

DETERMINAÇÃO DA FUNÇÃO DE ÁREA DE INDENTADOR VICKERS E SUA UTILIZAÇÃO NA ANÁLISE DE DADOS DE NANOINDENTAÇÃO PARA O CÁLCULO DO MÓDULO DE ELASTICIDADE¹

Wellington Azevedo Silva Júnior²
Evelyn Batista de Bôrtoli³
Adonias Ribeiro Franco Júnior⁴

Resumo

A nanoindentação, também conhecida como ensaio instrumentado de dureza, é uma técnica que permite determinar as propriedades elásticas, plásticas e elasto-plásticas de materiais, podendo ser aplicada principalmente na caracterização de filmes finos e revestimentos. Neste trabalho são mostrados os resultados de uma metodologia usada para obter a dureza Vickers e o módulo de elasticidade de materiais em equipamento de nanoindentação modelo DUH 211S da marca Shimadzu. Para uma grande faixa de cargas, foram determinados o módulo de elasticidade de uma amostra de vidro e a dureza de uma de aço temperado - materiais estes que têm propriedades elásticas e plásticas bem diferentes. Os resultados mostram que a metodologia proposta dá uma boa estimativa dos valores de dureza para o aço estudado, com pequenos desvios quando se utilizam cargas muito baixas. Os valores de módulo de elasticidade do vidro estão em boa concordância com aqueles reportados na literatura, mantendo-se constantes com a variação da carga de ensaio.

Palavras-chave: Nano indentação; Módulo de elasticidade; Método Oliver & Pharr; Matlab.

DETERMINATION OF AREA FUNCTION OF VICKERS INDENTER AND ITS USE IN THE ANALYSIS OF NANOINDENTATION DATA FOR CALCULATION OF YOUNG MODULUS

Abstract

Nanoindentation, also known as instrumented hardness test, is a method used to determine elastic, plastic, and elastoplastic properties of materials, being applied mainly to characterize thin films and coatings. In this work, the results of a proposed methodology to determine Vickers hardness and Young modulus of materials using an instrumented hardness equipment DUH 211S Shimadzu are shown. Vickers hardness and Young modulus of a BK7 glass, a hardened steel and a TiN coating were calculated and compared to that available in the literature. The results show that the proposed methodology estimates these properties, yielding values which are in good agreement with that reported in literature. The software developed for analyzing the data obtained with the equipment is now available for use at the Surface Engineering Laboratory of IFES.

Key words: Nanoindentation; Young modulus; Oliver & Pharr method; Matlab.

¹ Contribuição técnica ao 67^o Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Engenheiro Metalúrgico, Instituto Federal do Espírito Santo (IFES), Brasil.

³ Mestranda em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, IFES, Brasil.

⁴ Dr. Eng. Metalúrgica, IFES, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

O ensaio de nanoindentação consiste em forçar um indentador de diamante, geralmente piramidal de base quadrada (Vickers) ou de base triangular (Berkovich), sobre a superfície de uma amostra a uma dada taxa de carregamento com posterior descarregamento. O equipamento registra em tempo real os valores da força aplicada e da profundidade de penetração e gera uma curva característica, da qual podem-se extrair informações sobre as propriedades elásticas e plásticas do material ensaiado. Como a aplicação de cargas são muito baixas, da ordem de 0,1 mN, a técnica pode ser utilizada na determinação de propriedades elásticas de filmes finos sem que a influência do substrato seja muito marcante¹⁻⁴.

Durante o ensaio ocorre, além da deformação da superfície da amostra indentada, a deformação da coluna de carregamento do equipamento. Essa deformação, apesar de ser pequena, deve ser levada em consideração na análise dos dados, pois é contabilizada pelo equipamento juntamente com a deformação sofrida pela amostra e resulta em leituras de maiores valores de profundidades de penetração^{5,6}.

A determinação do módulo de elasticidade depende fortemente da determinação do conhecimento da geometria do indentador. O módulo de elasticidade está relacionado com a área de contato projetada do penetrador com a superfície indentada. Esta área pode ser descrita por um polinômio de segundo grau e é uma função da profundidade de contato indentador/amostra. Desvios da geometria ideal do indentador próximos à sua ponta provocam um grande erro na determinação da área de contato quando a profundidade de indentação é muito baixa, resultando em uma superestimação dos valores de módulo de elasticidade⁵. Desta forma, uma outra correção que deve ser feita é a determinação de uma função que descreva a área projetada em função da profundidade de contato para um bom intervalo de profundidades.

Apesar de ser uma técnica já bastante difundida, a interpretação dos dados obtidos em ensaios de indentação instrumentados ainda é um campo que necessita de um melhor entendimento, pois nem todos os fenômenos que ocorrem durante o contato entre o penetrador e a amostra são perfeitamente entendidos. A metodologia mais aceita na comunidade científica para a interpretação dos dados obtidos em ensaios de nanoindentação é a proposta em 1992 por Oliver e Pharr⁵, que apesar de ser bastante funcional, está restrita a materiais que possuem baixa razão E/σ_e (módulo de elasticidade/limite de escoamento) e baixo coeficiente de encruamento.

Este trabalho apresenta os resultados do método de Oliver e Pharr na determinação da função de área do indentador e propõe uma metodologia para a obtenção do módulo de elasticidade em equipamento Shimadzu DUH 211S.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Equipamento e Condições de Ensaio

O equipamento utilizado nos ensaios, pertencente ao Laboratório de Engenharia de Superfícies do IFES, é um nanodurômetro da marca Shimadzu modelo DUH 211S. Esse equipamento permite aplicação de cargas mínima de 0,1 mN e máxima de 1961,33 mN e possui um *software* que permite o registro da profundidade de penetração em função da aplicação e alívio de cargas. Outras características importantes de ensaio permitidas pelo equipamento são:

- controle das taxas de carregamento e descarregamento (dP/dt ou $d\sqrt{P}/dt$) até a carga máxima.
- manutenção à carga máxima por longos ou curtos tempos de espera.

A Tabela 1 lista as principais condições usadas nos ensaios.

Tabela 1 – Condições de indentação usadas

Número de indentações	6
Tempo e taxa de carregamento até carga máxima	12 s, $d\sqrt{P}/dt$
Tempo de manutenção à carga máxima (“creep”)	20 s
Tempo e taxa de descarregamento	20s, $d\sqrt{P}/dt$

2.2 Materiais

Foram usadas amostras de aço temperado e revenido e de vidro de borossilicato bário (superfícies planas e polidas até pasta de diamante 0,3 mm), fornecidos pelo fabricante, e uma amostra de aço ferramenta revestida com nitreto de titânio (TiN). A amostra de vidro BK7 com dureza de 650HV e módulo de elasticidade reportado na literatura na faixa de 70 a 75GPa foi fabricada pela Edmund Optics. Tanto a amostra de vidro quanto a de aço temperado, dureza de 750HV, fabricada pela Yamamoto do Japão, são padrões que vieram juntamente com o equipamento.

2.3 Determinação da Função de Área do Penetrador

Os dados obtidos nos ensaios foram tratados e analisados utilizando *script* escrito em Matlab. O método de determinação da função de área foi o proposto por Oliver e Pharr⁵. A validação da função de área obtida foi feita através da realização de ensaios a cargas para os três diferentes materiais comparando os resultados com, os disponíveis na literatura. Os materiais utilizados para validação da função de área foram aço, vidro, e TiN.

3 RESULTADOS

3.1 Função de Área

O penetrador Vickers tem o formato de uma pirâmide de base quadrada com ângulo entre as faces de 136°. Pode-se demonstrar com matemática simples que a área de qualquer seção paralela à base da pirâmide Vickers está relacionada com a sua distância ao vértice pela Equação 1.

$$A(h) = 24.504 \cdot h^2 \quad (1)$$

Onde: A, área de contato projetada penetrador-amostra, h, profundidade de contato. Essa equação é a função de área para um penetrador Vickers ideal, porém os penetradores comercializados apresentam certas irregularidades que tornam sua geometria ligeiramente diferente da do penetrador ideal, e uma forma proposta bastante aceita para a função de área corrigida é:

$$A_c(h) = 24,504 * h^2 + \sum_{i=1}^n C_i * h^{2-\frac{1}{i}} \quad (2)$$

Foram determinadas duas funções de áreas, $A(h_c)$, cada uma abrangendo um intervalo de profundidades de contato. Elas foram as seguintes:

$$A(h_c) = 24,504hc^2 + 32,7536hc + 165,8939hc^{\frac{1}{2}} + 447,7974hc^{\frac{1}{4}} + 565,4584hc^{\frac{1}{3}} + 255,190hc^{\frac{1}{16}} \quad (3)$$

Verificou-se que esta equação retornou melhores resultados para as profundidades de penetração maiores que 120 nm⁷.

$$A(h_c) = 24,504hc^2 - 25,9937hc + 80,4188hc^{\frac{1}{2}} - 107,2143hc^{\frac{1}{4}} + 50,1849hc^{\frac{1}{8}} \quad (4)$$

Esta equação t forneceu melhores resultados para as profundidades de penetração menores que 120 nm.

Tanto a equação 3 quanto a Equação 4 foram determinadas seguindo procedimento de calibração sugerido por Oliver e Pharr⁶ e, para o ajuste final das constantes, por metodologia alternativa que pode ser encontrada em Silva Junior e Franco Junior.⁷

3.2 Resultados de Módulo de Elasticidade Considerando a Função de Área do Equipamento

Os resultados obtidos diretamente pelo equipamento com a função de área determinada através da calibração de fábrica mostraram-se muito irregulares e muitas vezes incoerentes. A Figura 1 mostra o gráfico do módulo de elasticidade em função da carga e ensaio para a amostra de aço.

Pode-se observar que o módulo determinado apresenta grande imprecisão e valores muito fora da faixa de valores conhecidos para ligas ferrosas, que varia de 195 GPa a 212 GPa. Para algumas cargas, verificou-se que a rotina computacional fornecidapelo fabricante não fornecia valores de módulo de elasticidade.

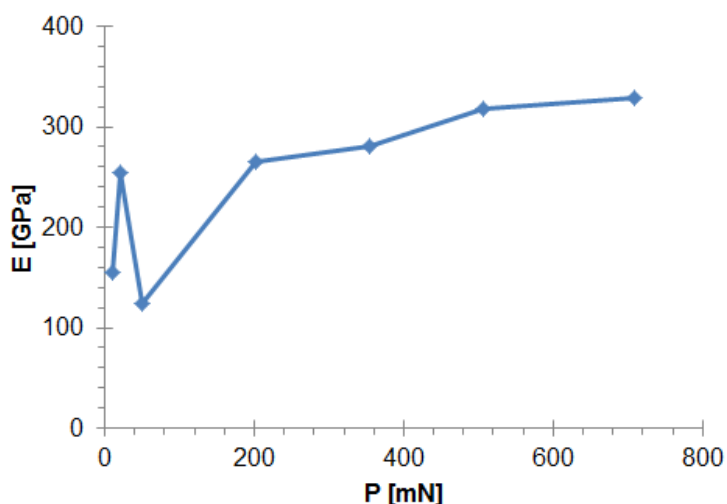


Figura 1. Valores de módulo de elasticidade calculados pelo software do equipamento em função da carga para o aço padrão.

3.3 Resultados de Módulo de Elasticidade Determinados Utilizando a Função Proposta Neste Trabalho

A Figura 2 mostra os resultados de módulo de elasticidade obtidos com a metodologia proposta neste trabalho usando as funções de área (Equações 3 e 4). Pode-se verificar que os valores determinados para os três materiais estão próximos aos fornecidos pela literatura, apresentando pouca variação.

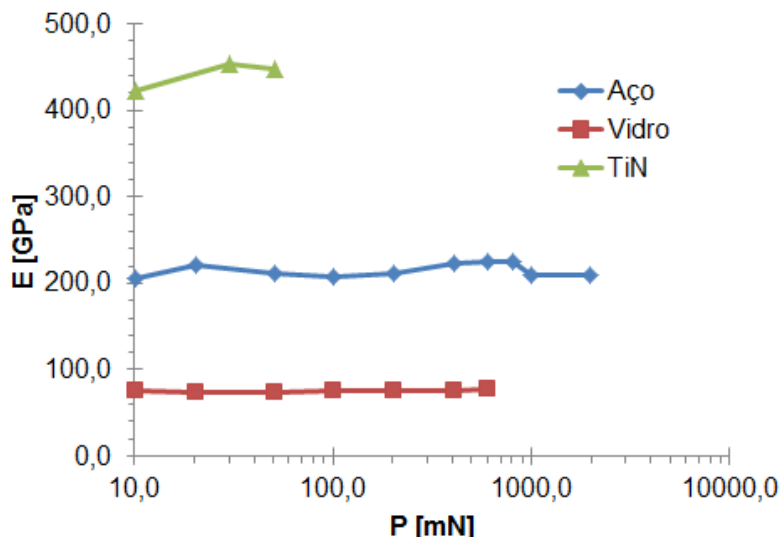


Figura 2. Resultados de módulo de elasticidade obtidos após a correção da função de área do indentador.

Para cada um dos três materiais, o comportamento observado dos módulos de elasticidade em função da carga de ensaio (Figura 2) está bem coerente, pois essa propriedade não varia com a carga de ensaio, sendo sensível apenas a mudanças acentuadas na composição química e temperatura.

4 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos com a nova função de área são mais confiáveis que os obtidos com a função de área fornecida pelo fabricante. Para os três materiais estudados (aço, vidro e nitreto de titânio), os resultados de módulo de elasticidade apresentaram um baixo desvio e boa concordância com os valores reportados na literatura.

Agradecimentos

À Fapes, Fundação de Amparo à Pesquisa no Espírito Santo, pela bolsa concedida e à Capes, Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, Pró-equipamentos 2010, pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- 1 ANTUNES, J. M. et al. Ultra-microhardness testing procedure with Vickers indenter. *Surface e Coatings Technology*, v. 149, p. 27-35, 2002.
- 2 DOERNER, M. F.; NIX, W. D. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *Materials Research Society*, v. 1, n. 4, p. 601-609, August 1986.

- 3 FISCHER-CRIPPS, A. C. Introduction to Contact Mechanics. Berlin, Germany: Springer, 2000.
- 4 KING, R. B. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. International Journal of Solids Structures, v. 23, n. 12, p. 1657-1664, 1987.
- 5 OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement experiment. Journal of Materials Research, v. 6, n. 7, p. 1564-1583, 1992.
- 6 OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation. Journal of Materials Research, v. 19, n. 1, p. Review, 2004.
- 7 Silva Jr., W. A. e Franco Jr., A.R. Proposta de uma metodologia para determinação da dureza Vickers e do módulo de Young em nanointentador Shimadzu DUH 211S. Relatório Final, FAPES, 42 p., Vitória, 2011.