



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

N.º de publicación: ES 2 031 758

Número de solicitud: 9100364

Int. Cl.⁵: G01N 3/48

(12)

PATENTE DE INVENCION

A6

(22) Fecha de presentación: **12.02.91**

(45) Fecha de anuncio de la concesión: **16.12.92**

(45) Fecha de publicación del folleto de patente:
16.12.92

(73) Titular/es: **Universidad de Valladolid**
Plaza de Santa Cruz, 8
Valladolid, ES

(72) Inventor/es: **Merino Senovilla, Juan Carlos y**
Pastor Barajas, José María

(74) Agente: **Ungría Goiburu, Bernardo**

(54) Título: **Dispositivo para controlar y medir en tiempo real la microdureza de un material.**

(57) Resumen:

Dispositivo para ensayos de microdureza que permite obtener información compleja en tiempo real del proceso de indentación con punzón Vickers, en la superficie de materiales, a través del control completo de todos los parámetros del proceso de indentación (velocidad de indentación, proceso de fluencia y de relajación, etc.). El sistema de ensayo de microdureza está completamente controlado por ordenador, midiendo la profundidad de penetración sin necesidad de utilizar un transductor de desplazamiento. La obtención de los datos de los parámetros de indentación no interfiere con el proceso de control del experimento y puede, además, medirse la huella residual al retirar el indentador.

DESCRIPCION

La dureza de un material se define como su resistencia a la indentación. Básicamente, los ensayos de dureza en indentación pueden ser clasificados en dos categorías (ver ref. 1):

- a) Aquellos basados en la medida de la deformación residual una vez retirado el indentador.
- b) Aquellos basados en las características carga-indentación.

El ensayo estándar de dureza Vickers consiste en la introducción en la superficie de la muestra de un indentador piramidal de base cuadrada con un ángulo entre caras opuestas de 136° . En las técnicas usuales de microdureza se obtienen valores de dureza a partir de la carga aplicada y el área residual de contacto determinada por métodos ópticos midiendo la diagonal de la indentación cuando se ha retirado la carga. Esta técnica correspondería a las del tipo (a).

Durante el proceso de indentación del material, es bien conocida la importancia de las propiedades elásticas y las plásticas dependientes del tiempo (comportamiento viscoelástico) (ver ref. de 1 a 5). Son, también, ampliamente reconocidas las ventajas que supone el uso de instrumentos capaces de medir continuamente la profundidad en el estudio de estas propiedades de los materiales. Aunque los ensayos de dureza han sido ampliamente usados durante casi un siglo, los instrumentos capaces de un registro continuo y con alta resolución de la profundidad han sido utilizados, casi exclusivamente, en las técnicas de nanoindentación, siendo muy reciente la aplicación de este tipo de instrumentación en la técnica de microdureza.

Los ensayos de dureza han sido muy populares en un gran número de campos debido, principalmente, a su relativa sencillez y su carácter no destructivo, estando particularmente extendidos en ensayos de control de calidad donde se utiliza como un indicador del envejecimiento y, en algunos casos, resistencia de la superficie.

En estos últimos años ha aumentado el interés de los ensayos de dureza en polímeros (ver ref. de 3 a 6). Se ha encontrado que el comportamiento viscoelástico de estos materiales tienen un gran efecto sobre el proceso de indentación y, por tanto, sobre la propia medida de dureza.

Los plásticos presentan fenómenos de fluencia cuando sobre ellos actúa carga y recuperación dependiente del tiempo cuando ésta se retira. Las propiedades mecánicas superficiales están directamente relacionadas con el proceso de indentación, y por consiguiente, se puede obtener información útil relativa a la relajación dependiente del tiempo y las propiedades de recuperación del material examinado siempre que sea posible seguir y controlar el proceso de indentación con el tiempo.

La importancia de este tipo de información es, por tanto, clara, y como consecuencia estamos asistiendo durante estos últimos años a un gran desarrollo de aparatos que nos permitan estudiar esta serie de fenómenos (ver ref. 1 y 5 a 7).

Se presenta aquí un nuevo sistema experimental que permite obtener información completa en tiempo real del proceso de indentación con punzón Vickers en la superficie de materiales, a través de un control completo de todos los parámetros del proceso de indentación (velocidad de indentación, proceso de fluencia y de relajación, etc.). El dispositivo de ensayo de microdureza está completamente controlado por ordenador, siendo las principales características diferenciadoras de otros métodos, las siguientes:

- 1) La medida de la profundidad de la indentación se realiza de forma que no precisa utilizar ningún tipo de transductor de desplazamiento.
- 2) Las obtención de los datos de los parámetros de la indentación no interfiere con el proceso de control del experimento
- 3) Podemos obtener en el mismo ensayo información del proceso de indentación, así como de la huella residual al retirar el indentador (las dos categorías del proceso de indentación descritas en la Introducción).

En la figura 1A se muestra un diagrama esquemático del equipo desarrollado para obtener valores de microdureza Vickers en tiempo real, con control de todo el proceso de indentación por ordenador.

El dispositivo experimental consiste en un microscopio Universal-Zeiss (1) con un microrómetro (2) modificado para permitir el control del desplazamiento vertical de la plataforma (12) donde se ha situado la muestra (11). La carga aplicada y la posición del indentador con respecto a la superficie de la muestra son adquiridos en tiempo real. La medida de la carga aplicada sobre el indentador se obtiene mediante una célula de carga acoplada al indentador (2). El acondicionador de la señal de la célula de carga (3) y el convertidor A/D (4) son controlados por el ordenador que almacena continuamente los valores de carga aplicada en función del tiempo. El proceso de indentación se realiza situando la muestra en la placa del microscopio (11, 12), la cual se mueve verticalmente gracias a un desplazador mecánico (13) que mueve la plataforma en sentido vertical y acoplado a un motor paso a paso (10) controlado por el ordenador (5). El sistema de control del motor paso a paso consiste en un conductor (driver) específico (9) para motores paso a paso bipolares, el cual regula la alimentación (6) a las fases del motor. La regulación de la corriente en el motor se suministra en forma de diente de sierra hasta 2 A y controlada por un oscilador interno (modo chopping) para reducir las vibraciones producidas por el movimiento del motor. El controlador es una tarjeta controladora (7) de motores paso a paso inteligente compatible con el ordenador PC/AT y con posibilidad de ejecutar una gran variedad de comandos de control de movimiento. En el dispositivo, ésta se ha usado para enviar al "driver" una secuencia controlada de pulsos y la señal que da (0-5 V) indica el sentido de giro del motor mediante señales TTL.

La profundidad de la indentación es calculada a través del número de pulsos, es decir, el número

de pasos, que ha realizado el motor paso a paso. Ya que las tarjetas controladoras no pueden transmitir al ordenador el número de pulsos emitido mientras está generando la secuencia de pulsos de control, la señal de salida del controlador, es decir, la secuencia de pulsos, está conectada a la entrada de un reloj/contador programable, usado aquí como contador de pulsos en tiempo real, lo cual nos permite conocer y almacenar la profundidad de la indentación en tiempo real, sin interrumpir el control del proceso de indentación. Con este propósito se usa el componente 8253 de Intel TM Microcomputer System o uno equivalente, que cuente con tres contadores de 16 bits que puedan ser conectados entre sí previamente. El contenido de estos contadores está siempre disponible para el ordenador sin que la operación de lectura altere el proceso de conteo, lo cual es una característica esencial en este dispositivo.

La parte óptica del microdurómetro consiste en un objetivo de microscopio alineado con un indentador vickers con un motor que permite intercambiar la posición de ambos elementos, siendo así posible observar y medir el área proyectada de la deformación residual después de retirar la carga, con lo cual es posible realizar con este dispositivo la medida de la dureza del material mediante los dos métodos (a) y (b) descritos en la Introducción

La microdureza, MHV (en MPa), viene dada por la expresión

$$MHV = 18191 \left[\frac{P}{d^2} \right]$$

donde P es la carga de la indentación (en pondios) y d la longitud de la diagonal de la huella residual (en μm).

El software desarrollado para controlar el proceso de indentación y adquirir los valores de carga, tiempo y profundidad del indentador, se haya dividido en las siguientes fases:

- a) Detección de la superficie de la muestra.
- b) Proceso de carga con una velocidad predefinida hasta alcanzar un cierto valor de carga o profundidad.
- c) Control del motor paso a paso para que se mantenga durante un tiempo determinado ciertos valores de carga o profundidad prefijados.
- d) Retirada de la plataforma hasta alcanzar una carga suficientemente pequeña (prefijada).
- e) Control del movimiento del motor para analizar con el tiempo la recuperación sin carga del material.
- f) Vuelta a la posición focal del objetivo para medir la diagonal del área proyectada de la deformación residual.

Ejemplo

A continuación se describe una de las maneras de llevar a cabo la presente invención. En ella hemos utilizado los siguientes elementos:

- (1,12): Microscopio tipo Universal de la marca Zeiss
- (2,3): Microdurómetro Vickers con cabeza de acoplamiento al microscopio marca Zeiss.
- (4):
 - a) Para velocidades de lectura bajas pero gran resolución: Multímetro digital marca Fluke mod. 8840A con interfase IEEE para comunicaciones con ordenador AT.
 - b) Para grandes velocidades de registro: Tarjeta convertidor analógico-digital compatible con ordenador tipo AT, marca PC-Labcard mod. PCL-718; su velocidad de muestreo es hasta 100.000 lecturas por segundo.
- (5): Ordenador personal tipo AT.
- (6): Fuente de alimentación marca Promax mod. FAC. 662b.
- (7): Tarjeta controladora de motores paso a paso para PC-AT o compatible de la marca Metrabyte mod. MSTEP-5
- (8): Tarjeta I/O 8255 FPC-024.
- (9): Integrado GS-D200 de la marca SGS-THOMSON microelectronics.
- (10): Motor bipolar paso a paso híbrido marca MAE mod. HY200-2215.
- (13): Acoplamiento mecánico con reducción mecánica de 1:100 de la marca Mecánica Moderna S.A. mod. LP40.

Una breve descripción del software de control del dispositivo se presenta en la figura 1B, donde h representa la profundidad de desplazamiento, t es la variable, F la carga aplicada por el indentador y d la diagonal de la huella del área residual de la indentación.

Con este equipo es posible la medida de la profundidad de la indentación en la muestra con una resolución de $10^{-2} \mu\text{m}$ y de 10^{-3} mN en la lectura de la carga (estas resoluciones fueron obtenidas a través de un proceso de calibrado). El intervalo de cargas va de cero a 2 N con un desplazamiento vertical total de 2 mm. La velocidad máxima que se pueden conseguir con este equipo es de $50 \mu/\text{s}$.

La posición de la superficie de la muestra se determina mediante la detección de un pequeño incremento en la carga durante el proceso de aproximación al indentador. Como la profundidad de la indentación se conoce directamente a partir del número de pulsos no ha sido necesario utilizar un transductor de desplazamiento.

Como se puede observar, este dispositivo permite analizar por separado el efecto de pandeo superficial y la recuperación elástica de la impresión usando el valor obtenido de la diagonal.

Además, la relajación de carga o la influencia con carga y la recuperación sin carga permitirán obtener información sobre las propiedades mecánicas en superficie de materiales viscoelásticos. Por ello hemos incluido en nuestro

sistema experimental el control de todos estos procesos.

Aplicación en polímeros

El equipo descrito se ha utilizado para el análisis de la microdureza en polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) (DOWLEXTM) y polimetacrilato de metilo (PMMA). Representando los valores de la carga en función del tiempo durante el proceso de indentación para el PMMA y para diferentes velocidades de penetración (Figura 2) se observa, en la región de pequeñas cargas y velocidades de indentación ciertas anomalías. Estas son debidas, principalmente, a la gran importancia de la fluencia en esta parte del proceso. Por otro lado, la posibilidad de fluencia que tienen los polímeros al someterlos a una carga, hace que aparezca un proceso de recuperación dependiente del tiempo una vez retira la carga, ligado a las características mecánicas en superficie del compuesto. Consecuentemente, debe ser controlado con gran precisión el parámetro tiempo en los procesos de carga y descarga. En este sentido, al estudiar la variación de microdureza con el tiempo a carga constante en el polietileno y el polimetacrilato de metilo (Figuras 3 y 4), puede observarse una gran dependencia entre los valores de microdureza y la carga aplicada y el tiempo de indentación. Este comportamiento es una consecuencia del proceso de fluencia que existe en este tipo de materiales y que ya ha sido observado anteriormente para cargas más elevadas utilizando un ensayo tipo Wallace (ver ref.1). Existen diferencias entre ambos métodos, debido fundamentalmente a que el conocimiento completo del proceso de indentación precisa medir conjuntamente el proceso de fluencia existente durante la penetración del indentador, el efecto de pandeo superficial y la diagonal del área proyectada de la impresión residual. El comportamiento mecánico de la muestra mientras se realiza el proceso de indentación precisa obtener valores lo más exacto posible de estos parámetros. Todos estos parámetros pueden ser medidos conjuntamente con el equipo aquí presentado.

El ensayo de medida de la recuperación de la profundidad ha sido realizado en las dos muestras según el método experimental descrito en la fase d) al describir las fases en las que se halla dividido el proceso de indentación. El método permite obtener una recuperación cuasi-elástica en profundidad del 65% del total de la indentación en el polietileno y del 40% en polimetacrilato de metilo, que comienza con el proceso de descarga. Esto se produce como consecuencia de un proceso doble, una recuperación del pandeo superficial junto con una recuperación elástica de la huella. A continuación, y durante el mismo proceso de descarga, se detecta una recuperación más lenta, seguida y medida como se describió en la fase e).

Esta última parte del proceso de descarga (fase e) se refleja cuando se estudia la recuperación de las huellas para diferentes cargas (figuras 5 y 6). se observa entonces una recuperación más rápida al comienzo del proceso de descarga. Una de las principales ventajas de este equipo es la posibilidad de medir la recuperación prácticamente desde el comienzo del proceso de descarga.

Los resultados anteriores los hemos ajustado a una curva según un método de mínimos cuadra-

dos utilizando las diferentes funciones que se han presentado en la bibliografía (ver ref. 3 a 5).

El mejor ajuste para los valores a tiempos altos (donde pueden medir otros autores) es una curva exponencial tipo

$$A.exp \left[-\frac{t}{\tau} \right]$$

(τ tiempo de recuperación) y está de acuerdo con otros trabajos (ver ref.4 y 5), Sin embargo, al considerar todos los valores en todo el periodo de descarga (característica de la presente técnica), el mejor ajuste para la recuperación se realiza con una expresión del tipo

$$A.exp \left[-\frac{t}{\tau_1} \right] + B.exp \left[-\frac{t}{\tau_2} \right]$$

con $\tau_1 \ll \tau_2$. Estos resultados, permiten considerar el proceso de recuperación sin carga para materiales viscoelásticos, controlado por diferentes procesos, cada uno de ellos representado por un comportamiento exponencial. En la tabla 1 se muestran los tiempos de recuperación obtenidos para el polietileno lineal de baja densidad y el polimetacrilato de metilo, a través del ajuste de los valores de las figuras 5 y 6 a las curvas exponenciales antes descritas. Estos valores fueron los mismo utilizando los datos con cargas de indentación de 10 pondios o 15 pondios.

Referencias que se citan

- 1.- "Microhardness testing of plastics".
R. J. CRAWFORD, Polymer Testing 3 (1982) 37-54
- 2.- "Elastic recovery at hardness indentations"
B. R. LAWN, V. R. HOWES, J. Mater. Sci. 16 (1981) 2745-2752
- 3.- "Microhardness relating to crystalline polymer"
F. J. BALTA CALLEJA, adv. Polym. Sci. 66 (1985) 117-148
- 4.- "Relationships between mechanical properties and microhardness of polyethylenes"
V. LORENZO, J. M. PEREÑA and J. M. G. FATOU, Ang. Makromol. chem. 172 (1989) 25-35.
- 5.- "Relaxation and recovery measurements by the microhardness indentation technique for transparent polymeric materials"
V. R. HOWES and P. WALL, J. Appl. Polym. Sci. 34 (1987) 1125-1133.
- 6.- "Interference microscopy measurements of depth at Vickers hardness indentation in polyethylene".
V. LORENZO, J. M. PEREÑA, J. M. G. FATOU, J. A. MENDEZ MORALES, J. A. ARNAREZ, J. Mat. Sci. Lett. 6 (1987) 756-758.
- 7.- "hardness measurements at constant depth using an indenter partially coated with a conducting film"
V. R. HOWES, H. J. GOLDSMITH and C. A. BAIRD, J. Phys. E: Sci. Instrum. 20 (1987) 1507-1510.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo para controlar y medir en tiempo real la microdureza de un material que permite controlar prácticamente todos los parámetros del proceso de indentación (velocidad de indentación, proceso de fluencia y relajación, etc.). El sistema de ensayo de microdureza está completamente controlado por ordenador, y la posición del indentador junto con la carga aplicada son continuamente conocidas en tiempo real. Estos datos del proceso de indentación se completan con la medida de la huella residual del indentador mediante un sistema óptico.

2. Dispositivo, de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la medida de la penetración del indentador se realiza mediante el movimiento de un motor controlado, y sin necesidad de ningún tipo de transductor de desplazamiento.

3. Dispositivo, de acuerdo con la reivindicación 1, que permite controlar todo el proceso de indentación sin interferencia con el proceso de adquisición de datos de los parámetros de microdureza (velocidad de penetración, proceso de fluencia y de relajación, etc.).

4. Dispositivo, de acuerdo con la reivindicación 1, que permite medir la huella producida una vez retirado el indentador.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

TABLA 1

	τ_1 (s)	τ_2 (s)
LLDPE	5	50
PMMA	4	40

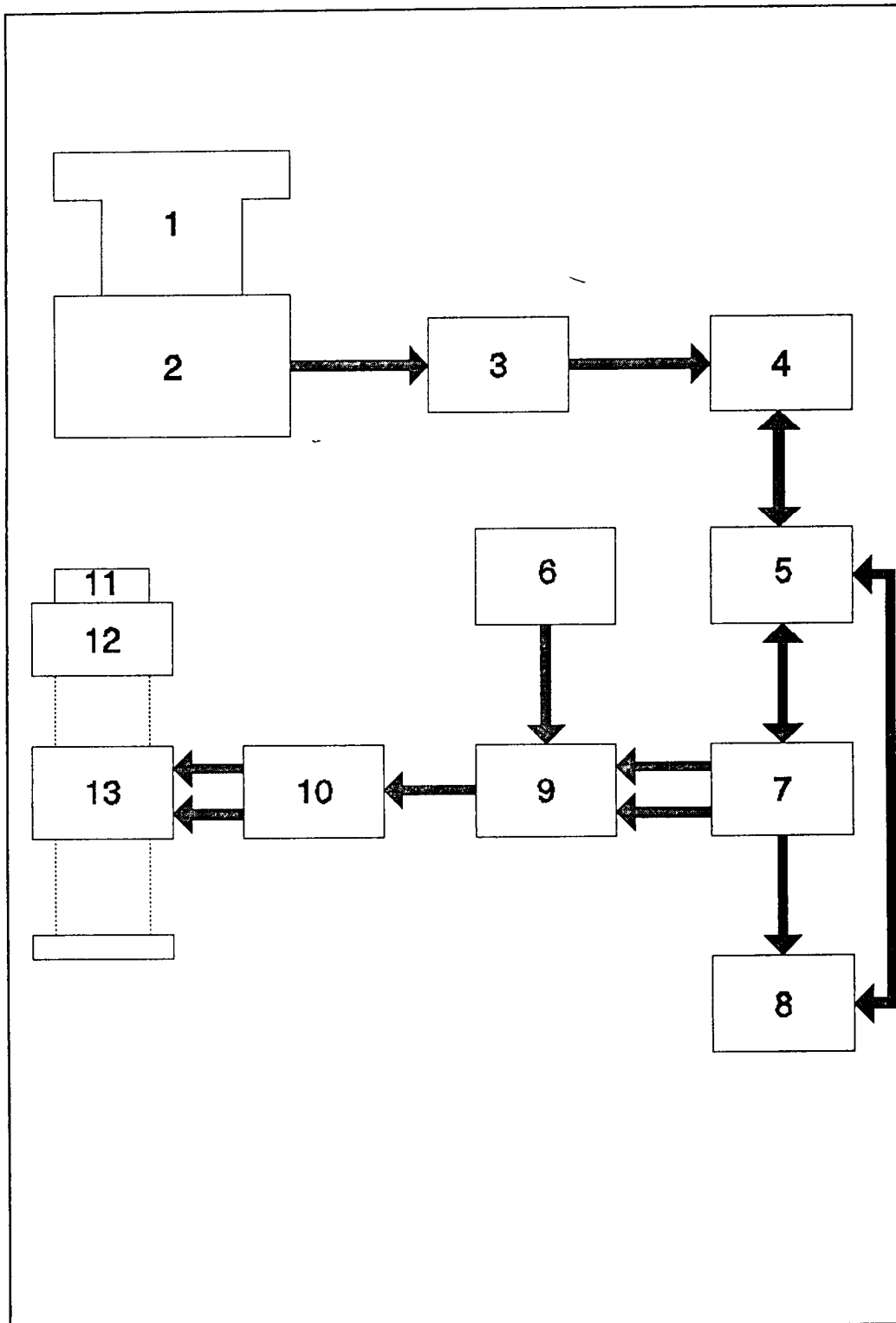


Figura 1A

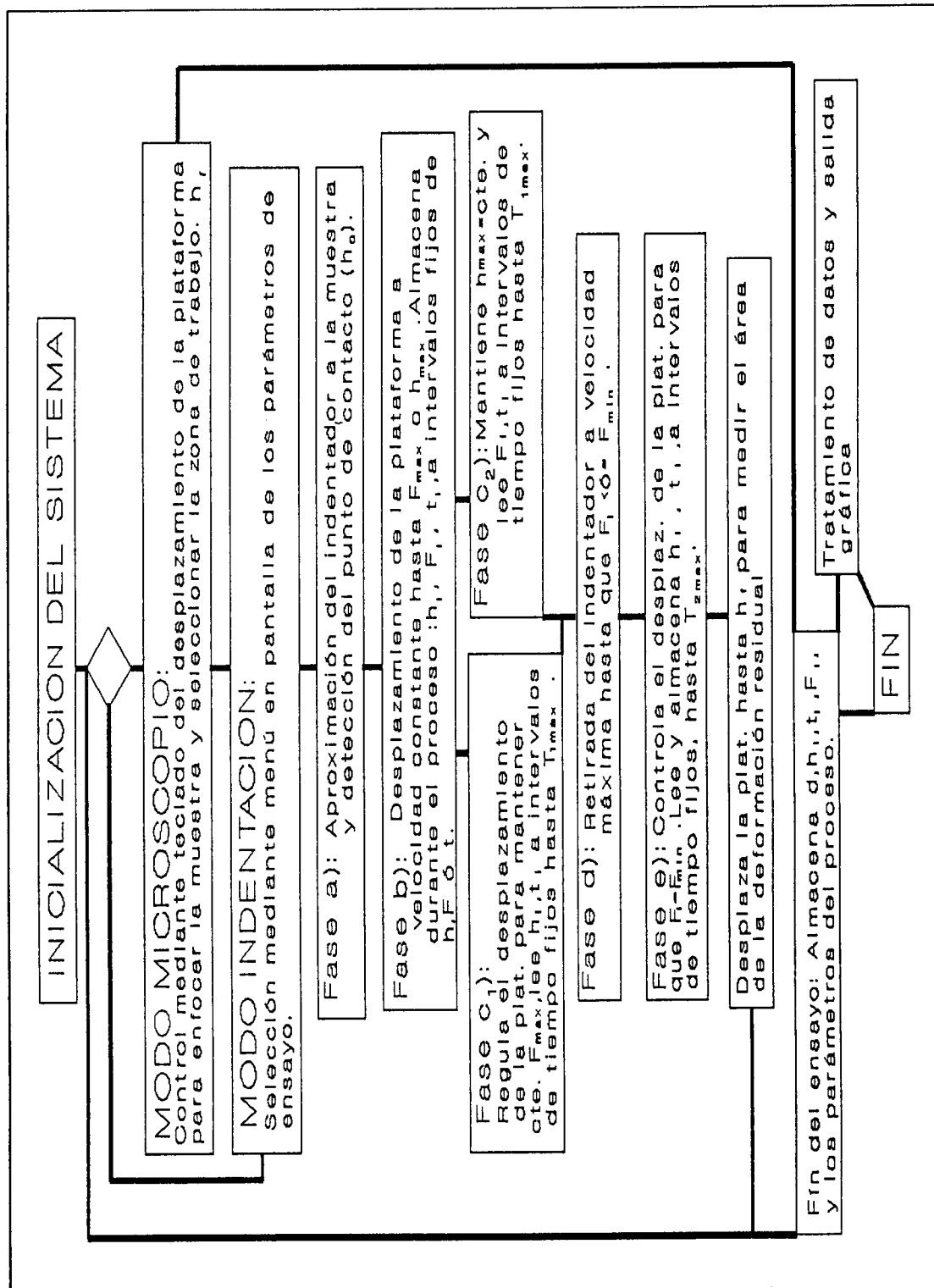


Figura 1B

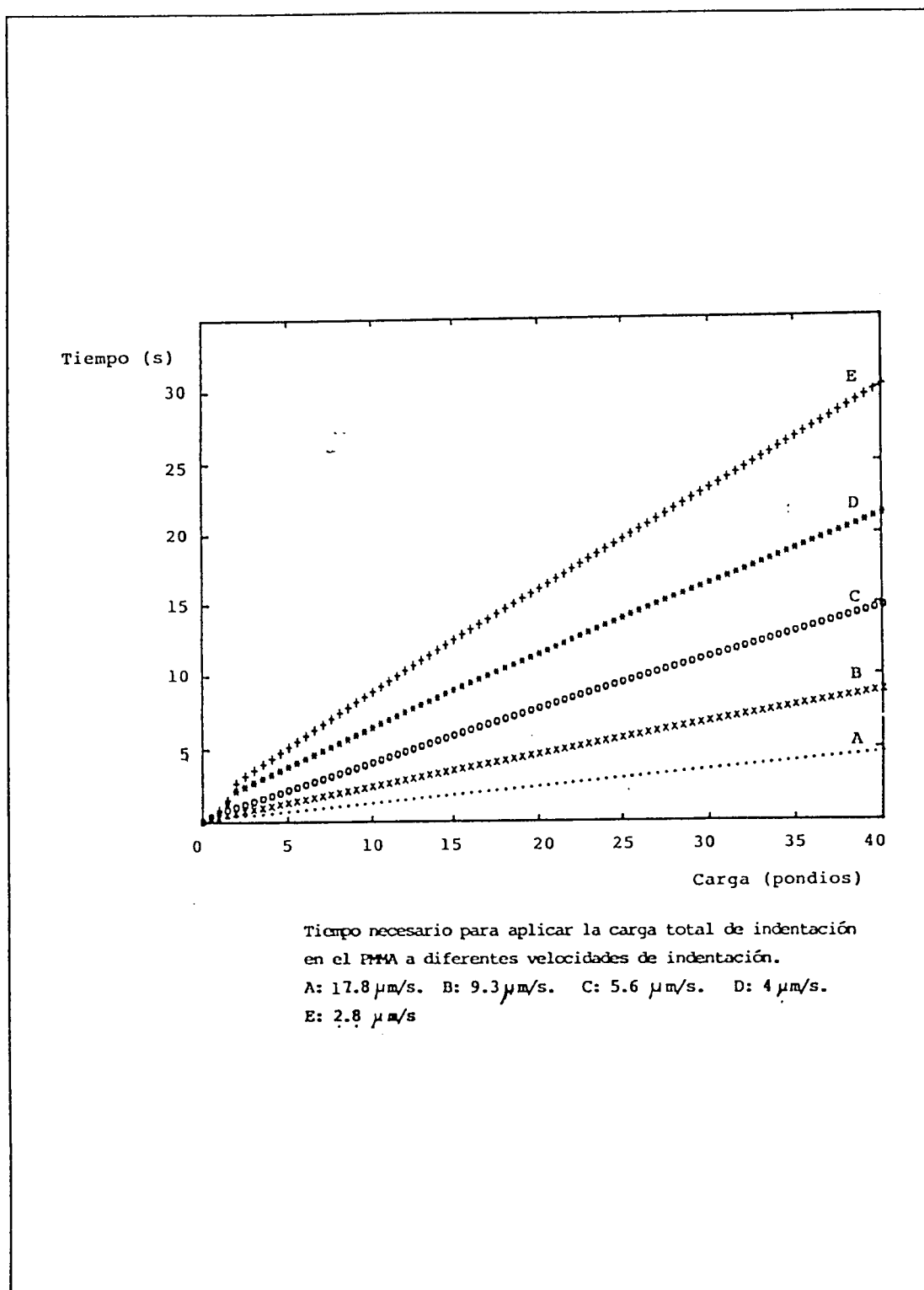


Figura 2

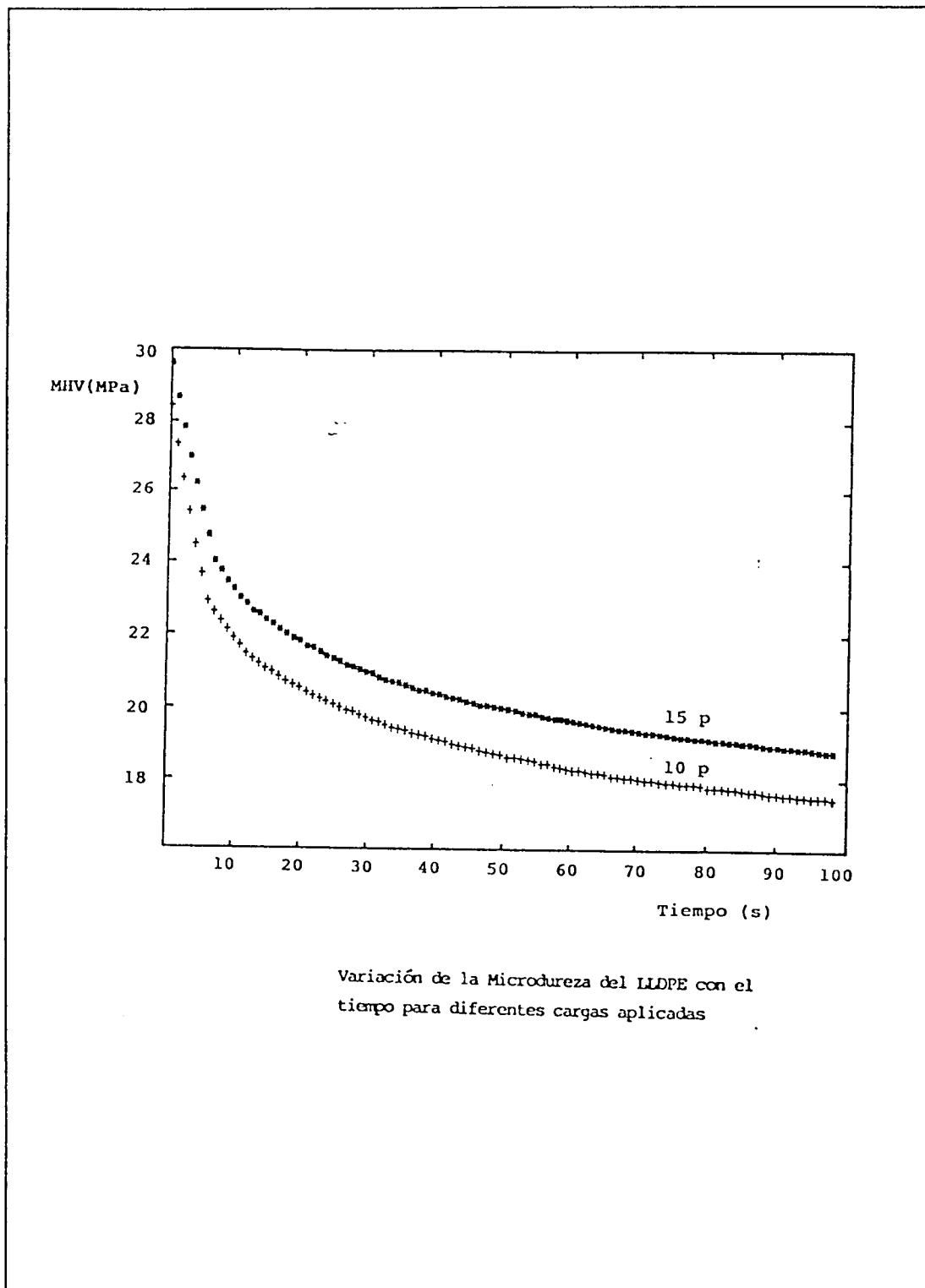


Figura 3

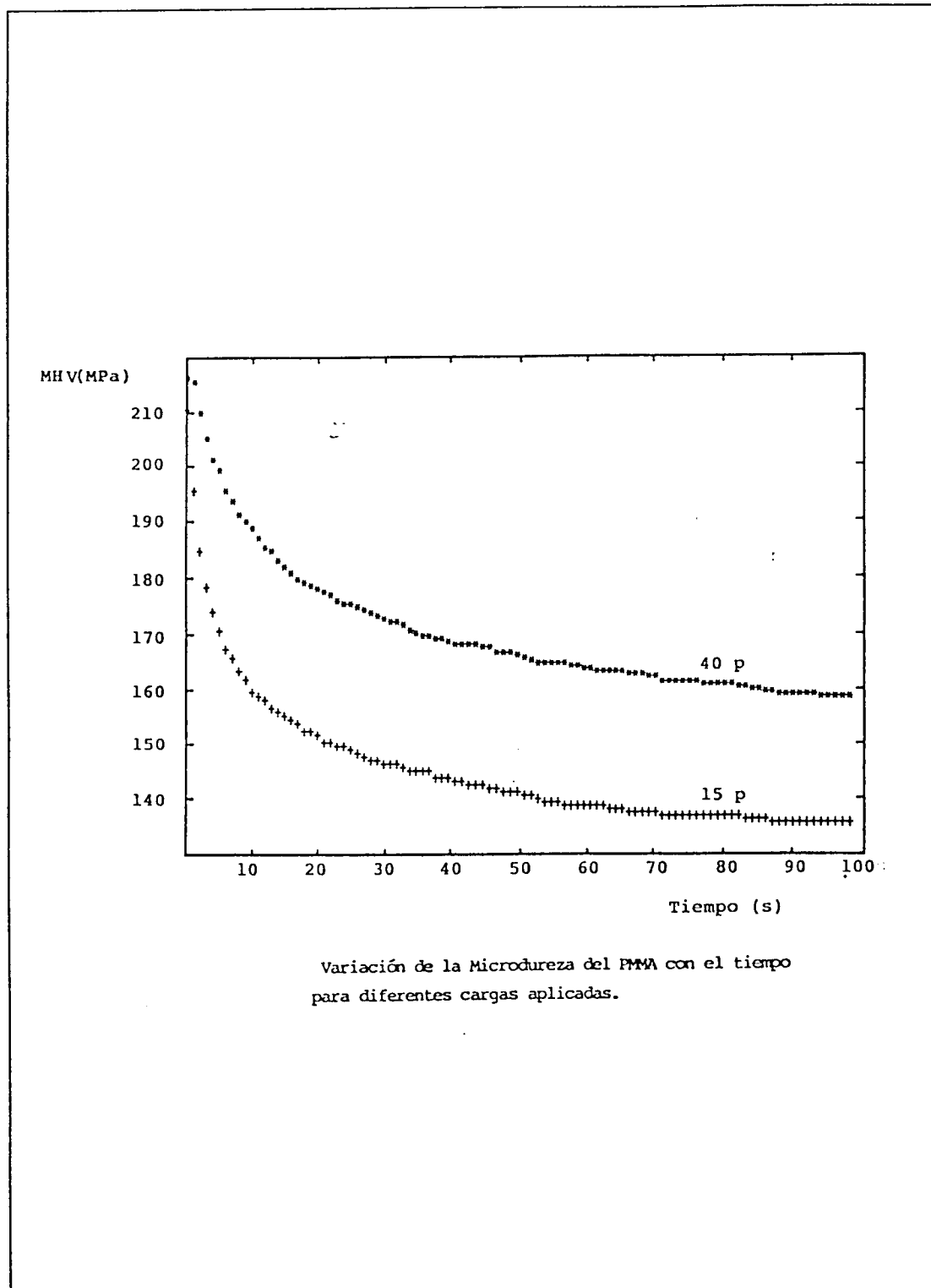
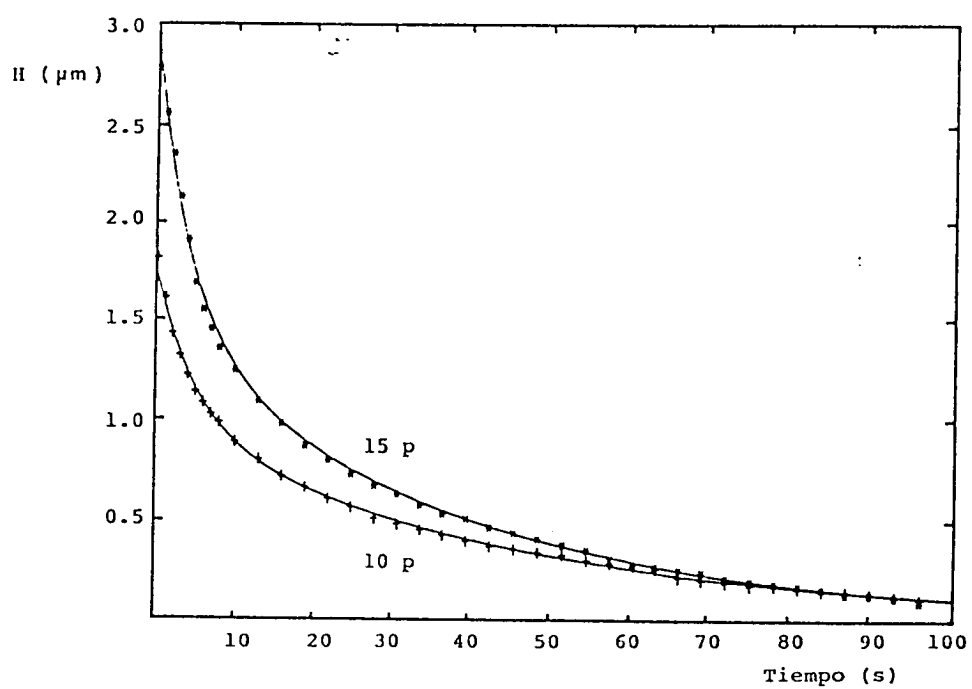


Figura 4



Recuperación de la huella (profundidad) para
diferentes cargas de indentación en el LLDPE.
Línea continua: curva ajustada.

Figura 5

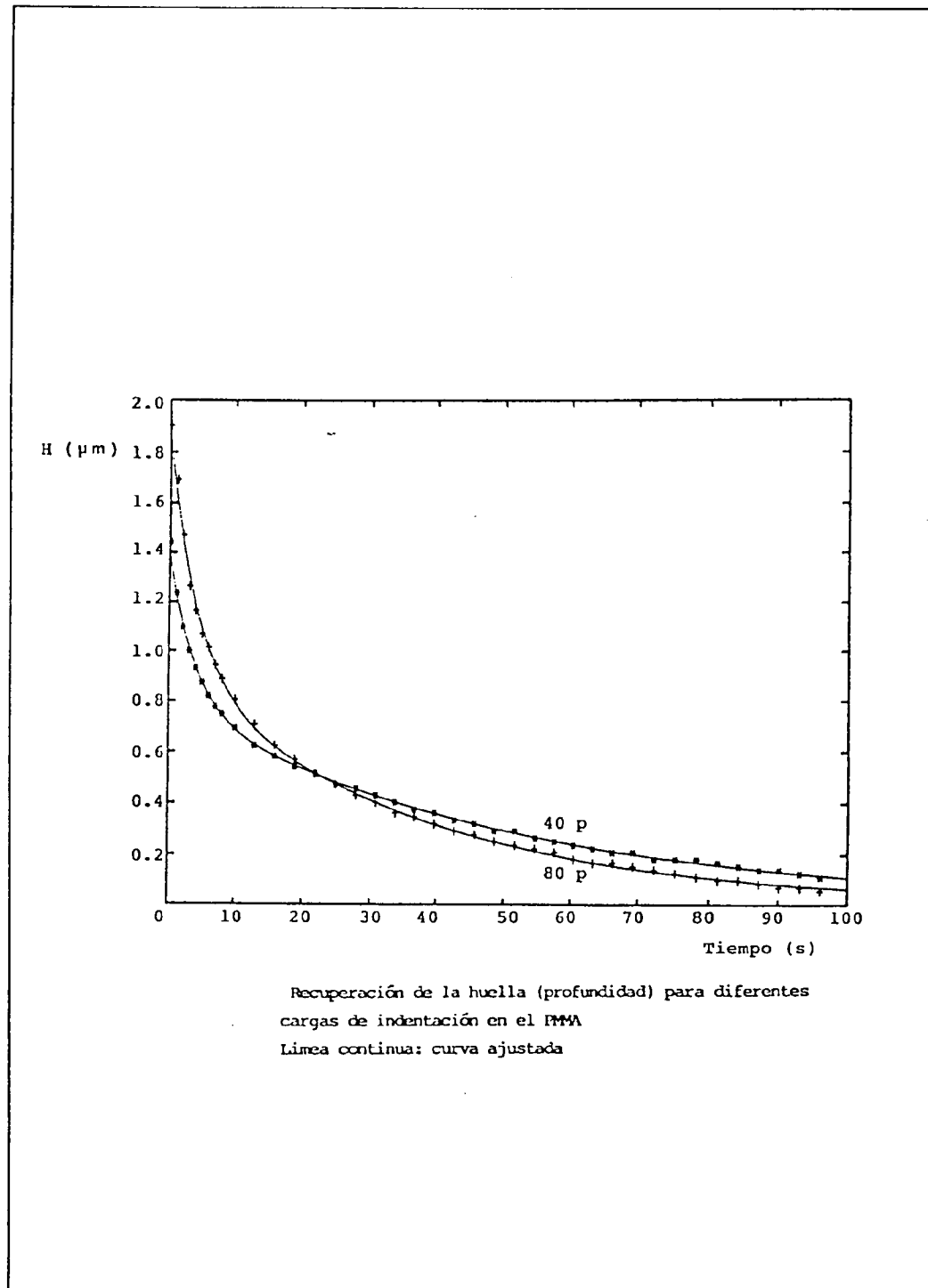


Figura 6