

Evaluación mediante nanoindentación instrumentada de la alteración del módulo de Young causada por la inducción de campos de tensiones residuales



Instrumented nanoindentation evaluation of Young modulus alteration caused by induced residual stress fields

Miguel Cerro-Ramírez, Luis Flores-Herrera¹, Usiel Silva-Rivera¹, Rosa González-Huerta², Juan Sandoval-Pineda¹

¹ Instituto Politécnico Nacional. SEPI-ESIME. U. Azcapotzalco, Av. Granjas 682, Col. Sta. Catarina - 02250 Azcapotzalco (México)

² Instituto Politécnico Nacional. ESQIE. Laboratorio de Electroquímica y Corrosión. UPALM - 07738 Ciudad de México (México). Tfno: +5557296000 Ext: 64503

DOI: <http://dx.doi.org/10.6036/8405> | Recibido: 11/04/2017 • Evaluado: 20/04/2017 • Aceptado: 06/09/2017

ABSTRACT

- This work evaluates the alteration of Young's modulus caused by the induction of residual stress (RE) fields in a set of SAE 1045 Steel specimens by using instrumented nanoindentation. The specimens were subjected to a stress relief to eliminate their prior history caused during the manufacturing process. The importance of this evaluation states in the fact that, in mechanical components, previous residual stresses are accumulated or added to superficial and volumetric stresses generated during subsequent mechanical loads. This characteristic may cause sudden failures or increase service life also. The RE were induced through bending tests and evaluated using the Crack Compliance Method (CCM). During the instrumented nanoindentation, a Berkovich type nanoindenter was used, following the Oliver-Parr method. A differential segment was extracted from the centre of the beam which contains the same stress field distribution as it was also demonstrated with a numerical analysis carried in ANSYS®. A total of four cases were analysed considering: a) Non previous history, b) with induced RE, c) with the application of the Bauschinger effect (BE) and d) with the induction of RE plus the application of the BE. Differences between Young's modulus and surface hardness values were found for each case.
- Keywords:** Nanoindentation, Residual Stresses, Oliver-Pharr Method, Crack compliance method, Young modulus.

RESUMEN

En este trabajo se evalúa la alteración del módulo de Young debido a la inducción de campos de tensiones residuales (TR) mediante nanoindentación instrumentada en probetas de acero SAE 1045 de sección transversal cuadrada. Las probetas fueron sometidas a un destensionado para eliminar el historial previo causado por los procesos de manufactura debido a que estos, se suman a los esfuerzos superficiales y de volumen de los componentes mecánicos durante su vida útil. Esta característica puede producir fallos súbitos o aumentar su vida útil. Se inducen los campos de TR mediante ensayos de flexión y se evalúan aplicando el Método de Respuesta de Grieta (Crack Compliance Method, CCM). La evaluación del módulo de Young se realizó por nanoindentación instrumentada con un nanoindentador tipo Berkovich utilizando el método de Oliver-Pharr. Se extrajo un segmento diferencial de la probeta con el mismo campo de tensiones residuales, y esto fue también comprobado numéricamente empleando el programa ANSYS®. Se analizaron 4 casos de estudio sobre las probetas: a)

Sin historial previo, b) Con TR inducidas, c) Con la aplicación del efecto Bauschiger (EB) y d) Con TR inducidos más la aplicación del EB. Se encontraron diferencias entre los valores del módulo de Young y la dureza superficial para cada caso.

Palabras clave: Nanoindentación, Tensiones residuales, Método de Oliver-Pharr, Método de respuesta de grieta, Módulo de Young.

1. INTRODUCCIÓN

La vida útil de los elementos mecánicos se ve afectada por el historial previo inducido debido a sus procesos de manufactura. Estos elementos mecánicos están sometidos a agentes externos aplicados de manera homogénea y no homogénea y son de tal magnitud que alcanzan estados elásticos y plásticos, los cuales alteran su conducta mecánica. Esto se debe a fenómenos tales como el efecto Bauschinger o la inducción de tensiones residuales (TR) [1-4]. Se debe de considerar la presencia de las TR en el proceso de manufactura debido a que alteran la estabilidad dimensional de los productos fabricados [4]. Existen diferentes técnicas que se utilizan para registrar y evaluar estos campos de TR ya sea analizando el volumen completo o solamente la superficie del elemento. Por otra parte la técnica de nanoindentación instrumentada, permite determinar una amplia variedad de propiedades mecánicas, tales como; el módulo de Young, dureza, limite elástico, endurecimiento por deformación o resistencia a la fractura entre otros [6,7].

Ya se han realizado diversas investigaciones como las descritas en los trabajos de Wright T. y Page T. [8], en donde se analiza el cambio de las propiedades mecánicas en la capa de carbono endurecido (HC) depositado en un acero inoxidable dúctil. En Tsui et al [9], se analiza la dependencia del estado de tensiones mediante técnicas de nanoindentación y son comparadas con pruebas de dureza convencional. En Xiao L. et al [10] se analiza el campo de tensiones residuales en la punta de las grietas en un material recubierto por deposición y sujeto a diferentes cargas a tensión empleando nanoindentación. En Xiao G. et.al [11] se analizan y caracterizan las propiedades mecánicas de materiales intermetálicos por medio de nanoindentación instrumentada.

Existen diversos métodos para determinar la magnitud de los campos de TR, tales como los destructivos, semidestructivos y los no destructivos, entre los destructivos se tiene; el método de respuesta de grieta (Crack Compliance Method, CCM) que consiste en la inducción controlada de una muesca de profundidad incremental en un componente, esta genera la relajación de las

deformaciones elásticas en la vecindad de la muesca. En este caso se utiliza una galga extensométrica para medir la relajación de la deformación elástica y con ello es posible evaluar el campo de las TR [12]. El método del barrenado (Hole Drilling), considerado como semi-destrutivo, requiere de la inducción de un barreno en la superficie del componente mecánico. Esto provoca la relajación de las deformaciones elásticas alrededor del barreno, las cuales se miden mediante un arreglo de galgas extensométricas (roseta extensométrica) y permiten determinar la TR principal y la dirección del mismo [13]. La clasificación de los métodos no destructivos, involucra el método de rayos X, ultrasonido, entre otros [15]

La técnica de nanoindentación instrumentada permite evaluar los valores del módulo de Young y dureza en una zona específica del material. Para ello, se requiere extraer un segmento de la probeta en la zona de interés y su análisis permita relacionar la magnitud del módulo de Young con las magnitudes del campo de tensiones residuales.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

Para la evaluación del módulo de Young y la dureza superficial, se selecciona un lote de probetas de acero AISI/SAE 1045 manufacturado en frío. Este material es ampliamente usado en la industria metal-mecánica, tiene como composición química: 0,43-0,50% C; 0,15-0,30% Si; 0,60-0,90 Mn%; max 0,40% P; max 0,050% S; de porcentaje en peso [15].

Las probetas de sección transversal cuadrada, de 12,7 mm x 12,7 mm x 300 mm de longitud, se sometieron a un tratamiento térmico de recocido subcrítico o de destensionado, con la finalidad de disminuir las tensiones residuales procedentes procesos

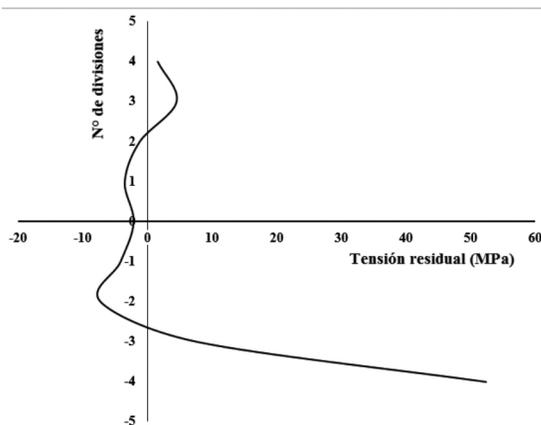


Figura 1: Condiciones iniciales del material, resultado eliminación de campo de tensiones residuales después del tratamiento térmico



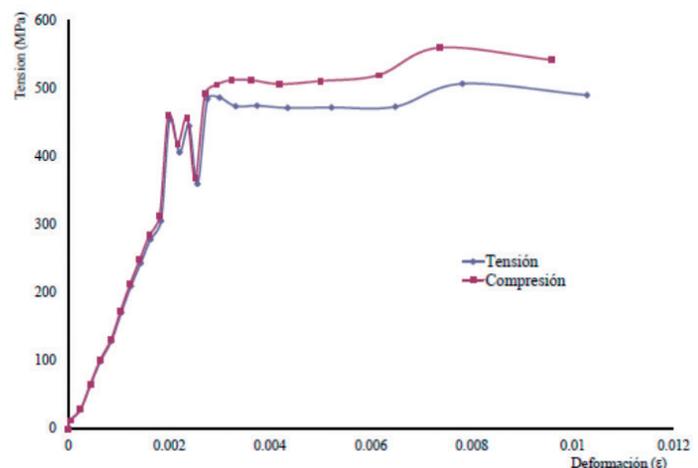
Figura 2: Propiedades mecánicas (Módulo de Young y Tensión de cedencia)

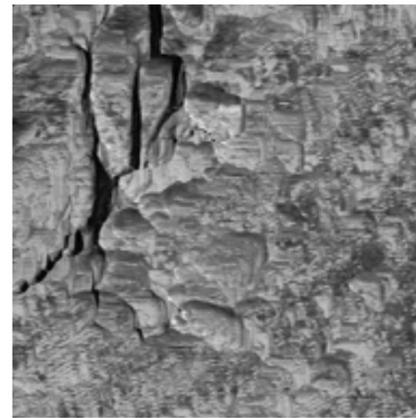
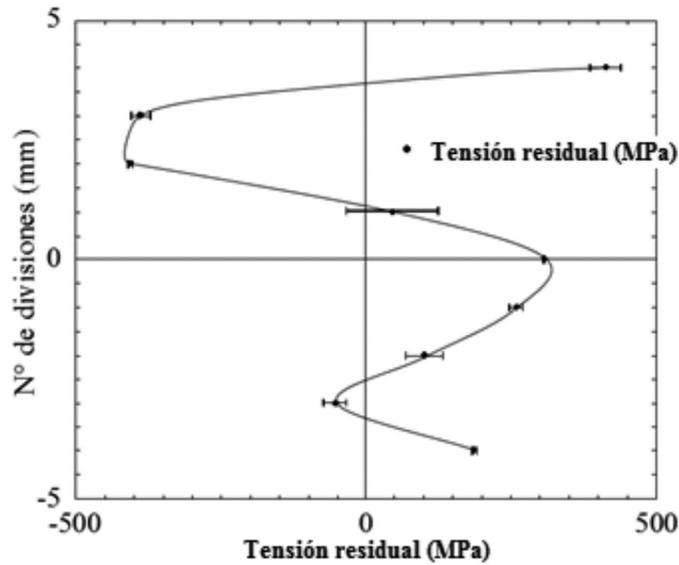
de manufactura. La temperatura del horno se estableció a 660 °C durante una hora, dejando enfriar las probetas dentro del horno. Las probetas se empaquetaron en láminas de acero inoxidable con espesor 0,16 mm para evitar la pérdida del porcentaje de carbono y la oxidación del material durante el recocido [16]. Para aplicar el tratamiento térmico se utilizó un horno de inducción marca Linderg, modelo S891 y se fabricó un banco de pruebas para ensayos a flexión en cuatro puntos, para la inducción de los campos de tensiones residuales en las probetas.

Caso 1. Probetas sin historial previo y sin la inducción de tensiones residuales

Para evaluar que efectivamente se eliminó la historia previa de las probetas, antes de proceder a la obtención de las propiedades mecánicas, se empleó el método de respuesta de grieta. En ese sentido el proceso para generar la muesca se llevó a cabo por electroerosión, la ventaja de este método es que no altera el campo de esfuerzos residuales, a diferencia de utilizar métodos de corte con herramienta, que produce calentamientos locales durante el corte, lo que altera el campo de tensiones residuales [17]. Se empleó una máquina de descarga eléctrica (EDM), modelo ONA/BN-180, esta máquina produce una corriente máxima de 30 A y consume una potencia de 5,2 kW. Los niveles de tensiones residuales obtenidos se muestran en la Figura 1, comprueba que las tensiones residuales no superan los 8 MPa. Se considerará este estado tensional como el caso de mínima acumulación de tensiones residuales.

Con el objetivo de medir las propiedades mecánicas de las probetas destensionadas, tales como el módulo de Young, el límite elástico y la tensión última, se utilizó el ensayo de flexión en cuatro puntos, el cual tiene la ventaja de que en una sola prueba, que es no homogénea, se obtienen las curvas tensión-deformación tanto para tensión como en compresión [18]. Esta prueba se realizó en una máquina universal servo-hidráulica marca INSTRON, modelo 8502, con una capacidad de 250 kN como se muestra en la Figura 2. También se observa la configuración del banco de pruebas de 4 puntos para ensayos a flexión empleado durante la prueba. Para obtener las curvas de tensión-deformación en tensión y compresión, se sometió a una probeta del lote destensionado a la prueba de flexión a 4 puntos. Mediante técnicas de extensometría se registraron las deformaciones unitarias hasta el tensión última, el valor del módulos de Young obtenidos fueron respectivamente de 176,8 GPa y 181,6 GPa. El límite elástico encontrado fue de 420 MPa y el valor de la tensión última a tensión y compresión es de 500 MPa y 530 MPa respectivamente como se observa en la Figura 2.





a)

b)

Figura 3: a) Evaluación de las tensiones residuales aplicando el CCM en vigas sometidas al esfuerzo último, con un ER de 412 MPa; b) Pérdida de la capacidad estructural debido a las microgrietas

Caso 2. Probetas sin historial previo, con la inducción de campos de tensiones residuales

Otro lote de probetas sometidas al destensionado, fueron inducidas con campos de tensiones residuales, mediante flexión a cuatro puntos, para esto la magnitud de las deformaciones unitarias se registraron utilizando galgas extensométricas, cuyos valores fueron de 15919 en tensión y de -14495 a compresión. Estos valores permiten alcanzar la tensión última en la curva de tensión-deformación para un ensayo a flexión, e inducir el campo de tensiones residuales correspondiente [19-21].

En la Figura 3 se muestra la distribución de los esfuerzos residuales en la viga sometida a flexión, la distribución del campo de tensiones residuales fue determinada experimentalmente mediante el método de respuesta de grieta. Se observa que la tensión residual alcanza un valor 412 MPa debido a que la pieza llegó al valor

de la tensión última, lo cual genera un estado de inestabilidad mecánica, lo que se demuestra en la Figura 3b, esta imagen fue obtenida por medio de un microscopio de fuerza atómica marca JEOL modelo JSPM-5200.

Para determinar el módulo de Young por nanoindentación en las probetas inducidas con tensiones residuales, se tuvieron que determinar primero las distancias de corte. Para ello, se realizó una simulación numérica empleando el método del elemento finito con el programa ANSYS®. Se consideró una regla de endurecimiento cinemático, posteriormente se simuló el proceso de corte por electroerosión empleando la manipulación de elementos de vida y muerte, estos elementos se usan cuando el material ha sufrido una deformación plástica. En la Figura 4, se observa que el seccionamiento se llevó a cabo al obtener un valor de cero en la vecindad de la sección central.

En la Figura 5 se observan las dimensiones de la sección extraída, en donde el campo de tensiones residuales inducidos se mantiene.

Sabiendo que la sección extraída mantiene el campo de tensiones residuales, el Módulo de Young se determinó usando un nanoindentador con las siguientes características: punta de diamante tipo Berkovich de tres caras con ángulos medios de 65.3°, a una velocidad de 200 nm/min; una pendiente de contacto de 80%; una carga aplicada de 400 mN a tensión constante; con una pausa de 5 segundos. Se aplicó también el método de Oliver y Pharr [6, 3, 22, 23].

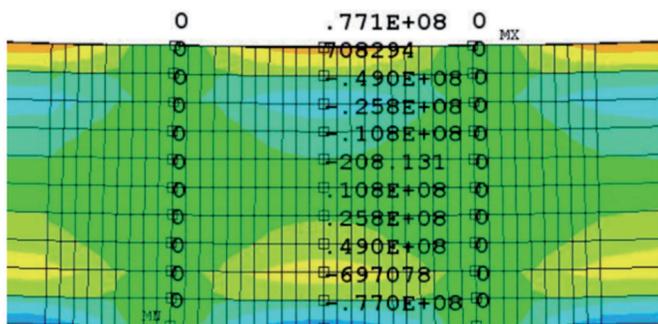


Figura 4: Distribución de las tensiones residuales en el elemento seccionado

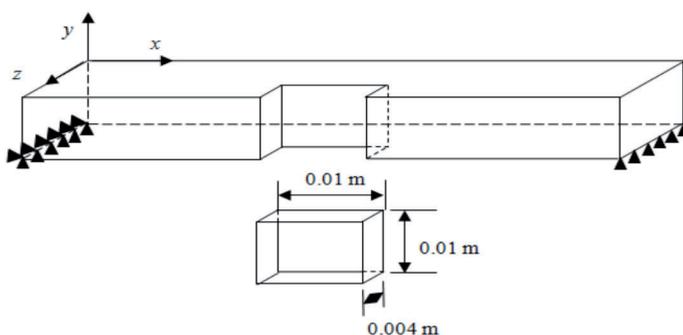


Figura 5: Elemento seccionado y extraído de cada probeta



Caso 3. Probetas con la inducción del efecto Bauschinger y sin tensiones residuales

El efecto Bauschinger que se induce por el endurecimiento por deformación, se llevó acabo restringiendo uno de los lados de la viga, y aplicando una carga de tensión uniaxial equivalente a $5\varepsilon_y$, que es equivalente a $10,000\mu\varepsilon$. Es importante notar que esta es una deformación homogénea, por lo que no se induce campos de tensiones residuales.

Caso 4. Probetas con historial previo por Efecto Bauschinger y con tensiones residuales inducidas.

Para inducir el campo de tensiones residuales, se aplicó una carga no homogénea, mediante el ensayo a flexión hasta alcanzar $3\varepsilon_y$, lo que equivale a $6000\mu\varepsilon$, con esta deformación se excede limite elastico, por lo tanto un campo de tensiones residuales a tensión es expuesto en la zona a compresión y en compresión como se muestra en la Figura 6. Es importante observar que el desplazamiento del eje neutro es causado por el efecto Bauschinger debido a una predeformación homogénea.

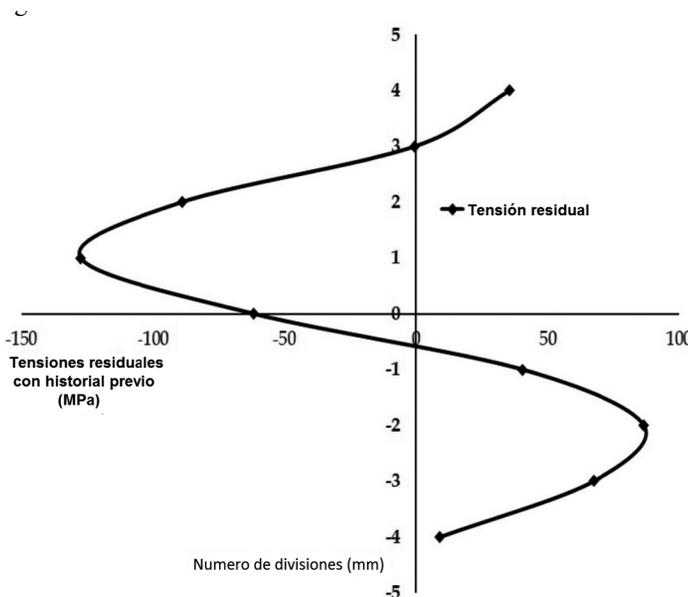


Figura 6: Campo de tensiones residuales con historial previo con un EB de aproximadamente 127 MPa a compresión y de 80 MPa a tensión

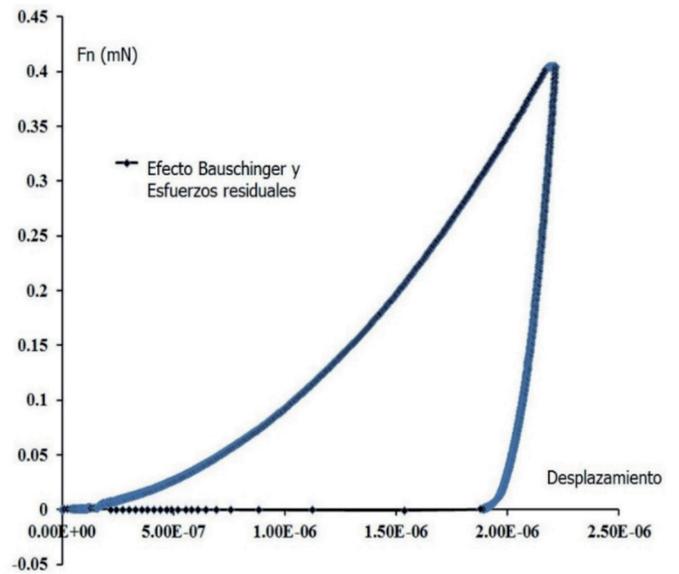


Figure 7: Curva de carga y descarga (P-h) obtenida con el nanoindentador en una viga con efecto Bauschinger y campo de tensiones residuales

En la Figura 7, se muestra la curva característica de un sólido elastoplástico, obtenida por medio de nanoindentación. De las curvas de carga y desplazamiento es obtenido el módulo de Young, deformación y dureza.

3. RESULTADOS

La Tabla 1, muestra los resultados obtenidos del registro del módulo de Young de cada caso:

En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos para la dureza y sus valores correspondientes de acuerdo a cada caso.

Inicialmente, las probetas fueron sometidas al método de flexión experimental para determinar su módulo de Young se obtuvo un valor de 181,6 GPa en tensión y de 176,8 GPa en compresión, el cual se altera debido a la magnitud del campo de tensiones residuales. En el caso en donde la probetas fue sometida al efecto Bauschinger y sin tensiones residuales inducidas, los resultados obtenidos son cercanos indicando solamente una pérdida de ductilidad debido a un comportamiento homogéneo plástico de la viga. En el caso de la viga con historial previo y con tensiones residuales inducidas, los resultados obtenidos son más críticos mos-

	Caracterización de la probetas (Flexión)	Caso 1	Caso 2	Caso 3	Caso 4
Módulo de Young (GPa) (Parte superior)	176,8	200,330	169,256	123,158	107,246
Módulo de Young (GPa) (Parte inferior)	181,6	198,886	176,363	125,211	89,117

Tabla 1: Módulo de Young obtenido mediante nanoindentación para cada caso

Zona nanoindentada en la probeta	Caso 1	Caso 2	Caso 3	Caso 4
Dureza obtenida, parte superior (O&P) MPa	3834,572	4325,089	3156,521	4164,080
Dureza obtenida, parte inferior (O&P) MPa	3999,174	3461,450	4016,485	3598,99

Tabla 2: Evaluación de la dureza por nanoindentación

trando una alteración drástica del módulo de Young. En el caso de las vigas que sólo fueron sometidas al efecto Bauschinger. El valor del módulo de Young, disminuyó significativamente en estas dos áreas, debido a que las mediciones se realizaron en la zona del comportamiento plástico del material. La aplicación de la nanoindentación instrumentada sólo proporciona datos localizados del lugar de aplicación y en esta investigación se observó su distribución en el elemento analizado.

4. CONCLUSIONES

En este artículo se presenta una alternativa para evaluar el módulo de Young por nanoindentación instrumentada diferente a los métodos tradicionales para caracterizar los materiales, con la ventaja de que se puede evaluar una zona específica del material y poder relacionar la magnitud del campo de tensiones residuales con la alteración del módulo de Young.

Por otra parte se presentó un método numérico computacional para determinar el tamaño de la sección extraída a evaluar por nanoindentación en donde se mantiene el campo de tensiones residuales, y de esta manera poder determinar las características mecánicas en esa sección.

Los resultados obtenidos en los ensayo de los cuatro diferentes casos planteados en las diferentes probetas muestran una variación con respecto a las propiedades iniciales del material debido a la inducción de tensiones residuales.

Como se puede observar en la tabla 1 la variación del módulo de Young en una probeta destensionada es decir sin historial previo (caso 1) con respecto a una probeta con la inducción de tensiones residuales y con efecto Bauschinger (caso 2) es aproximadamente de 70 MPa en la parte superior y de 92 MPa en la parte inferior de la probeta, esto cambio en el módulo de Young es significativo, demostrando que un material que está sometido a un mayor número de operaciones y/o procesos de deformación es más susceptible a un cambio en sus propiedades mecánicas y afecta su vida útil.

Con este tipo de mediciones es posible realizar un método para obtener una estimación de la vida útil de un componente mecánico ingenieril así como realizar un mejor diseño mecánico del mismo y asegurar que no tenga fallas súbitas debido a los TR y al cambio en su módulo de Young.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Timoshenki S y Goodier J Teoría de la elasticidad 2ª edición. Fuentes A (Traductor). España: Ediciones Urmo, 1968, p. 543. ISBN: 978-84-314-0231-0
- [2] Acosta M., Montiel M., Jimenez E., Serna S., "Determination of residual stresses in welded joints of stainless steel plate". DYNA Vol. 90-6, p. 590-596, DOI: <http://dx.doi.org/10.6036/7496>
- [3] Withers P.J., Bhadeshia H.K. "Residual stress. Part 1 – Measurement techniques". Materials science and technology. Vol. 17-4. DOI: <http://dx.doi.org/10.1179/026708301101509980>
- [4] Totten G., Howes M., Inove T. Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel. 1ª edición. Ohio: Ediciones ASTM, 2002, p.465. ISBN: 978-0-87170-729-1
- [5] Rosinni N.S., Dassiti M., Benyounis K.Y., et al. "Methods of measuring residual stresses in components". Material and Desing. Año 2012-35. p. 572-588. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.08.022>
- [6] Fischer-Cripps A.C. "A review of analysis methods for sub-micron indentation testing" Vacuum. Vol. 58-4, p. 569-585, DOI:[https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(00\)00377-8](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(00)00377-8)
- [7] Jang J.I "Estimation of residual stress by instrumented indentation: A review" Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 10-3 p. 391-400. ISSN: 1229-9162

- [8] Wright T., Page T. "Nanoindentation and microindentation studies of hard carbon on 304 stainless steel". Surface and coating technology. Vol.55/54-2. p. 557-562. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(07\)80082-X](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(07)80082-X)
- [9] Tsui T.Y., Oliver W.C., Pharr G.M. "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I. Experimental studies in an aluminum alloy" Journal of material research. Vol.11-3 p.752-759. DOI: <https://doi.org/10.1557/JMR.1996.0091>
- [10] Xiao L, Ye D., Chuanyong C., et al. "Instrumented indentation measurement of residual stresses around a crack tip under single tensile overloads" International journal of mechanical science Vol. 78-1, p. 44-51, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jimecsci.2013.11.001>
- [11] Xiao G., Yang X., Yuan G., et al. "Mechanical properties of intermetallic compounds at the Sn-3.0Ag-0.5Cu/Cu joint interface using nanoindentation" Material and Desing. Vol.88-25, p 520-527, DOI:<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.059>
- [12] Nowell D., Tochili S., Hills D.A. "Measurement of residual stresses in beams and plates using the crack compliance technique" The Journal of Strain Analysis for Engineering Design. Vol.35-4. p.277-285 DOI: 10.1243/0309324001514413
- [13] Schajer G "Hole-Drilling Residual Stress Measurements at 75 : Origins, Advances, Opportunities" En: SEM Annual Conference. Chasiotis I. (Editor). Primera edición. Ohio: Society for Experimental Mechanics, 2011. ISBN: 1046-6789
- [14] Macherauch E., Kloss K. "Origin, measurement and evaluation of residual stresses" Residual Stress Science Technology. Vol. 1. p. 3-27
- [15] Norma mexicana. "NMX-B-301-1986/Industria siderúrgica barras de acero al carbono" Dirección general de normas
- [16] ASTM. "ASTM-A108-03/ Standar specifications for steel bar, carbon and alloy, cold-finished" ASTM 1992, ISBN: A10803
- [17] Milan M, Tarpani J y Bose-Filho W. "Slot machining effects on residual stress measurement using the crack compliance method" Proceedings of 18th International Congress of Mechanical Engineering, Nov. 6-11, Ouro Preto, 2005
- [18] Sandoval J. "Análisis del efecto de predeformado en el comportamiento de vigas sometidas a cargas cíclicas" Tesis para obtener el grado de doctor en ciencia en ingeniería mecánica, Sección de Estudios de Posgrado e Investigación del Instituto Politécnico Nacional, p. 2008
- [19] Cheng W., Finnie I. Residual Stress Measurement and the Slitting Method 1ª edición New York: Ediciones Springer, p.205 ISBN: 978-0-387-37065-1
- [20] Prime M. "Residual Stress Measurement by Successive Extension of a Slot: The Crack Compliance Method" Applied mechanics reviews Vol.52-2 p.75-96 DOI:10.1115/1.3098926
- [21] Cheng W., Finnie I., Prime M. "Measurements of residual stresses through the thickness of a strip using the crack compliance method". Residual Stress III – Science and Technology Vol.2. Fujiwara H., Abe T., Tanaka K. (editores). Inglaterra: Elsevier applied science. ISBN: 1-85166-858-4
- [22] Lucca D., Herrmann K., Klopstein M.J. "Nanoindentation: Measuring methods and applications" CIRP Annals - Manufacturing Technology. Vol.59-2. p. 803-819 DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2010.05.009>
- [23] Pharr G.M. "Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation" Materials Science and Engineering: A. Vol.253-1/2. p. 151-159. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00724-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00724-2)

AGRADECIMIENTOS

Instituto Politécnico Nacional, Proyecto SIP multidisciplinario 1820, módulo 20170047, al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, México.