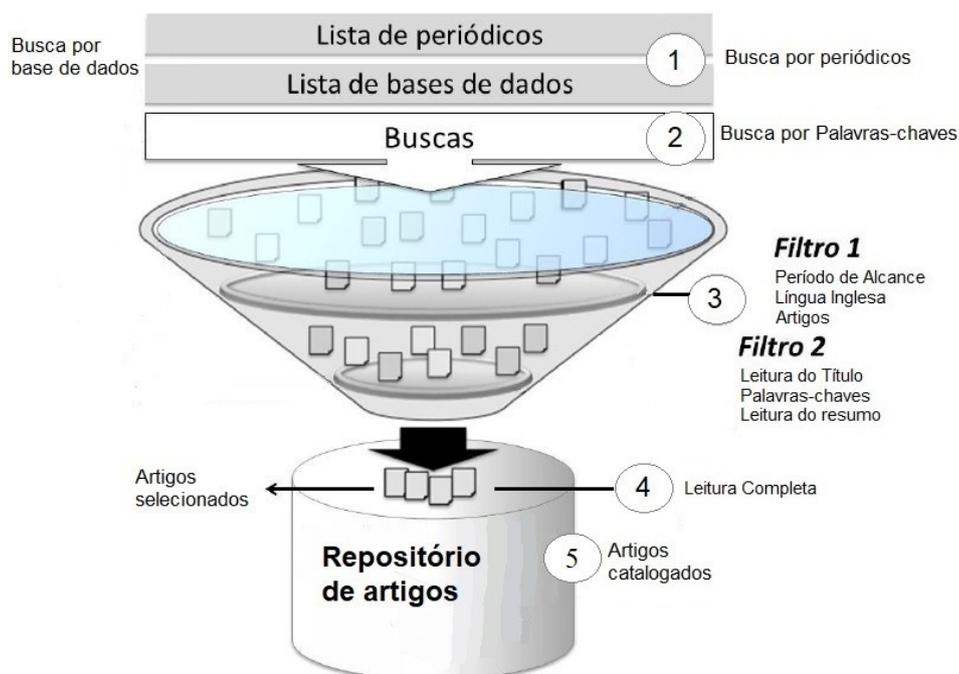
mestrado, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2003.

ZHANG, X.; CHEN, K.S; OU, K.S.; WU, P.H.; LIN, I.K. The tunability in mechanical properties and fracture toughness of sputtered silicon oxynitride thin films for MEMS based infrared detectors. **Materials Research Society Symposium Proceedings**, v. 1222, p. 123-128, 2010.

APÊNDICE A – REVISÃO SISTEMÁTICA DA LITERATURA

A RSL pode ser vista como um método padronizado de busca para realizar e analisar resultados, com contínuos ciclos de pesquisa, podendo responder questões específicas de um tema através de critérios de elegibilidade predefinidos. A Figura 17 ilustra o processo iterativo da RSL utilizado e aplicado por Conforto (2011), adaptada para o presente estudo, utilizando cinco passos.

Figura 17 - Passos da metodologia de RSL



Fonte: Adaptado de Conforto *et al.* (2011).

A seguir será apresentada a aplicação das cinco fases da metodologia RSL, a pesquisa foi realizada no mês de dezembro do ano de 2021.

Conforme apresentado na Figura 17, a Fase 1 consiste na busca por periódicos, portanto, trata-se de estudos secundários, que utilizam como fonte de dados estudos primários. Assim sendo, as bases de dados selecionadas para a pesquisa foram Science Direct, Scopus e Web of Science. Para os periódicos não houve restrição.

A segunda fase consiste na combinação de termos inerentes ao tema desenvolvido, ou seja, os conjuntos de palavra-chave que serão usados para cada base de dados selecionada foi realizada uma busca utilizando os conjuntos de palavras-chaves. Os resultados foram

registrados individualmente (Quadro 8) para que pudessem ser aplicados os filtros da próxima fase. O Quadro 7 apresenta todos os conjuntos de palavras-chaves.

Quadro 7 - Conjunto de palavras-chaves

Palavras-chaves
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Error Propagation”
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Statistical Analysis”
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Statistical Distribution Function”
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Mathematical Modeling”
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Probability Density Function”

Fonte: Autora (2021).

Quadro 8 - Dados brutos das bases selecionadas

Palavras-chave	Science Direct	Scopus	Web of Science
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Error Propagation”	10	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Statistical Analysis”	239	11	10
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Statistical Distribution Function”	3	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Mathematical Modeling”	71	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Probability Density Function”	27	0	0

Fonte: Autora (2021).

Uma vez realizada a busca nas bases de dados, os resultados foram submetidos aos filtros da Fase 3, sendo necessário para melhor adequação ao tipo de documento desejado, dentro de critérios específicos e bem delimitado. O primeiro filtro está relacionado com fatores como:

- Tipo de documento: “*Article*”
- Linguagem: “*English*”
- Período de alcance: 2010 a 2022

Ao realizar o filtro 1 indicado, o número de artigos diminuiu, como é possível observar no Quadro 9.

Quadro 9 - Aplicação do filtro 1 da Fase 3

Palavras-chaves	Science Direct	Scopus	Web of Science
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Error Propagation”	7	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Statistical Analysis”	187	6	7
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Statistical Distribution Function”	0	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Mathematical Modeling”	44	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Probability Density Function”	17	0	0

Fonte: Autora (2021).

O segundo filtro é a leitura superficial dos documentos selecionados. Nesse filtro, apenas o título, resumo e palavras-chaves são lidos. Os artigos que estavam alinhados com os objetivos da pesquisa e atenderam os requisitos foram selecionados, como é apresentado no Quadro 10.

Quadro 10 - Aplicação do segundo filtro da Fase 3

Palavras-chave	Science Direct	Scopus	Web of Science
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Error Propagation”	4	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Statistical Analysis”	29	4	4
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Statistical Distribution Function”	0	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Mathematical Modeling”	12	0	0
“Fracture Toughness” AND “Vickers Indentation” AND “Probability Density Function”	3	0	0

Fonte: Autora (2021).

A Fase 4 é especialmente importante, pois é o processo para a seleção final dos documentos. Foi o momento de ler por completo os trabalhos, analisar e interpretar os textos, tendo por objetivo principal identificar estudos relevantes ao tema da propagação de erros à tenacidade à fratura, com isso, foi possível obter um total de 3 (três) artigos. Documentos iguais, porém, em bases diferentes foram descartados, mantendo somente os artigos de uma das bases.

**APÊNDICE B – BANCO DE DADOS DA METADE DA DIAGONAL DA
IMPRESSÃO DO INDENTADOR VICKERS (a)**

Tabela 11 - Banco de dados da metade da diagonal da impressão do indentador Vickers

ID	a [μm]						
1	25,7208325	26	28,722025	51	28,7683625	76	27,707485
2	25,6185025	27	28,57878	52	28,57762	77	27,3669325
3	27,80978	28	29,01329	53	27,50655	78	26,1633525
4	26,34781	29	28,4871725	54	28,4335025	79	27,2094175
5	27,8611575	30	28,68165	55	27,751755	80	28,2512775
6	28,3817075	31	27,41869	56	27,75051	81	24,6621875
7	27,12123	32	28,57878	57	27,1344175	82	27,62458
8	27,5961275	33	28,1893125	58	29,3484025	83	27,375095
9	27,6104925	34	29,6877875	59	27,0715975	84	28,3817075
10	29,4000475	35	29,31609	60	28,1847175	85	27,5551775
11	29,020775	36	28,136995	61	29,63284	86	27,6009025
12	27,75033	37	28,8676075	62	26,896155	87	23,1619925
13	27,80012	38	28,6290375	63	27,9142325	88	26,3894825
14	28,242635	39	29,352415	64	28,4345375	89	23,8273275
15	27,8611575	40	29,349575	65	27,89302	90	27,50672
16	28,2803975	41	27,7953525	66	29,4006825	91	27,9979225
17	28,1093375	42	28,57608	67	25,91829	92	26,40969
18	27,214055	43	27,270495	68	28,71922	93	24,64582
19	27,41916	44	28,77014	69	28,7688675	94	22,7024
20	27,9202075	45	27,6494075	70	28,0890475	95	26,73352
21	27,5089625	46	28,88184	71	27,2250025	96	27,50672
22	28,9241175	47	28,147435	72	27,6968175	97	27,8595975
23	28,02707	48	26,87731	73	31,2890325	98	27,65194
24	28,962	49	28,28922	74	28,2405825	99	26,4711825
25	26,8253175	50	28,0505525	75	28,094545	100	26,635985

Fonte: Autora (2021).

**APÊNDICE C – BADE DE DADOS DA SOMA DO COMPRIMENTO DE TRINCA
COM A METADE DA DIAGONAL DO INDENTADOR VICKERS (C)**

Tabela 12 - Banco de dados da soma do comprimento de trinca com a metade da diagonal do indentador Vickers.

ID	c [μm]						
1	100,0424	26	96,349925	51	97,262575	76	102,87615
2	101,238425	27	102,114	52	103,052575	77	102,890425
3	100,0049	28	101,78745	53	104,51905	78	102,39165
4	100,042375	29	93,6497	54	102,5224	79	101,738875
5	102,2622	30	103,18785	55	105,717175	80	100,608125
6	100,29245	31	105,743175	56	102,277075	81	103,98985
7	102,289275	32	104,193725	57	103,0539	82	104,5693
8	100,556975	33	101,9888	58	99,343225	83	103,729375
9	103,665	34	100,131325	59	102,50525	84	98,622075
10	95,4104	35	100,856775	60	101,479175	85	102,419625
11	97,50735	36	96,600025	61	105,83195	86	97,907575
12	96,059025	37	100,5221	62	103,017875	87	91,155575
13	96,49945	38	93,833175	63	101,56415	88	102,8683
14	95,1376	39	105,0938	64	104,216275	89	100,794075
15	101,726975	40	90,119275	65	98,704175	90	100,505175
16	101,2384	41	104,14935	66	102,1863	91	102,508525
17	101,1954	42	102,3289	67	103,80295	92	86,308125
18	104,58725	43	94,702825	68	103,69575	93	88,347525
19	99,173925	44	90,216775	69	102,222675	94	97,44135
20	103,339175	45	97,0014	70	95,219475	95	100,3361
21	95,211425	46	97,73065	71	104,578475	96	103,19585
22	99,73245	47	102,485825	72	101,56025	97	99,546575
23	102,108025	48	105,00215	73	99,426225	98	93,73455
24	100,19435	49	104,026225	74	100,256925	99	103,3626
25	98,716725	50	104,2948	75	98,430825	100	102,63255

Fonte: Autora (2021).

**APÊNDICE D – BASE DE DADOS DO COMPRIMENTO MÉDIO DA TRINCA
RADIAL (*l*)**

Tabela 13 - Banco de dados do comprimento médio da trinca radial.

ID	<i>l</i> [μm]						
1	74,3215675	26	67,6279	51	68,4942125	76	75,168665
2	75,6199225	27	73,53522	52	74,474955	77	75,5234925
3	72,19512	28	72,77416	53	77,0125	78	76,2282975
4	73,694565	29	65,1625275	54	74,0888975	79	74,5294575
5	74,4010425	30	74,5062	55	77,96542	80	72,3568475
6	71,9107425	31	78,324485	56	74,526565	81	79,3276625
7	75,168045	32	75,614945	57	75,9194825	82	76,94472
8	72,9608475	33	73,7994875	58	69,9948225	83	76,35428
9	76,0545075	34	70,4435375	59	75,4336525	84	70,2403675
10	66,0103525	35	71,540685	60	73,2944575	85	74,8644475
11	68,486575	36	68,46303	61	76,19911	86	70,3066725
12	68,308695	37	71,6544925	62	76,12172	87	67,9935825
13	68,69933	38	65,2041375	63	73,6499175	88	76,4788175
14	66,894965	39	75,741385	64	75,7817375	89	76,9667475
15	73,8658175	40	60,7697	65	70,811155	90	72,998455
16	72,9580025	41	76,3539975	66	72,7856175	91	74,5106025
17	73,0860625	42	73,75282	67	77,88466	92	59,898435
18	77,373195	43	67,43233	68	74,97653	93	63,701705
19	71,754765	44	61,446635	69	73,4538075	94	74,73895
20	75,4189675	45	69,3519925	70	67,1304275	95	73,60258
21	67,7024625	46	68,84881	71	77,3534725	96	75,68913
22	70,8083325	47	74,33839	72	73,8634325	97	71,6869775
23	74,080955	48	78,12484	73	68,1371925	98	66,08261
24	71,23235	49	75,737005	74	72,0163425	99	76,8914175
25	71,8914075	50	76,2442475	75	70,33628	100	75,996565

Fonte: Autora (2021).