

A UTILIZAÇÃO DA NANOINDENTAÇÃO INSTRUMENTADA PARA CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS METÁLICOS*

Saulo Brinco Diniz¹

Andersan dos Santos Paula²

Luiz Paulo Mendonça Brandão³

Resumo

O presente trabalho buscou explorar a aplicação da nanoindentação instrumentada na caracterização microestrutural e mecânica de materiais metálicos. Para isso foi utilizado um ultramicrodurômetro (Shimadzu, modelo DUH-211S) e um microscópio (Olympus, modelo BX51M) a fim de analisar uma chapa laminada a quente de uma liga de alumínio 7475-T7351. De acordo com algumas das possibilidades apresentadas, pode-se concluir que a nanoindentação instrumentada é uma ferramenta poderosa para a caracterização de materiais metálicos.

Palavras-chave: Nanoindentação instrumentada; Propriedades mecânicas; Microestrutura; Liga de alumínio 7475-T7351.

THE APPLICATION OF THE INSTRUMENTED NANOINDENTATION TO METALLIC MATERIAL CHARACTERIZATION

Abstract

This study aimed to explore the application of instrumented nanoindentation on the microstructural and mechanical characterization of metallic materials. For this was used an ultramicrohardness (Shimadzu, model DUH-211S) and an optical microscope (Olympus, BX51M model) in order to analyze a 7475-T7531 aluminum alloy samples hot rolled sheet. According to the some possibilities presented, it can be concluded that the instrumented nanoindentation is a powerful tool for the characterization of metallic materials.

Keywords: Instrumented nanoindentation; Mechanical properties; Microstructure; 7475-T7351 aluminum alloy.

¹ Engenheiro Metalurgista, M.Sc., Doutorando em Ciência dos Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil; e Técnico de Educação - Soldagem, CTS-Solda, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Engenheira Metalurgista, D.Sc., Professora Adjunta, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil; e orientadora credenciada no PPGEM/UFF, Volta Redonda, RJ, Brasil.

³ Engenheiro Metalurgista, D.Sc., Professor Adjunto, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. saulo_brinco@hotmail.com

1 INTRODUÇÃO

Tradicionalmente materiais metálicos antes de serem postos para a aplicação em um determinado segmento, são avaliados pelo menos do ponto de vista microestrutural e mecânico, geralmente por amostragem, para averiguar se suas propriedades estão de acordo com os requisitos operacionais básicos e normas técnicas para uma determinada aplicação. Dentre os ensaios mecânicos existentes, o ensaio de dureza e o ensaio de tração uniaxial, são os mais realizados pelas indústrias devido sua praticidade de execução.

No que diz respeito à preparação dos corpos de prova para o ensaio de dureza e para o ensaio de tração uniaxial, este último é um pouco mais demorado e oneroso, pois precisa-se de corpos de prova usinados e padronizados segundo normas, para a execução do ensaio. Enquanto que o ensaio de dureza, basta apenas uma preparação da superfície a ser ensaiada. Porém, devido a grande quantidade e qualidade de propriedades obtidas pelo ensaio de tração, ou a necessidade de inferir algumas propriedades obtidas com este ensaio, o ensaio de tração uniaxial acaba sendo muitas vezes exigido. Outro fator que difere os dois ensaios, é que o ensaio de tração uniaxial é considerado destrutivo, ou seja, após o ensaio, não existe a possibilidade de aplicação do material ensaiado, e já no ensaio de dureza, principalmente quando se trata de uma microdureza, esta não impede a possibilidade de utilização do material futuramente, salvo em casos que a dimensão da peça e das amostras a serem avaliadas são distintas.

Nesse contexto pode-se apontar para o desenvolvimento de novos ensaios e novas tecnologias que capazes de determinar com confiabilidade e baixo custo as propriedades mecânicas dos materiais, de forma direta e, se possível, sem comprometer aplicações futuras dos materiais ensaiados. Desta forma a nanoindentação instrumentada se torna uma técnica muito útil, pois esta além do valor de dureza, também é capaz de obter valores que podem ser associados ao módulo de elasticidade, limite de escoamento, ductilidade, etc. do material [1,2]. Dentre os trabalhos encontrados na literatura que utilizam tal técnica como ferramenta de caracterização, pode-se citar: o trabalho realizado por Paula [3] e Ribeiro [4] no qual utilizaram a nanoindentação para a caracterização de ligas de NiTi e o trabalho de Junqueira [5], que utilizou a nanoindentação para a caracterização de juntas soldadas de ligas de Zr pelos processos de soldagem distintos GTAW (*gas tungsten arc welding*) e RPW (*resistance pressure welding*).

O presente trabalho buscou explorar a aplicação da nanoindentação instrumentada na caracterização microestrutural e mecânica de uma liga de alumínio 7475 – T7351. Para isso foi utilizado um ultramicrodurômetro (Shimadzu, modelo DUH–211S) e um microscópio (*Olympus*, modelo BX51M).

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para este estudo utilizou-se uma liga de alumínio de nomenclatura 7475-T7351, na forma de chapa laminada a quente com uma espessura de 12,7 mm.

Para a visualização da microestrutura e ensaio de nanoindentação a amostra da liga de alumínio 7475-T7351 foi embutida a frio, lixada com lixas de carbetto de silício de granulometrias de 220 a 4000 mesh e por último polida com pasta de diamante de 6, 3 e 1 μm . Para revelar os contornos dos grãos, a amostra foi imersa em uma solução contendo 4% de NaOH e 96% de H₂O, em peso, durante aproximadamente 20 segundos, com subsequente imersão em Nital 5% (5% de Ácido Nítrico + 95% de

Álcool Etílico 98,9% PA, ambos em volume) durante aproximadamente 3 segundos, logo em seguida a amostra foi lavada com água corrente, álcool e secada com jato de ar quente. Esta sequência (polimento/ataque) foi repetida até que os contornos de grãos ficassem bem evidenciados.

Para a visualização da microestrutura da amostra foi utilizado uma câmera digital acoplada a um Microscópio Óptico (Marca *Olympus*, modelo BX51M) e controlada pelo *software OLYMPUS Stream BASIC*.

Para o ensaio de nanoindentação instrumentada foi utilizado um ultramicrodurômetro do fabricante Shimadzu, modelo DUH-211S, controlado pelo *software DUH-211S*. Para as medições realizadas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura da amostra foi empregue uma carga máxima de 50 gf (0,05 kgf), e as medições realizadas no interior dos grãos claro e escuro com carga máxima de 20 gf (0,02 kgf). O ultramicrodurômetro foi operado na condição *load – unload* (carga – descarga), com tempos de permanência da carga máxima e carga mínima (após descarregamento) de 20 segundos. Para o ensaio de nanoindentação instrumentada foram realizadas 10 medições em regiões a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura, e no interior do grão claro e escuro. A partir do ensaio de nanoindentação instrumentada, é gerada uma curva (Figura 1) que relaciona a força aplicada e a profundidade de penetração do indentador na amostra, e desta forma, em conjunto com outros parâmetros definidos antes do ensaio, como por exemplo, coeficiente de Poisson do material da amostra (Alumínio = 0,33), tipo do indentador (Vickers) usado, etc, são obtidas uma série valores associadas a propriedades do material ensaiado, como por exemplo, limite de escoamento com a dureza da indentação (H_{it}), módulo de elasticidade com o módulo da indentação (E_{it}), para materiais metálicos convencionais a ductilidade razão de trabalho elástico com o trabalho total de deformação (n_{it}), entre outras.

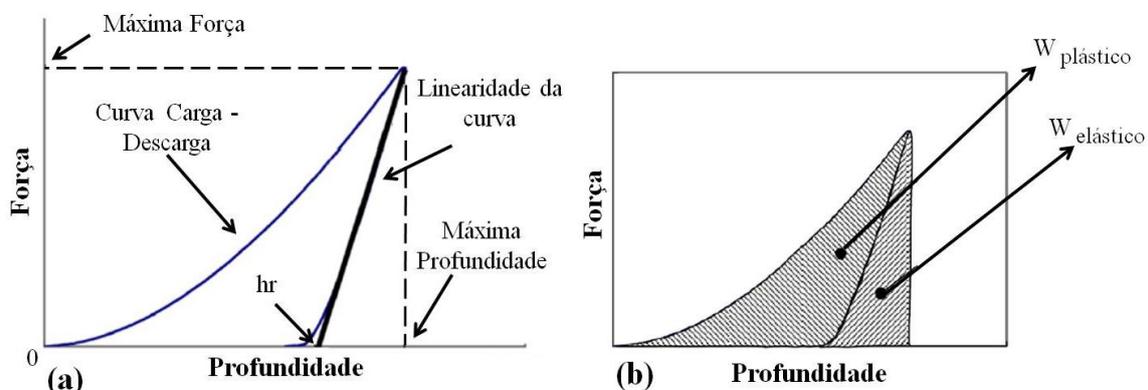


Figura 1. Curva obtida através do ensaio de nanoindentação instrumentada, (a) explicitando as variáveis básicas a serem medidas para cálculo das propriedades e (b) destacando as áreas da curva associadas a trabalho plástico ($W_{plástico}$) e elástico ($W_{elástico}$) para promover a deformação [1].

A partir dos parâmetros previamente definidos, e juntamente com alguns valores obtidos com o ensaio, como por exemplo, profundidade máxima da indentação (h_{max}) com a força máxima aplicada (F_{max}), profundidade de indentação associada a retorno elástico (h_r), profundidade de indentação vinculada a superfície da amostra em contato com a superfície do indentador (h_c), e até mesmo as típicas diagonais da indentação, são calculadas uma série de propriedades com auxílio das Equações de (1) a (8).

O limite de escoamento que está associado ao valor denominado dureza da indentação (H_{it}) é caracterizada como a medida da resistência a deformação permanente sofrida pelo material, ou seja, momento no qual o esforço associado a

penetração da ponta do indentador sob a superfície do material deixa de ser simplesmente de natureza elástica, e desta forma, tem-se início a deformação plástica. Esta propriedade é calculada de acordo com a Equação (1):

$$H_{it} = \frac{F_{max}}{24,50hc^2} \text{ Equação (1)}$$

Onde F_{max} é a força máxima aplicada e “hc” é a profundidade de contato do indentador com a superfície do material que está sendo ensaiado, que é calculado pela Equação (2):

$$hc = h_{max} - 0,75(h_{max} - hr) \text{ Equação (2)}$$

Nesta equação (2), h_{max} é a máxima profundidade alcançada pelo indentador, e “hr” é obtido graficamente a partir da derivada da curva força versus deslocamento do indentador no descarregamento, no qual é a interseção da tangente da curva de descarregamento (a partir de F_{max}) com o eixo do deslocamento (profundidade do indentador).

O módulo da indentação (E_{it}), que pode ser associado ao módulo de elasticidade do material ensaiado, pode ser calculado a partir da inclinação da tangente utilizada para o cálculo da dureza da indentação (H_{it}), a partir da Equação (3):

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E_{it}} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \text{ Equação (3)}$$

Onde ν é o coeficiente de Poisson do material ensaiado, ν_i é o coeficiente de Poisson do indentador (0,07), E_i é o módulo de elasticidade do indentador e E_r (módulo de elasticidade do conjunto) é calculado a partir da Equação (4):

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2E_r(24,5hc^2)^{0,5}}{\pi^{0,5}} \text{ Equação (4)}$$

No qual, S é a inclinação da curva durante o descarregamento (região linear).

A razão entre trabalho elástico e trabalho total de deformação (η_{it}), em materiais metálicos convencionais, pode ser associado com valores de ductilidade do material, é calculado de acordo com a Equação (5):

$$\eta_{it} = \frac{(W_{elástico})}{(W_{total})} \times 100 \text{ Equação (5)}$$

Onde $W_{elástico}$ é o trabalho elástico recuperado após a remoção da força (após a indentação - curva de descarregamento) e W_{total} é o somatório dos trabalhos plástico ($W_{plástico}$) e elástico realizados durante o carregamento até estabelecimento da força máxima e profundidade máxima da indentação.

A dureza Vickers (com a utilização do indentador Vickers, pois tal equipamento tem a possibilidade de utilizar outros indentadores) é obtida convencionalmente, ou seja, são medidas as diagonais da indentação através da observação por um microscópio óptico que compõe o equipamento, e de acordo com a carga utilizada no ensaio, a dureza Vickers é obtida de acordo com a Equação (6):

$$HV = \frac{1,8544P}{d^2} \text{ Equação (6)}$$

Onde P é a carga utilizada no ensaio e d é a média das diagonais da indentação. Além do cálculo da dureza Vickers, há a possibilidade do cálculo da dureza através da profundidade de indentação, as quais são definidas como medidas dinâmicas.

A dureza dinâmica na carga máxima (DHV-1) está associada a dureza elasto-plástica vinculada a profundidade máxima obtida pelo indentador na amostra sob a ação da força máxima, e pode ser calculada de acordo com a Equação (7):

$$DHV_1 = \frac{3,8584 \times F_{max}}{h_{max}^2} \quad \text{Equação (7)}$$

A dureza dinâmica na carga mínima (DHV-2) está associada a dureza plástica vinculada a profundidade de indentação relacionada recuperação elástica (h_r) com o descarregamento em função da força máxima, no qual pode ser calculada de acordo com a Equação (8):

$$DHV_2 = \frac{3,8584 \times F_{max}}{h_r^2} \quad \text{Equação (8)}$$

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Tabela 1 são apresentadas as médias e os erros das medidas das principais propriedades obtidas através do ensaio de nanoindentação instrumentada de uma liga de alumínio 7475–T7351 medidas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura.

Tabela 1. Principais propriedades obtidas através do ensaio de nanoindentação instrumentada para a liga de alumínio 7475–T7351 medidas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura. Carga teste de 50 gf.

Posição das medidas	Propriedades	F _{max} (gf)	H _{it} (x10 ³ MPa)	E _{it} (x10 ³ MPa)	n _{it} (%)	HV	DHV-1 (mN/μm ²)	DHV-2 (mN/μm ²)
1/4 da espessura	Média	51,2	2,2	26,2	17,3	174,9	173,5	258,9
	Erro	0,027	0,014	0,120	0,099	0,945	1,004	2,366
1/2 espessura	Média	51,2	2,0	53,7	19,8	161,2	153,2	246,4
	Erro	0,002	0,007	1,487	0,367	0,624	1,219	1,575
3/4 da espessura	Média	51,2	2,2	62,1	19,4	170,4	171,6	260,0
	Erro	0,004	0,157	0,806	0,307	1,358	0,955	3,255

De acordo com a Tabela 1, pode-se observar que apesar de ter sido definida uma força máxima para o ensaio de 50 gf, durante o ensaio houve uma pequena variação da força máxima (visualizada através do erro da medida) e vinculada a cedência do material, cujo valor médio foi cerca de 51,2 g independente da região onde foram realizadas as medições, ou seja, a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura.

De acordo com os valores obtidos associados ao limite de escoamento (H_{it}) e a ductilidade (n_{it}), medidos em regiões a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura (Tabela 1), pode-se observar que estes valores foram relativamente distintos uns dos outros (lembrando que apesar de serem próximos, há um fator de 10³ MPa) comparado a mesma propriedade (H_{it} e n_{it}) em posições diferentes. Porém o valor associado ao módulo de elasticidade (E_{it}), já teve uma diferença mais significativa quando se comparado as medições realizadas a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura. Sabendo que o alumínio puro apresenta módulo de elasticidade igual 69 GPa, os valores de E_{it} associados a $\frac{3}{4}$ da espessura aproximam mais deste.

Ao se comparar os valores associados ao limite de escoamento (H_{it}) e ductilidade (n_{it}) obtidos através da nanoindentação instrumentada com os valores obtidos através do ensaio de tração uniaxial para uma chapa da liga de alumínio 7475-T751 com uma espessura de 6,35 mm no qual foram aproximadamente 430 MPa, e 16,5 %, respectivamente [6], pode-se observar que os valores obtidos pelo ensaio de nanoindentação são muito superiores. Ou seja, as propriedades medidas na nanoindentação instrumentada indicam uma tendência e estão vinculados a condições microestruturais locais.

Na Figura 2 é apresentada a microestrutura da liga de alumínio 7475-T7531 nas regiões onde foram feitas as indentações a $\frac{3}{4}$ da espessura da amostra.

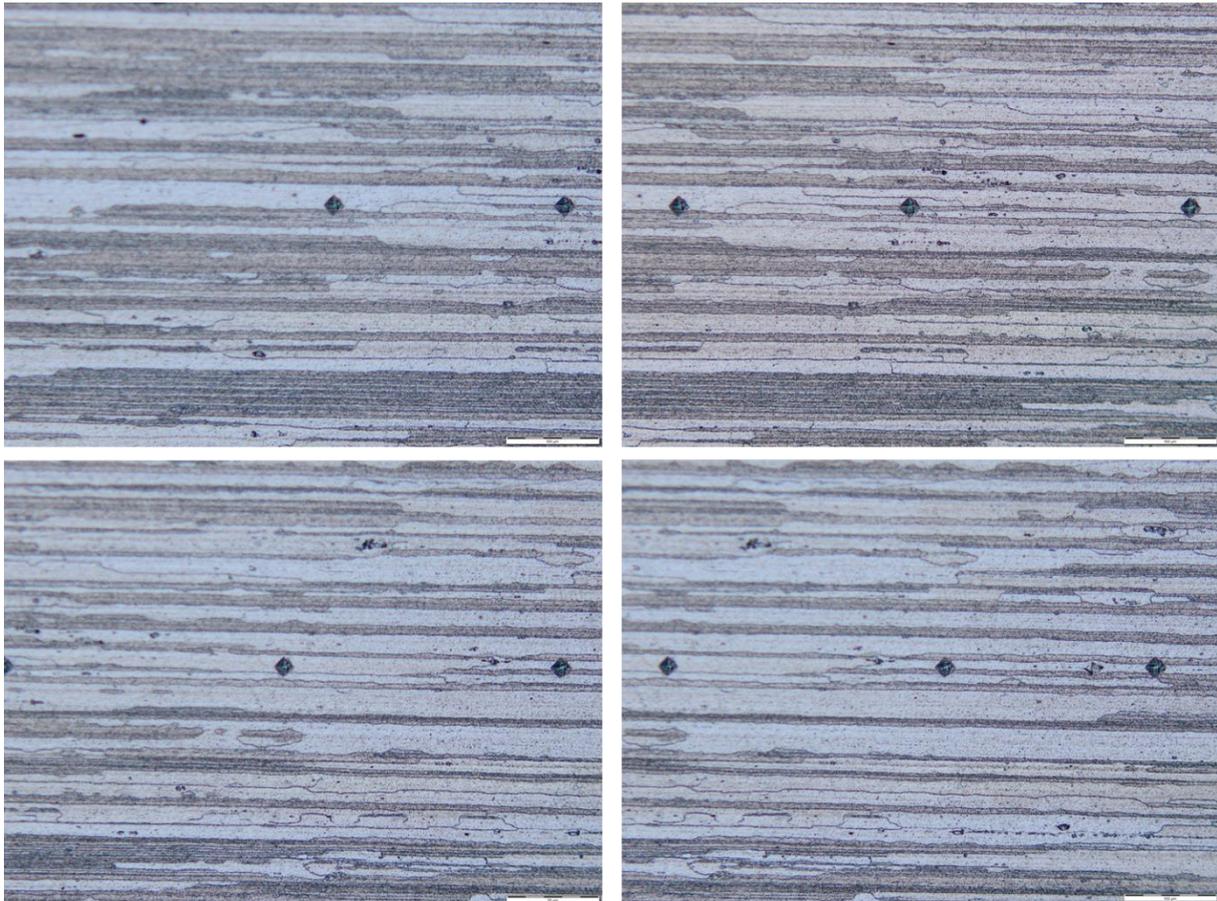


Figura 2. Microestrutura da liga de alumínio 7475-T7531 visualizada a $\frac{3}{4}$ da espessura, aumento de 200x, com as marcas das indentações resultantes da carga máxima definida em 50 gf.

De acordo com a microestrutura apresentada na Figura 2, pode-se observar grãos muito grandes e alongados na direção de laminação (DL) e com duas colorações distintas (entre o claro e escuro) e outros grãos com uma nuance entre uma coloração mais escura e mais clara. Também pode-se observar que as indentações interceptaram de 1 a 4 grãos claro e escuro, e este comportamento também é observado independente da região onde foi realizado o ensaio, ou seja, a $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura. Levando se em conta que a frente de deformação gerada pela indentação pode cobrir uma área ao redor da mesma de até 3 diagonais da indentação [1].

De acordo com o que foi visualizado na Figura 2, pode-se especular que tal diferença entre as propriedades obtidas pelo ensaio de tração e de nanoindentação, pode estar associada a população de grãos atingida pela frente de deformação imposta durante a penetração do indentador no ensaio de nanoindentação (de 1 a 4 grãos, com base na carga utilizada) e de tração (mais de 10^3 grãos). Desta fica evidenciada uma limitação do ensaio de nanoindentação para materiais com grãos grosseiros, no qual as propriedades que estariam associadas ao limite de escoamento (H_{it}), módulo de elasticidade (E_{it}) e ductilidade (n_{it}), não seriam caracterizadas com precisão para estes materiais devido a população de grãos interceptados pela indentação, porém seria o suficiente para fazer uma estimativa qualitativa destas propriedades para processamentos termomecânicos que influenciassem o tamanho de grão do material.

Outras propriedades obtidas pelo ensaio é a dureza convencional Vickers (HV) e as durezas dinâmicas referentes as componentes de deformação elasto-plástica e

plástica (DHV-1 e DHV – 2, respectivamente), no qual tiveram valores bem próximos quando comparado entre si, em regiões de análise a $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura. Os valores obtidos a $\frac{1}{2}$ espessura para as durezas HV, DHV-1 e DHV-2 foram um pouco menores do que os valores obtidos a $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura. Já fazendo uma comparação entre estas durezas pode-se observar que estas são diferentes, pois cada medida parte de um princípio diferente como apresentado na seção de Material e Métodos.

Na Figura 3 são apresentadas as microestruturas da liga 7475-T7351 visualizadas à $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)), $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) e $\frac{3}{4}$ da espessura ((e) e (f)), com um aumento de 100x ((a), (c) e (e)) e 500x ((b), (d) e (f)). Na Figura 3, “1” grãos com coloração mais clara, “2” grãos com coloração mais escura, “3” indica os precipitados grosseiros e “4” contorno de grão.

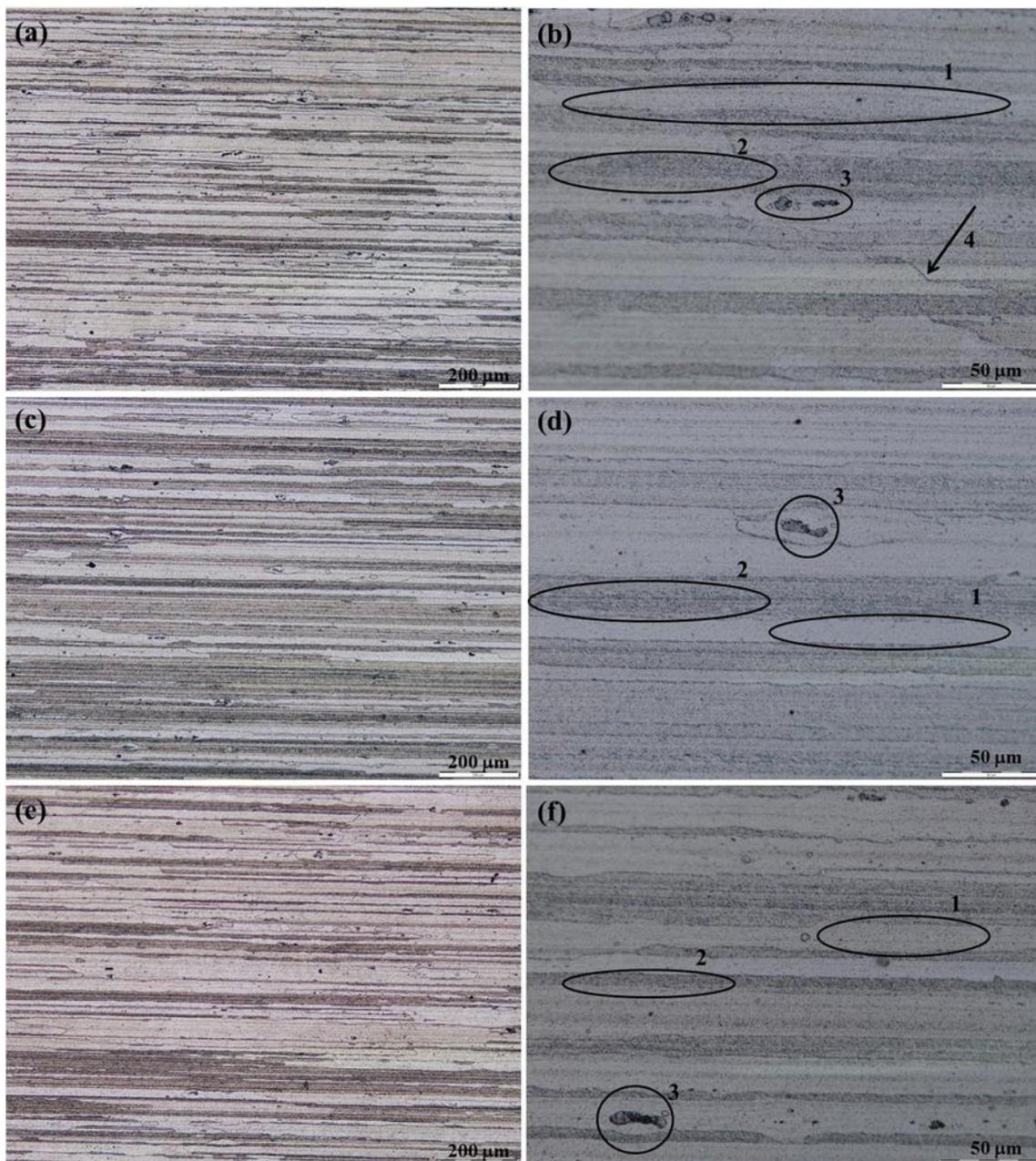


Figura 3. Microestrutura da liga 7475–T7351 visualizada à $\frac{1}{4}$ da espessura ((a) e (b)), $\frac{1}{2}$ espessura ((c) e (d)) e $\frac{3}{4}$ da espessura ((e) e (f)) com 100x de aumento ((a), (c) e (e)) e 500x de aumento ((b), (d) e (f)).

De acordo com os detalhes microestruturais apresentados na Figura 3, como já foi evidenciado na Figura 2, há uma coloração distinta dos grãos presentes na amostra da liga de alumínio 7475–T7531, onde há grãos claros (indicado por “1”), escuros (indicado por “2”) e outros com uma coloração intermediária. Também se pode observar a presença de precipitados grosseiros, indicados por “3”, e de contornos de grãos no interior de grãos claros (indicado por “4”).

De acordo com os valores de durezas apresentados na Tabela 1, pode-se inferir que tal diferença de dureza entre as regiões $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura em relação as regiões a $\frac{1}{2}$ espessura, pode estar ligada à fração volumétrica de grãos de coloração clara e escura, no qual a $\frac{1}{2}$ espessura é evidente uma maior fração volumétrica de grãos de coloração escura do que nas regiões a $\frac{1}{4}$ e $\frac{3}{4}$ da espessura.

Uma importante análise que também pode ser realizada com a nanoindentação instrumentada é a possibilidade da realização de medições com menores cargas, e em alguns casos com uma carga tão pequena que não é provocada uma indentação visível na amostra, pelo limite de resolução-aumento da lente objetiva instalada. Nas Figuras 4 e 5 são apresentadas as indentações realizadas a $\frac{1}{2}$ da espessura no interior dos grãos de coloração clara e escura, respectivamente, juntamente com os valores de dureza Vickers obtidos frutos da carga máxima aplicada de 20 gf, e na Tabela 2 são apresentadas as médias e os erros das propriedades em estudo obtidas para os grãos de coloração clara e escura.

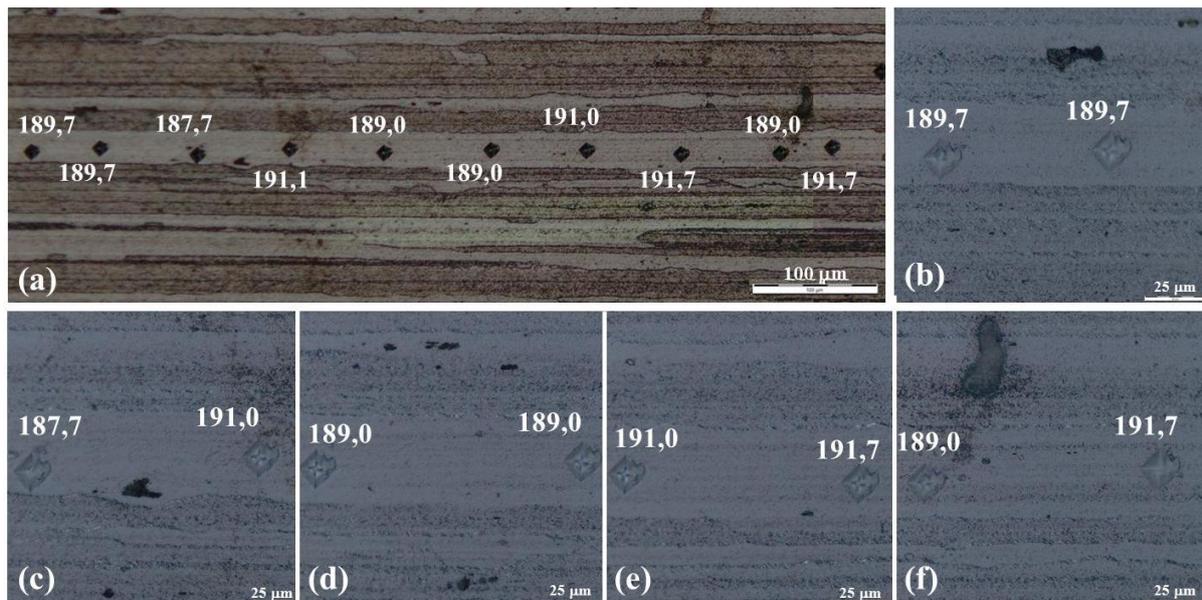


Figura 4. Indentações obtidas a $\frac{1}{2}$ espessura pelo ensaio de nanoindentação instrumentada, em regiões de coloração clara, na amostra da liga 7475–T7531 na condição CR. (a) aumento de 200x; (b), (c), (d), (e) e (f) aumento de 1000x. Marcas das indentações resultantes da carga máxima definida em 20 gf.

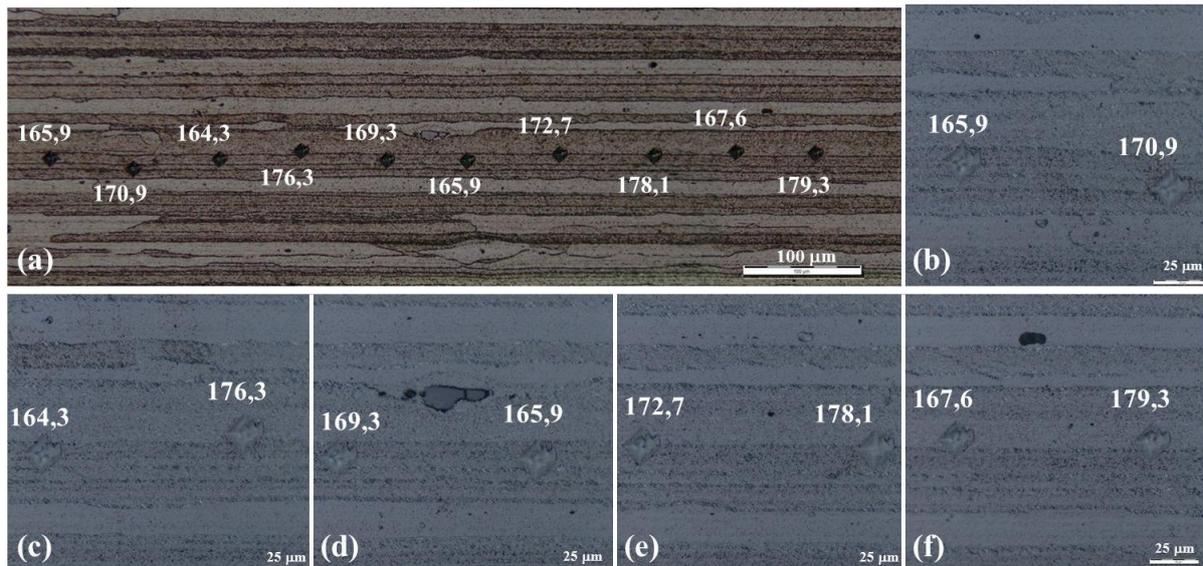


Figura 3. Indentações obtidas a $\frac{1}{2}$ espessura pelo ensaio de nanoindentação instrumentada, em regiões de coloração escura na amostra da liga 7475–T7531. (a) aumento de 200x; (b), (c), (d), (e) e (f) aumento de 1000x. Marcas das indentações resultantes da carga máxima definida em 20 gf.

Tabela 2. Principais propriedades obtidas através do ensaio de nanoindentação instrumentada para a liga de alumínio 7475–T7351 medidas a $\frac{1}{2}$ espessura em um grão de coloração clara e escura. Carga máxima definida em 20 gf.

	Medição	F _{max} (gf)	H _{it} (x10 ³ MPa)	E _{it} (x10 ³ MPa)	n _{it} (%)	HV	DHV-1 (mN/µm ²)	DHV-2 (mN/µm ²)
Grão escuro	Média	20,2	2,1	62,7	18,2	171,0	165,8	242,8
	Erro	0,005	0,022	0,382	0,087	1,202	1,529	2,825
Grão claro	Média	20,2	2,5	62,8	20,1	190,0	185,0	281,7
	Erro	0,008	0,012	0,301	0,083	0,301	0,787	1,449

De acordo com os valores de dureza apresentados nas Figuras 4 e 5, obtido para os grãos de coloração clara e escura, pode-se observar que os valores resultantes para os grãos de coloração clara tiveram um erro muito pequeno, que pode esta associado provavelmente a realização das indentações no interior de um único grão. Já para as medidas realizadas para o grão de coloração escura, pode-se observar que estas tiveram um erro maior, em comparação com os valores dos grãos claros, e tal variação esta associada a existência de mais de um grão de coloração escura, e desta forma o contorno destes grãos influenciaram nas medidas, pois há interceptação pelas indentações de 1 a 3 contornos de grão.

De acordo com as médias de dureza Vickers obtidas para as indentações realizadas em grãos de coloração clara e de coloração escura, pode-se observar que houve uma diferença significativa de dureza entre estes grãos, no qual para o grão de coloração clara a dureza foi de 190,0 HV e para o de coloração escura de 171,0 HV, ou seja, uma diferença aproximadamente 19 HV. Tal diferença de dureza pode esta associada a uma diferente precipitação ocorrida no interior dos grãos.

Observando as Figuras 4 e 5 (b, c, d, e, f) aparentemente os grãos de coloração escura tem uma maior fração volumétrica de precipitados visíveis do que os de coloração clara, no qual aparentemente não apresentam precipitados. Tal fato pode de certo modo contradizer as medidas de dureza, no qual era esperado o oposto, porém tal comportamento pode ser explicado, por uma fração volumétrica de precipitados muito finos existentes nos grãos brancos, que sejam mais efetivos no endurecimento do grão do que os precipitados existentes no grão escuro. Esta hipótese só pode ser avaliada com auxílio da Microscopia Eletrônica de Varredura de alta resolução ou de Transmissão, que fugiu ao escopo deste trabalho, pois o

objetivo do mesmo não é estudar a influência destes precipitados nas durezas dos grãos e sim a utilização da nanoindentação instrumentada como ferramenta de caracterização de materiais metálicos.

De acordo com a Tabela 2, os valores médios do limite de escoamento (H_{it}) foram $2,46 \times 10^3$ MPa (grão claro) e de $2,15 \times 10^3$ MPa (grão escuro), e para o módulo de elasticidade (E_{it}), tiveram valores médios de $62,68 \times 10^3$ MPa (grão escuro) e de $62,77 \times 10^3$ MPa (grão claro). De acordo com estes valores pode-se observar que a diferença entre os grãos claro e escuro, é significativa não só na dureza Vickers. Comparando os valores obtidos para o H_{it} e E_{it} para o grão claro e o grão escuro, com os valores de dureza, pode-se observar uma certa coerência no comportamento, ou seja, as três propriedades para o grão claro foram maiores do que o do grão escuro, uma vez que estas propriedades caminham juntas.

4 CONCLUSÃO

De acordo com o estudo realizado pode-se concluir que:

- a nanoindentação instrumentada é uma técnica poderosa para estudar a evolução mecânica (dureza, ductilidade, limite de escoamento e módulo de elasticidade) de materiais metálicos;
- no material em estudo foi possível com auxílio da nanoindentação instrumentada a caracterização mecânica de diferentes grãos do material.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Laboratório de Caracterização de Materiais Multiusuários do Instituto de Ciências Exatas (ICEEx) da UFF – Volta Redonda/RJ, pela utilização do ultramicrodurômetro; a Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR) da UFF – Volta Redonda/RJ, pela utilização do microscópio óptico e a CAPES pela bolsa de doutorado do autor S.B.D.

REFERÊNCIAS

- 1 Shimadzu dynamic ultra-micro hardness tester DUH-211/ DUH-211S Instruction manual, Shimadzu Corporation, Japan, 2009.”
- 2 Handbook de Nanoindentação: “FISCHER-CRIPPS, A.C. The IBIS handbook of nanoindentation. Fisher-Cripps Laboratories, Australia, 2005.”
- 3 Paula AS. Tratamentos Termomecânicos de Ligas do Sistema Ni-Ti. Caracterização Estrutural e Otimização das Propriedades Associadas ao Efeito de Memória de Forma. Tese de doutorado, Programa de Pós Graduação em Ciência dos Materiais, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, Portugal, 2006.
- 4 Ribeiro SB. Recuperação e Recristalização de Liga NiTi Deformada por Compressão e Tratada Termicamente no Intervalo entre 150 e 500°C. 2015. Tese de doutorado, Programa de Pós Graduação de Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda-RJ, Brasil, 2015.
- 5 Junqueira FS. Caracterização Estrutural Comparativa de Ligas de Zr Soldadas com os Processos GTAW e RPW. Dissertação de mestrado, Programa de Pós Graduação de Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda-RJ, Brasil, 2014.
- 6 Kadlec M, Ruzek R, Novakova L. Mechanical behaviour of AA 7475 friction stir welds with the kissing bond defect. International Journal of Fatigue, v. 74, p. 7–19, 2015.