

Avaliação de métodos para estimativas de propriedades mecânicas de materiais por indentação instrumentada: uma revisão

Evaluation of methods for mechanical properties estimation using instrumented indentation testing: a review

Marcus Vinicius Libardi Pazini¹, María Cristina Moré Farias²,
Oscar Alfredo Garcia de Suarez²

¹ Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Av. Bento Gonçalves, 9500, CEP: 91501-970, Porto Alegre, RS, Brasil.

² Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130, CEP: 95070-560, Caxias do Sul, RS, Brasil.

³ UFRGS, Departamento de Engenharia Mecânica, Rua Sarmiento Leite, 425, CEP: 90046-902, Porto Alegre, RS, Brasil
e-mail: mvlpazini@ucs.br, mcmfarias@ucs.br, oagsuarez@ucs.br

RESUMO

Neste trabalho é apresentado uma revisão de um conjunto de sistemáticas para a estimativa de propriedades elasto-plásticas de materiais metálicos e cerâmicos pelo método de indentação instrumentada. As sistemáticas analisadas contemplam a metodologia de Oliver e Pharr original e com uma modificação da função de profundidade de contato de maneira a torná-la mais próxima das medições experimentais além de diferentes métodos analíticos baseados na energia de deformação (Stilwell e Tabor; Tuck Giannakopoulos e Suresh e Malzbender). Os resultados obtidos para o módulo de elasticidade e a dureza resultantes da aplicação das sistemáticas propostas foram comparados com os valores obtidos da literatura referentes ao aço inoxidável austenítico 316L, alumina e boreto de ferro e cromo. De modo geral os resultados encontrados para a dureza e módulo de elasticidade calculados utilizando as diferentes sistemáticas apresentaram boa coerência com os valores da literatura, entretanto algumas metodologias necessitaram de aplicações de fatores de correção para a caracterização correta das propriedades das amostras.

Palavras-chave: Indentação Instrumentada, Oliver e Pharr, Métodos de Energia, Propriedades Mecânicas.

ABSTRACT

This paper presents a review of a different number of systematics for the estimation of elastoplastic properties of metallic and ceramic materials by instrumented indentation testing. The analyzed methodologies include Oliver and Pharr's original methodology and a modification of the contact depth function in order to make it closer to experimental measurements besides different analytical methods based on strain energy (Stilwell e Tabor; Tuck Giannakopoulos and Suresh and Malzbender). The results obtained for the Young's modulus and hardness resulting from the application of the proposed methodologies were compared with the values obtained in the literature for the austenitic stainless steel 316L, aluminum oxide and iron chromium boride. In general, the results obtained for the hardness and modulus of elasticity calculated using the different systematics presented good coherence with the values of the literature, however some methodologies required the application of correction factors for the correct characterization of the properties of the samples.

Keywords: Instrumented Indentation, Oliver and Pharr, Energy Methods, Mechanical Properties

1. INTRODUÇÃO

Ensaio de indentação instrumentada (EII) são utilizados de maneira rotineira para a determinação de propriedades mecânicas dos materiais. Os EII, consistem em aplicar uma carga extremamente pequena, podendo ser da ordem de nN, com um indentador usualmente fabricado em diamante, para medir a profundidade de penetração que pode ser da ordem de décimos de nanômetros. Com os dados obtidos pelo ensaio, pode-se,

posteriormente, estimar as propriedades mecânicas do material indentado, como, coeficiente de Poisson (ν), módulo de elasticidade (E), dureza (H), limite de escoamento e tenacidade à fratura. Dentre os métodos comumente utilizados na indentação instrumentada estão os métodos considerados empíricos, estes baseados na energia de indentação ou na análise das curvas carga-penetração e os considerados semi-empíricos, baseados em modelos numéricos e analíticos calibrados com resultados experimentais, como o Método de Elementos Finitos juntamente com redes neurais artificiais ou funções adimensionais [1-5]. Algumas novas abordagens como a aplicação de cadeias de Markov também tem se mostrado uma alternativa viável para a solução do problema [6].

Entre os métodos empíricos, a metodologia proposta por OLIVER e PHARR [7] é a mais relevante e foi consolidada em trabalhos posteriores como BOLSHAKOV e PHARR [8], PHARR e BOLSHAKOV [9], OLIVER e PHARR [10], KANNAN *et. al* [11] além das normas internacionais (ISO 14577-1). A principal hipótese do método proposto pelos autores se baseia na recuperação elástica plena do material após o descarregamento, e na medição indireta da área de contato indentador-amostra utilizando a profundidade de penetração do indentador na superfície do material aliada a uma função de área. Nesse caso, se desconsidera a deformação do material no perímetro de contato circundante ao indentador (*sink-in*, *pile-up*), por outro lado, os métodos de energia fundamentam-se nas relações do trabalho de indentação total e o trabalho de deformação plástica. O primeiro estudo a utilizar esta metodologia na indentação instrumentada é apresentado por STILWELL e TABOR [12]. Nesse trabalho, os autores estudaram a recuperação elástica de um indentador cônico de carbeto de tungstênio e de diferentes amostras metálicas utilizando o trabalho de deformação elástica de deformação correspondente ao descarregamento. Os resultados obtidos com essa metodologia ficaram próximos dos experimentais apresentados por DAVIS e HUNTER[13]. Embora os resultados obtidos desta forma sejam próximos dos experimentais alguns autores como CHANG *et. al*[14] propõem métodos para redução do efeito de formação de borda em ensaios de indentação instrumentada

GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] propõem dois procedimentos baseados nos métodos de trabalho de indentação total para correção dos efeitos do *sink-in* e *pile-up* na profundidade real de penetração e na área final de contato. Os resultados obtidos pelos autores utilizando tais procedimentos foram próximos dos experimentais para penetração produzida por um indentador Berkovich sobre um aço SAE 1070. MALZBENDER e WITH [16] fazem uma revisão dos métodos analíticos de indentação para determinação de propriedades mecânicas. Os autores discutem abordagens analíticas baseadas nas derivadas e integrais das curvas carga-profundidade e da energia dissipada no processo de indentação. O tema relevante da discussão recai na formulação empírica dos comportamentos elástico, elasto-plástico e plástico do material indentado utilizando as curvas de carregamento e funções de correção dos efeitos dos fenômenos de *pile-up* e *sink-in*. Os resultados obtidos para o módulo de elasticidade, tensão de escoamento e coeficiente de encruamento foram satisfatoriamente próximos aos obtidos experimentalmente e por simulação numérica utilizando o Método de Elementos Finitos (MEF).

A aplicação de procedimentos semi-empíricos na determinação de propriedades de materiais na indentação instrumentada tem ganhado destaque na última década em virtude de possibilitar a determinação de diversas propriedades mecânicas diferentes, tais como: módulo de elasticidade, dureza, tensão de escoamento, expoente de encruamento entre outras, em relação as metodologias empíricas utilizadas comumente para a determinação da dureza e módulo de elasticidade. Resultados recentes destes procedimentos são apresentados por LIU *et al.* [17] onde são discutidos os procedimentos empíricos da indentação instrumentada e os procedimentos que utilizam métodos numéricos para obtenção da curva carga-penetração e as propriedades mecânicas de módulo de elasticidade e dureza. Também, WANG *et al.* [18] mostram o fenômeno da indentação do ponto de vista da nanoescala por meio de uma discussão dos modelos numéricos utilizados para simular o processo entre eles estão a dinâmica molecular, método quase contínuo, dinâmica de deslocamentos discretos e o método de elementos finitos aplicado à plasticidade cristalina. Neste trabalho os autores mostram a calibração dos modelos de multiescala a partir de resultados experimentais para representar a evolução da microestrutura no processo de indentação, também, KANG *et al.* [4] determinam propriedades elasto-plásticas utilizando as curvas de carga e descarga de indentação obtidas em ensaios e utilizando o MEF juntamente com três métodos de otimização. Os resultados obtidos pelos autores foram precisos quando comparados aos valores experimentais de módulo de elasticidade, tensão de escoamento e coeficiente de encruamento.

Apesar das inúmeras propostas envolvendo procedimentos semi-empíricos, o tempo dispendido pela utilização e desenvolvimento destes modelos continua sendo elevado. Neste contexto, embora não se tenha visto citações em trabalhos, os procedimentos que utilizam métodos numéricos com o MEF demandam um custo computacional significativamente alto, dada a complexidade do problema que envolve a simulação do fenômeno da indentação. A calibração do modelo numérico com resultados experimentais pode levar vários dias entre as etapas de pré-processamento e processamento. Por outro lado, a utilização de abordagens empí-

ricas baseadas em energia de deformação durante o carregamento e descarregamento ou na análise das curvas carga-penetração tem-se mostrado promissores no que se refere ao menor tempo computacional e praticidade de aplicação.

Neste sentido, este trabalho apresenta uma revisão de diferentes métodos empíricos para análise de ensaios de indentação instrumentada, dentre eles o método de OLIVER e PHARR [7], o método de OLIVER e PHARR [7] modificado com a correção da profundidade de contato indentador-amostra aplicando o fator ϵ como uma função do coeficiente do ajuste de potência da curva de descarregamento [9], além de métodos que utilizam a energia de indentação da dureza. As metodologias de cálculo são aplicadas a ensaios em amostras de alumina, aço inoxidável austenítico 316L com precipitação de boretos de ferro-cromo. Apresentam-se a seguir os métodos de OLIVER e PHARR [7] e métodos de energia.

1.1 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

O desenvolvimento do trabalho será apresentado em três partes, a primeira seção explica os métodos para obtenção de dureza e módulo de elasticidade utilizando a metodologia de OLIVER e PHARR [7], a segunda seção explica os conceitos de trabalho de indentação e métodos que utilizam as energias de deformação calculadas a partir do EII para obtenção das propriedades elasto-plásticas da amostra [7, 9, 10, 14], por fim a terceira seção apresenta os materiais utilizados e detalhes do processo experimental de indentação instrumentada.

1.1.1 Método de Oliver e Pharr

Durante o ensaio os dados de carregamento e penetração são monitorados continuamente para a construção de curvas carga-deslocamento (Figura 1). Segundo o método de OLIVER e PHARR (O&P) [7], estas curvas são obtidas através do ajuste dos dados das funções características de carregamento e descarregamento definidas pela equação 1 e equação 2 respectivamente.

$$P_l = kh^\lambda \quad (1)$$

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

Na equação 1, k , h e λ são a constante de ajuste da curva de carregamento, a profundidade de penetração do indentador e o expoente de ajuste da função de potência respectivamente. Na equação 2, B , h_f e m são o coeficiente de ajuste da curva de descarregamento, a profundidade de penetração residual e o expoente de ajuste da função de potência.

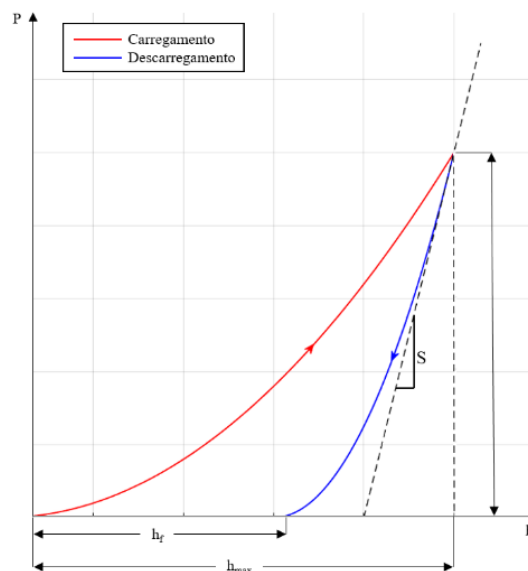


Figura 1: Curvas de carga-deslocamento

A rigidez de contato (S) é determinada empiricamente a partir do módulo reduzido (E_r) e da área de contato (A_c) através da equação 3.

$$S = \frac{2E_r}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_c} \quad (3)$$

Na equação 3 S corresponde à derivada da curva de descarregamento ajustada e avaliada no ponto deslocamento máximo (equação 4).

$$S = \left. \frac{dP_u}{dh} \right|_{h_{\max}} = mB(h - h_f)^{m-1} \quad (4)$$

A área de contato (A_c) é calculada através de uma função exclusivamente dependente da profundidade de penetração e é intrínseca à geometria do indentedor. Para um indentedor Berkovich de geometria perfeita, a função de área é $24,5h_c^2$. Essa função deve ser corrigida com um polinômio (equação 5) devido às imperfeições no indentedor causadas pelo processo de fabricação ou desgaste do mesmo [7].

$$A(h_c) = 24,5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{(1/2)} + \dots + C_nh_c^{(1/2^{(n-1)})} \quad (5)$$

O termo h_c pode ser obtido pela equação 6, onde ε é considerado um coeficiente constante de 0,75 [7].

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (6)$$

Contudo, o valor de ε obtido inicialmente por OLIVER e PHARR [7] pode assumir outros valores para o mesmo tipo de indentedor [9]. Nesse trabalho Bolshakov e Pharr relacionam o fator de correção do tipo de indentedor com o expoente m da função de potência da equação 2, conforme mostrado na equação 7. Esse ajuste proporciona valores mais precisos de ε e como consequência medições mais confiáveis das propriedades mecânicas.

No presente trabalho, o método de OLIVER e PHARR [7] com a profundidade de contato corrigida pela equação 7 será tratado como Método de Oliver e Pharr Modificado (O&PM).

$$\varepsilon = m \left(\frac{2\Gamma\left(\frac{m}{2(m-1)}\right)}{\sqrt{\pi}\Gamma\left(\frac{1}{2(1-m)}\right)} \right)^{(m-1)} \quad (7)$$

Uma vez determinado o módulo reduzido pela combinação das equações 3 e 4, e conhecidas as propriedades elásticas do indentedor, é possível, por fim, estimar o módulo de elasticidade do material indentedo pela solução da equação 8 da teoria de contato de Hertz.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (8)$$

Na equação 8, E_i e ν_i são o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson do indentedor, e E e ν são as mesmas propriedades referentes ao material. Para indentedores de diamante, o coeficiente de Poisson é de 0,07 e o módulo de elasticidade é 1140 GPa.

A dureza (H) é calculada pela equação 9 em função da carga máxima de penetração e da área de contato e é chamada de dureza instrumentada.

$$H = \frac{P_{\max}}{A_c} \quad (9)$$

1.1.2 Métodos de Energia

Dado que as curvas de carga-deslocamento representam uma força em função de um deslocamento, as integrais das equações 1 e 2 resultam, respectivamente, na medida do trabalho total (W_t) e o trabalho elástico (W_e) durante a penetração descritas nas equações 10 e 11.

$$W_t = \int_0^{h_{\max}} P_l dh \tag{10}$$

$$W_e = \int_{h_f}^{h_{\max}} P_u dh \tag{11}$$

Assim, a diferença entre W_t e W_e corresponde ao trabalho plástico (W_p) definido na equação 12 e apresentados na Figura 2. Alguns autores como STILWELL e TABOR [12] também sugerem que as propriedades mecânicas citadas podem ser calculadas utilizando estes parâmetros associados ao trabalho de indentação.

$$W_p = W_t - W_e \tag{12}$$

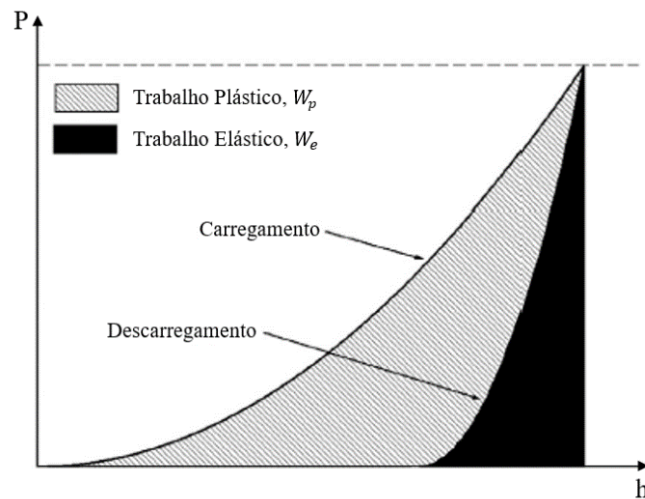


Figura 2: Trabalho de endentação (Fonte: adaptado de N'Jock *et al.* [20])

1.1.2.1 Stilwell e Tabor

STILWELL e TABOR [12] relacionaram o volume plástico (V_p) com o trabalho plástico de indentação de modo a calcular a dureza de materiais metálicos (equação 13 a equação 16).

$$W_t = \int_0^{h_{\max}} P_l dh = \int_0^{h_{\max}} p A_c dh = p V_t \tag{13}$$

$$W_e = \int_{h_f}^{h_{\max}} P_u dh = \int_{h_f}^{h_{\max}} p A_c dh = p V_e \tag{14}$$

$$W_p = W_t - W_e = H(V_t - V_e) \tag{15}$$

$$H = \frac{W_p}{V_p} \quad (16)$$

Onde V_e representa o volume indentado durante o descarregamento (volume elástico) e V_t representa o volume indentado durante o carregamento (volume total). Neste método a dureza H é definida pela equação 16.

1.1.2.2 Giannakopoulos e Suresh

Análises por meio de elementos finitos realizadas por GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] resultaram na equação 17 que relaciona a razão entre a penetração máxima e a residual com o módulo reduzido E_r e uma constante d , que para indentadores do tipo Vickers, assume o valor de 5 e 4,678, para Berkovich.

$$\frac{h_r}{h_{\max}} = 1 - d \frac{H}{E_r} \quad (17)$$

GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] utilizam um modelo de curva de carregamento e descarregamento com expoente definido igual a 2, desta maneira as expressões para o trabalho elástico (equação 7) e para o trabalho total (equação 8) são definidas pela equação 18 e equação 19.

$$W_t = \frac{P_{\max} h_{\max}}{3} \quad (18)$$

$$W_e = \frac{P_{\max} (h_{\max} - h_r)}{3} \quad (19)$$

Na equação 20 pode se observar a razão entre o trabalho elástico e trabalho total, este resultado também foi encontrado por STILWELL e TABOR [12] e depende apenas da razão entre profundidades de penetração, desta maneira a equação sugere que esta razão é válida tanto para indentadores esféricos quanto piramidais [15].

$$\frac{W_e}{W_t} = 1 - \frac{h_r}{h_{\max}} \quad (20)$$

A equação 20 pode agora ser combinada com a equação 17 na equação 21 para a obtenção das estimativas de dureza através do método de [15].

$$H = \frac{E_r}{d} \frac{W_e}{W_t} \quad (21)$$

1.1.2.3 Malzbender e With

O método de MALZBENDER e WITH [16] utiliza o expoente da curva de carregamento como um valor pré-determinado igual a 2, relacionando a carga de descarregamento com parâmetros geométricos do indentador e com as propriedades mecânicas do conjunto indentador-amostra. As considerações dos autores resultaram na equação 22 para a dureza.

$$H = \frac{2\beta E_r \left(\frac{W_e}{W_t} \right)}{2\pi t g(\alpha) - \varepsilon \pi t g(\alpha) \left(\frac{W_e}{W_t} \right)} \quad (22)$$

Nesta equação a variável β é um parâmetro intrínseco ao tipo de indentador utilizado, que pode variar entre 1 e 1,08 [10] e α é o ângulo efetivo do indentador.

1.1.2.4 Tuck

Tuck *et al.* [19] partem da definição de dureza utilizada por OLIVER e PHARR [7] para a determinação da dureza através do trabalho de indentação. Desta maneira, utilizando a equação 9, é possível encontrar uma expressão independente do volume indentado. Esta expressão pode ser observada na equação 23 e o trabalho total é calculado pela equação 24.

$$P = \frac{H}{\kappa} h^2 \quad (23)$$

$$W_t = \int_0^{h_{\max}} \frac{H}{\kappa} h^2 dh = \frac{Hh^3}{3\kappa} \therefore H = \frac{\kappa P^3}{9W_t^2} \quad (24)$$

Nos equacionamentos relacionados as equações 23 e 24, o valor κ é o inverso do coeficiente da função de área para um indentador ideal.

O método de TUCK *et al.* [19] aparenta oferecer uma boa alternativa para medições de dureza, dado que não requer correção da área de contato do indentador e não é afetado por *pile-up* ou *sink-in* como é o caso do método de OLIVER e PHARR [7]. Porém, para materiais cuja dureza excede 1 GPa os valores da dureza nominal desviam muito quando comparados com outros métodos [21]. Portanto, para a utilização deste método, KAUSHAL *et al.* [21] propõem um fator de correção (K_N) obtido pela análise de elementos finitos. A equação do fator de correção pode ser observada pela equação 25.

$$K_N = 4 - \exp\left(-1.5 \frac{h_r}{h_{\max}}\right) \quad (25)$$

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais utilizados

Os materiais ensaiados foram uma cerâmica técnica alumina (Al_2O_3) e o aço inoxidável austenítico 316L aditivado com boro. As amostras de alumina foram fabricadas por injeção a baixa pressão [22]. As amostras de aço inoxidável austenítico 316L foram obtidas por metalurgia do pó, e para estas foram estimadas as propriedades mecânicas da matriz austenítica e dos boretos de ferro-cromo precipitados [23]. Estes materiais foram escolhidos por possuírem características diferentes entre si especificamente o comportamento elasto-plástico, e também devido a suas propriedades mecânicas serem conhecidas podendo assim serem facilmente comparadas aos resultados obtidos neste trabalho.

2.2 Medições de dureza instrumentada

O equipamento utilizado foi um ultramicrodurometro instrumentado da Shimadzu, modelo DUH-211, com um indentador de diamante ($\nu_1 = 0,007$ e $E = 1140$ GPa) do tipo Berkovich. Em cada material foram realizadas 15 indentações no mínimo, que consistiram de um ciclo de carregamento, manutenção na carga máxima, descarregamento e manutenção na carga mínima (Figura 3). Os valores das cargas máximas foram de 500 mN, 200 mN e 50 mN para a alumina, matriz e boreto, respectivamente. Em cada ciclo de carregamento e descarregamento foram coletados 60 pontos com um intervalo de 0,1 s entre cada medição para a plotagem das curvas. Em cada etapa de manutenção a carga foi mantida constante por 60 s para reduzir efeitos de fluência do material e da oscilação térmica do equipamento.

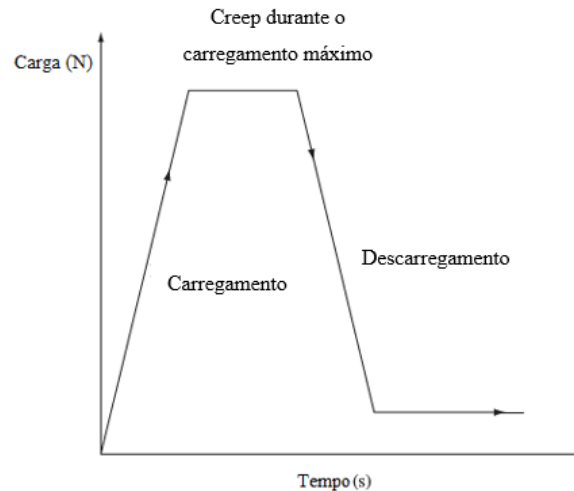


Figura 3: Diagrama de carregamento para indentação instrumentada

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para a validação do algoritmo, foram utilizados valores das propriedades mecânicas da alumina apresentados no trabalho de MILAK *et al.* [24], que estavam na faixa de valores entre 17,5 a 23,77 GPa. Segundo o autor esta diferença de dureza da alumina ocorre devido a variações no tamanho de grão do material. Na Tabela 1 estão apresentados os valores de dureza da alumina calculados segundo o Método de OLIVER e PHARR (O&P) [7] e também segundo o Método de Oliver e Pharr Modificado (O&PM).

Estes valores foram muito semelhantes devido ao fato de que os coeficientes de ajuste para deformação do indentador (ϵ) obtidos para as indentações nas amostras de alumina estarem entre os valores de 0,73 e 0,76, sendo muito similares ao coeficiente empírico de PHARR e BOLSHAKOV [4], que recomenda 0,75 para indentadores do tipo Berkovich.

Todos os valores da razão entre a penetração residual e a penetração máxima nas amostras de alumina foram maiores que 0,62 e inferiores a 0,7, significando a presença do fenômeno de sink-in segundo o critério de GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] e PHARR e BOLSHAKOV [8]. No presente trabalho não foram utilizados critérios de correção de área de contato indentador-amostra para o fenômeno de sink-in, assim é possível que as medidas de dureza sejam superiores as apresentadas na Tabela 1. Entretanto, devido a faixa de valores em que se encontram as razões entre h_f e h_{max} , possivelmente os efeitos de sink-in não foram representativos o suficiente para causarem grandes alterações nas medições de dureza [8], e deste modo, todos os valores calculados com os métodos de O&P e O&PM para a alumina se encontram dentro dos limites estipulados pela literatura [24].

O módulo de elasticidade para o Al_2O_3 foi calculado utilizando o valor do coeficiente de Poisson igual a 0,235 como sugerido por YOSHIMURA *et al.* [25], e resultou em um valor médio de 401,6 GPa, muito próximo aos valores de 393 GPa a 410 GPa [20, 21] encontrados na literatura. Diante disto considera-se que a área de contato, módulo reduzido e rigidez de contato tenham sido estimados corretamente pelo algoritmo proposto.

TUCK *et al.* [19] afirmam que para materiais com características mais dúcteis e que sofrem *pile-up* mais acentuados são obtidos resultados mais precisos utilizando-se os valores de trabalho total (W_t). No entanto os valores obtidos com cálculos baseados no trabalho plástico corrigido resultaram em boas medições de dureza para a matriz do aço 316L onde o fenômeno de *pile-up* foi observado. Neste trabalho, verifica-se que de modo geral os resultados obtidos pelo método de TUCK *et al.* [19] não apresentam valores condizentes com a literatura com exceção dos calculados com o trabalho total e corrigidos pelo fator K_N (equação 25).

Os valores de dureza para a alumina obtidos através dos métodos de energia propostos por STILWELL e TABOR [12] e MALZBENDER e WITH [16] apresentaram resultados satisfatórios, entretanto o método de GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] apresentou valores acima do esperado, isto pode estar relacionado ao fato da dependência do valor de correção (d) presente na equação 21, dado que o mesmo pode variar conforme o desgaste do indentador.

A análise dos dados calculados para o boreto escuro, mostrou que os valores de dureza eram mais dispersos em relação aos obtidos no ensaio da alumina para todas as metodologias aplicadas. Além disso, as

medições da dureza também foram relativamente superiores se comparadas com a literatura apresentada por SILVA [26]. Isto pode ser atribuído ao fato dos contornos de grão afetarem a deformação plástica do material e restringirem a penetração do indentador, o que acarretaria numa menor área de contato e maior dureza calculada.

Tal variação pode estar relacionada a irregularidade no tamanho das fases do boreto, tendo visto que algumas das marcas de penetração ficaram muito próximas da interface boreto-matriz, a uma distância menor que 2,5 vezes o tamanho da indentação. Este problema poderia ser corrigido realizando-se ensaios com cargas menores disponíveis em outros equipamentos que trabalhem em escalas nano (Figura 4).

Valores da razão de h_f e h_{max} calculados para o boreto ficaram entre 0,58 e 0,65, desta maneira GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] e PHARR e BOLSHAKOV [8] sugerem que os possíveis erros de cálculo da área de contato se devam ao fato da presença de sink-in durante a indentação.

Nos valores calculados para a dureza da fase matriz do aço inoxidável austenítico 316L utilizando-se os métodos de OLIVER e PHARR [7] e Oliver e Pharr Modificado, observa-se que ambos os métodos apresentam valores similares sendo compatíveis aos obtidos na literatura por GUBZICA *et al.* [27] e CHICOT *et al.* [28]. A razão de h_f/h_{max} variou entre valores de 0,82 a 0,97, o que evidencia a ocorrência de *pile-up*, porém a ocorrência deste fenômeno para um material endurecível por deformação plástica tal como este vai de encontro ao afirmado por FISCHER-CRIPPS [29], de forma que o fenômeno de sink-in seria muito mais plausível. No entanto, isto pode ser possível caso a carga máxima de penetração não seja suficiente para produzir o encruamento significativo, o que pode explicar os valores elevados calculados para a razão h_f/h_{max} .

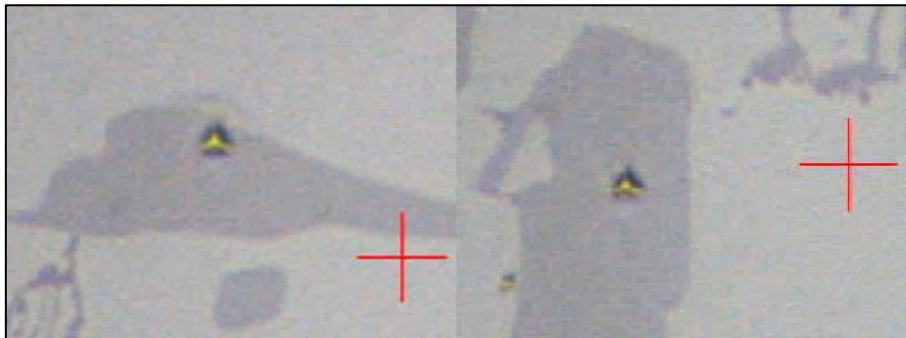


Figura 4: Indentação do boreto escuro próxima aos contornos de grão

Em relação ao módulo de elasticidade, a média obtida foi de 194,98 GPa para um coeficiente de Poisson de 0,28, este valor é bastante próximo aos 200 GPa citados por BALIJEPALLI [30], e o erro de 2,51% indica que as estimativas de área de contato, rigidez de contato e módulo reduzido são coerentes.

O método de TUCK *et al.* [19] estimou valores de dureza dentro da faixa de referência para a fase matriz, e todas as suas variações com trabalho plástico ou total apresentaram valores muito similares. As correções dos valores de dureza sugeridas por KAUSHAL *et al.* [21] para o método de TUCK *et al.* [19] não foram tão significativas e os valores não corrigidos calculados utilizando o método de trabalho plástico estão dentro da faixa apropriada.

O fato do trabalho plástico apresentar bons resultados apenas em um material onde a recuperação elástica é pequena, ou seja, onde $W_t \approx W_p$ levanta a hipótese de que possivelmente a utilização de W_p não seja necessária.

A dureza calculada para a matriz do aço inoxidável austenítico 316L com os demais métodos apresentaram resultados variados, para STILWELL e TABOR [12] os valores calculados foram próximos ao máximo. Entretanto os métodos de GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] e MALZBENDER e WITH [16] apresentaram valores respectivamente acima e abaixo das referências.

De modo geral, para o caso da metodologia de GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] nenhum dos valores calculados neste trabalho ficou dentro da faixa aceitável pela literatura. Isto pode estar relacionado a dependência do fator de correção (d), que para o indentador do tipo Berkovich é de 4,678, porém possivelmente este valor não seja o mesmo para o todos os indentadores devido a suas imperfeições e desgaste.

Tabela 1: Resultados de dureza para as metodologias abordadas

DUREZA DE INDENTAÇÃO, H (GPa)			
MODELO	ALUMINA ¹	BORETO DE FERRO-CROMO ²	AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO 316L (MATRIZ) ³
O&P	22,164 ± 0,362	25,605 ± 1,838	1,901 ± 0,105
O&PM	22,145 ± 0,284	26,648 ± 2,038	1,92 ± 0,106
Tuck _(wp)	37,209 ± 1,236	32,733 ± 5,558	1,617 ± 0,104
Tuck _(wp) corrigido	57,911 ± 2,020	52,227 ± 10,240	1,597 ± 0,132
Tuck _(wt)	12,557 ± 0,313	11,894 ± 1,245	1,420 ± 0,088
Tuck _(wt) corrigido	19,541 ± 0,455	18,918 ± 2,379	1,402 ± 0,106
Stilwell e Tabor	17,925 ± 0,376	22,700 ± 0,975	2,06 ± 0,108
Giannakopoulos e Suresh	27,141 ± 0,425	25,354 ± 1,896	2,379 ± 0,145
Malzbender e With	19,491 ± 0,615	16,316 ± 1,350	1,35 ± 0,080

4. CONCLUSÕES

Neste trabalho diversas metodologias para cálculos de dureza e módulo de elasticidade foram analisadas e seus resultados comparados com valores encontrados na literatura afim de se obter maior conhecimento sobre suas aplicabilidades e também suas fontes de erro.

Os cálculos executados nas metodologias de OLIVER e PHARR [7] e Oliver e Pharr Modificado provaram-se consistentes e os valores obtidos encontraram-se dentro de uma faixa aceitável para todos os materiais analisados segundo a literatura pesquisada, com exceção do boreto. Pode-se perceber também, que mesmo com premissa de ocorrência de sink-in, os métodos produziram estimativas coerentes na matriz do aço austenítico 316L e na alumina.

De maneira geral, os métodos de cálculo de dureza por trabalho de indentação (métodos de energia), produziram resultados muito dispersos, com grandes variações. Como foi o caso das metodologias de GIANNAKOPOULOS e SURESH [15] e MALZBENDER e WITH [16], onde os valores obtidos chegaram a ter uma diferença aproximada de até 9 GPa entre si, pode-se perceber isto nos resultados para o boreto escuro.

A metodologia de STILWELL e TABOR [12] apresentou resultados razoáveis nas medidas para a alumina (-24,59% a 2,43%) e levemente superiores as aceitáveis para a fase matriz do aço 316L (3% a 37,33%) bem como para o boreto (8,09% a 26,11%).

No caso dos resultados apresentados pelos cálculos da metodologia de TUCK *et al.* [19], os valores encontrados para as cerâmicas com a utilização do trabalho total e com o fator de correção foram aceitáveis (-21,64% a 11,66% para alumina e -9,91% a 5,11% para o boreto), e em faixas dentro do proposto pela literatura. Entretanto no caso da fase matriz do aço 316L a utilização do trabalho plástico resultou em valores melhores (-20,15% a 6,45%).

Uma dificuldade em comum encontrada em todos os métodos de energia foi a de separação da energia elástica devido a deformação do indentador, do trabalho de indentação calculado, de maneira que se essa separação fosse possível poderia se determinar quanto exatamente este fator influencia as estimativas de dureza realizadas

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] DAO, M., CHOLLACOP, N., VAN VLIET, K.J., *et al.*, “Computational modeling of the forward and reverse problems in instrumented sharp indentation,” *Acta Mater.*, v. 49, n. 19, pp. 3899-3918, Nov. 2001.
- [2] PULECIO, S.A.R., FARIAS, M.C.M., SOUZA, R.M. “Finite element and dimensional analysis algorithm for the prediction of mechanical properties of bulk materials and thin films,” *Surf. Coatings Technol.*, v. 205,

¹ Valor de Referência: 17,5 – 23,77 GPa [24]

² Valor de Referência: 18,00 – 21,00 GPa [26]

³ Valor de Referência: 1,40 – 2,00 GPa [23, 24]

n. 5, pp. 1386-1392, 2010.

- [3] PULECIO, S.A.R. “Modelamento do ensaio de indentação instrumentada usando elementos finitos e análise dimensional – Análise de unicidade , variações experimentais , Atrito e geometria e deformações do indentador,” Universidade de São Paulo, 2010.
- [4] KANG, J.J., BECKER, A.A., WEN, W., *et al.*, “Extracting elastic-plastic properties from experimental loading-unloading indentation curves using different optimization techniques,” *Int. J. Mech. Sci.*, v. 144, pp. 102-109, Aug. 2018.
- [5] PHAM, T.-H., PHAN, Q.-M., KIM, S.-E. “Identification of the plastic properties of structural steel using spherical indentation,” *Mater. Sci. Eng. A*, v. 711, pp. 44-61, Jan. 2018.
- [6] FERNANDEZ-ZELAIA, P., ROSHAN JOSEPH, V., KALIDINDI, S.R., *et al.*, “Estimating mechanical properties from spherical indentation using Bayesian approaches,” *Mater. Des.*, v. 147, pp. 92-105, Jun. 2018.
- [7] OLIVER, W.C., PHARR, G.M. “An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, v. 7, n. 6, pp. 1564-1583, 1992.
- [8] BOLSHAKOV, G.M.P.A. “Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques,” *J. Mater. Res.*, v. 133, n. 4, pp. 1049-1058, 1998.
- [9] PHARR, G.M., BOLSHAKOV, A. “Understanding nanoindentation unloading curves,” v. 17, n. 10, pp. 2660-2671, 2002.
- [10] OLIVER, W.C., PHARR, G.M. “Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,” *J. Mater. Res.*, v. 19, n. 01, pp. 3-20, Jan. 2004.
- [11] KANNAN, R., WANG, Y., NOURI, M., *et al.*, “Instrumented indentation study of bainite/martensite duplex microstructure,” *Mater. Sci. Eng. A*, v. 713, pp. 1-6, Jan. 2018.
- [12] STILLWELL, N.A., TABOR, D. “Elastic Recovery of Conical Indentations,” *Phys. Chem. Solids*, v. 78, n. 2, pp. 169-179, 1961.
- [13] DAVIS, C.D., HUNTER, S.C. “Arm. Res. and Devel. Estab. Report,” 1959.
- [14] CHANG, C., GARRIDO, M.A., RUIZ-HERVIAS, J., *et al.*, “On the possibility of reducing the pile-up effect on the Berkovich instrumented indentation tests,” *Int. J. Mech. Sci.*, v. 121, pp. 181-186, Feb. 2017.
- [15] GIANNAKOPOULOS, A.E., SURESH, S. “DETERMINATION OF ELASTOPLASTIC PROPERTIES BY INSTRUMENTED SHARP INDENTATION,” *Scr. Mater.*, v. 40, n. 10, pp. 1191-1198, 1999.
- [16] MALZBENDER, J., WITH, G. “Indentation load–displacement curve, plastic deformation, and energy,” *Mater. Res. Soc.*, v. 17, n. 2, pp. 502-511, 2002.
- [17] LIU, M., LIN, J., LU, C., *et al.*, “Progress in Indentation Study of Materials via Both Experimental and Numerical Methods,” *Crystals*, v. 7, n. 10, p. 258, 2017.
- [18] WANG, L., GANOR, M., ROKHLIN, S.I. “Inverse scaling functions in nanoindentation with sharp indenters: Determination of material properties,” *J. Mater. Res.*, v. 20, n. 04, pp. 987-1001, Apr. 2005.
- [19] TUCK, J.R., KORSUNSKY, A.M., BHAT, D.G., *et al.*, “Indentation hardness evaluation of cathodic arc deposited thin hard coatings,” *Surf. Coatings Technol.*, v. 139, pp. 63-74, 2001.
- [20] YETNA N’JOCK, M., ROUDET, F., IDRIS, M., *et al.*, “Work-of-indentation coupled to contact stiffness for calculating elastic modulus by instrumented indentation,” *Mech. Mater.*, v. 94, pp. 170-179, Mar. 2016.
- [21] JHA, K.K., SUKSAWANG, N., AGARWAL, A. “A new insight into the work-of-indentation approach used in the evaluation of material’s hardness from nanoindentation measurement with Berkovich indenter,” *Comput. Mater. Sci.*, v. 85, pp. 32-37, Apr. 2014.
- [22] DOTTA, A.L.B., COSTA, C.A., FARIAS, M.C.M. “Tribological behavior of alumina obtained by low-pressure injection molding using factorial design,” *Tribol. Int.*, v. 114, pp. 208-220, Oct. 2017.
- [23] PERUZZO, M., BEUX, T.D., ORDÓÑEZ, M.F.C., *et al.*, “High-temperature oxidation of sintered austenitic stainless steel containing boron or yttria,” *Corros. Sci.*, v. 129, pp. 26–37, Dec. 2017.
- [24] MILAK, P.C., MINATTO, F.D., NONI JR., A., *et al.*, “Wear performance of alumina-based ceramics - a review of the influence of microstructure on erosive wear,” *Cerâmica*, v. 61, n. 357, pp. 88-103, Mar. 2015.
- [25] YOSHIMURA, H.N., *et al.*, “Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza,” *Cerâmica*, v. 51, pp. 239-251, 2005.
- [26] CAMPOS-SILVA, I., *et al.*, “Growth kinetics and mechanical properties of boride layers formed at the

surface of the ASTM F-75 biomedical alloy,” *Surf. Coatings Technol.*, v. 237, pp. 402-414, Dec. 2013.

[27] GUBICZA, J., *et al.*, “Microstructure, phase composition and hardness evolution in 316L stainless steel processed by high-pressure torsion,” *Mater. Sci. Eng. A*, v. 657, pp. 215-223, Mar. 2016.

[28] CHICOT, D., PUCHI-CABRERA, E.S., DECOOPMAN, X., *et al.*, “Diamond-like carbon film deposited on nitrided 316L stainless steel substrate: A hardness depth-profile modeling,” *Diam. Relat. Mater.*, v. 20, n. 10, pp. 1344-1352, Nov. 2011.

[29] FISCHER-CRIPPS, A.C. *Nanoindentation*. New York, NY: Springer New York, 2002.

[30] BALIJEPALLI, S.K., DONNINI, R., KACIULIS, S., *et al.*, “Young’s Modulus Profile in Kolsterized AISI 316L Steel,” *Mater. Sci. Forum*, v. 762, pp. 183-188, Jul. 2013.

ORCID

Marcus Vinicius Libardi Pazini

<https://orcid.org/0000-0003-1813-2186>

María Cristina Moré Farias

<https://orcid.org/0000-0001-5910-6107>

Oscar Alfredo Garcia de Suarez

<https://orcid.org/0000-0001-5489-5004>

6. ANEXO I: LISTA DE SÍMBOLOS

A_c	Área de contato indentador-amostra
α	Ângulo efetivo do indentador
B	Coefficiente da curva de descarregamento
β	Constante do tipo de indentador
κ	Inverso da função de área
C	Coefficiente de calibração de área do indentador
d	Constante de indentadores Vickers
E	Módulo de elasticidade
E_i	Módulo de elasticidade do indentador
E_r	Módulo de elasticidade reduzido
ε	Constante de ajuste de penetração de contato
h	Penetração na amostra
h_c	Penetração de contato
h_f	Penetração residual
h_{max}	Penetração máxima
H	Dureza de indentação
k	Coefficiente da curva de carregamento
K_N	Coefficiente obtido por análise de elementos finitos
λ	Expoente da curva de carregamento
m	Expoente da curva de descarregamento
P	Carga no indentador
P_l	Carga durante o carregamento
P_u	Carga durante o descarregamento
P_{max}	Carga máxima
S	Rigidez de contato
ν	Coefficiente de Poisson da amostra
ν_i	Coefficiente de Poisson do indentador
V_e	Volume elástico
V_p	Volume plástico
V_t	Volume total
W_E	Trabalho elástico
W_p	Trabalho plástico
W_T	Trabalho total