

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DE MEDIÇÃO SOBRE A REPRESENTATIVIDADE E DISPERSÃO DOS RESULTADOS DO ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

M. C. G. Rios⁽¹⁾

G. A. de Faria⁽²⁾

G. L. de Faria⁽¹⁾

⁽¹⁾Campus Universitário do Morro do Cruzeiro, Bauxita.
Ouro Preto-MG, CEP:35400-000
Universidade Federal de Ouro Preto
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

⁽²⁾Campus da UFV
Viçosa - MG, CEP: 36.570-900
Universidade Federal de Viçosa
Departamento de Informática

RESUMO

O presente trabalho apresenta um estudo a respeito da influência de diversos fatores operacionais sobre a representatividade e reprodutibilidade dos resultados de ensaios de Microdureza Vickers. Os principais parâmetros avaliados neste trabalho foram: carga, tempo, operador, presença de embutimento polimérico, efeito de borda e distância entre indentações. Medições aleatórias de microdureza foram realizadas em materiais com faixas de dureza distintas: aço ABNT 1045 normalizado, aço ABNT 1045 martensítico e uma liga alumínio-silício. Para o tratamento e análise estatística dos dados optou-se pela utilização da ferramenta boxplot e teste T-pareado. Os parâmetros que exerceram maior influência sobre os resultados foram a seleção de carga e a mudança de operador. Quanto menor a carga aplicada e maior a dureza do material, maior a dispersão e menor o valor da média dos dados obtidos. A troca de operador se mostrou um ponto de atenção pois, implicou em variações significativas das médias.

Palavras-chave: Microdureza Vickers, Efeito da Carga, Efeito do Tempo, Estatística.

1. INTRODUÇÃO

O ensaio de microdureza Vickers tem como objetivo avaliar a resistência de materiais à deformação plástica localizada. O ensaio consiste na aplicação de uma carga sobre a superfície plana previamente preparada de um material, utilizando-se de um penetrador piramidal de diamante padronizado. Após a remoção do penetrador da superfície da amostra, percebe-se a presença de uma impressão remanescente no local. A partir da análise das dimensões desta impressão é possível calcular o valor de microdureza do material por meio da Eq. (A). Onde F é a carga aplicada em gf e \bar{d} é a diagonal média da impressão em μm ⁽¹⁻⁴⁾.

$$HV = 1854,4 \cdot \left(\frac{F}{\bar{d}^2} \right) \quad (A)$$

A norma ASTM E384 sugere que o penetrador deve descer sobre a amostra com uma velocidade entre $15\mu\text{m/s}$ e $70\mu\text{m/s}$, assim como o tempo de aplicação da carga deve estar entre 10s e 15s, com tolerância de $\pm 2\text{s}$ ⁽¹⁾.

Durante a medição de microdureza, vários cuidados devem ser tomados para evitar possíveis erros na medição, tais como: ataque químico da amostra, perpendicularismo entre penetrador e amostra, manutenção periódica do equipamento, carga utilizada, o tempo em que o penetrador permanece na amostra e o operador ⁽⁵⁻⁹⁾.

Apesar da norma ASTM E384 sugerir um intervalo de tempo para aplicação da carga, a sua definição é feita aleatoriamente pelo operador e ainda não se sabe exatamente qual a influência deste parâmetro sobre os valores de dureza medidos. Quanto à carga, a norma ASTM E384 não indica quais os valores recomendáveis para cada tipo de material, o que possibilita escolhas inadequadas e obtenção de resultados pouco representativos para os objetivos desejados ⁽⁵⁻⁹⁾.

A literatura aponta que o operador também tem forte influência sobre os valores de microdureza, pois como as diagonais da impressão deixadas pelo penetrador são medidas manualmente, vários fatores podem levar a um erro de leitura da impressão ^(1,5).

Neste contexto, o objetivo deste trabalho é estudar a influência do ajuste de parâmetros operacionais sobre a representatividade e dispersão dos resultados em ensaios de microdureza Vickers aplicados em alguns materiais metálicos com durezas distintas.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Materiais

Para a realização deste estudo, foram selecionadas três amostras com microestruturas que garantem durezas significativamente distintas: Um aço ABNT 1045 temperado (majoritariamente martensítico); um aço ABNT 1045 normalizado (constituído por ferritaproeutetóide poligonal e perlita); uma liga de alumínio A356.0 no estado bruto de solidificação em molde de areia (matriz de alumínio- α e precipitados de Si). A Fig. 1 apresenta as microestruturas dos materiais estudados.

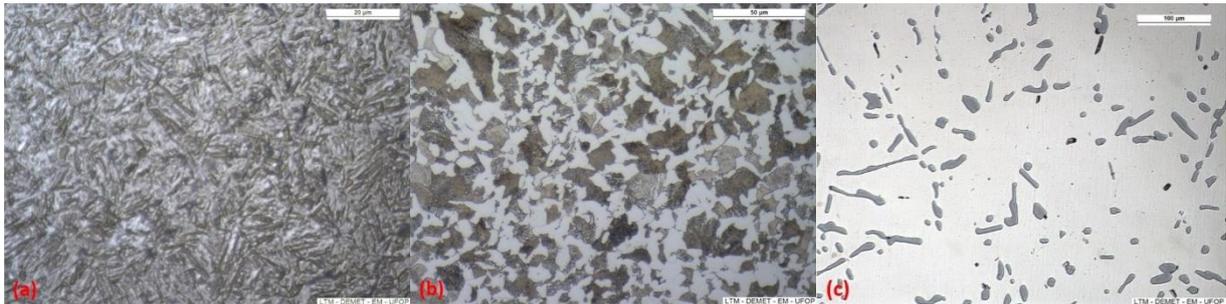


Figura 1 – Microestruturas (a) do aço ABNT 1045 temperado; (b) do aço ABNT 1045 normalizado; (c) da liga de alumínio A356.0 no estado bruto de solidificação – MO – 1000x.

2.2. Procedimentos Experimentais

Após a superfície de cada amostra ter sido metalograficamente preparada, elas foram submetidas a ensaios de microdureza Vickers. Em cada amostra, para cada combinação de parâmetros, foram realizadas trinta medições em posições aleatórias fazendo-se uso das cargas de 10g, 50g e 200g e intervalos de tempo de aplicação de 5s, 10s e 15s. Por meio da combinação entre as diversos parâmetros de carga e de tempo, buscou-se avaliar o efeito dos mesmos sobre os resultados de microdureza. A Fig.2 apresenta um fluxograma que resume a metodologia experimental executada nesta etapa.

Baseado nos resultados da análise estatística, foi selecionada a condição de carga e tempo crítica (que conferiu menor representatividade aos resultados, assim como maior dispersão). Esta condição foi estabelecida como base para a análise da influência do operador.

Nesta etapa, três operadores distintos realizaram trinta medições aleatórias de microdurezas sobre as três amostras na mesma condição crítica (10gf e 5s). A Fig. 3 é um fluxograma que resume esta etapa da pesquisa. Novamente utilizou-se ferramentas estatísticas para analisar o comportamento dos dados.

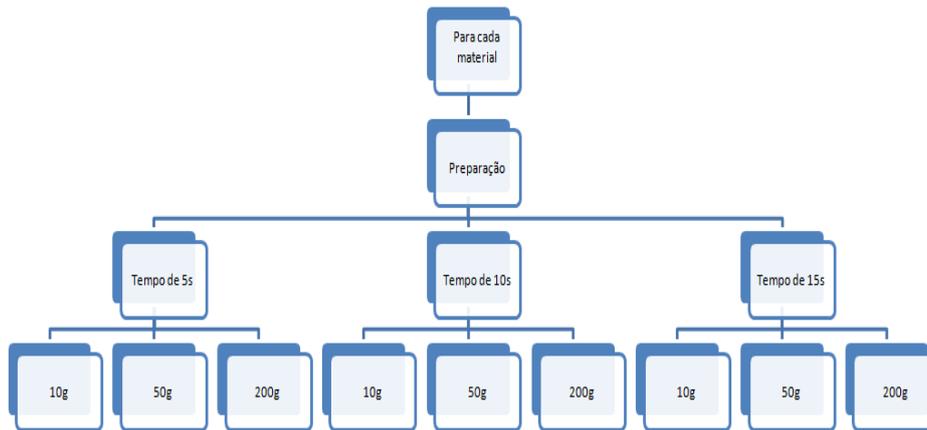


Figura 2 – Fluxograma que resume as variáveis avaliadas na etapa de estudo do efeito da carga e do tempo de aplicação sobre os resultados de microdureza Vickers.

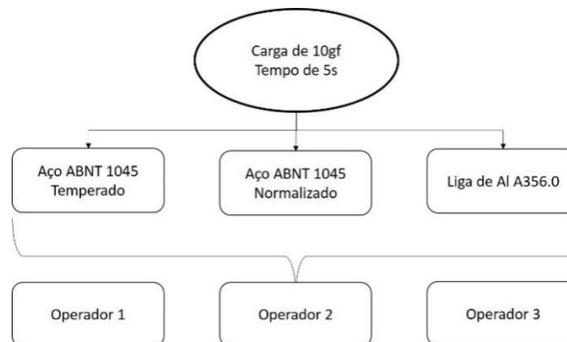


Figura 3 – Fluxograma que ilustra os procedimentos empregados para avaliação do efeito do operador sobre os resultados de microdureza Vickers.

As ferramentas estatísticas utilizadas foram as seguintes:

1. Teste de Kolmogorov-Smirnov: Permite identificar se a amostra segue uma distribuição Normal por meio da comparação da diferença entre a função de distribuição empírica e a função de distribuição real com valores tabelados. Este teste fornece um parâmetro KS para atestar a normalidade dos dados. Segundo o teste de Kolmogorov-Smirnov, se o KS obtido for menor do que o de referência máxima, a distribuição é normal⁽¹⁰⁾;
2. Box Plot: Ferramenta gráfica que permite visualizar diversas medidas de posição dos dados como a dispersão, assimetria, curtose, mediana, entre outras dos dados, além de possibilitar a presença de dados discrepantes que se encontram deslocados da massa de dados (chamados “outliers”)⁽¹¹⁾;
3. Teste t-pareado: dadas duas amostras com duas medições distintas de uma característica (por exemplo carga), considerando-se que possa haver alguma relação entre elas, avalia-se se a diferença entre essas medições é zero.

Caso a diferença seja 0, pode-se inferir que os dois métodos para atingir um determinado resultado possuem o mesmo desempenho⁽¹²⁾.

Na sequência do trabalho, buscou-se avaliar as influências das distâncias indentação-indentação e indentação-borda. Utilizou-se a liga de alumínio com carga de 10gf e tempo de 5s (por se tratar do material mais macio, com menor dispersão de resultados). Para avaliar o primeiro parâmetro, indentações de referência foram posicionadas sobre a liga de alumínio e cinco medidas foram feitas a diferentes distâncias delas, desde a distância zero até cinco vezes a diagonal principal da indentação de referência, como está esquematizado na Fig. 4-a. A Fig. 4-b ilustra como foram feitas as medidas para se avaliar o efeito da distância entre indentação e borda. Medidas foram feitas a diferentes distâncias da borda da amostra em duas situações distintas: com e sem embutimento polimérico.

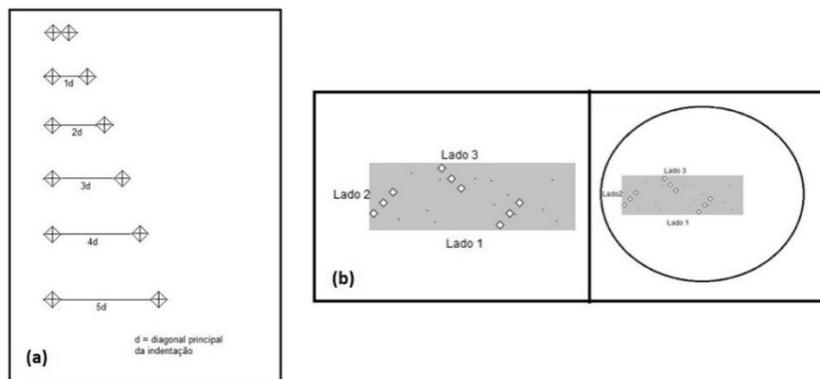


Figura 4 – (a) Esquema da disposição das indentações para avaliação da distância entre elas sobre os resultados de microdureza Vickers; (b) Esquema da disposição das indentações para avaliação da influência da proximidade da borda sobre os resultados de microdureza Vicker.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Efeitos da Carga e do Tempo

Com o intuito de averiguar a normalidade dos resultados de valores de microdureza medidos, foi feito o teste de Kolmogorov-Smirnov com a ajuda das ferramentas do Minitab. Este teste foi aplicado a todos os conjuntos de dados de medição e atestou se os mesmos atendem aos requisitos de normalidade. A Tab.1 trata-se de um exemplo da representação dos resultados, quanto ao teste de normalidade, para todos os materiais considerando apenas as variações de operadores.

Tabela 1 – Teste de normalidade para o nível de significância de 0,05, aplicado a todos os materiais variando os operadores.

Material	Experiência do Operador	KS Obtido	Referência Máxima	Distribuição
Alumínio	Baixa	0,135	0,242	Normal
	Média	0,131	0,242	Normal
	Alta	0,138	0,242	Normal
Aço ABNT 1045 Normalizado	Baixa	0,087	0,242	Normal
	Média	0,069	0,242	Normal
	Alta	0,099	0,242	Normal
Aço Martensítico	Baixa	0,072	0,242	Normal
	Média	0,065	0,242	Normal
	Alta	0,103	0,242	Normal

As Fig.5, Fig.6 e Fig.7 apresentam gráficos box plot que resumem a análise das medidas de posição dos dados de microdureza Vickers resultantes dos ensaios considerando a aplicação de cada par carga e tempo, para cada material.

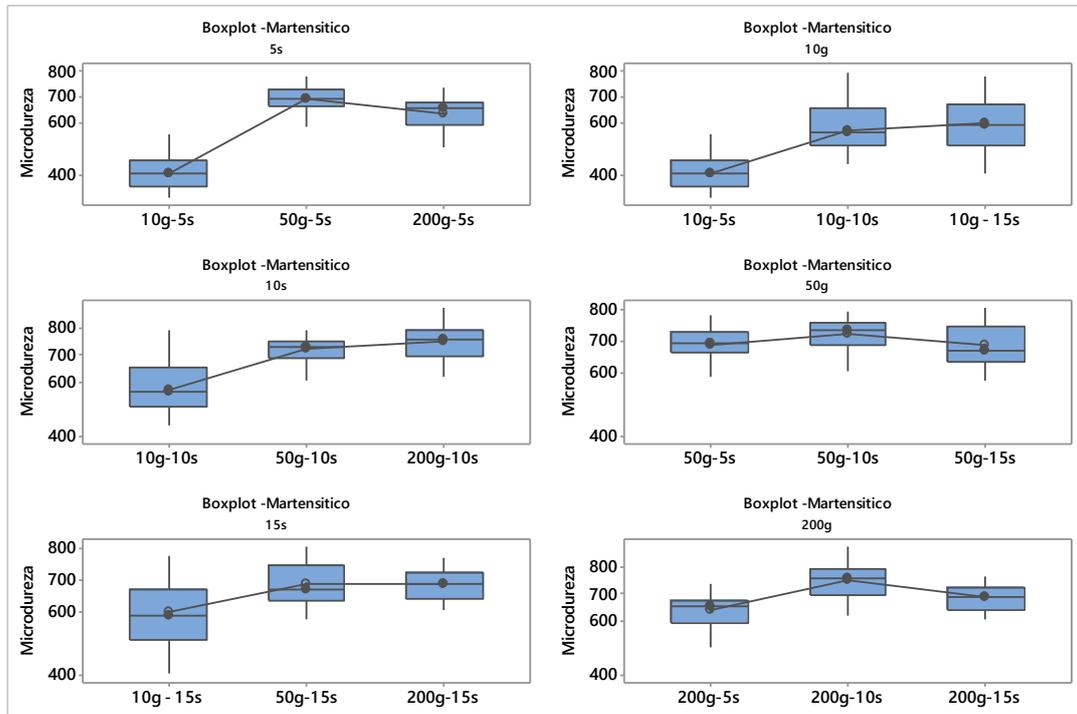


Figura 5 – Efeitos da carga e do tempo de aplicação sobre os resultados de microdureza Vickers na amostra de aço ABNT 1045 temperada.

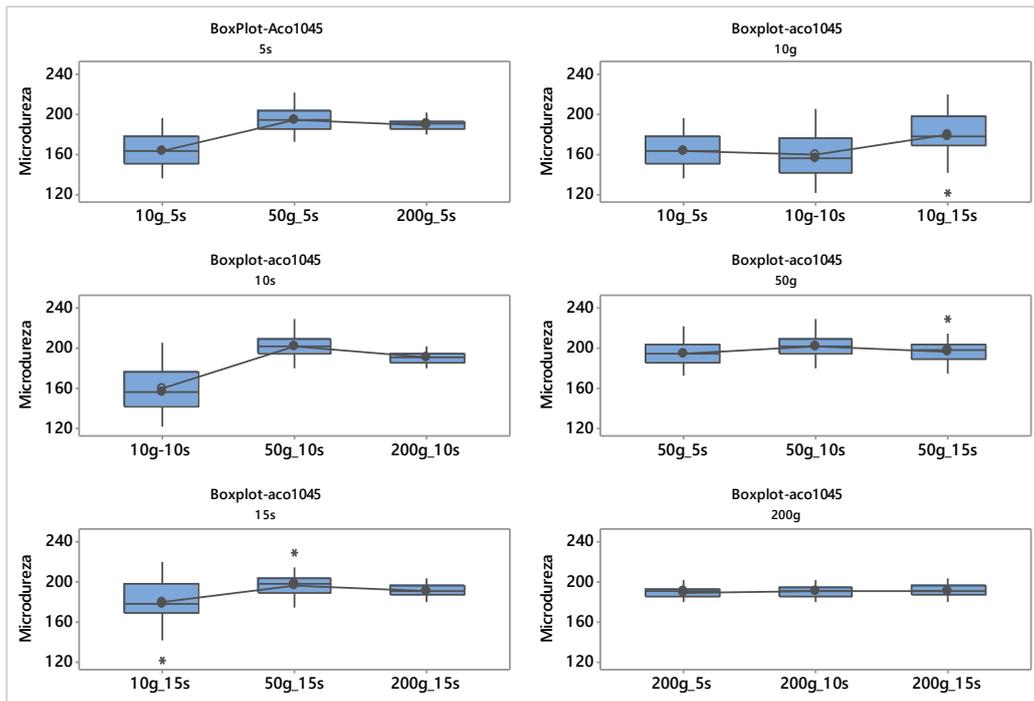


Figura 6 – Efeitos da carga e do tempo de aplicação sobre os resultados de microdureza Vickers na amostra de aço ABNT 1045 normalizado.

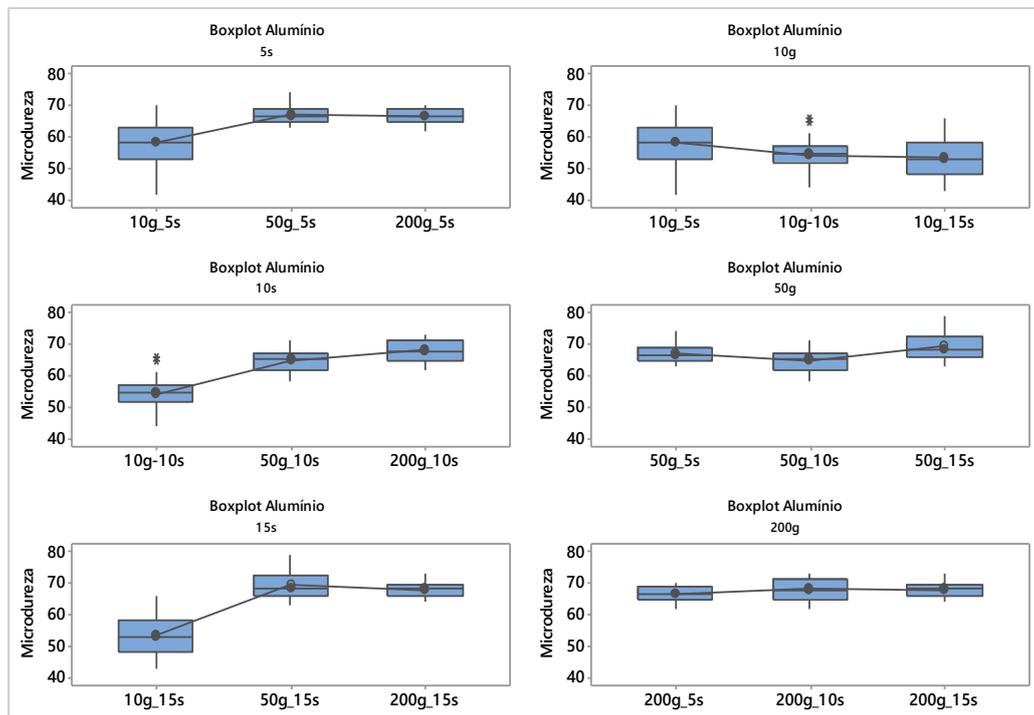


Figura 7 – Efeitos da carga e do tempo de aplicação sobre os resultados de microdureza Vickers na amostra de liga de Al A356.0.

Ao analisar-se os gráficos, em todos os casos, observa-se que mantendo-se o tempo constante e variando-se a carga (primeira coluna) obtêm-se medidas de

posição mais características para cada par carga/tempo do que quando varia-se o tempo e mantém-se constante a carga (segunda coluna). Este fato evidencia a maior influência da variação de carga nas medidas de posição do que a variação do tempo. Quando a análise dos box-plot não foi suficiente na identificação de tais diferenças entre dois blocos de dados, correspondentes a um par carga/tempo diferente cada, a mesma foi auxiliada com a aplicação de testes T-pareado.

Em uma análise mais detalhada, observa-se que os ensaios aplicados com carga de 10g apresentaram maior dispersão dos dados e menores valores de microdureza Vickers medidos em relação aos demais parâmetros de carga. Também é possível identificar que para a mesma carga de 10g, o tempo tem maior influência do que nas demais. A ordem crescente de dispersão e decrescente de médias para 10g de carga foi: aço ABNT 1045 Martensítico, aço ABNT 1045 Normalizado, e Liga de Alumínio.

No caso do aço ABNT 1045 Martensítico, pelo fato de sua elevada dureza oferecer maior resistência à deformação plástica quando submetidos a ensaio de microdureza Vickers, baixas cargas aplicadas produzem indentações muito pequenas, o que dificulta a leitura das suas diagonais pelo operador, como alertado pela norma ⁽¹³⁾.

Para o aço 1045 normalizado, o fenômeno pode ser explicado pelo fato de que quanto maior o volume ocupado pela indentação gerada menor a precisão para atingir somente um constituinte, pois maior é abrangência de fases.

No caso da liga de alumínio, isso se deve ao fato de que, quanto menor a carga, menor é o volume deformado na estrutura e menores são as respostas dos agentes endurecedores a este esforço aplicado. À medida que se aumenta a carga, a resistência à deformação plástica aumenta, pois, uma maior quantidade de descontinuidades oferecem barreiras à deformação plástica^(5, 7, 14, 15).

Como a carga de 10g propiciou a obtenção de valores médios de microdureza inferiores às demais e apresentou maior dispersão, recomenda-se utilizar as cargas de 50g ou 200g, caso o interesse da medição seja o de se obter uma propriedade característica do material e não medir a dureza de fases, ou constituintes específicos.

3.2. Efeito do Operador

A Fig.8 apresenta três gráficos de box plot que resumem os resultados obtidos por três operadores distintos com diferentes níveis de experiência com a técnica (baixa, média, alta). Pode-se observar que, para os três materiais, há uma diferença significativa entre os valores medidos por cada operador, sendo a diferença máxima média da ordem de 150HV para o aço martensítico.

O operador do equipamento é responsável por focar a indentação, identificar os seus vértices e medir as diagonais. Caso o foco não seja bem feito, ou a microestrutura da amostra apresente um contraste complexo com a indentação, como no caso de microestruturas martensíticas, a susceptibilidade ao erro na determinação dos vértices aumenta. Como cada operador trabalha com referências particulares, estes fatores são todos agravados. Outros autores também descreveram observações semelhantes em trabalhos prévios ^(2,14).

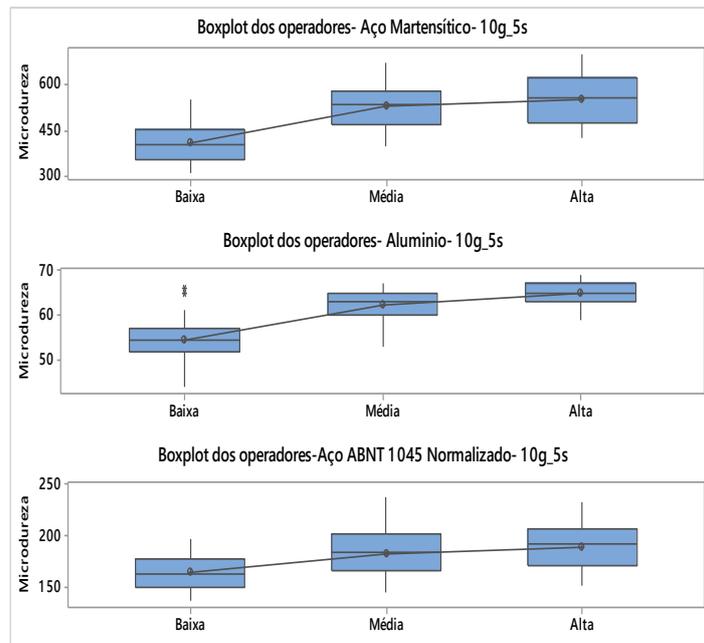


Figura 8 – Efeito do operador sobre os resultados de microdureza Vickers nas amostras estudadas.

3.3. Efeito da Distância entre Indentações

A Fig. 9-a apresenta uma micrografia de baixa magnificação da amostra de liga de alumínio onde é possível observar pares de indentações com diferentes distâncias entre si. As Fig. 9-b e 9-c apresentam detalhes das indentações. Pode-se observar que para a liga testada não há mudança significativa na morfologia e nem nas dimensões das impressões. A Fig. 10 apresenta um gráfico dos valores de dureza medidos em função das distâncias entre indentações. Nota-se claramente

que há uma dispersão natural, mas não há nenhuma tendência significativa. Isto ocorreu, provavelmente, em função da baixa capacidade de encruamento da liga estudada e do pequeno volume plasticamente deformado em função da baixa carga utilizada nesta etapa.

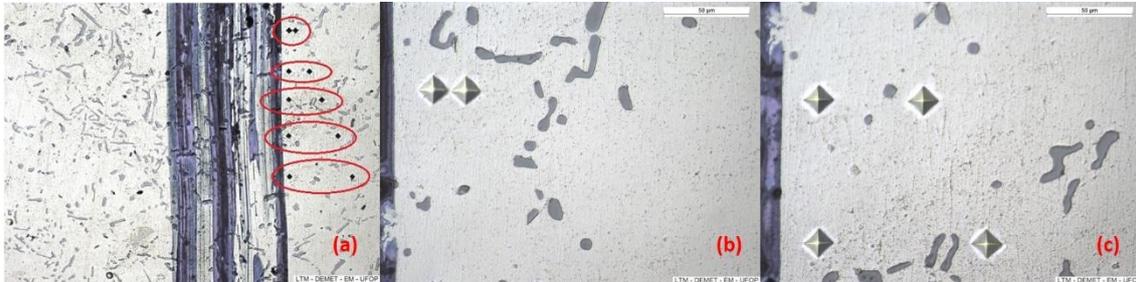


Figura 9 – Micrografias da liga A356.0 ilustrando a morfologia das indentações em função da distância entre elas - MO - (a)200x; (b)500x; (c)500x.

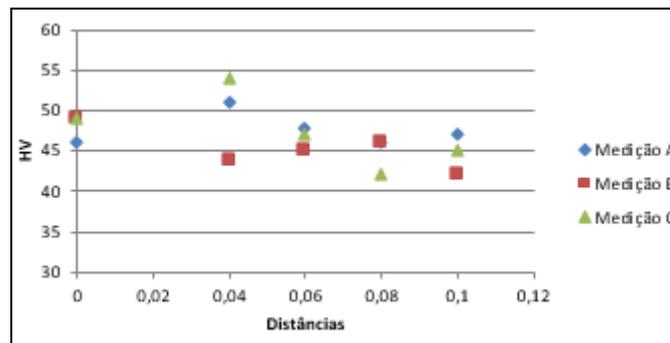


Figura 10 – Efeito da distância entre indentações sobre os resultados de microdureza Vickers na liga de alumínio A356.0 (Procedimento realizado três vezes: A, B e C).

3.4. Efeito da Distância entre Indentação e Borda

A Fig. 11 apresenta micrografias da liga A 356.0 com indentações a diferentes distâncias da borda da amostra sem embutimento polimérico. Pode-se observar que as indentações mais próximas da borda, sofrem significativa distorção, com maior deformação no sentido da borda (Fig. 11 – b). Estas heterogeneidades nas indentações tornam as medidas pouco representativas e pouco confiáveis. Quando o mesmo experimento foi realizado na amostra embutida em resina polimérica este efeito foi significativamente minimizado, provavelmente em função da rigidez adicional da borda da amostra sustentada pela resina polimérica de alta dureza.

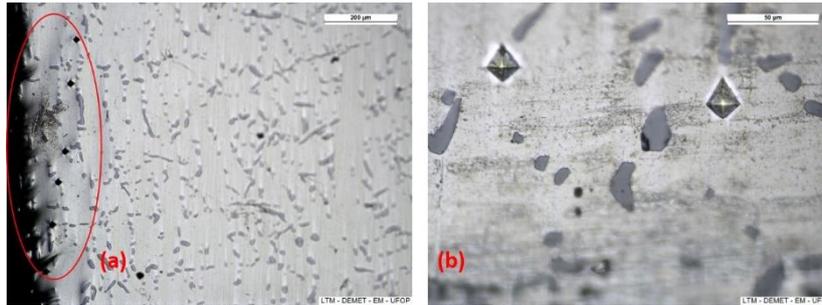


Figura 11 – Micrografias da liga A356.0 ilustrando a morfologia das indentações em função da distância entre elas e a borda sem embutimento polimérico - MO - (a)100x; (b)500x.

4. CONCLUSÕES

Os parâmetros de ensaio deverão ser definidos em função do objetivo do trabalho: se é a medição da microdureza como propriedade geral do material, ou se é determinar a dureza de uma fase ou constituinte específico. Caso se deseje medir a dureza de uma fase ou constituinte específico, as condições de carregamento e tempo devem ser mais controladas a fim de garantir que a indentação abranja somente a área de interesse, portanto cargas e tempos menores devem ser utilizados (cargas de 10g e tempo de 5s). Caso se deseje avaliar a microdureza como propriedade mais geral do material, cargas mais elevadas e maiores tempos de aplicação são recomendáveis para que a dispersão seja a mínima possível;

Para todos os materiais estudados, a seleção adequada da carga de ensaio se mostrou com forte influência sobre os resultados de microdureza Vickers, ao passo que o tempo, nos intervalos estudados, teve pouco influência;

Para materiais que possuem baixa dureza, é indicada a utilização de cargas baixas ou médias (de 10g a 50g), visto que cargas elevadas tendem a promover indentações com aspecto geométrico irregular. Já para materiais duros, sugere-se realizar medições com cargas e tempos maiores (maiores ou iguais a 200g e 10s), visto que se deseja indentações com tamanhos significativos, para que pequenas dúvidas na determinação dos vértices das indentações representem baixos erros relativos em relação ao tamanho da sua diagonal;

Não se deve trocar de operadores durante um projeto ou trabalho que envolva a realização de ensaios de microdureza Vickers. Trocas de operadores podem implicar em fortes variações nos valores obtidos. Valores estes que podem ser, erroneamente, atribuídos como propriedades do material estudado;

Para a liga de alumínio estudada, não se verificou significativa influência da proximidade entre indentações sobre sua morfologia e valor de microdureza. Este

comportamento está, provavelmente, associado à baixa capacidade de encruamento da presente liga e ao pequeno volume plasticamente deformado devido a seleção de uma carga de ensaio baixa;

Recomenda-se que trabalhos que exijam medições muito próximas da borda de amostras sejam realizados em amostras embutidas para garantir a precisão e representatividade dos resultados de microdureza Vickers.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPEMIG e à CAPES pelo apoio financeiro ao custearem uma bolsa de iniciação científica e uma de mestrado para autores deste trabalho.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ASTM E384: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. ASTM. p.1-8.2009.
2. Campbell, R.F. A New Design of Microhardness Tester and Some Factors Affecting the Diamond Pyramid Hardness Number at Light Loads. Trans. ASM. v.40, p. 54-982, 1948.
3. Kennedy, R.G. e Marrotte, N.W. The Effect of Vibration on Microhardness Testing. Materials Research and Standards. v. 9, p. 18-23, 1969.
4. Brown, A.R.G. e Ineson, E. Experimental Survey of Low-Load Hardness Testing Instruments. Journal of the Iron and Steel Inst. v.169, p. 376-388, 1951.
5. Vander Voort, G.F. Operator errors in the measurement of microindentation hardness. Accreditation Practices for Inspections, Tests, and Laboratories, ASTM STP 1057, ASTM, Philadelphi, p. 47-77, 1989.
6. Yao, L. e Fang, C.H. A hardness measuring method based on Hough fuzzy vertex detection algorithm. IEEE Transactions on Industrial Electronics. v. 53, n.4, p.950-962, 2006.
7. Coelho, B.N, Moreira, P.N.; Faria, G.L. e Guarda, A. Desenvolvimento de um software de análises de imagens para automação dos procedimentos de determinação de microdureza vickers. In: 69º CONGRESSO ANUAL DA ABM-INTERNACIONAL E AO 14º ENEMET- ENCONTRO NACIONAL DE ESTUDANTES DE ENGENHARIA METALÚRGICA, DE MATERIAIS E DE MINAS, 2014, São Paulo.
8. Filho, P.P.R; Cavalcante, T.S; Albuquerque, V.H.C; Tavares, J.M.R.S. Brinell and Vickers Hardness Measurement Using Image Processing and Analysis Techniques. Journal of Testing and Evaluation, v. 38, p. 1-7, 2012.
9. Maier, A; Niederbrucker, G; Stenger, S; Uhl, A. Efficient focus assessment for a computer vision-based Vickers hardness measurement system. Journal of Electronic Imaging, v. 21, n.2, p. 1-14, 2012.
10. Morettin, P. A. e Bussab, W. O. Estatística Básica.5a Ed.São Paulo: Saraiva, 2004. 526 p.
11. Morettin, P. A. e Bussab, W. O. Estatística Básica.6a Ed.São Paulo: Saraiva, 2010. 540 p.

12. Montgomery, D. C. e Runger, G. C. Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros. 2a Ed. Rio de Janeiro: LTC- Livros Técnicos e Científicos S.A., 2003, 463 p.
13. ASTM E384: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. ASTM. p.1-8.2009.
14. Factor, M e Roman, I. Vickers microindentation of WC-12%Co thermal spray coating. Part 2: the between-operator reproducibility limits of microhardness measurement and alternative approaches to quantifying hardness of cemented-carbide thermal spray coatings. Surface and Coating Technology, v.132, p. 65-75, 2000.
15. Ye, D; Wang, Z. An approach to investigate pre-nucleation fatigue damage of cyclically loaded metals using Vickers microhardness tests. International Journal of Fatigue, v. 23, p.85-91, 2001.

STUDY ABOUT THE INFLUENCE OF MEASUREMENT PARAMETERS ON RESULT DISPERSION AND REPRESENTATIVITY OF VICKERS MICROHARDNESS TEST

ABSTRACT

This work presents a study about the influence of many operational factors on the dispersion and representativity of Vickers microhardness measurements. The main evaluated parameters were applied load, time of loading, operator change, presence of polymeric embedding and distance between indentations. Random measurements were performed in materials with different hardness ranges: normalized ABNT 1045 steel, martensitic ABNT 1045 steel and an aluminum-silicon alloy. For the statistical data treatments, the tools boxplot and T-parade test were applied. The parameters that have strongest influence on the microhardness results were the load selection and the operator substitution. The lower the applied load and the higher the material hardness, the higher is the results dispersion and the lower the average hardness values. The operator change is an attention point, because different operators obtained average hardness values significantly different for the same sample with the use of the same operational parameters.

Key words: Vickers Microhardness, Load Effect, Time Effect, Statistic.