

Medida de LA DUREZA de sólidos mediante nanoindentación

J. ALKORTA*, J. GIL SEVILLANO

Departamento de Materiales, CEIT y TECNUN (Universidad de Navarra). Paseo Manuel de Lardizábal 15, Apartado 1555, 20018 San Sebastián, Gipuzkoa (España)

La medida de la dureza mediante indentación con registro de carga y desplazamiento no es evidente, dada la incertidumbre sobre el tamaño de huella debido al levantamiento (pile-up) o hundimiento (sink-in) plásticos de la superficie de la muestra alrededor del indentador. El método más utilizado para la medida de la dureza mediante la curva de carga/descarga de indentación, el de Oliver y Pharr, sólo tiene en cuenta hundimiento elástico, por lo que el error en la medida de la dureza y el módulo de Young puede llegar hasta un 25% en los casos más extremos. En el presente trabajo se discute una posible corrección al método de Oliver y Pharr para una obtención más ajustada del área de contacto de la huella. Esta corrección requiere de un conocimiento a priori o a posteriori del comportamiento plástico del material.

Palabras clave: Simulación por elementos finitos, nanoindentación, propiedades mecánicas..

Hardness measurement of solids by means of nanoindentation

Hardness is not readily measurable by means of instrumented indentation since the value of the contact area depends on the pile-up or sink-in occurring near the contact surface of the sample. The most widespread method to estimate it by means of the loading/unloading curve of indentation, Oliver and Pharr's method, deviates, in the extreme cases, up to a 25% from the real values since it only takes into account the elastic deflection. In this work, a new correction based on Oliver and Pharr's method is proposed that agrees with the numerical calculations. Plastic hardening behaviour of the sample must be known to accurately estimate the contact area.

Keywords: Finite element method (FEM), nanoindentation, mechanical properties..

1. INTRODUCCIÓN

La medida de la dureza mediante la indentación con registro de carga y desplazamiento ha sido, por paradójico que parezca, materia de discusión durante los últimos años debido a la incertidumbre que existe en el cálculo del área de contacto a partir de las curvas de carga y descarga (1-6). Uno de los modelos que más repercusión ha tenido a la hora de abordar este problema es el desarrollado en 1992 por Oliver y Pharr (1). Este modelo se basa en los cálculos analíticos de Sneddon (7,8) para materiales puramente elásticos, para tratar de corregir la depresión elástica que sufre el material alrededor de la indentación mediante la información obtenida de la curva de descarga. Sin embargo, el modelo no tiene en cuenta las características plásticas del material (capacidad de endurecimiento por deformación, sensibilidad plástica a la velocidad de deformación) que producen, al margen de la depresión elástica, un levantamiento o hundimiento (pile-up o sink-in, respectivamente) adicional del material alrededor del indentador (ver referencias (4, 6, 9 y 10)). Esto implica que no es posible conocer exactamente el área de contacto sin el conocimiento del comportamiento plástico tanto estático (ver Taljat et al. (6) para indentaciones esféricas sobre materiales con endurecimiento por deformación) como dinámico (ver Alkorta y Gil Sevillano (4)).

En este trabajo se propondrá una corrección al método de Oliver y Pharr (1) basada en una corrección propuesta previamente para materiales sensibles a la velocidad de deformación (4). Además, se evaluará el error cometido mediante el método de Oliver y Pharr (1) para distintos

materiales y se discutirá sobre la equivalencia entre el área de contacto bajo carga y el área remanente tras la descarga.

2. ANTECEDENTES Y DISCUSIÓN

La existencia de una conexión entre la dureza y las propiedades mecánicas está fuera de toda duda. Sin embargo, la complejidad analítica del problema de la penetración de un indentador cónico sobre un material elasto-plástico es de tal magnitud que es muy difícil encontrar una expresión analítica que exprese inequívocamente esa conexión. Más aún, como se ha comentado anteriormente, incluso el valor de la dureza obtenido mediante indentación con registro de carga y desplazamiento es aún hoy materia de discusión.

En este aspecto, una de las contribuciones que más repercusión ha tenido en los últimos años es el método de cálculo de dureza y módulo de Young elaborado en 1992 por Oliver y Pharr (1).

Supongamos, tal y como lo hacen Oliver y Pharr (1), que la curva de descarga tras una indentación se puede ajustar a la curva potencial

$$\frac{P}{P_{\max}} = \left(\frac{h - h_f}{h_{\max} - h_f} \right)^m \quad [1]$$

donde h_{max} y h_f son, respectivamente, la profundidad máxima y la profundidad residual de la huella tras la descarga elástica y P_{max} es la carga máxima (ver Figura 1).

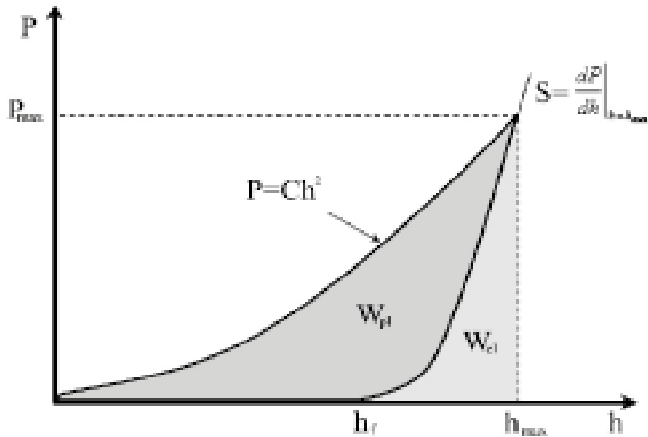


Fig. 1- Diagrama esquemático de la curva de carga y descarga obtenida mediante indentación con registro de carga y desplazamiento.

Oliver y Pharr (1) consideraron que el exponente m únicamente depende de la geometría del indentador (m=2 para indentadores cónicos, m=1.5 para indentadores con forma de paraboloide de revolución). Sin embargo, recientemente Pharr y Bolshakov (11) observaron que la geometría "efectiva" del indentador en la descarga es distinta debido a la forma un tanto convexa de la huella remanente; además, concluyeron que esta geometría efectiva, y por tanto, el exponente m de la ecuación [1] depende de la relación E/σ_y , donde E es el módulo de Young del material y σ_y su límite elástico. La rigidez inicial en la descarga, por lo tanto, puede calcularse de la siguiente manera:

$$S = \left. \frac{dP}{dh} \right|_{h=h_{max}} = \frac{mP_{max}}{h_{max} - h_f} \quad [2]$$

Por otra parte, Oliver y Pharr (1) estimaron el valor del hundimiento elástico alrededor de una indentación a partir del valor obtenido por Sneddon (7,8) para materiales puramente elásticos, escalando dicho valor mediante el valor de recuperación elástica de la indentación ($h_{max} - h_f$), de la siguiente manera:

$$h_s = (1 - c_{el}) \cdot (h_{max} - h_f) \quad [3]$$

donde $c_{el} = 2/\pi$ es el hundimiento elástico calculado por Sneddon (7,8) y h_s es la profundidad a la que se encuentra el nivel de contacto (ver figura Figura 2) . Finalmente, de [2] y [3] se obtiene que:

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad \text{con} \quad \varepsilon = m \cdot (1 - c_{el}) \quad [4]$$

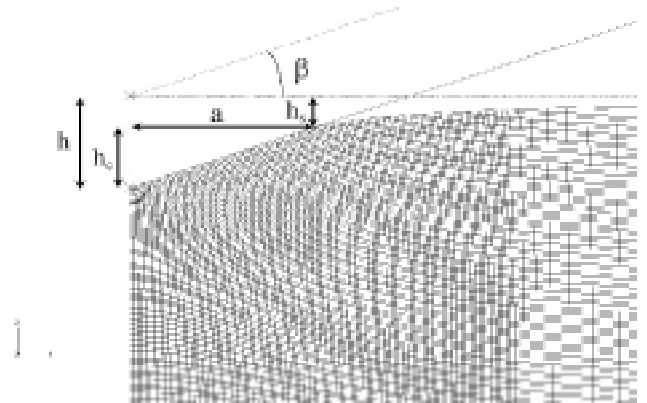


Fig. 2- Detalle del mallado utilizado en las simulaciones.

La ecuación [4] sirve además para calcular el módulo de Young efectivo a partir de los cálculos de Sneddon (7,8), ya que:

$$S = \frac{2\gamma \cdot E_r}{\sqrt{\pi}} \sqrt{A_c} \quad [5]$$

donde A es el área de contacto, γ es la corrección a la solución de Sneddon (7,8) que propusieron Hay et al. (12) y E_r es el módulo de Young efectivo, es decir:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}} \quad [6]$$

donde E y E_{ind} son, respectivamente, los módulos de Young de la muestra y del indentador, y ν y ν_{ind} son, respectivamente, los módulos de Poisson de la muestra y del indentador. Cabe destacar además, que la ecuación [5] ha sido confirmada por diferentes autores para diferentes geometrías de indentador (ver referencias en (1)).

Por otra parte, y siguiendo el razonamiento de Alkorta y Gil Sevillano (4), la ecuación [3] se puede reescribir de la siguiente manera:

$$\frac{1 - c}{c - c_{el}} = \frac{h_{max} - h_f}{h_s} \quad [7]$$

donde

$$c = \frac{h_c}{h_{max}} = 1 - \frac{h_s}{h_{max}} \quad [8]$$

y que denominaremos, de ahora en adelante, valor de pile-up.

Obsérvese que la parte derecha de la ecuación [7] es equivalente al valor de la energía elástica almacenada (W_{el}) dividido por la energía plástica disipada en el proceso (W_{pl}) cuando el exponente de las curvas de carga y descarga coinciden. Si extendemos esta interpretación a un caso más general, la ecuación [7] se puede reescribir de la siguiente manera:

$$\frac{1 - c}{c - c_{el}} = \kappa \frac{W_{el}}{W_{pl}} \quad [9]$$

Sin embargo, como se ha indicado anteriormente, el método de Oliver y Pharr (1) no tiene en cuenta la influencia de las características plásticas del material sobre el valor de pile-up.

Así, numerosos autores han evaluado este valor para materiales rígidos o cuasi-rígidos en función de su capacidad de endurecimiento por deformación (10,13-15) y de su sensibilidad a la velocidad de deformación (16). En cambio, si consideramos que $W_{el} \ll W_{pl}$ (material rígido), la ecuación [9] predice un valor de pile-up igual a 1.

En este sentido, cabe destacar la corrección de la ecuación [9] realizada por Alkorta y Gil Sevillano (4) para materiales sensibles a la velocidad de deformación. Así, si se extiende dicha corrección para materiales con endurecimiento por deformación tenemos que,

$$\frac{c_{rig}(n) - c}{c - c_{el}} = \kappa \frac{W_{el}}{W_{pl}} \quad [10]$$

donde $c_{rig}(n)$ es el valor de pile-up para un material rígido con un exponente de endurecimiento igual a n , y κ es una constante de proporcionalidad. En este trabajo se demostrará que la ecuación [10] se ajusta a los resultados obtenidos mediante elementos finitos para una variada gama de materiales.

Algunos autores han propuesto métodos alternativos de medida de la dureza de contacto. Por ejemplo, se ha observado la conexión existente entre la dureza y la energía elástica liberada durante la descarga. Así, Stilwell y Tabor (17) obtuvieron la siguiente expresión para indentadores cónicos:

$$\frac{W_{el}}{W_{tot}} \approx \pi \tan \phi \frac{P_m}{E_r} \quad [11]$$

donde P_m y ϕ son, respectivamente, la presión media en la zona de contacto (equivalente a la dureza) y el semi-ángulo del cono. El uso simultáneo de las ecuaciones [5], [11] así como el hecho de que la dureza se define mediante $H = P_{max} / A_c$ hacía posible, en teoría, obtener el valor de $A_c H$ y E_r sin necesidad de hacer uso del método de Oliver y Pharr (1) para calcular el área de contacto. Sin embargo, se puede comprobar muy fácilmente que las ecuaciones [5] y [11] no son, en realidad, independientes entre sí, ya que si partimos de la definición de dureza:

$$H = \frac{P_{max}}{\pi a^2} = \frac{2P_{max}}{\pi a} \frac{\gamma}{S} E_r = \frac{\gamma}{c \pi \tan \phi S} S_l E_r \quad [12]$$

siendo $a = c \cdot h_{max} \cdot \tan \phi$, el radio de contacto y $S_l = 2 \cdot P_{max} / h_{max}$ la rigidez en la curva de carga. Debido a que la relación S_l / S está íntimamente ligado a la relación entre energías elástica y total (W_{el} / W_{tot}) a través del exponente de la curva de descarga (ecuación [1]), la ecuación [12] se puede reescribir de la siguiente manera:

$$\frac{H}{E_r} = \frac{\lambda}{\pi \tan \phi} \frac{W_{el}}{W_{tot}} \quad ; \quad = \frac{2\gamma(m+1)}{3mc} \quad [13]$$

que, como vemos, es aproximadamente igual a la ecuación [11] obtenida por Stilwell y Tabor, ya que, en primera aproximación para valores bajos de W_{el} / W_{pl} y para valores típicos de

endurecimiento por deformación, λ se sitúa entre 1.0 y 1.4. Además, la ecuación [13] podría explicar la desviación con relación a la ecuación [11] que se ha observado (18) para altas recuperaciones elásticas, ya que λ es una función que tiende a crecer con la recuperación elástica (en el caso extremo en que nos hallemos ante un material puramente elástico, $m=2$, $c=c_{el} \sim 0.636$ y $\lambda \sim 1.65$).

La ecuación [13], por tanto, sigue siendo de poca utilidad en la práctica, ya que, no es más que una mera consecuencia de la ecuación [5] y, nuevamente, es necesario conocer con exactitud el valor del exponente de endurecimiento por deformación n para poder estimar c mediante la ecuación [10].

3. SIMULACIÓN MEDIANTE ELEMENTOS FINITOS

3.1.- Modelo

Para el estudio del proceso de indentación se han utilizado elementos axisimétricos bidimensionales de cuatro nodos con control hourglass e integración reducida. Los procesos se han llevado a cabo utilizando ABAQUS® CAE 6.3 (Standard). El semi-ángulo del indentador cónico es de 70.3°. Por otra parte, las dimensiones de la muestra deformable son lo suficientemente grandes como para evitar efectos de contorno, y el mallado ha sido afinado en torno a la zona indentada.

Para empezar, se realizaron simulaciones en condiciones de cuasi-rigidez ($\sigma_y / E \sim 10^{-5}$) para estimar numéricamente los valores de $c_{rig}(n)$ en la ecuación [10].

A continuación, se realizaron simulaciones de 30 materiales con diferentes límites elásticos (10, 31.62, 100, 316.2, 1000 y 3162 MPa) y diferentes exponentes de endurecimiento por deformación (0, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4). El comportamiento elasto-plástico corresponde al descrito por las ecuaciones [17] y [18]. El módulo elástico se mantuvo fijo en 10 GPa. La penetración total final fue de 0.6 μm . Se consideró una interacción normal "dura" con el indentador con un coeficiente de fricción coulombiano bajo de 0.02.

3.2.- Resultados y discusión

3.2.1.- Medida de $c_{rig}(n)$

La Figura 3 muestra los resultados de los valores de pile-up para materiales cuasi-rígidos. Los resultados de las simulaciones por elementos finitos muestran una tendencia muy parecida a la obtenida por Bower et al. (16) para indentaciones cónicas sobre materiales sensibles a la velocidad de deformación. La discrepancia entre ambas curvas puede ser debida, principalmente, a la ley de comportamiento que hemos elegido, ya que no es estrictamente una ley potencial tipo Hollomon. En este sentido, los resultados obtenidos por Storåkers et al. (19) sugieren que el valor de pile-up que se observa para materiales rígidos que son sensibles a la velocidad de deformación y sufren, a su vez, endurecimiento por deformación es:

$$c_{rig}(n, m) = c_{rig}(n + m) \quad [26]$$

siendo m , esta vez, la sensibilidad a la velocidad de deformación.

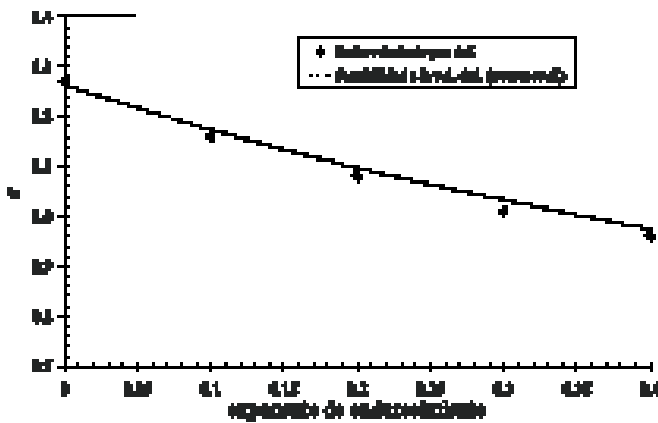


Fig. 3.- Evolución del valor de pile-up para indentaciones cónicas sobre materiales cuasi-rígidos en función del exponente de endurecimiento por deformación (medidas en este trabajo) y en función de la sensibilidad a la velocidad de deformación (de Bower et al. (16)).

3.2.2.-Validez de la ecuación [10]

La relación entre energías (W_{el} / W_{pl}) ha sido directamente calculada a través de las curvas de carga y descarga obtenidas y c , directamente a partir de la profundidad de contacto, h_c . La Figura 4a demuestra la validez de la ecuación [10] y se estima que $\kappa \sim 2.0$, aunque puede depender en alguna medida de n . Por otra parte, la Figura 4b muestra nítidamente las discrepancias que existen entre el modelo de Oliver y Pharr (1), las curvas correspondientes a la ecuación [10] y los resultados de los análisis numéricos. Cabe destacar que el modelo propuesto mediante la ecuación [10] es más fiable que el modelo clásico de Oliver y Pharr (1). La Figura 4b muestra que las discrepancias pueden llegar hasta un 25% en materiales blandos que no sufren endurecimiento por deformación. El mayor inconveniente del modelo propuesto, es el hecho de que es necesario conocer a priori el valor del endurecimiento por deformación para poder hallar de manera ajustada el valor del pile-up, c .

3.2.3.-Validez de la ecuación [5]

La Figura 5 confirma la relación entre la rigidez de descarga medida (S) y la teórica calculada a partir de la ecuación [5] y,

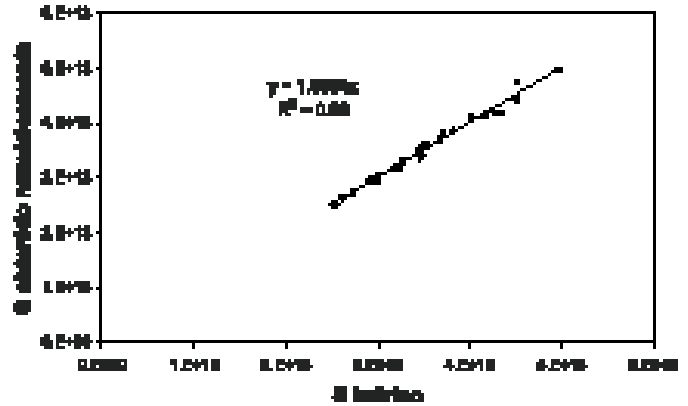


Fig. 5.- Relación entre la rigidez de descarga obtenida numéricamente y la rigidez teórica calculada mediante la ecuación [5] a partir de la medida directa del área de contacto.

asimismo, confirma la necesidad del parámetro corrector γ calculado por Hay et al. (12) para la solución de Sneddon (7,8) (en nuestro caso $\gamma \sim 1.045$). La validez de la ecuación [5] lleva consigo implícitamente la validez también de la ecuación [13] como veremos más adelante.

3.2.4.-Comparación entre dureza de contacto y dureza tras descarga

La Figura 6 muestra la comparación entre la dureza medida a partir del área de la huella tras la descarga (H_d) y a partir del área de contacto para materiales con $n=0.4$. Los resultados demuestran que la definición tradicional de la dureza (H_d) es muy similar a la dureza de contacto (H_c) hasta valores de σ_y / E muy altos, por lo que para la amplia mayoría

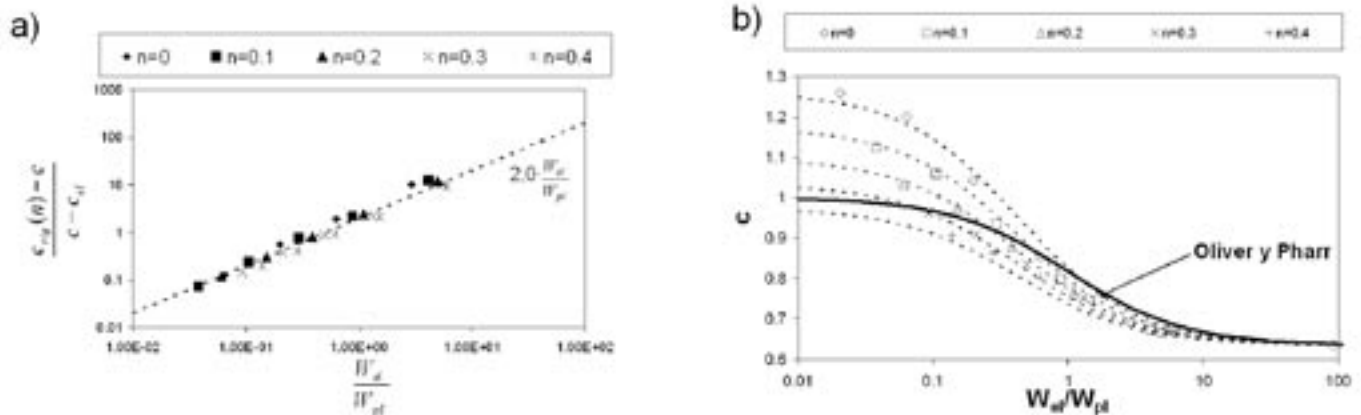


Fig. 4- (a) Comprobación del ajuste de la ecuación [10] a los resultados obtenidos mediante elementos finitos. El ajuste es óptimo para un valor de κ de ~ 2.0 . Este valor tiene una ligera dependencia con n . b) Comparación del método de Oliver y Pharr (1) (línea negra) con los actuales resultados obtenidos mediante elementos finitos (símbolos) y los ajustes hechos mediante la ecuación [10] (líneas de puntos).

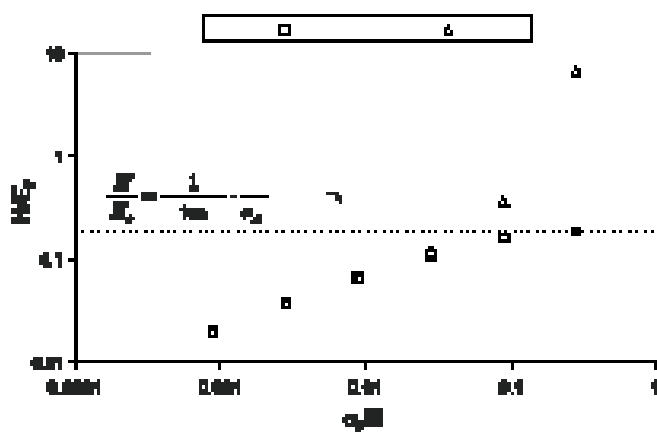


Fig. 6- Comparación entre la dureza calculada a partir del área de huella tras descarga y la dureza de contacto (hallada a partir del área de contacto) para distintos materiales con $n=0.4$.

de los metales es posible utilizar indistintamente cualquiera de las dos criterios. Además, se observa una saturación de la dureza de contacto hasta un valor que coincide con el valor de la dureza de contacto de un material puramente elástico.

3.2.5.-Medida de λ

La Figura 7a muestra la evolución de W_{el}/W_{tot} con respecto a H/E_c . La línea punteada es la relación aproximada propuesta por Stilwell y Tabor (17). Se observa una desviación hacia valores cada vez mayores de λ (ver ecuación [13]) a medida que aumenta la dureza de los materiales. En la Figura 7b, se

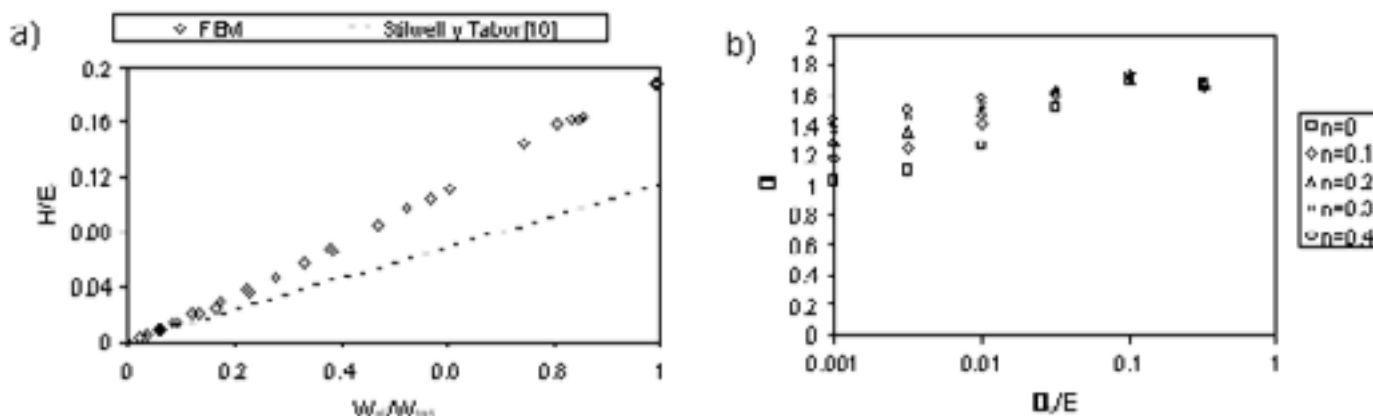


Fig. 7- a) Evolución de la dureza de contacto con la relación W_{el}/W_{tot} para todos los materiales analizados. La línea punteada es la aproximación sugerida por Stilwell y Tabor (17). b) Evolución de λ en la ecuación [13], en función del límite elástico para cada material analizado.

muestra el valor de λ , calculado a partir de los valores de la dureza de contacto y de la relación W_{el}/W_{tot} , en función de σ_y/E . Se observa una clara dependencia con el exponente de endurecimiento por deformación, n , y un crecimiento hasta el valor teórico de λ para materiales elásticos ($\lambda_{el} \sim 1.65$) a medida

que aumenta la relación σ_y/E . Esta dependencia con n se produce, en gran medida, a través de la dependencia que tiene con el valor del pile-up, c .

4. CONCLUSIONES

1.-El método de Oliver y Pharr (1) requiere una corrección que en muchos casos puede llegar a ser importante para poder incorporar el levantamiento o hundimiento del material, dependiente de las características plásticas del mismo. Se ha propuesto una expresión alternativa que casa con los resultados de las simulaciones mediante elementos finitos.

2.-La relación entre dureza y fracción de energía elástica almacenada respecto del trabajo total (W_{el}/W_{tot}) observado por diferentes autores es una consecuencia de la relación entre la rigidez y el módulo de Young utilizado por Oliver y Pharr (1) a partir de los resultados obtenidos por Sneddon (7,8). La relación, depende del exponente de endurecimiento por deformación, n .

3.- La dureza tradicional obtenida a partir del área de la huella remanente tras la descarga es, para la gran mayoría de los materiales, equivalente a la dureza obtenida a partir del área de contacto.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo corresponde a resultados obtenidos en el proyecto MAT2002-04343-C03-03 financiado por el Ministerio de Ciencia y Tecnología (MCYT, Plan Nacional de I+D+I, 2000-2003). J. Alkorta querría agradecer la beca predoctoral concedida por el Departamento de Educación, Universidades e Investigación del Gobierno Vasco.

BIBLIOGRAFÍA

1. W. C. Oliver y G.M. Pharr. "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments." *J. Mater. Res.* 7, 1564-1583, (2000)
2. M. Mata, M. Anglada y J. Alcalá. "Contact deformation regimes around sharp indentations and the concept of the characteristic strain." *J. Mater. Res.* 17, 964-976, (2002)
3. Y. Choi, B-W Lee, H-S Lee y D. Kwon. "Indentation curve analysis for pile-up, sink-in and tip-blunting effects in sharp indentations" *Mat. Res. Symp. Proc.* 795, 339-344, (2004).
4. J. Alkorta y J. Gil Sevillano. "Measuring the strain rate sensitivity by instrumented indentation. Application to an ultrafine grain (equal channel angular-pressed) eutectic Sn-Bi alloy." *J. Mater. Res.* 19, 282-290, (2004)
5. K. W. McElhane, J. J. Vlassak, Y. W. D. Nix. "Determination of indenter tip geometry and indentation contact area for depth-sensing indentation experiments." *J. Mater. Res.* 13, 1300-1306, (1998)
6. B. Taljat, T. Zacharia y G.M Pharr. "Pile-up behavior of spherical indentations in engineering materials." *Mat. Res. Symp. Proc.* 522, 33-38, (1998)
7. I.N. Sneddon "The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile". *Int. J. Engng. Sci.* 3, 47-57, (1965)
8. I.N. Sneddon. "Boussinesq problem for a rigid cone". *Proc. Cambridge Phil. Soc.* 44, 492-507, (1948)
9. Y.T. Cheng y C.M. Cheng. "Effects of 'sinking in' and 'piling up' on estimating the contact area under load in indentation." *Philos. Mag. Lett.* 78, 115-120, (1998)
10. A. Bolshakov y G. M. Pharr. "Influences of pileup on the measurement of mechanical properties by load and depth sensing indentation techniques". *J. Mater. Res.* 13, 1049-1058, (1998)
11. G. M. Pharr y A. Bolshakov. "Understanding nanoindentation unloading curves". *J. Mater. Res.* 17, 2660-2671, (2002)
12. J. C. Hay, A. Bolshakov y G. M. Pharr. "A critical examination of the fundamental relations in the analysis of nanoindentation data". *J. Mater. Res.* 14, 2296-2305, (1999)
13. J. R. Matthews. "Indentation hardness and hot pressing". *Acta Metall.* 28, 311-318, (1980)
14. R. Hill, F. R. S. Storåkers, y A. B. Zdunek. "A theoretical study of the Brinell hardness test". *Proc. R. Soc. London A*423, 301-330, (1989)
15. J. Alcalá, A. C. Barone y M. Anglada. "The influence of plastic hardening on surface deformation modes around Vickers and spherical indents". *Acta Mater.* 48, 3451-3464, (2000)
16. A.F. Bower, N. A. Fleck, A. Needleman, N. Ogbonna. "Indentation of a power law creeping solid". *Proc. R. Soc. Lond. A*441, 97-124, (1993)
17. N. A. Stilwell y D. Tabor. "Elastic recovery of conical indentations". *Proc. Phys. Soc.* 78, 169-179, (1961)
18. V. Marx y H. Balke. "A critical investigation of the unloading behavior of sharp indentation". *Acta Mater.* 45, 3791-3800, (1997)
19. B. Storåkers, S. Biwa, y P. L. Larsson, "Similarity analysis of inelastic contact". *Internatl. J. Solids Struct.* 34, 3061-3083, (1997).

(Footnotes)
* E-mail: jalkorta@ceit.es

Recibido: 09.01.05

Aceptado: 05.07.05

