

**Tesista:** Ing. Lucas Sanchez Fellay

**Título al que aspira:** Doctor en Ciencia de Materiales, UNMdP

**Tema:** “Caracterización Constitutiva de Materiales Poliméricos Mediante Indentación Instrumentada”

**Directora de tesis:** Dra. Laura A. Fasce

**Co-directora:** Dra. Patricia M. Frontini

**Lugar de Trabajo:** Facultad de Ingeniería, UNMdP

**Fecha de Defensa:** 15 de febrero de 2019

**Jurados:**

Dr. Walter Tuckart (UNS)

Dra. María Beatriz Rosales (UNS)

Dra. Glia L. Frontini (CDS, UNMdP)

**Resumen**

El ensayo de indentación se utiliza desde hace casi un siglo para evaluar o caracterizar materiales. En este ensayo una punta de geometría bien conocida es forzada a penetrar en el material, la carga y el desplazamiento son monitoreados a lo largo de todo el ensayo, obteniéndose una curva de carga-desplazamiento. Es un ensayo tecnológicamente muy atractivo por su simpleza, no se requiere una preparación especial del material y es cuasi no destructivo. Además, en caso de disponer de materiales delgados, recubrimientos, tratamientos superficiales o poca cantidad de material donde la utilización de ensayos convencionales resulta sumamente limitada, la indentación surge como la opción más adecuada. Sin embargo, la interpretación de los resultados no resulta simple, el complejo campo de deformaciones inducido bajo la punta es multiaxial, tridimensional y solo en algunos casos puede considerarse simetría de revolución. Si bien la técnica está bien desarrollada para materiales cerámicos y metálicos en los cuales el módulo y el límite elástico pueden ser capturados con buena precisión, para materiales de base polimérica, la técnica está aún en desarrollo, y no existe un método unívoco de aceptación general. El principal obstáculo es la gran variedad de comportamientos mecánicos mostrados por los polímeros: hiperelástico viscoso y no viscoso, fluencia dependiente de la velocidad de deformación y de la componente hidrostática, ablandamiento y endurecimiento por deformación.

Debido a la importancia que tienen los polímeros como materiales de ingeniería y las posibilidades que ofrece el ensayo de indentación instrumentada, esta tesis tiene como objetivos generales contribuir en la interpretación de la respuesta fuerza-desplazamiento y analizar la posibilidad de extraer información constitutiva de materiales poliméricos a partir de datos de indentación. Para ello, se propuso construir herramientas de simulación numérica capaces de modelar la respuesta fuerza-desplazamiento de materiales hiperelásticos y elasto visco-plásticos bajo distintas configuraciones. Las metodologías de calibración de

parámetros se desarrollaron en base a la combinación de datos de experimentos reales, las herramientas de simulación numérica, el enfoque del método inverso y algoritmos de optimización de parámetros.

En el desarrollo de la metodología de extracción de parámetros hiperelásticos se usó el modelo de Ogden de primer orden de dos parámetros para describir el comportamiento mecánico, y se consideraron ensayos de macro-indentación con punta cilíndrica plana. Se logró desarrollar una metodología adecuada y se caracterizaron diez geles poliméricos de distinta formulación. Los parámetros calibrados se compararon con los que se obtienen del ensayo de compresión uniaxial por un método de ajuste directo. Se analizaron las limitaciones del método a través de un análisis de sensibilidad y se encontró que a pesar de tratarse de solo dos parámetros, la precisión con la que los parámetros pueden extraerse depende tanto del nivel de deformación impuesto, como del parámetro y el intervalo de valores en el que éste se encuentre.

En el desarrollo de la metodología de extracción de parámetros elasto visco-plásticos se usó un modelo de nueve parámetros (EVP-9) diseñado para que cada parámetro represente una característica del comportamiento mecánico de los polímeros. Se empleó como material de estudio, un policarbonato comercial. Además, como los nueve parámetros no pueden obtenerse por un método de ajuste simple, se estableció una metodología de calibración escalonada de parámetros a partir de información de ensayos uniaxiales. Se utilizó como curva objetivo, la respuesta simulada con los parámetros calibrados a partir de datos de ensayos uniaxiales.

Se pudo implementar una metodología de calibración adecuada, se realizó un análisis de sensibilidad y se estudió su alcance para las configuraciones de indentación con puntas esférica y Berkovich. Se encontró que la indentación con punta esférica es más conveniente que la Berkovich y que la precisión con la que los parámetros pueden calibrarse depende del parámetro. La metodología se aplicó exitosamente a curvas reales obtenidas de ensayos de macroindentación esférica en el policarbonato.

Existen en la literatura muchos estudios que intentan obtener información acerca de la influencia de la velocidad de deformación en el comportamiento mecánico de polímeros mediante ensayos de indentación instrumentada. En general, en ellos se considera un enfoque pseudo-plástico basado en la determinación de propiedades por método de Oliver-Pharr para materiales elasto-plásticos a distintas velocidades de carga. Si bien este es el método de análisis disponible en todos los equipos de nanoindentación y que la comunidad científica y tecnológica utiliza indiscriminadamente, su aplicación a polímeros está muy cuestionada. Con el objetivo de contribuir a la discusión, se realizaron ensayos reales de nanoindentación con punta Berkovich para distintas velocidades de deformación constante en una resina epoxi comercial y se determinaron los valores de módulo y dureza por el método de Oliver-Pharr. Los valores encontrados mostraron una tendencia anómala con la velocidad de deformación al igual que varios antecedentes de literatura. Se buscaron las causas de esta tendencia anómala teniendo en cuenta tanto los efectos de escala como el comportamiento mecánico de la resina epoxi. La utilización de la herramienta de simulación del ensayo de indentación permitió generar curvas libres de efectos de escala y tener en cuenta el propio comportamiento de la resina a través del modelo constitutivo EVP-9 calibrado por la metodología escalonada a partir de ensayos uniaxiales. Por un lado, se encontró que la incertidumbre en la corrección del desplazamiento por efecto de corrimiento térmico del equipo de medición desplazamiento afecta significativamente la curva registrada para ensayos a muy bajas velocidades de deformación. Por otro lado, se demostró que es el

comportamiento elasto visco-plástico es el que origina la tendencia anómala en los valores de dureza determinados por Oliver-Pharr.

Para extraer parámetros constitutivos, los ensayos de macroindentación son preferibles a los de nanoindentación. Esto se debe a que en los ensayos a escala nanométrica, las imprecisiones que puede ocasionar tanto la geometría no ideal de la punta como la corrección por desplazamiento térmico pueden afectar enormemente los valores de los parámetros identificados.

## **Abstract**

Depth sensing indentation tests have been widely used to characterize materials since 70's. In this type of tests, a tip of well-known geometry is forced into the material while force and displacement are continuously recorded. This is an attractive technological test because it is easy to implement, it does not require special sample preparation and it is quasi-non-destructive. In addition, accurate measurements can be performed from macro to nano-scales due to the advances in sensor devices. However, due to the complex deformation field developed beneath the indenter tip, the analysis of indentation data is not straightforward, especially for polymeric materials. Problem complexity relies on the different mechanical behavior characteristics that polymers exhibit such as hyperelasticity, time and hydrostatic pressure yielding dependency, post-yield stress softening and strain hardening at large strains. A standard method to obtain constitutive parameter of polymers from depth sensing indentation tests has not been yet developed.

Due to the wide range of engineering applications of polymeric materials and the potential of depth sensing indentation test, the main objectives of this thesis are to enhance the understanding about polymers load-depth response and analyze the feasibility of identifying constitutive parameters from load-depth indentation data. To these aims, simulation tools are constructed to model the indentation response of hyperelastic and elastic visco-plastic materials under several indentation configurations (flat-ended cylindrical, spherical and Berkovich tips). Constitutive parameters identification methodologies are developed combining real indentation data, the developed simulation tools, the inverse approach and numerical optimization methods.

To develop hyperelastic constitutive parameters identification method, first order Ogden constitutive model and flat ended cylindrical macro-indentation configuration were taken into account. The method was successfully constructed and applied to characterize ten different polymeric gels. The identified parameters were compared with those simply extracted from uniaxial compression tests. A sensitive analysis was carried out and it was found that the feasibility of extracting hyperelastic parameters depends on the parameter itself and its range of values.

To develop elastic visco-plastic constitutive parameters identification methodology a nine parameters model called EVP-9 was designed and used. Each model parameter represents a polymer mechanical behavior characteristic. Experiments were carried out on PC and spherical and Berkovich indentations were considered. A step-wise calibration method was implemented and used to obtain the nine parameters from PC uniaxial tests data. Parameters were then used to simulate the load-depth responses that were used as objective curves in a re-identification analysis. It was found that spherical indentation is more convenient than Berkovich configuration and that the accuracy of re-identified parameters depends on the

parameter itself. The implemented methodology was successfully applied to real spherical macro-indentation data.

In many research studied, depth sensing indentation tests are used to analyze the strain rate dependence of polymer behavior. Generally, a pseudo-plastic approach is adopted, in which reduced elastic modulus and hardness are determined by means of the Oliver-Pharr method at different loading rates. Even the Oliver-Pharr approach is widely used to characterize materials its application to polymer is discussed. To contribute to the understanding of indentation response of polymers and limitations of Oliver-Pharr method, real nano-indentation experiments were conducted on an epoxy resin using a Berkovich tip and different constant strain rate loading cycles. Elastic modulus and hardness values determined by the Oliver-Pharr method showed an anomalous trend with loading rate in agreement with several literature studies. The causes of such tendency were explored using the indentation simulation tool for EVP-9 materials and by a deep analysis of drift displacement correction. It was found that the elastic visco-plastic nature of the epoxy resin generates the anomalous trend in hardness values and that the uncertainty in drift displacement correction in very long time experiments greatly affects the obtained load-depth curves.

Macro-indentation data are recommended over nano-indentation to obtain polymer constitutive parameters. This is because in nano-indentation experiments the uncertainties in tip geometry and thermal drift during experiments greatly affect the values of identified parameters.