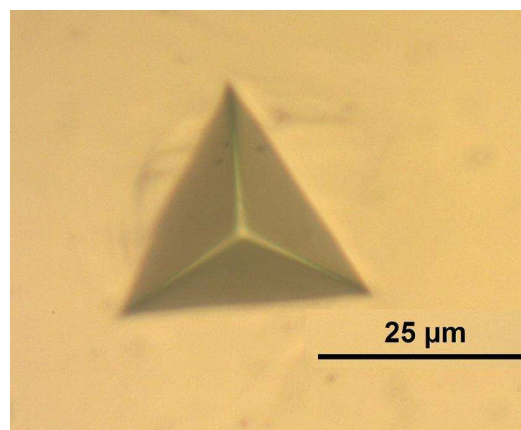


USO DE TÉCNICAS DE INDENTACIÓN PARA LA ESTIMACIÓN DE LAS PROPIEDADES A TRACCIÓN EN MATERIALES METÁLICOS



Alumno: Guido Beretta

Director: Dr. Mirco D. Chapetti



RINFI se desarrolla en forma conjunta entre el INTEMA y la Biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de Mar del Plata.

Tiene como objetivo recopilar, organizar, gestionar, difundir y preservar documentos digitales en Ingeniería, Ciencia y Tecnología de Materiales y Ciencias Afines.

A través del Acceso Abierto, se pretende aumentar la visibilidad y el impacto de los resultados de la investigación, asumiendo las políticas y cumpliendo con los protocolos y estándares internacionales para la interoperabilidad entre repositorios



Esta obra está bajo una [Licencia Creative Commons Atribución-
NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/).

Agradecimientos

Al Dr. Mirco Chapetti por su buena voluntad y predisposición, a los profesionales que forman o formaron parte de su equipo durante el periodo de realización del trabajo, entre ellos, Ignacio García; Dr. Gustavo Carr; Dr. Luciano Paolinelli; Ing. David Martelo; Mariano Kalafatovich; Ing. Sebastián Jaureguizar; Dr. Leandro Jaureguizar; Lic. Andrés Guerrero y Dra. Marcela Balbi, por haberme aceptado en su grupo de trabajo y apoyado incontables veces en este tiempo. Asimismo, al INTEMA y a todos los profesionales de esta institución que han contribuido, en mayor o menor medida, al desarrollo del trabajo.

Índice	Pag
Resumen	2
1 Introducción	3
1.1 Motivación y Alcance	4
1.2 Objetivos	4
2 Los ensayos de Indentación Instrumentados. Modelos	5
2.1 Modelo de Suresh y Giannakopoulos	7
2.2 Oliver y Pharr	10
3 Tareas Experimentales	11
3.1 Materiales Utilizados	11
3.2 Caracterización Mecánica	11
3.3 Ensayos de Indentación Instrumentada	12
3.4 Microscopía Óptica	13
3.5 Microscopía Electrónica (SEM)	14
3.6 Estudio Microestructural	14
4 Resultado y Discusión	19
4.1 Caracterización Mecánica	19
4.2 Microindentación Instrumentada	20
4.3 Implementación de los métodos de Oliver-Pharr y Suresh-Giannakopoulos. Análisis crítico.	21
4.4 Propuesta para la estimación del módulo elástico a partir de la etapa de descarga	24
4.5 Análisis de sensibilidad de la estimación del módulo E respecto a las variables de entrada.	25
4.6 Cálculo de la tensión de fluencia. Análisis crítico.	27
4.7 Propuestas para solucionar problemas asociados al cálculo del módulo y al planteo de la ecuación a resolver para el cálculo de la tensión de fluencia	29
4.8 Propuestas para el cálculo del coeficiente de endurecimiento " n ".	31
4.9 El parámetro h_{\max} y su influencia en las estimaciones. Propuesta.	31
4.10 Análisis de sensibilidad del modelo respecto a las variables de entrada al sistema de ecuaciones.	34
4.11 Propuesta para la estimación del área máxima de contacto. Estimaciones finales	36
5 Sistematización	41
6 Conclusión	43
Bibliografía	44

Resumen

La técnica de microindentación instrumentada despierta un gran interés debido a la posibilidad de estimar la curva de un ensayo de tracción de un material mediante un método sencillo y no destructivo. En el presente trabajo se analiza la aplicabilidad de distintos modelos de estimación, se pone a prueba la factibilidad de cada uno de ellos y finalmente se propone un método de estimación sistematizado mejorado. Para el estudio se utilizan cuatro aleaciones metálicas (acero SAE 1010, SAE 1045, SAE 4140 y Al 7075), que son, además, caracterizadas utilizando ensayos de tracción según norma ASTM E08.

Se realizan estudios y análisis críticos de dichos métodos y se logra evidenciar limitaciones importantes asociadas a las diferentes etapas del proceso de estimación. Se logran además identificar las variables críticas de cada uno de ellos y se proponen soluciones a los inconvenientes encontrados en la práctica. Como aporte final del trabajo se logra implementar un nuevo modelo, combinación de los analizados y con propuestas de mejoras en algunas de las etapas de estimación.

Se informan avances en la optimización de los análisis y cuantificaciones, y se detallan algunos aspectos que no resultan claros ni logran ser cuantificados con una certidumbre aceptable. Se proponen como aspectos importantes a estudiar, la cuantificación de los fenómenos de Pile-Up y Sink-In, y la influencia de tensiones residuales en todo el proceso de estimación.

Se busca consolidar un método confiable, con una incerteza conocida y factible de aplicación con fines, tanto de investigación como industriales. El método propuesto en este trabajo muestra claros avances en este sentido. Los módulos elásticos estimados mediante la metodología propuesta, con las mejoras propuestas, resultan confiables, con un error dentro de los parámetros aceptables por ser este un método inverso. Finalmente se proponen algunos aspectos que deberían formar parte de las bases para futuros trabajos.

1. Introducción

Desde hace muchos años, la técnica de indentación se ha estado utilizando ampliamente en la caracterización de materiales, principalmente para medir dureza. Entre sus principales ventajas se encuentran la simplicidad del ensayo, el mínimo costo, la escasa preparación de la superficie a indentar y el hecho de ser un ensayo prácticamente no destructivo [1,7]. Con el avance de la tecnología en el campo de la medición de variables experimentales, las cuales pueden ser medidas cada vez con mayor precisión, surgió la técnica de microindentación instrumentada. En ella se monitorean, a lo largo de todo el proceso, la carga y el desplazamiento de la punta y, con parámetros obtenidos de dicho ensayo, se pueden inferir otras propiedades mecánicas, más allá de la dureza [1,2,4,5]. Esta nueva técnica conserva aquellas ventajas del ensayo de indentación tradicional y suma otras muy interesantes, como es la posibilidad de estimar la curva de un ensayo de tracción de un material.

Una técnica no destructiva confiable para estimar las propiedades mecánicas de un material tendría una gran aceptación en el campo de la mecánica de materiales. Esto debido a que en la práctica, muchas veces, se necesitan conocer estas propiedades de distintos tipos de materiales, pero no se cuenta con la posibilidad de realizarles ensayos tradicionales, ya sea por la forma de la pieza, la falta de material suficiente o por la imposibilidad de practicarles un ensayo destructivo. Es por eso que para cubrir esta demanda creciente surgieron distintas técnicas de caracterización a escala nano- o micrométrica, entre ellas, la indentación instrumentada, la cual es utilizada para conocer las propiedades elásticas y plásticas de los materiales de una forma sencilla y no destructiva, que no requiere grandes trabajos en la preparación de la muestra y con gran precisión sobre la zona a ensayar [1,2,4,5].

Dicha posibilidad de conocer las propiedades mecánicas con un ensayo no destructivo, aplicable en muchos casos durante el servicio del material, hace de esta técnica un atractivo para muchos investigadores. Por ello, han surgido durante los últimos años distintos modelos con la intención de estimar las propiedades mecánicas, a través de un proceso inverso, con los datos proporcionados por un ensayo de microindentación instrumentada.

1.1 Motivación y alcance

El conocimiento y desarrollo de nano y microtecnologías para la caracterización mecánica de materiales redundan sin ninguna duda en importantes beneficios, ya que las mismas pueden ser utilizadas para numerosas aplicaciones en metales, semiconductores, cerámicos, vidrios, polímeros, biomateriales, sistemas materiales nano/micro-electromecánicos, materiales dentales, materiales piezoeléctricos, recubrimientos finos y sustratos de espesores delgados, films (metal/polímero), compuestos de matriz polimérica, metálica o cerámica, fármacos, etc [9]. Es por eso que posibles avances en este campo que hicieran de los métodos existentes, modelos certeros de predicción de propiedades mecánicas, se verían reflejados tanto en la industria como en el campo de la investigación

1.2 Objetivos

El objetivo del presente trabajo final es conocer algunos de los modelos capaces de predecir las propiedades mecánicas de los materiales a partir de un ensayo de microindentación, poner a prueba su factibilidad, describir tanto sus defectos como sus virtudes y proponer posibles mejoras. De esta manera se busca consolidar un método confiable, con una incerteza conocida y factible de aplicación con fines tanto de investigación como industriales.

2. Los ensayos de Indentación Instrumentados. Modelos.

Durante el ensayo correspondiente a esta técnica de indentación instrumentada, un indentador rígido penetra perpendicularmente la superficie del sólido [1,2,4,5,6,10]. Empleando instrumentos de alta resolución, se monitorean continuamente la carga (P) y el desplazamiento (h) del indentador, tanto en la carga como en la descarga. Una vez obtenida la curva (P vs. h), mediante procesos inversos, se pueden inferir propiedades mecánicas de los materiales. En este caso se pone énfasis en la determinación del módulo elástico, la tensión de fluencia y el coeficiente de endurecimiento por deformación correspondientes a aleaciones metálicas, de tal manera de inferir la curva carga-deformación completa de un ensayo de tracción del metal estudiado.

El proceso de indentación es no-lineal, e involucra comportamientos elastoplásticos, grandes deformaciones y rotaciones, y condiciones de contacto variables, lo que impide la utilización de métodos simples para determinar soluciones analíticas que permitan describir el proceso.

La Figura 1 muestra una curva típica del ensayo de indentación instrumentado, donde la carga aplicada es graficada en función del desplazamiento experimentado por el indentador [2,4]. De las distintas partes de esta curva se pueden obtener parámetros que permiten inferir algunas propiedades del material. Esto se logra gracias a una serie de ecuaciones y procedimientos de cálculo que tienen en cuenta implícitamente los fenómenos asociados al proceso de indentación (deformaciones elásticas y plásticas, endurecimientos por deformación, procesos viscosos, etc.).

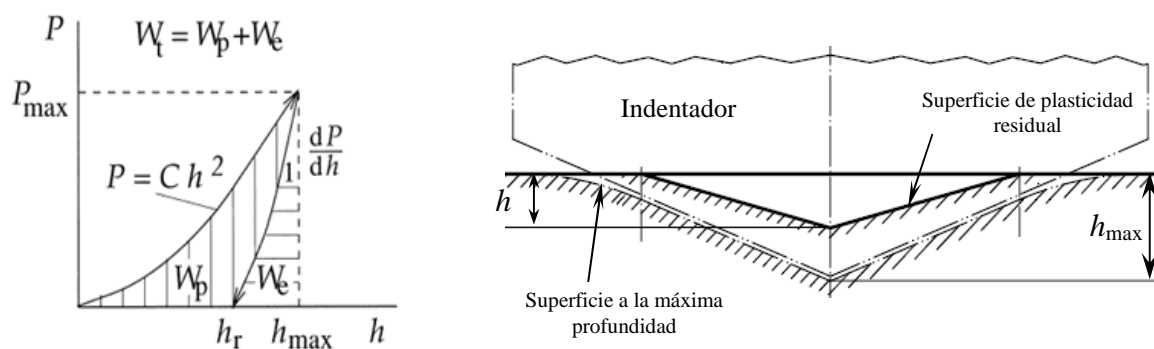


Figura 1. Izquierda. Gráfico de P vs. h asociado a un ensayo típico de indentación instrumentado. Derecha. Esquema del proceso de indentación.

En este trabajo se analizarán materiales metálicos con distintos comportamientos elastoplásticos, utilizando métodos que permiten estimar módulos elásticos, tensiones de fluencia y factores de sensibilidad a la presión.

Luego de una extensa revisión bibliográfica se detectaron tres modelos para la estimación, mediante análisis inversos utilizando indentación instrumentada, de las propiedades a la tracción de metales. Estos fueron propuestos por Quy-Le [3], Oliver y Pharr [1,2] y Suresh y Giannakopoulos [5,6].

A su vez, se pueden distinguir los distintos métodos por el tipo de indentador que utilizan. Mientras que el modelo de Quy-Le se basa en la implementación de indentadores cónicos, el propuesto por Suresh y Giannakopoulos lo hace principalmente en indentadores piramidales. Por su parte, Oliver y Pharr han trabajado tanto con indentadores piramidales como esféricos.

Todo proceso de indentación produce en la muestra un campo complejo de deformación, cualquiera sea el indentador utilizado. Sin embargo, las diferencias entre los distintos tipos de indentadores surgen, justamente, en el campo de deformación provocado. Los indentadores agudos, como son los piramidales o los cónicos, son utilizados cuando se requiere producir grandes deformaciones en la muestra [1]. Como ejemplo, cuando se busca medir propiedades a la fractura, se prefiere la utilización de indentadores cónicos, ya que con pequeñas cargas se logran grandes deformaciones y se induce la falla [1,2]. Sin embargo, su utilización no siempre es elegida, ya que conllevan un error asociado a la fricción con el material mayor a los indentadores piramidales [1].

Por su parte, cuando los indentadores esféricos son utilizados, el tipo de deformación cambia rápidamente a medida que el indentador penetra [1]. Por esta razón, en principio, serían los indicados para lograr estimar la curva completa de tracción con un solo ensayo. Sin embargo, la profundidad a la cual el comportamiento puramente plástico es logrado disminuye directamente con el radio de la esfera. Esta es la razón por la cual, a escala nano o micrométrica suele elegirse la utilización de indentadores agudos como lo son la punta Vickers o Berkovich.

En el presente trabajo se decidió trabajar con los modelos de Oliver y Pharr y de Suresh, por trabajar estos con puntas agudas y por la existencia de modelos

complementarios propuestos por los mismos autores que permiten, por ejemplo, estimar tensiones residuales [2,5,6,7].

2.1. Modelo de Suresh y Giannakopoulos

El modelo de Suresh y Giannakopoulos aproxima la curva obtenida de un ensayo de tracción con las siguientes ecuaciones [5,9,10]:

$$\sigma = \varepsilon E \quad \text{para} \quad \varepsilon \leq \frac{\sigma_y}{E} \quad (\text{zona elástica}) \quad (1)$$

$$\sigma = \varepsilon^n K \quad \text{para} \quad \varepsilon \geq \frac{\sigma_y}{E} \quad (\text{zona plástica}) \quad \text{con} \quad K = \sigma_y \left(\frac{E}{\sigma_y} \right)^n \quad (2)$$

Siendo σ la tensión, σ_y la tensión de fluencia, ε la deformación, n el coeficiente de endurecimiento por deformación y E el módulo elástico.

Mediante un proceso inverso, basado en análisis energéticos de un ensayo de microindentación, Suresh obtiene ecuaciones simples que permiten estimar la curva de tracción. La clave del modelo radica en un buen cálculo del área de contacto del indentador con el material.

Para lograr esto se pone especial énfasis en cuatro valores de enorme importancia utilizados para la resolución de los procesos inversos. Estos son: la carga máxima (P_{max}), el desplazamiento máximo (h_{max}), la rigidez elástica de la descarga dP/dh , definida como la derivada de la curva de descarga a carga máxima, y el desplazamiento final (h_r). La exactitud de los parámetros calculados posteriormente depende esencialmente de la buena medida experimental de estos cuatro valores.

De la Figura 1 puede observarse que la curva de carga se aproxima con la siguiente relación [4,5]:

$$P = Ch^2 \quad (3)$$

Donde C es una constante obtenida del ajuste, h es la profundidad de la indentación y P la carga.

Con la relación entre la profundidad máxima (h_{max}) y la profundidad final (h_r) se puede obtener un parámetro S , el cual sirve para calcular el área máxima de contacto y otros parámetros [4,5]. Dicho parámetro se calcula con la siguiente ecuación:

$$S = (1 - \frac{h_r}{h_{max}}) / d^* \quad (4)$$

Siendo d^* una constante propia del método.

Como se mencionó anteriormente, este parámetro se utiliza para calcular el área máxima de indentación mediante la siguiente ecuación [4]:

$$\frac{A_{max}}{h_{max}^2} = 9.96 - 12.64(1 - S) + 105.42(1 - S)^2 - 229.57(1 - S)^3 + 157.67(1 - S)^4 \quad (5)$$

Surge aquí un nuevo parámetro, llamado módulo elástico reducido (E_r), el cual representa una especie de módulo elástico del conjunto indentador-muestra y se calcula como [4]:

$$E_r = \frac{P_{av}}{S} \quad (6)$$

Donde P_{av} se calcula como:

$$P_{av} = \frac{P_{max}}{A_{max}} \quad (7)$$

Siendo P_{max} la carga máxima alcanzada durante el ensayo y A_{max} el área máxima de contacto.

Si bien se deduce de la ecuación (3) que el valor de P_{av} no varía durante toda la carga, se toma como parámetro la presión promedio a máxima carga ya que esto

no es estrictamente cierto, especialmente en el inicio de la curva donde dominan los mecanismos elásticos.

Con estos cálculos se puede estimar el módulo de elástico del material estudiado a partir de la expresión siguiente (8), conociendo el módulo elástico (E_{in}) y el coeficiente de Poisson del indentador (ν_{in}) y suponiendo, para los metales, un coeficiente de Poisson (ν) de 0,3 [1,2,4]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_{in}^2}{E_{in}} \quad (8)$$

De las siguientes ecuaciones se pueden obtener la tensión de fluencia (σ_f) y la tensión correspondiente al 29% de deformación ($\sigma_{0.29}$):

$$C = \frac{P}{h^2} = M_1 \sigma_{0.29} \left[1 + \frac{\sigma_y}{\sigma_{0.29}} \right] \left[M_2 + \ln \left(\frac{E_r}{\sigma_y} \right) \right] \quad (9)$$

$$\frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{0.29 E_r} = 1 - 0.142 \frac{h_r}{h_{max}} - 0.957 \left(\frac{h_r}{h_{max}} \right)^2 \quad (10)$$

Finalmente, se puede calcular el coeficiente de endurecimiento por deformación, a partir de la expresión (11) [4]:

$$n = \ln (\sigma_{0.29} - \ln \sigma_y) / 5 \quad (11)$$

Con los valores de E , σ_f y n pueden entonces definirse las ecuaciones (1) y (2) para el material estudiado.

Se puede observar una fuerte dependencia del modelo con el valor final del desplazamiento (h_r), es decir, en la curva de descarga, la profundidad correspondiente a carga nula. Esto se ve reflejado tanto para el cálculo inicial del parámetro S , en la ecuación (4), como para el cálculo de las tensiones en la ecuación (10).

2.2. Oliver y Pharr

En el modelo de Oliver y Pharr, a fin de obtener el valor del módulo elástico del material indentado, la curva de descarga es aproximada con la siguiente función [1,2]:

$$P = \alpha \cdot (h - h_r)^m \quad (12)$$

Donde α y m son constantes obtenidas del ajuste y h_r es el valor de la profundidad final del ensayo.

Derivando la expresión (12) en el inicio de la descarga, es decir, a máximo desplazamiento, se obtiene el parámetro dP/dh . Luego, los autores proponen la relación mostrada a continuación [1,2]:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \cdot \frac{dP/dh}{\sqrt{A_{\max}}} \quad (13)$$

Donde E_r es nuevamente el módulo elástico reducido, β es una constante propia de la geometría del indentador y A_{\max} es la proyección del área transversal del indentador a máximo desplazamiento, restándose componentes elásticas de hundimiento de la superficie, lo cual se detallará más adelante. La siguiente relación muestra lo anteriormente indicado [1]:

$$A_{\max} = A \cdot \left(h_{\max} - \varepsilon \cdot \frac{P_{\max}}{dP/dh} \right)^2 \quad (14)$$

Donde A y ε son constantes que dependen de la geometría del indentador.

Una vez calculado E_r , se obtiene el módulo elástico del material indentado a partir de la expresión (8), la cual coincide para ambos autores.

Nuevamente, todo el modelo depende fuertemente del valor final del ensayo, pequeños errores en este valor llevan a grandes cambios en los valores resultantes de las constantes α y m de la ecuación (12).

3. Tareas Experimentales

3.1. Materiales utilizados.

Se utilizaron cuatro aleaciones metálicas estructurales; tres aceros, SAE 1010, SAE 1045 y SAE 4140, y una aleación de aluminio: Al 7075. La Tabla 1 muestra las propiedades características de estas aleaciones [11].

Tabla 1. Propiedades características de las aleaciones utilizadas [11]

Aleación	Composición química (% en peso)							Propiedades mecánicas		
	C	Mn	Si	S	P	Cr	Mo	Tensión de fluencia (MPa)	Resistencia (MPa)	Módulo Elástico (MPa)
SAE 1010	0.10	0.45	0.10	0.05	0.04	-	-	290	390	210000
SAE 1045	0.45	0.75	0.20	0.06	0.04	-	-	410	670	210000
SAE 4140	0.40	0.85	0.30	0.04	0.035	1.0	0.20	680	1030	210000
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Otros			
Al 7075	0.40	0.05	2.00	0.3	2.9	6.1	0.6	390	490	72000

Los cuatro materiales utilizados fueron adquiridos en forma de cilindros de $\frac{3}{4}$ de pulgada de diámetro y 1 metro de longitud. En la industria, comúnmente, el método de producción de estas piezas es el trefilado, por lo que es importante estudiar la microestructura que resulta luego de todo el proceso.

3.2. Caracterización Mecánica

Los cuatro materiales utilizados fueron caracterizados experimentalmente mediante ensayos de tracción realizados según norma ASTM E08-04 [14]. Todas las probetas ensayadas, cilíndricas con un diámetro de $\frac{1}{2}$ ", fueron mecanizadas a partir de los redondos de $\frac{3}{4}$ ".

Los ensayos fueron realizados en la máquina de ensayos universales Mohr de 40 toneladas de capacidad. La carga se midió con la celda de carga propia de la máquina y la deformación se obtuvo a partir de la utilización de un clip-gauge.

Ambas señales fueron adquiridas mediante una placa de adquisición de datos con conversor analógico-digital Hewlett-Packard HP 75000 Series 8.

3.3. Ensayos de Indentación Instrumentada

Se prepararon probetas pulidas a espejo con un diámetro de $\frac{3}{4}$ de pulgada y un espesor de 1cm, asegurándose un ángulo perpendicular entre la superficie y el eje del indentador. Esto se logró luego de utilizar una batería de lijas al agua, finalizando el proceso puliendo con pasta de alúmina. El objetivo fue obtener una superficie con imperfecciones menores al diámetro de la indentación. Todo el proceso fue realizado según recomendaciones en la norma ISO 14577 [13].

Para los ensayos de indentación instrumentada se utilizó el equipo Triboindenter de Hysitron Inc. con un indentador Berkovich de diamante. La geometría de la punta es piramidal con un ángulo entre la línea central y las caras de 65.3° y las propiedades del diamante involucradas en el proceso de indentación se ven a continuación en la tabla 2.

Tabla 2. Propiedades mecánicas del diamante.

Propiedades	E (GPa)	ν
Diamante	1141	0,07

Durante el desarrollo del trabajo se realizaron dos set de ensayos de microindentación. En el primero de ellos, las indentaciones fueron realizadas en cinco zonas distintas de la probeta, a lo largo del diámetro, y en cada zona se realizaron cuatro indentaciones con distintas cargas. En el caso del aluminio las cargas utilizadas fueron 100, 300, 500 y 700 mN, mientras que para los aceros se utilizaron 200, 550, 900 y 1250 mN. En todos los casos se respetó la distancia mínima entre indentaciones recomendada, tanto en la bibliografía (20 veces la profundidad máxima de penetración, [1,2]) como la reglada por la norma ISO 14577 (7 veces el diámetro del indentador) [13].

Los resultados (que se informan más adelante) mostraron la necesidad de un mínimo de carga para el cálculo confiable de algunos de los parámetros. Este

resultado concuerda con lo obtenido por otros autores, que indican que la carga máxima aplicada debe superar cierto valor dependiendo de las aleaciones [1,4].

El segundo ensayo se llevo a cabo con grupos de cuatro indentaciones en tres zonas distintas de la probeta, esta vez con dos cargas distintas. Para el aluminio dichas cargas fueron 700 mN y 900 mN, mientras que para los aceros, 900 mN y 1250 mN.

3.4 Microscopía Óptica

Una vez ensayadas, las probetas fueron observadas mediante microscopía óptica en la zona de las improntas. De esta manera se buscó encontrar posibles irregularidades en cada indentación que pudieran modificar el normal comportamiento del material. A su vez, se pudo evidenciar que se cumple lo regido por la norma ISO 14577 y lo reportado en bibliografía sobre las distancias mínimas recomendadas entre indentaciones. La figura 2 muestra dos imágenes tomadas por esta técnica correspondiente al acero SAE 4140.

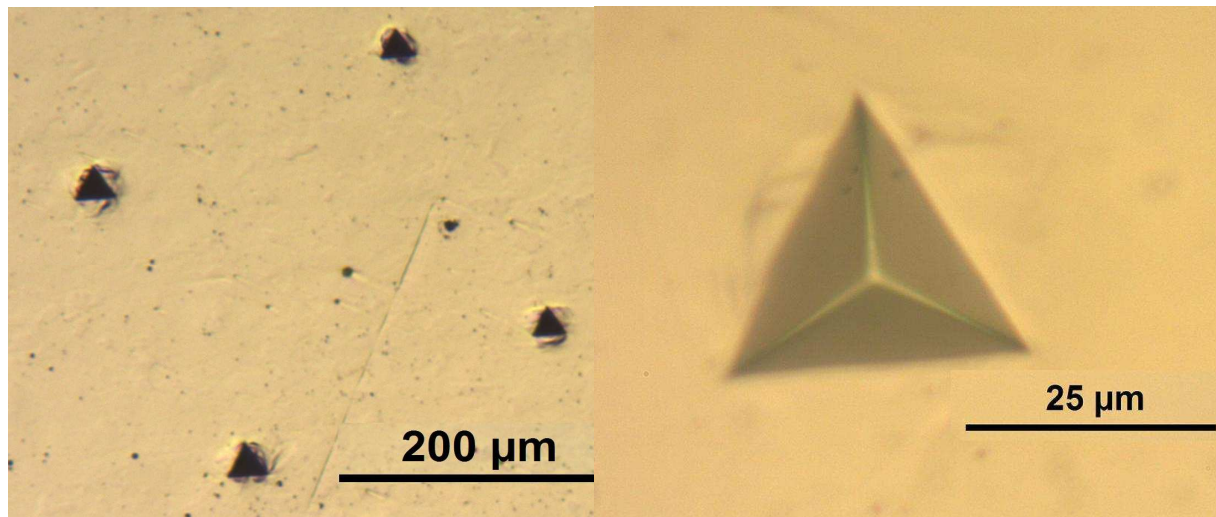


Figura 2. Izquierda. Set de indentaciones en acero SAE 4140, 50X. Derecha. Indentación en Acero SAE 4140. 500X. Microscopía óptica

3.5 Microscopía Electrónica (SEM)

Con el fin de obtener una imagen más detallada del área de la indentación se utilizó el microscopio electrónico de barrido Jeol JSM-6390, con cabezal anexo para análisis de EDAX. El potencial eléctrico utilizado fue de 15 kV. Se buscó, nuevamente, la presencia de irregularidades e indicios de algún fenómeno de deformación plástica que pudiera afectar la medición de la profundidad real del ensayo. Los principales fenómenos consecuencia de los procesos de deformación plástica son conocidos como Pile-Up y Sink-In y serán explicados más adelante.

La figura 3 muestra dos imágenes tomadas mediante SEM correspondientes al acero SAE 1045.

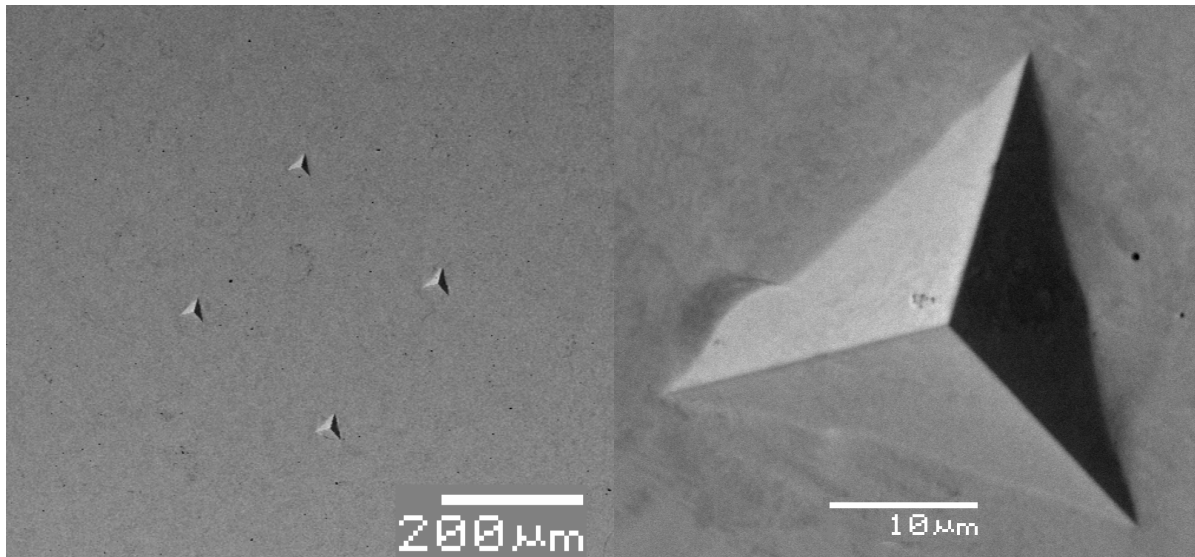


Figura 3. Izquierda. Set de indentaciones en acero SAE 1045. 60X. Derecha. Indentación en Acero SAE 1045. 2000X. Microscopía Electrónica.

3.6 Estudio Microestructural

Luego de haber sido ensayadas, las muestras se atacaron con Nital de manera de revelar la microestructura en la zona de la indentación. Se tomaron fotos mediante microscopía óptica y se analizaron, comparando las dimensiones de la microestructura con el diámetro de la impronta.

Esto fue motivado, principalmente, por la deformación heterogénea encontrada en algunas de las indentaciones, tanto en acero SAE 1010 como en acero SAE 1045. La figura 4 muestra una imagen de una indentación en acero SAE 1010, que ejemplifica esto último.

Previo a comenzar a describir la microestructura de los aceros, vale la pena aclarar que las propiedades mecánicas de los microconstituyentes habitualmente encontrados son muy distintas. Es muy importante, entonces, saber si la indentación se realizó sobre uno sólo o sobre varios de los granos presentes. En un caso ideal, la indentación debería realizarse sobre todos los microcomponentes, de manera de obtener una muestra representativa de las propiedades de todo el material como conjunto.

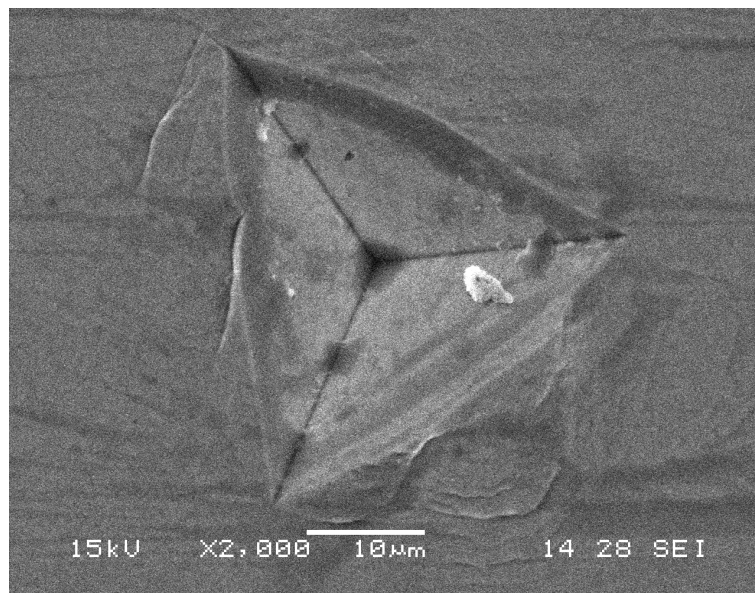


Figura 4. Acero SAE 1010. Carga 1250 mN. Imagen tomada mediante Microscopía Electrónica de Barrido

La figura 5 muestra la microestructura del acero SAE 1010 en la zona de las indentaciones.

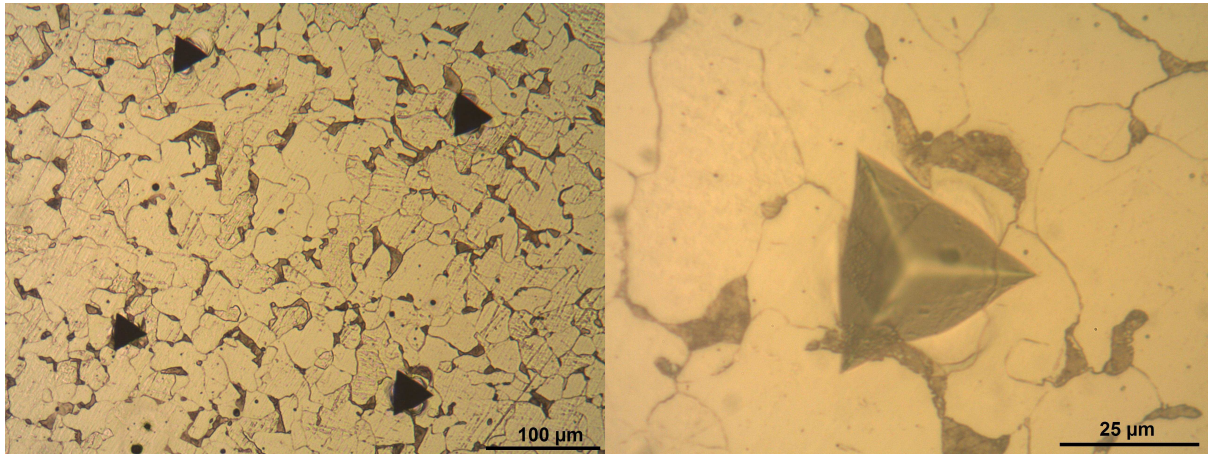


Figura 5. Izquierda Acero SAE 1010. 100X. Derecha Acero SAE 1010. 500X

Se observa una microestructura mayormente ferrítica (color claro en la figura 5), con algunos granos de perlita (color oscuro), lo cual es esperable por el tipo de acero. La fase ferrítica consiste en una solución sólida de carbono en hierro alfa, cuya solubilidad a temperatura ambiente es del orden de 0,008% de carbono, por lo que es considerada como hierro puro [12]. Es la fase más blanda y dúctil de los aceros y cristaliza en la red cúbica centrada en el cuerpo.

Por el otro lado, la perlita es un microconstituyente formado por dos fases, ferrita y cementita [12]. Esta última es un carburo de hierro de fórmula Fe_3C y es sumamente dura y frágil. En la perlita, ambas fases se alternan en capas, quedando proporciones del 88 % de ferrita y 12 % de cementita, y un contenido global de carbono del 0,8%, lo que le confiere propiedades muy distintas a las de la fase ferrítica sola.

La siguiente figura 6 muestra la superficie del acero SAE 1045 en la zona de la indentación, después del proceso de revelado de la microestructura. Puede observarse la microestructura en la que vuelven a encontrarse los mismos microcomponentes que en el acero SAE 1010 pero en distintas proporciones. Se nota claramente un incremento en el porcentaje de perlita, lo cual es consecuencia directa del aumento en el contenido de carbono.

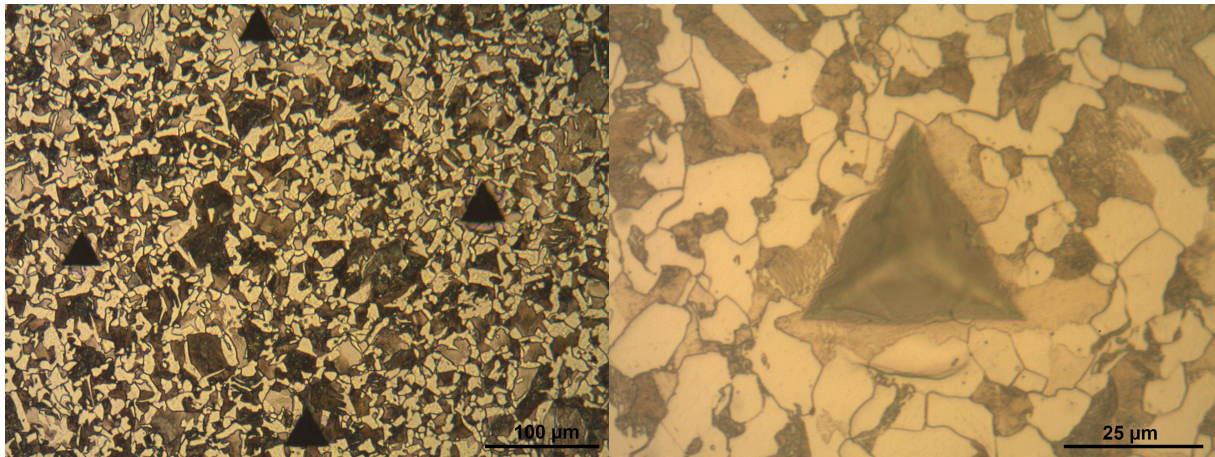


Figura 6. Izquierda. Acero SAE 1045. 100X. Derecha. Acero SAE 1045. 500X

Por último, en la figura 7 se muestra el acero SAE 4140. Se identificó a la microestructura de este acero como una combinación de ferrita y martensita [12]. La fase martensítica no es termodinámicamente estable, por lo que se encuentra en aceros templados. La misma es una solución sólida sobresaturada de carbono en ferrita que resulta dura y frágil [12].

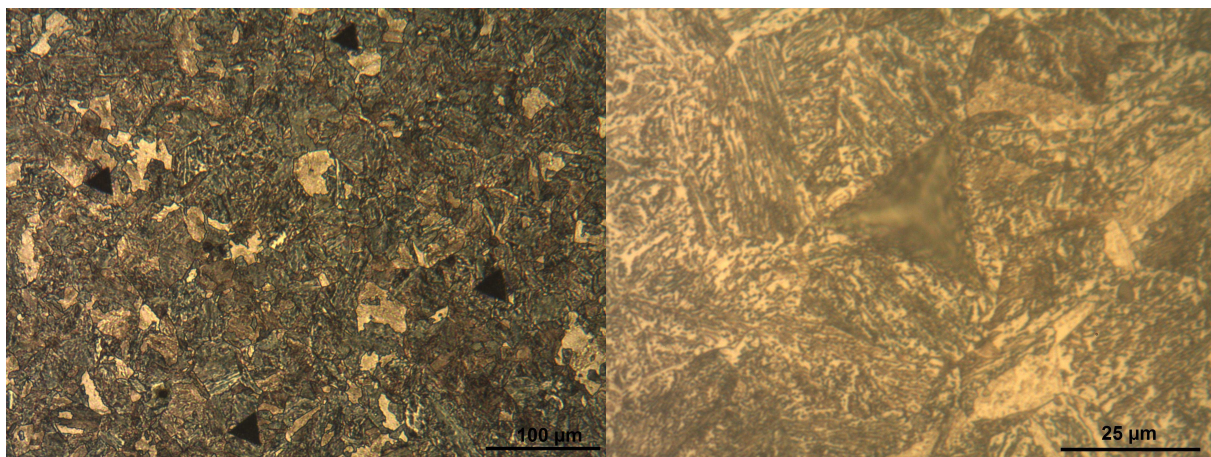


Figura 7. Izquierda. Acero SAE 4140. 100X. Derecha. Acero SAE 4140. 500X.

En las tres figuras vistas, correspondientes a los tres aceros estudiados, se puede ver que la indentación no siempre se realizó sobre una zona representativa del material. En el primer caso, el acero SAE 1010 posee granos de perlita muy dispersos, por lo que la deformación provocada por una indentación sobre un grano de perlita y otro de ferrita, difícilmente resulte homogénea (figuras 4 y 5). Un análisis

similar se puede hacer sobre dos indentaciones distintas sobre el mismo acero. La deformación en cada una de ellas dependerá fuertemente de la porción de cada microconstituyente sobre la que se apoye cada indentación.

Para el acero SAE 1045, las fotografías de la figura 6 muestran una indentación sobre distintos microcomponentes, los cuales tienen dimensiones del orden de la indentación, pero, en proporciones más equilibradas. Esto se vio reflejado en la deformación observada en cada indentación, ya que solamente algunas tuvieron un comportamiento anómalo. A su vez, el hecho de que estuvieran las proporciones más equilibradas, y que la indentación abarca un número importante de entidades microestructurales, invita a pensar que las indentaciones son adecuadas.

Por último, en el caso del acero SAE 4140 se ve una microestructura pequeña comparada con la indentación, por lo que se puede esperar que las indentaciones resulten representativas de las propiedades macroscópicas del material.

4. Resultados y Discusión

4.1. Caracterización mecánica.

La Figura 8 muestra un gráfico de tensión (σ) en función de la deformación (ϵ) con los resultados experimentales correspondientes a las cuatro aleaciones.

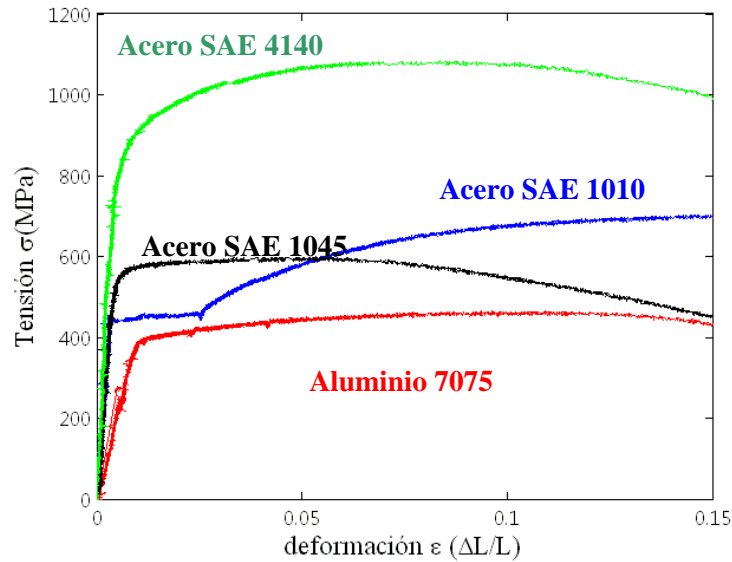


Figura 8. Ensayos de tracción

Del ensayo de tracción se extrajeron las tensiones de fluencia (σ_y), la deformación de rotura (ϵ_f) y el coeficiente de endurecimiento por deformación (n). En el caso del módulo elástico (E), se utiliza el reportado en bibliografía. Todos los cálculos fueron realizados bajo norma ASTM E08-04 [14]. La tabla 3 muestra los resultados obtenidos.

Tabla 3. Propiedades mecánicas de las distintas aleaciones.

Aleación	E (GPa)	ϵ_f	σ_y (MPa)	n
SAE 1010	210	0,27	430	0,12
SAE 1045	210	0,18	480	0,07
SAE 4140	210	0,21	770	0,13
Al 7075	72	0,15	360	0,06

4.2. Microindentación Instrumentada

Luego de realizarse los ensayos de Microindentación Instrumentada, se obtuvieron las siguientes curvas para carga máxima en cada material. Las mismas se observan en la figura 9.

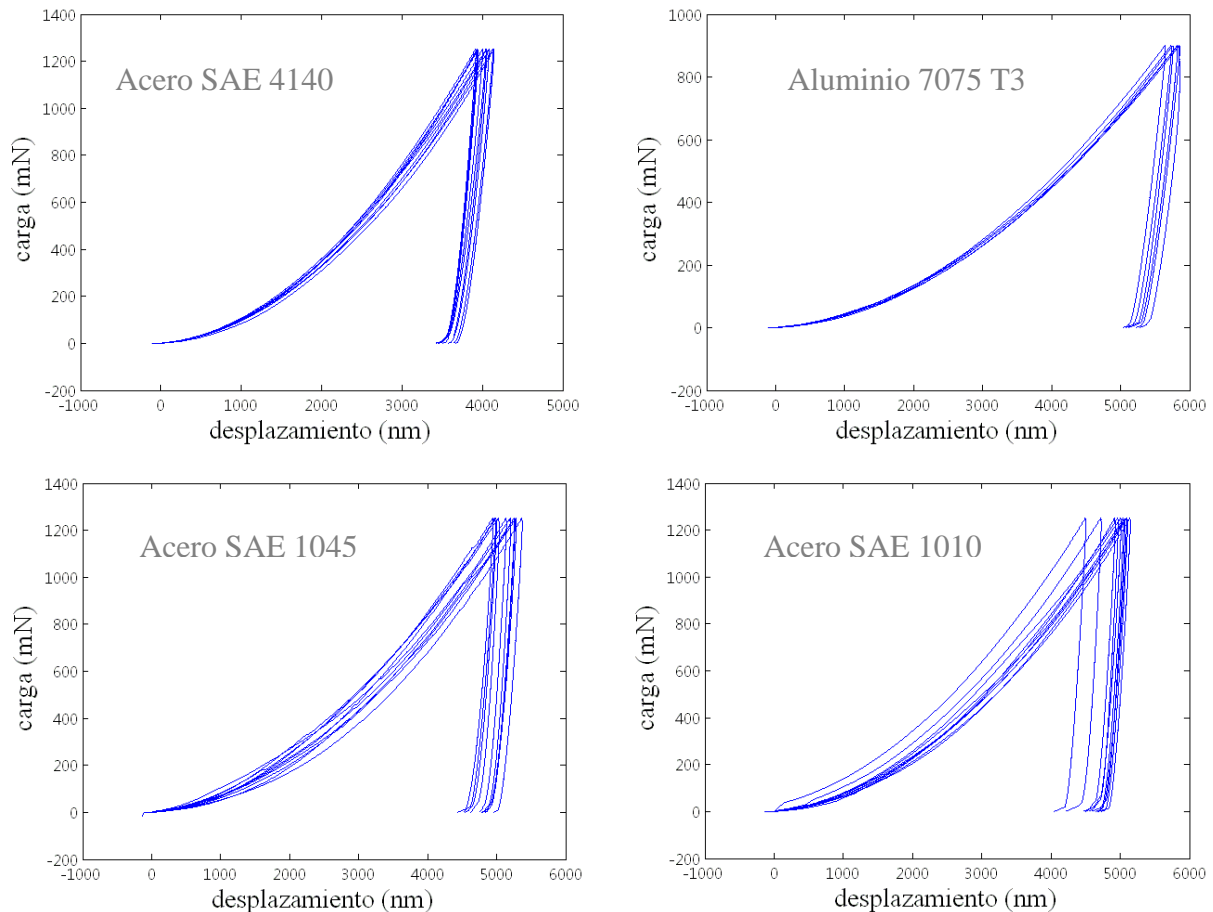


Figura 9. Curvas obtenidas en los ensayos de microindentación instrumentada a carga máxima

Se puede ver en la figura 9 que tanto las curvas correspondientes al acero SAE 1010, como al acero SAE 1045 tienen una notoria dispersión, lo cual se puede relacionar directamente con la microestructura de los aceros, presentado en la sección 3.6. Esta dispersión se traslada directamente a los resultados obtenidos luego de aplicar los modelos de estimación.

Por otro lado, en la figura 10 se observa que la dispersión presentada en las curvas para un material, disminuye con el aumento de la carga máxima. Esto coincide con lo presentado por distintos autores [1,4,7].

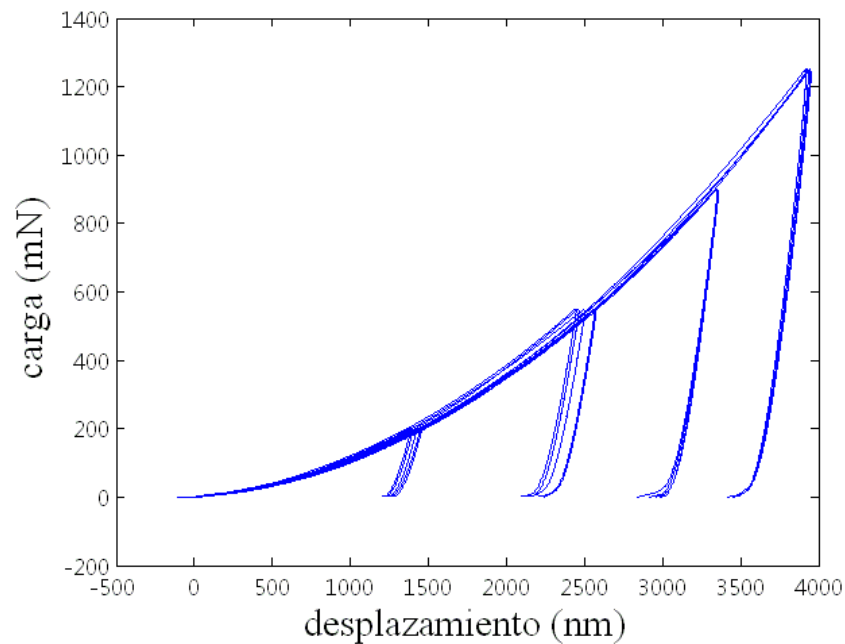


Figura 10. Comparación de curvas a distintas cargas. Acero SAE 4140

4.3. Implementación de los métodos de Oliver-Pharr y Suresh-Giannakopoulos. Análisis crítico.

Luego de concluir con todas las tareas experimentales se comenzó con los cálculos y las estimaciones utilizando el método de Suresh-Giannakopoulos. El primer inconveniente importante surgió con el cálculo inicial del parámetro S de Suresh utilizando la expresión de ajuste (4), sensible a la profundidad final h_r medida durante el ensayo de indentación. El valor de E_r obtenido con la expresión (6) resulta entonces mucho más sensible aún, obteniéndose resultados que hacían al método inviable para su aplicación en los procesos de estimación. Como se puede apreciar en la tabla 4, la cual muestra distintos módulos elásticos calculados para acero SAE 1010, por un lado los valores calculados no son buenos y por otro, pequeñas variaciones en el valor final de la profundidad llevan a grandes cambios en el módulo calculado. La dificultad para estimar el valor de profundidad remanente será tratada con más detalle más adelante.

Tabla 4. Módulos elásticos estimados mediante el método de Suresh

$h_r(\mu\text{m})$	$E(\text{GPa})$	
	Teórico	Estimado
4639	210	99
4660	210	104

A fin de solucionar este problema, y poder realizar cálculos más precisos y viables del módulo reducido E_r , se intentó la implementación del método de Oliver-Pharr para el cálculo de este parámetro. Cabe remarcar nuevamente que ambos autores relacionan este módulo reducido con el módulo elástico con la misma ecuación (8). Recordando, el método de Oliver-Pharr propone ajustar la descarga mediante la expresión (12)

Derivando la expresión (12) en la zona de máximo desplazamiento se obtiene el parámetro dP/dh , como se observa en la siguiente ecuación (15):

$$\left(\frac{dP}{dh}\right)_{h_{\max}} = \alpha \cdot m(h_{\max} - h_r)^{m-1} \quad (15)$$

El modelo propone entonces la expresión (13) para el cálculo del módulo elástico reducido [1,2]:

Donde A_{\max} es la proyección del área transversal del indentador a máximo desplazamiento y β es una constante propia del indentador. Para una punta Berkovich:

$$A_{\max} = 24.56 \cdot h_{\max}^2 \quad (16)$$

El valor 24.56 surge de cálculos sencillos sobre la geometría del indentador, teniendo en cuenta el ángulo entre los lados y el eje de simetría.

Para calcular dP/dh en el comienzo de la descarga surgieron, nuevamente, varios inconvenientes experimentales. Oliver y Pharr ajustan la toda la curva de descarga utilizando la expresión (12). Este método nuevamente tiene una alta sensibilidad a la zona final de descarga, la cual resulta difícil de calcular (ver Figura

11), por lo que su aplicación generó resultados evidentemente incorrectos, como lo son valores de módulos elásticos de hasta 280 GPa para aceros. Los errores son fundamentalmente generados por el hecho de que el último tramo de la descarga no muestra claramente un evento final, como se indica teóricamente en el esquema de la Figura 1. Si bien los resultados experimentales muestran el final de la descarga con un claro cambio de pendiente, esta no llega a cero y la carga sigue disminuyendo levemente y en forma continua. El análisis muestra que es necesario avanzar en mayores estudios para determinar la causa de este fenómeno, que puede tener que ver con procesos de recuperación no instantáneos relacionados con la interacción indentador-muestra.

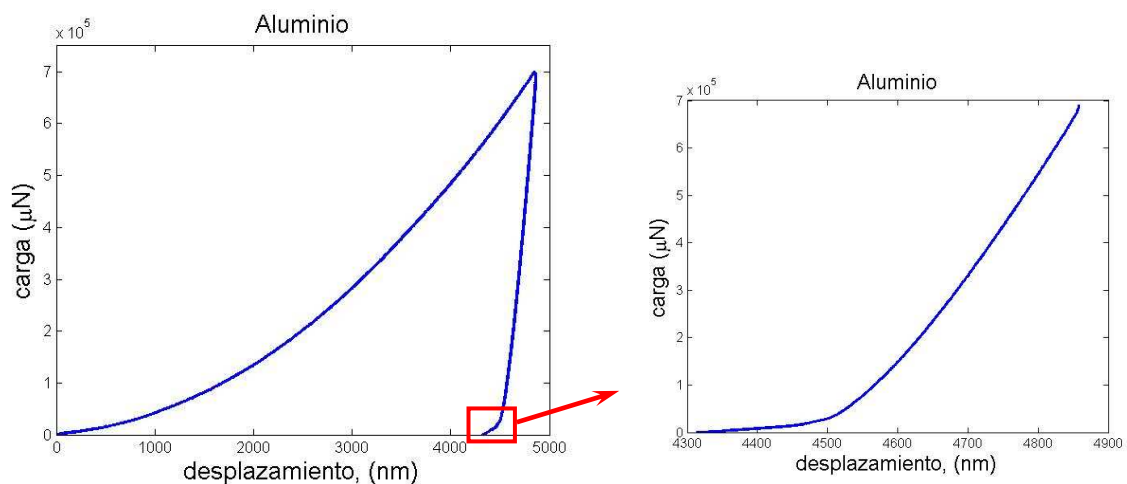


Figura 11. Ejemplo de descarga de una de las curvas de indentación obtenidas

En la tabla 5 se puede observar como pequeños cambios en el valor final del ensayo llevan a grandes variaciones en la estimación del módulo elástico reducido y, por lo tanto, del módulo elástico del material.

Tabla 5. Módulo elástico calculado para aluminio 7075 variando levemente la profundidad remanente.

h_r (nm)	Carga (mN)	α (constante de $E_c(12)$)	m (constante de $E_c(12)$)	E (GPa)
4314	0.5	0.4	2.30	104
4376	6.3	4.4	1.94	94

4.4. Propuesta para la estimación del módulo elástico a partir de la etapa de descarga

Como se mencionó anteriormente, la sensibilidad del modelo se encuentra en el cálculo de las constantes propias del ajuste, las cuales dependen del valor de profundidad remanente. Incertezas en este valor llevan a una gran variación en el cálculo de la derivada, factor en la ecuación (13) que conduce al cálculo del módulo. Por lo tanto, el modelo resulta muy sensible a un valor muy difícil de cuantificar en la práctica.

Cabe destacar también que, en algunos casos, los ajustes realizados por ese modelo fueron incorrectos, lo cual dificulta aun más su aplicación. La figura 12 muestra otro claro ejemplo de la dificultad de estimar un valor final para la profundidad remanente, a fin de aplicar el modelo de Oliver y Pharr. En el caso del acero SAE 4140 directamente no se presenta un cambio de pendiente sobre el final de la descarga y el ensayo finaliza con una carga de alrededor del 8% de la carga máxima.

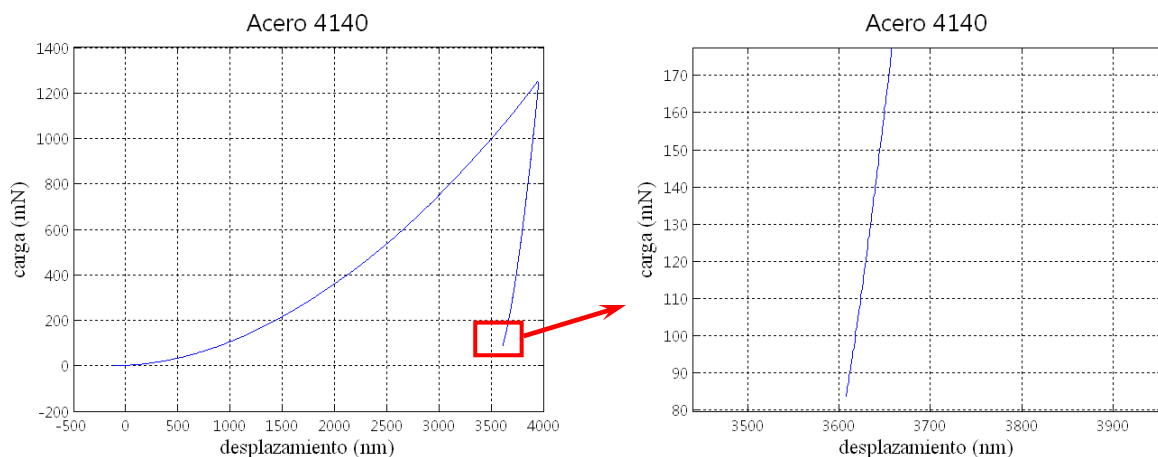


Figura 12. Ejemplo de descarga inconclusa

Para solucionar estos problemas en la implementación del método de Oliver y Pharr, se propuso realizar un ajuste localizado del primer tramo de la curva de descarga, utilizando un ajuste lineal.

Al buscar implementar este ajuste lineal, se encontró que la zona correspondiente a máxima carga presenta pequeñas desviaciones respecto de lo esperado. En la figura 13 se observa que la profundidad correspondiente a carga máxima no concuerda con la profundidad máxima del ensayo. Esto implica que la

derivada en el tramo inicial de la descarga es negativa o infinita. Por lo tanto, para realizar el ajuste, se optó por descartar el primer tramo de la descarga, tomando sólo los puntos entre el 97,5% y el 75% de la carga máxima para ajustar linealmente. De esta manera, el procedimiento mejoró sustancialmente los resultados obtenidos.

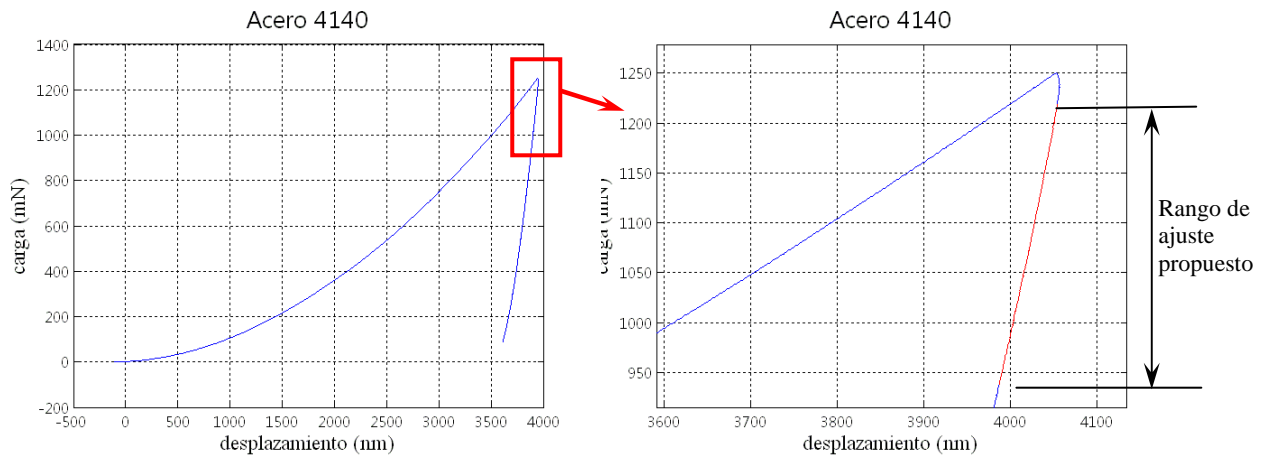


Figura 13. Ejemplo de valores tomados para ajustar linealmente (puntos rojos). Acero SAE 4104.

4.5. Análisis de sensibilidad de la estimación del módulo E respecto a las variables de entrada.

Se buscó conocer cómo afectan las distintas variables al cálculo final del módulo elástico. La motivación principal de esta etapa es conocer los parámetros a los que se les debe enfocar especial atención a la hora de realizar el ensayo.

De la ecuación (8), se despeja el módulo elástico de la muestra y se obtiene la siguiente relación:

$$E = (1 - \nu^2) \cdot \left(\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}} \right)^{-1} \quad (17)$$

Tanto el módulo elástico como el coeficiente de Poisson del indentador son datos otorgados por el fabricante, por lo que se asume que no contienen un error significativo. De este modo, se centró la atención en la propagación del posible error

en estimar el coeficiente de Poisson (ν) del material indentado como 0,3 y en el cálculo del módulo reducido E_r .

Para estimar la propagación del error se utilizó la regla de las derivadas parciales. Si bien ésta es válida cuando el error en las variables es pequeño, se la utiliza como una aproximación para conocer la dependencia con cada una de ellas. La ecuación (18) muestra la regla de las derivadas.

$$\Delta E = \frac{dE}{d\nu} \Delta \nu + \frac{dE}{dE_r} \Delta E_r \quad (18)$$

La tabla 6 muestra los resultados obtenidos asumiendo incertezas para las variables.

Tabla 6. Incertezas en el valor de E . Estimaciones hechas para aceros.

Parámetro	Incerteza	Incerteza resultante en E
ν	20 %	4 %
E_r	10 %	11 %

A su vez, esta misma metodología se utilizó para conocer cómo afectan las incertezas en la medición al módulo elástico relativo, suponiendo que las constantes propias del método no tienen error. Se puso énfasis en la influencia del área máxima y de la derivada de la descarga a máximo desplazamiento. La ecuación (19) muestra la regla de las derivadas en este caso.

$$\Delta E_r = \frac{dE_r}{dA_{\max}} \Delta A_{\max} + \frac{dE_r}{dD} \Delta D \quad (19)$$

Donde “ D ” es la derivada de la descarga a máximo desplazamiento.

La tabla 7 muestra los resultados de como afectan estas dos variables en el cálculo del módulo aparente.

Tabla 7. Incertezas en el valor de E_r . Estimaciones hechas para aceros.

Parámetro	Incerteza	Incerteza en E_r
A_{max}	10 %	5 %
dP/dh	10 %	10%

Podemos ver que los resultados de la medición de dP/dh influyen significativamente en el cálculo de E_r , y este, a su vez, en la estimación de E y σ_f .

Teniendo en cuenta que la estimación del módulo elástico relativo es importante en los cálculos subsiguientes y que su valor puede llegar a tener errores que superen el 20%, se propone considerar la posibilidad de utilizar los valores de módulo elástico reportados por la bibliografía. Aplicándose para diferentes aleaciones, en aquellos casos donde este valor no sea incógnita, por el conocimiento de la aleación a caracterizar. Si bien para cada aleación el módulo depende de varios factores que tienen que ver especialmente con la composición, las variaciones dentro de un tipo de aleación (acero, aluminio, etc.) en general están por debajo del 10%. Utilizando el valor de E como dato, la estimación de E_r podría obtenerse con menores incertezas.

4.6. Cálculo de la tensión de fluencia. Análisis crítico.

Una vez calculado el valor de dP/dh con el nuevo procedimiento de ajuste propuesto, y calculado el valor de E_r utilizando la expresión (13), se continuó con el procedimiento de estimación con las expresiones (9) a (11) correspondientes al método de Suresh. Los resultados así obtenidos volvieron a mostrar errores importantes, ahora debido al cálculo de σ_f utilizando la expresión (10), habiéndose alcanzado, por ejemplo, valores de tensión de fluencia del orden de los 10 a 20 GPa para un acero, claramente equivocados.

Del estudio de los resultados obtenidos, el análisis de la expresión propuesta por Suresh, y la utilización de los resultados publicados por el mismo autor, se llegó a la conclusión de que la expresión polinomial publicada contiene un término,

función de σ_y , faltante (ver referencia [4]). Esto fue luego verificado utilizando la Tabla 1 de esa publicación, donde aparece el miembro izquierdo de la expresión (10) pero con un término adicional. La expresión correcta sería la siguiente:

$$\frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{0.29 \cdot E_r} + 11 \cdot \frac{\sigma_y}{E_r} = 1 - 0.142 \frac{h_r}{h_{\max}} - 0.957 \left(\frac{h_r}{h_{\max}} \right)^2 \quad (20)$$

Completando los cálculos con la expresión (20) en lugar de la (10), se obtuvieron los resultados finales de la estimación. La Tabla 8 muestra dichos resultados de las estimaciones de los parámetros, obtenidos con el método combinado (Oliver-Pharr y Suresh), mientras que la Figura 14 muestra los cuatro gráficos comparativos de los resultados experimentales (ensayos de tracción) y los estimados.

Tabla 8. Valores estimados utilizando el método combinado (Oliver-Pharr y Suresh).

Aleación	E (GPa)		σ_f (MPa)		$\sigma_{29\%}$ (MPa)	n	
	Teórico	Estimado	Medido	Estimado	Estimado	Medido	Estimado
SAE1010	210	200	430	440	1480	0,12	0,17
SAE1045	210	210	480	490	1160	0,07	0,10
SAE4140	210	220	770	1670	1980	0,13	0,08
Al7075	72	70	360	380	805	0,06	0,11

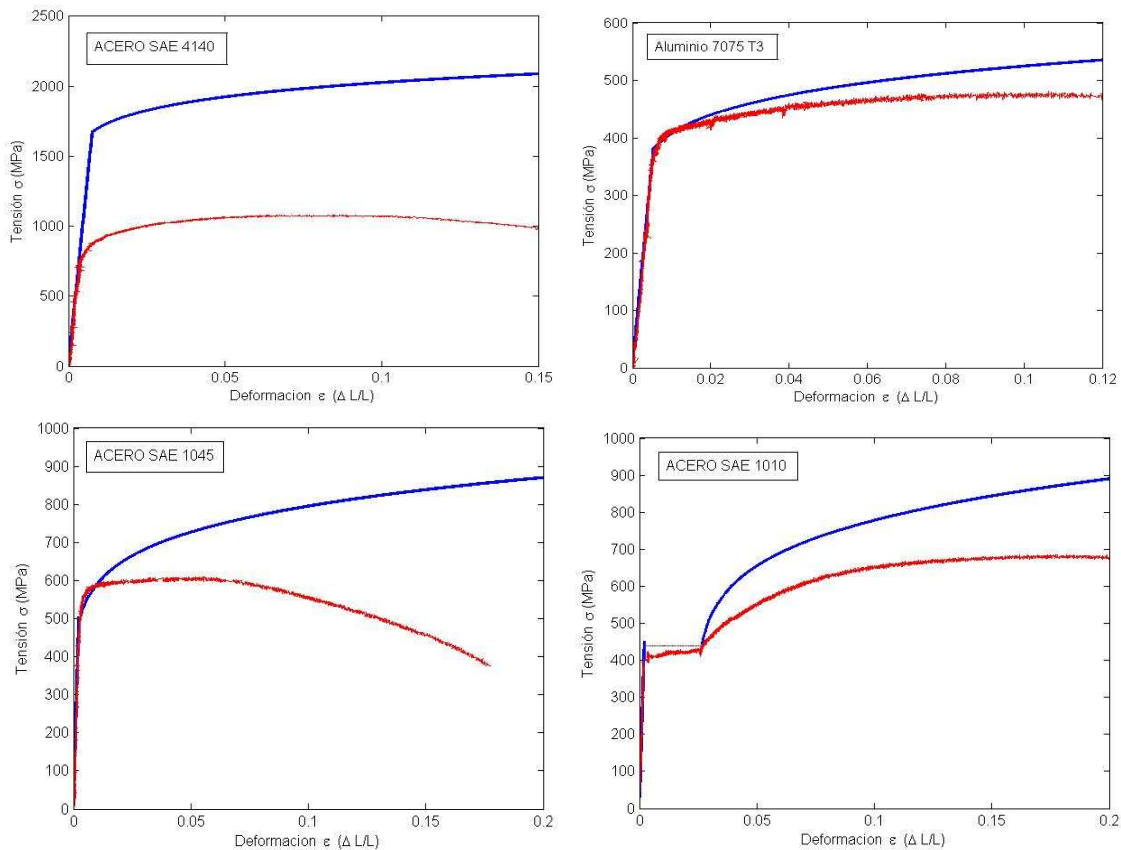


Figura 14. Comparación de resultados experimentales y estimados de las curvas de tracción.

El método por el cual fueron obtenidas estas estimaciones depende fuertemente del valor de profundidad remanente (h_r) que, como ya fue indicado previamente, es muy difícil de conocer. Esta dificultad se ve magnificada especialmente en el caso del acero SAE 4140, el cual posee una descarga incompleta, como ya se menciona en la sección 4.4 (imagen de la figura 12). Esto último se condice directamente con los errores en las estimaciones, donde se ve que lo estimado para el acero SAE 4140 no es preciso. Por lo tanto, es importante para la aplicación sistemática del método, encontrar una solución a la utilización del parámetro h_r .

4.7. Propuestas para solucionar problemas asociados al cálculo del módulo y al planteo de la ecuación a resolver para el cálculo de la tensión de fluencia

Posteriormente se continuó con el análisis del modelo a fin de encontrar un método sistematizado en el cálculo de todos los parámetros. Se propuso entonces,

para el cálculo del módulo elástico, utilizar el primer cuarto de curva de descarga descartando los primeros puntos correspondientes al 2,5% de la descarga (ver Figura 13). Como se mencionó anteriormente, dichos puntos poseen derivada negativa o infinita. Este tramo de curva se aproxima con una recta y se estima así la pendiente lineal de descarga.

En lo que refiere al cálculo de las tensiones, en la ecuación (20) se puede observar nuevamente la aparición de la profundidad remanente (h_r), por lo que los parámetros calculados por ese sistema de ecuaciones siguen siendo dependientes de un valor muy difícil de estimar. Con el fin de evitar el uso de este parámetro, se utilizó la siguiente relación que surge de otras publicaciones del mismo autor y presenta una alternativa a la utilización de la profundidad remanente [4,5].

$$\frac{h_r}{h_{\max}} = 1 - d^* \frac{P_{av}}{E_r} \quad (21)$$

El término derecho de la ecuación (21) está formado por una constante propia del indentador, d^* , y por parámetros calculados previamente para obtener el módulo elástico del material. La ecuación (22) modificada queda entonces como:

$$\frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{0.29E_r} + 11 \frac{\sigma_y}{E_r} = 1 - 0.142 \left(1 - d^* \frac{P_{av}}{E_r} \right) - 0.957 \left(1 - d^* \frac{P_{av}}{E_r} \right)^2 \quad (22)$$

Con este cambio en el sistema de ecuaciones correspondientes a la estimación de las tensiones, se volvieron a realizar los cálculos. Estos tuvieron distintas tendencias en función del material indentado. La Tabla 9 muestra los resultados obtenidos, comparados con los obtenidos con los ensayos de tracción. En algunos casos estuvieron de acuerdo a lo esperado, en otros alejados, mientras que para algunos materiales no se encontró solución real al sistema de ecuaciones.

Tabla 9. Valores estimados con la corrección propuesta.

Aleación	σ_y (MPa)		$\sigma_{2.9\%}$ (MPa)
	Medido	Estimado	Estimado
SAE 1010	430	S/S*	S/S*
SAE 1045	480	0	240 ± 11
SAE 4140	770	500 ± 50	1930 ± 30
Al7075	360	60 ± 20	660 ± 40

* S/S: Sin solución

4.8. Propuestas para el cálculo del coeficiente de endurecimiento “n”.

A su vez, se modificó el cálculo del parámetro “n” en la ecuación (11) debido a que no hay un claro manejo de las unidades y no se encontró justificación matemática en ninguna de las publicaciones del autor [4,5,7]. En su lugar, se utilizó la siguiente ecuación (23), la cual fue deducida a partir de la ecuación (2) del modelo del mismo autor.

$$n = \frac{\text{Log} \frac{\sigma_{0.29}}{\sigma_y}}{\text{Log} \frac{0.29 \cdot E}{\sigma_y}} \quad (23)$$

4.9. El parámetro h_{\max} y su influencia en las estimaciones. Propuesta.

Los distintos comportamientos encontrados en los resultados fueron adjudicados a posibles variaciones del área máxima por fenómenos de “sink-in” o “pile-up” en la superficie indentada. Ambos procesos son de comportamiento plástico y modifican la profundidad real a la cual penetra el indentador, provocando desviaciones entre el área real de contacto y la calculada con la utilización de la geometría del indentador y la profundidad máxima obtenida del ensayo (ecuación

16). El fenómeno de “pile-up” consiste en una elevación del material alrededor del indentador, aumentando la profundidad real de contacto, mientras que, el fenómeno de “sink-in” resulta en un hundimiento de la superficie, disminuyendo dicha profundidad.

Para contrarrestar este efecto, algunos autores proponen calcular el área mediante la ecuación (14) [1,2]. En ella se corrige la profundidad máxima restándosele un factor dependiente del fenómeno de sink-in (h_s). Dicho factor se puede observar en la siguiente ecuación (24)

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{\max}}{dP/dh} \quad (24)$$

Donde ε es una constante que depende exclusivamente del tipo de indentador. Para el caso del tipo Berkovich $\varepsilon = 0,75$.

Esta corrección surge de modelados matemáticos bajo dos hipótesis fundamentales. La primera asume que la punta Berkovich puede ser ajustada como un indentador cónico con un ángulo entre el eje y la superficie que brinde la misma relación profundidad-área proyectada. Dicho ángulo es $70,3^\circ$. La segunda asume que únicamente se puede encontrar el fenómeno de Sink-In en las superficies indentadas. Es decir, se descarta la posibilidad de encontrar Pile-Up en la superficie, lo que muestra claramente la limitación de este proceso de cuantificación de los efectos de Sink-In y Pile-Up.

La tabla 10 muestra las estimaciones de la corrección de Sink-in para cada una de las aleaciones estudiadas.

Tabla 10. Valores de Sink-In estimados mediante la ecuación (24).

Aleación	Sink-In (%)
SAE 1010	3
SAE 1045	3
SAE 4140	6
Al7075	5

Los resultados calculados con estas condiciones mostraron valores de tensiones muy variables, dependiendo del tipo de material. En algunos casos, inclusive, no se llegó a valores lógicos. Por ello se optó por buscar otras formas de estimar estos procesos ocurridos en la superficie.

Con este objetivo, inicialmente, se observaron imágenes de las indentaciones tomadas mediante microscopía electrónica y, de acuerdo a lo reportado en la bibliografía [1,2,4], se encontró cual de los dos fenómenos estaba presente en cada caso. Distintos autores proponen que la presencia de bordes encorvados hacia fuera es indicio de Pile-Up, mientras que las indentaciones que presentan bordes hacia adentro sufrieron el fenómeno de Sink-In.

La Figura 15 muestra ejemplos de improntas obtenidas en el segundo set de ensayos. En algunas de las indentaciones del acero SAE 4140, puede verse una leve curvatura hacia fuera (Pile-Up), mientras que la mayor curvatura observada se encontró para el acero SAE 1045, en este caso hacia adentro (Sink-In).

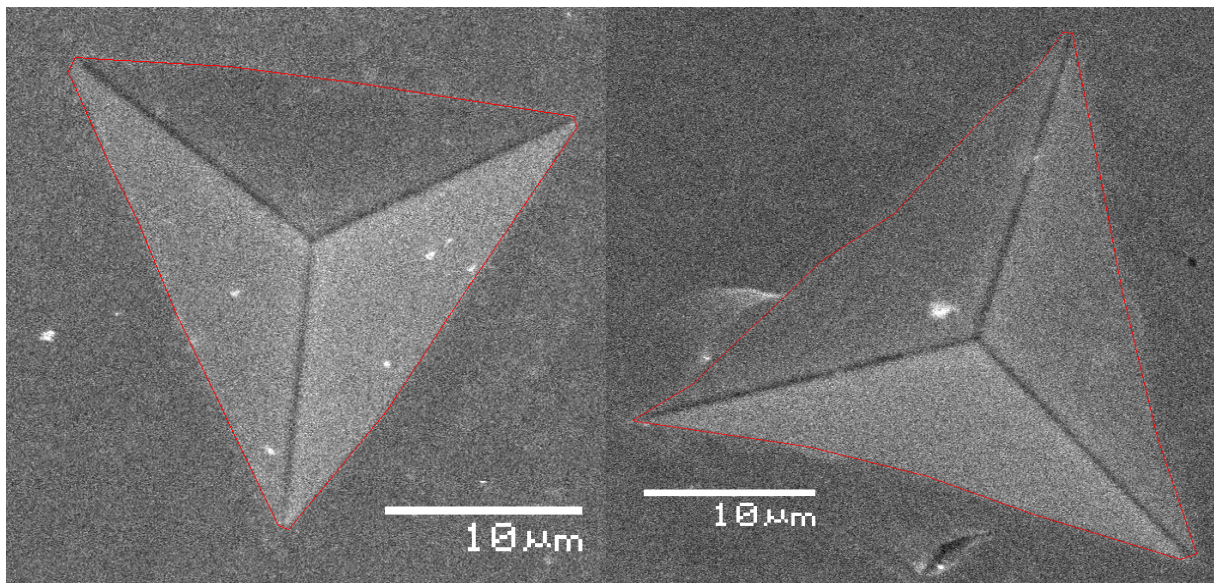


Figura 15. Izquierda. Acero SAE 4140 con mínimo efecto de Pile-Up. Derecha- Acero SAE 1045 con efecto de Sink-In. Imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica.

En la sección siguiente se hace un análisis de la importante influencia de la variación en la estimación del área de contacto máxima en las consecuentes estimaciones de la tensión de fluencia. Luego, en la sección 4.11, se plantea una

propuesta para cuantificar los efectos de Pile-Up y Sink-In en la estimación del área de contacto máxima

4.10. Análisis de sensibilidad del modelo respecto a las variables de entrada al sistema de ecuaciones.

Para analizar el cálculo de la incerteza de las tensiones de fluencia y la correspondiente al 29% de deformación se utilizó una técnica simplificada. Se tomaron las tres variables de ingreso a las ecuaciones (9) y (22) (las cuales se recuerdan a continuación) y se las variaron dentro de un 5%.

$$C = \frac{P}{h^2} = M_1 \sigma_{0.29} \left[1 + \frac{\sigma_y}{\sigma_{0.29}} \right] \left[M_2 + \ln \left(\frac{E_r}{\sigma_y} \right) \right] \quad (9)$$

$$\frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{0.29 E_r} + 11 \frac{\sigma_y}{E_r} = 1 - 0.142 \left(1 - d^* \frac{P_{av}}{E_r} \right) - 0.957 \left(1 - d^* \frac{P_{av}}{E_r} \right)^2 \quad (22)$$

Donde las variables de ingreso son:

- C: Constante resultante de ajustar la curva de carga mediante la ecuación (3)
- P_{av} : Presión promedio a máxima carga. Cociente entre la carga máxima de ensayo y el área transversal máxima, calculada con la ecuación (7)
- E_r : Módulo elástico reducido, calculado según la ecuación (13), con todas las correcciones propuestas previamente.

La tabla 11 muestra los resultados obtenidos. Como puede observarse allí, la tensión correspondiente al 29% de deformación no registra grandes variaciones frente a los cambios en las variables de entrada. Sin embargo, el valor de la tensión de fluencia sí resulta altamente sensible a las variables estudiadas.

Tabla 11. Propagación de incertezas en el cálculo de las tensiones.

Variable	Variabes sin incerteza	Incerteza en la Variable	Incerteza en la Tensión de fluencia	Incerteza en la Tensión al 29%
C	P_{av}, E_r	5%	10%	7%
P_{av}	C, E_r	5%	40%	1%
E_r	P_{av}, C	5%	25%	1%

En el caso de la variable C , para aumentar la precisión de los cálculos posteriores, se descartaron aquellas curvas en las cuales el parámetro de ajuste R^2 fuera menor a 0,995. En cuanto al módulo elástico reducido (E_r), su correcto cálculo es de significativa importancia para la obtención del módulo elástico del material, por lo que se puede suponer como un valor adecuado aquel que deriva en un módulo elástico del material acorde a lo esperado, como se propuso en la sección 4.5.

Por último, la variable que resulta más crítica en el cálculo de las tensiones es la presión promedio a carga máxima (P_{av}). Pequeñas incertezas en su cálculo producen grandes cambios en la estimación, sobretodo de la tensión de fluencia. Cabe recordar la ecuación que se utiliza para obtener dicha variable.

$$P_{av} = \frac{P_{\max}}{A_{\max}} \quad (7)$$

La carga máxima es un parámetro del ensayo medido con gran precisión en todo momento, por lo que la incerteza en ese valor es muy baja. Por esto se puede suponer que todo el error en la variable P_{av} se puede adjudicar al cálculo del área máxima, el cual se recuerda a continuación.

$$A_{\max} = 24.56 \cdot h_{\max}^2 \quad (16)$$

Como se mencionó anteriormente, y puede observarse en la ecuación (16), el área máxima depende con exclusividad de la profundidad máxima de ensayo, la cual a su vez se ve afectada fuertemente por los efectos de sink-in y pile-up.

De las ecuaciones (16) y (7) se deduce que una incerteza relativa del 2,5% en la medición de la profundidad, debido a efectos de sink-in o pile-up, lleva aproximadamente a errores del 40% en la tensión de fluencia. A esto se le suma lo concluido en la sección anterior, respecto de la inexistencia de un procedimiento efectivo para la estimación de la magnitud de estos procesos. A continuación se realiza una propuesta en este sentido.

4.11. Propuesta para la estimación del área máxima de contacto. Estimaciones finales

Como se observó en el análisis de sensibilidad del modelo frente a las variables de entrada al sistema de ecuaciones, es sumamente importante poder calcular con exactitud la profundidad real máxima de contacto. Por esta razón, se puso especial énfasis en buscar una metodología para adoptar para la correcta medición de la profundidad real de las indentaciones.

De lo reportado en la bibliografía y comentado previamente sobre estos fenómenos, surgió la posibilidad de relacionar la curvatura de los lados de la indentación con la profundidad real, buscando una forma de corregirla. Utilizando las imágenes obtenidas por microscopía electrónica SEM, se midieron dos áreas, las cuales se pueden ver en la figura 16. La primera correspondiente a la impronta real (bordes rojos en la figura 16) y la segunda (bordes amarillos), correspondiente al triángulo imaginario formado por la unión de los tres vértices de la impresión. Este procedimiento se realizó para cada una de las indentaciones. Cabe destacar que los análisis se realizaron sobre el segundo set de indentaciones, en los cuales se tuvieron en cuenta todos los recaudos y conceptos analizados durante el proceso de análisis con el primer set de ensayos.

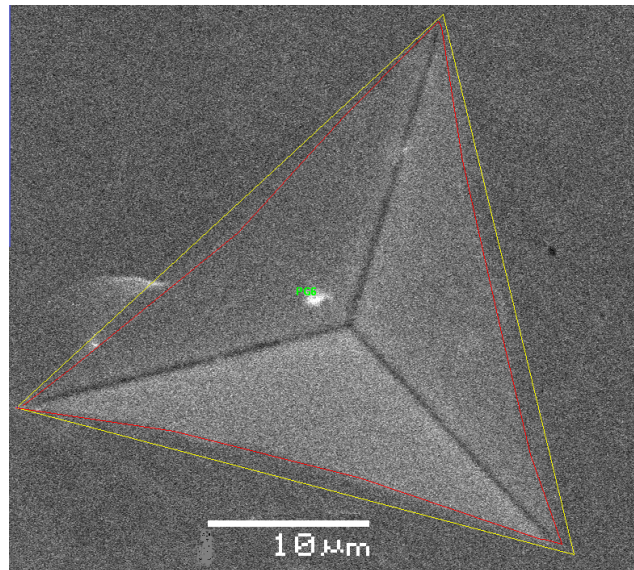


Figura 16. Ejemplo de estimación de Sink-In. Acero SAE 1045.

Luego se calculó el cociente entre ambas, y con el coeficiente obtenido se afectó a la profundidad máxima de penetración estimada en más o en menos de acuerdo a si se trataba de un fenómeno de Sink-In o Pile-Up. En el caso particular del acero SAE 1010, debido a la deformación anómala encontrada (comentado en la sección 3.6), no se pudo aplicar esta técnica por la dificultad para determinar una impronta real adecuada. Los resultados de la estimación del proceso de Sink-in se muestran a continuación en la tabla 12.

Tabla 12. Valores de Sink-In estimados mediante el cociente de las dos áreas.

Aleación	Sink-In (%)
SAE 1010	-
SAE 1045	11
SAE 4140	-1
Al7075	2

El resultado negativo en el caso del acero SAE 4140 corresponde a una estimación del fenómeno de Pile-Up

Los resultados correspondientes a las estimaciones, utilizando esta corrección, se muestran en la tabla 13 y corresponden solamente al segundo set de ensayos. Cabe destacar que no se utilizó directamente el área calculada mediante el

análisis de imagen ya que se estaría despreciando la recuperación elástica del material.

Tabla 13. Estimaciones realizadas con la corrección de área propuesta sobre el segundo set de ensayos.

Aleación	E (GPa)		σ_y (MPa)		$\sigma_{29\%}$ (MPa)	n	
	Medido	Estimado	Medido	Estimado	Estimado	Medido	Estimado
SAE 1010	210	230 ± 20	430	-	-	0,12	-
SAE 1045	210	200 ± 10	480	140 ± 110	900 ± 190	0,07	0,30 ± 0,09
SAE 4140	210	208 ± 15	770	495 ± 50	1850 ± 60	0,13	0,27 ± 0,01
Al7075	72	77 ± 9	360	120 ± 30	650 ± 20	0,06	0,32 ± 0,02

Claramente, puede observarse que, a pesar de haberse logrado mejoras en las estimaciones y haber logrado que las expresiones utilizadas permitieran aportar soluciones determinadas, los resultados mostrados en la tabla 13 distan de ser aceptables. Si bien hay una relación en cuanto a tendencia entre el fenómeno observado en la imagen de cada indentación y la profundidad máxima real, y se mejoraron los resultados de la primera aproximación utilizando el área (tabla 9), la metodología sigue sin resultar confiable.

Es necesario avanzar entonces, aún más en el proceso de estimación de las tensiones, ya sea mejorando la estimación del fenómeno de Sink-in y Pile-Up o buscando reemplazar la dependencia de la ecuación de estimación sobre este parámetro. En este sentido, y como última tarea, se realizó un análisis de qué nivel de corrección se debería realizar a las áreas máximas de contacto utilizadas para el cálculo. Se buscó de esta manera intentar deducir alguna tendencia o indicio de cómo avanzar en la búsqueda de un procedimiento confiable para cuantificar los fenómenos de Sink-In y Pile-Up en las estimaciones.

Para esto se eligió arbitrariamente un valor de reducción de la profundidad máxima, de manera de obtener resultados más acordes a lo esperado. Con esto se buscó, principalmente, comprobar la tendencia mostrada en la tabla 12 sobre el Sink-In de cada aleación. Es decir, evidenciar que el acero SAE 1045, observado en las fotografías como aquel con mayor Sink-In, es aquel que necesita una mayor corrección, siguiendo con el aluminio 7075 y finalizando con el acero SAE 4140.

Para el caso del acero SAE 1010, por la imposibilidad antes mencionada de aplicarle este método, se utilizó la misma corrección que para el acero SAE 1045.

Por último, cabe destacar que las estimaciones se realizaron utilizando los datos de ambos grupos de ensayos, todos con la misma corrección. La tabla 14 muestra los resultados de los cálculos realizados.

Tabla 14. Estimaciones realizadas con la corrección propuesta sobre todos ensayos.

Aleación	Sink-In	σ_y (MPa)		$\sigma_{29\%}$ (MPa)	n	
		Medido	Estimado		Medido	Estimado
SAE 1010	15%	430	330 ± 120	1230 ± 60	0,12	0,20 ± 0,05
SAE 1045	15%	480	410 ± 120	960 ± 50	0,07	0,13 ± 0,04
SAE 4140	1%	770	700 ± 70	1790 ± 90	0,13	0,14 ± 0,03
Al7075	10%	360	460 ± 50	550 ± 50	0,06	0,04 ± 0,01

La figura 17 muestra la comparación entre las curvas de tracción obtenidas en los ensayos de tracción y las nuevas estimaciones realizadas por medio de las indentaciones instrumentadas. El procedimiento integral incluye todas las modificaciones y/o mejoras propuestas.

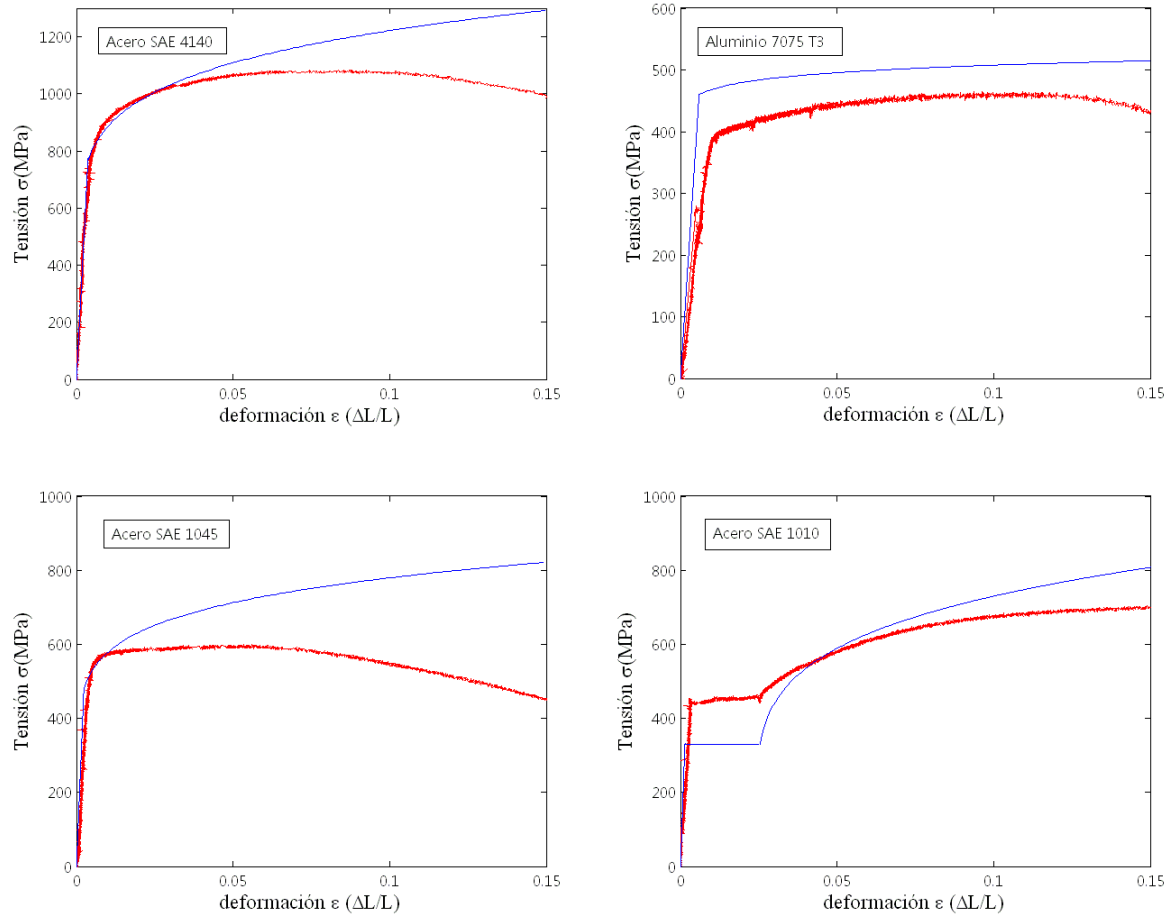


Figura 17. Comparación de resultados experimentales y estimados de las curvas de tracción.

En la figura 17 se puede observar que existe un avance en todo el proceso de estimación. Sin embargo, es necesario continuar con el estudio, a fin de conseguir un método más confiable.

5. Sistematización

Teniendo en cuenta las limitaciones y los aspectos que aún deben ser mejorados, se resume a continuación, paso a paso, el método completo para la estimación de las propiedades mecánicas:

Cálculo del módulo elástico

1. Se toma de la curva de descarga el tramo entre el 97,5% y el 75% de la carga y se ajusta con una recta. Se extrae así el valor de la pendiente (dP/dh).
2. Se calcula el área máxima (A_{max}) según la siguiente ecuación:

$$A_{max} = 24.56 \cdot h_{max}^2$$

3. Se calcula el módulo elástico reducido (E_r) mediante la ecuación:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \cdot \frac{dP/dh}{\sqrt{A_{max}}}$$

4. Se obtiene el módulo elástico del material indentado (E) con la siguiente ecuación, suponiendo un coeficiente de Poisson de la muestra (ν) de 0,3:

$$E = (1 - \nu^2) \cdot \left(\frac{1}{E_r} - \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}} \right)^{-1}$$

Cálculo de la Tensión de fluencia y el coeficiente de endurecimiento por deformación:

5. Se aproxima la curva de carga con el modelo expresado en la siguiente ecuación, con la que se obtiene el valor de "C":

$$P = Ch^2$$

6. Se obtiene el valor de la presión promedio (P_{av}) utilizando la siguiente expresión, corrigiendo el área máxima por fenómenos plásticos:

$$A_{\max} = 24.56 \cdot (h_{\max} - h_s)^2$$

7. Se resuelve el siguiente sistema de ecuaciones utilizando las variables E_r , C y P_{av} obtenidas previamente:

$$C = \frac{P}{h^2} = M_1 \sigma_{0.29} \left[1 + \frac{\sigma_y}{\sigma_{0.29}} \right] \left[M_2 + \ln \left(\frac{E_r}{\sigma_y} \right) \right]$$

$$\frac{\sigma_{0.29} - \sigma_y}{0.29 E_r} + 11 \frac{\sigma_y}{E_r} = 1 - 0.142 \left(1 - d^* \frac{P_{av}}{E_r} \right) - 0.957 \left(1 - d^* \frac{P_{av}}{E_r} \right)^2$$

8. Se calcula el coeficiente de endurecimiento por deformación (n) mediante la siguiente ecuación:

$$n = \frac{\text{Log} \frac{\sigma_{0.29}}{\sigma_y}}{\text{Log} \frac{0.29 \cdot E}{\sigma_y}}$$

6. Conclusiones

En este trabajo se logró implementar algunos métodos que utilizan técnicas de microindentación instrumentada para la estimación de las propiedades mecánicas de materiales metálicos. Para el estudio se utilizaron cuatro aleaciones metálicas (acero SAE 1010, SAE 1045, SAE 4140 y Al 7075), que fueron caracterizadas utilizando ensayos de tracción según norma ASTM E08.

Se realizaron estudios y análisis críticos de dichos métodos y se logró evidenciar limitaciones importantes, asociadas a las diferentes etapas del proceso de estimación. Se lograron identificar las variables críticas de cada uno de ellos y proponer soluciones a los inconvenientes encontrados en la práctica. Como aporte final del trabajo se logró implementar un nuevo modelo, combinación de los analizados y con propuestas de mejoras en algunas de las etapas de estimación. El proceso integral propuesto es detallado en la sección anterior.

Si bien se han logrado avances en la optimización de los análisis y cuantificaciones, aún restan estudiar algunos aspectos que no resultan claros ni pueden ser cuantificados con una certidumbre aceptable. Se proponen como aspectos importantes a estudiar la cuantificación de los fenómenos de Pile-Up y Sink-In, y la influencia de tensiones residuales en todo el proceso de estimación.

De esta manera, se busca consolidar un método confiable, con una incerteza conocida y factible de aplicación con fines tanto de investigación como industriales. El método propuesto en este trabajo muestra claros avances en este sentido. Los módulos elásticos estimados mediante la metodología propuesta, con las mejoras propuestas, resultan confiables, con un error dentro de los parámetros aceptables por ser este un método inverso. No es así el caso de la estimación de las tensiones de fluencia, para la cual, si bien se han logrado mejoras sustanciales, no se han podido eliminar las fuentes de incertezas asociadas a los procesos de deformación plástica. Estos aspectos deberían formar parte de las bases para futuros trabajos.

Bibliografía

1. J.L. Hay y G.M. Pharr. Instrumented indentation testing. Mechanical Testing and Evaluation. H. Kuhn y D. Medlin, Editors, ASM Handbook **vol. 8**, ASM International, Materials Park, OH (2000), pp. 232–243 (10ma ed.).
2. W.C. Oliver y G.M. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrument indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *J. Mater. Res.*, Vol 19, No 1, (2004).
3. Minh-Quy Lee, *International Journal of Solids and Structures* 46 (2009) 2988–2998
4. A.E. Giannakopoulos y S. Suresh. Determination of Elastoplastic Properties by Instrumented Sharp Indentation. Publication Massachusetts Institute of technology, (1999)
5. T.A. Venkatesh, K.J. Van Vliet, A.E. Giannakopoulos y S. Suresh. Determination of Elasto-Plastic Properties by Instrumented Sharp Indentation: Guidelines for Property Extraction. Paper Massachusetts Institute of Technology, (1999).
6. A. E. Giannakopoulos, P.L. Larsson and R. Vestergaard. Analysis of Vickers Indentation, *International Journal of Solids and Structures*. 31 (1994) 2679-2708.
7. S. Suresh, A. E. Giannakopoulos; A new Method for Estimating Residual Stresses by Instrumented Sharp Indentation; *Acta Mater.* 46 (1998) 5755-5767
8. A. E. Giannakopoulos, P.L. Larsson; Analysis of Pyramid Indentation of Pressure-Sensitive hard Metals and Ceramics; *Mech. Mater.* 25(1997) 1-35
9. N. Chollacoop, U. Ramamurty; Robustness of the Algorithms for Extracting Plastic Properties from the Instrumented Sharp Indentation Data; *Materials Science and Engineering A* 423 (2006) 41-45.
10. Nagahisa Ogasawara, Norimasa Chiba, Xi Chen; Measuring the Plastic Properties of Bulk Materials by Single Indentation Test; *Scripta Materialia* 54 (2006) 65-70.
11. ASM Handbook, Volume 1, Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys; ASM International Handbook Committee;2005.
12. ASM Handbook, Volume 9, Metallography and Microstructures; ASM International Handbook Committee;1998
13. ISO 14577; Metallic Materials – Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters; European Committee for Standardization; 2007.
14. ASTM E 08-04; Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials; ASTM International; 2004.