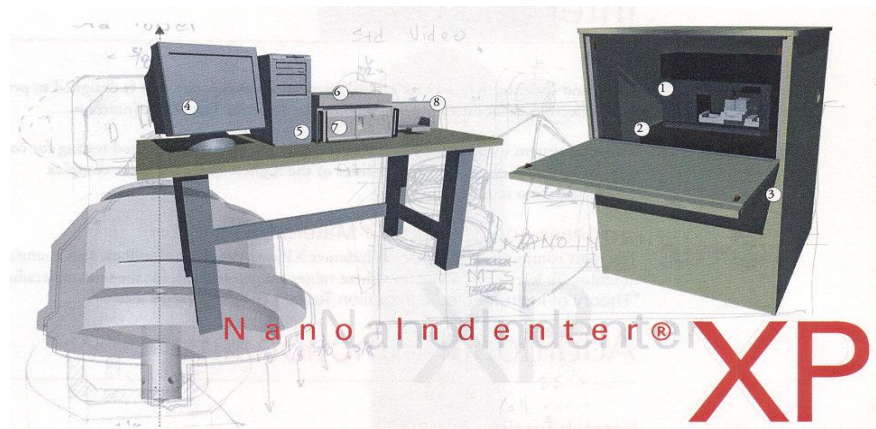


## ANEXO 3

### A3.1. Descripción detallada del equipo de nanoindentación

En la Fig. A3-1 se muestra el equipo nanoindentador empleado en la parte experimental de este proyecto. A través de él se explican, en este apartado, las nociones básicas de los equipos de nanoindentación instrumentada, sus características y su funcionamiento.



**Fig. A3-1.** Equipo Nano Indenter XP® con unidad CSM. Compuesto por: 1) Nano Indenter XP, 2) Mesa antivibratoria, 3) Cabina de aislamiento, 4) Monitor, 5) CPU, 6) Unidad CSM, 7) Unidad de adquisición de datos y control, 8) Impresora. Extraído de [1].

Se trata de un *Nano Indenter XP*®, fabricado por la compañía MTS Systems Corporation (Oak Ridge, TN), compuesto por la unidad de control y la unidad de nanoindentación, al que se le ha añadido un módulo CSM de medida continua de la rigidez. Este equipo puede realizar ensayos (con las condiciones definidas para este proyecto) una carga de hasta 650mN, y a una profundidad de hasta 1500µm.

#### A3.1.1. Unidad de nanoindentación

Los equipos de nanoindentación son muy precisos y altamente sensibles a las condiciones que envuelven el sistema como: temperatura, vibraciones, ruidos, interferencias eléctricas, etc. Por ello, deben estar protegidos por una unidad o cabina de aislamiento que reduce la influencia de los factores adversos mencionados.

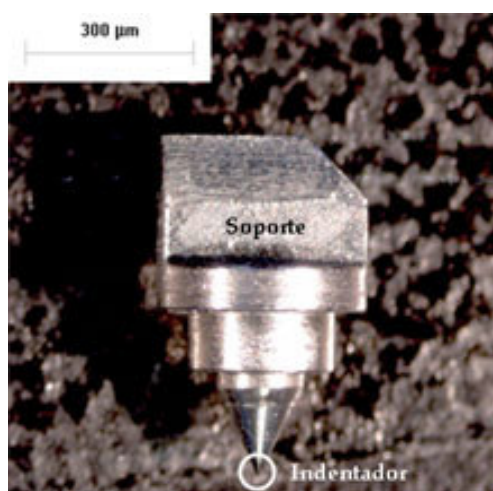


El bloque nanoindentador se encuentra situado sobre una mesa antivibraciones cuya finalidad principal es reducir al máximo las vibraciones mecánicas para evitar malos contactos entre el indentador y la muestra, o posibles errores de medida. Debe tenerse presente que se está hablando de cargas del rango de los mN con resoluciones de  $\pm 50$ nN, y de desplazamientos del rango de nm con resoluciones de  $\pm 0.1$ nm [2], por lo que hasta el más insólito factor puede afectar a la medición realizada.

Las muestras se montan en unos cilindros portamuestras de aluminio generalmente usando un adhesivo de montaje. Cada uno de los cilindros se coloca en el carro portamuestras, con capacidad para seis portamuestras cilíndricos, y este a su vez se encaja en las guías de la plataforma de translación. Esta plataforma se mueve en dos direcciones (en el plano horizontal) mediante unos tornillos sin fin de alta precisión, permitiendo colocar las muestras en posición de extracción, bajo del microscopio óptico, o bien en posición para nanoindentar.

El microscopio óptico tiene dos oculares intercambiables, con aumentos de 10X y de 40X. Su función es permitir la observación de la zona a indentar para localizar los puntos en los que se deben realizar los ensayos. Estos puntos quedan registrados en la programación del ensayo, de modo que el sistema de control guía el carro portamuestras para situar dichos puntos bajo en indentador, a medida que lleva a cabo el ensayo.

La columna de carga y la base del bloque de nanoindentación son piezas robustas y pesadas diseñadas para reducir, aún más si cabe, las vibraciones mecánicas que se puedan producir. Al final de la columna de carga se sitúa el cabezal de nanoindentación (ver Fig. A3-2), que sostiene la punta indentadora. Estas puntas se pueden intercambiar en función de las necesidades del ensayo, puesto que existen varios tipos de indentadores.



**Fig. A3-2.** Cabezal nanoindentador. Extraído de [2].



### A3.1.2. Unidad de control

Todo este equipo está dirigido por la unidad de control: un ordenador en el que está instalado el software específico del equipo (MTS Testworks®) que permite el manejo del equipo y la programación de ensayos, y además se convierte en software de análisis para los resultados obtenidos. Este programa basa su método de análisis en el de Oliver y Pharr [3].

### A3.1.3. Unidad de medida continua de la rigidez

El equipo, en este caso, está dotado de una unidad CSM (Continuous Stiffness Measurement) que permite evaluar los materiales ensayados mediante una técnica de descargas puntuales múltiples, para la determinación del módulo elástico y la dureza del material.

Esta unidad sobrepone una señal sinusoidal de carga a la curva general de carga del ensayo (ver Fig.A3-3), de modo que la curva general queda compuesta por una serie de pequeñas cargas y descargas a la vez que describe la carga y descarga principales del ensayo.

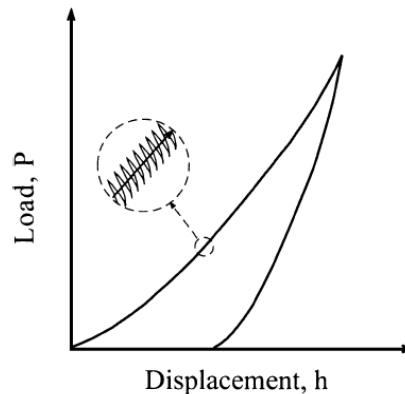


Fig. A3-3. Esquema explicativo de la función del CSM. Extraído de [4].

## A3.2. Factores influyentes en los ensayos de nanoindentación y sus resultados

Para empezar, es lógico pensar que cuanto menor sea la carga o la profundidad, mayor el grado de afectación de las condiciones envolventes en el resultado, y todo ello se agrava si más a más el indentador es esférico, pues el contacto entre indentador y muestra resulta más delicado. Cuanta mayor sea la precisión requerida, más se verán los efectos externos y habrá mayor propensión al error.



### **A3.2.1. Factores relacionados con la preparación de las muestras**

El pulido mecánico por desbaste que se debe realizar para poder nanoindentar las muestras, requiere una especial atención en la fuerza aplicada, puesto que deben minimizarse la deformación superficial, las transformaciones de dicha superficie, así como la variación de las propiedades mecánicas como consecuencia del endurecimiento, entre otras.

Como es de esperar, la rugosidad superficial también influye en el ensayo, puesto que debe ser suficientemente pequeña para que no genere errores en la determinación del área de contacto entre el indentador y la muestra. Resulta evidente también que los indentadores romos presentarán más problemas con la rugosidad que aquellos agudos. Debe tenerse en cuenta que a nivel nanoscópico, el acercamiento del indentador a la muestra se puede leer como el contacto entre dos planos, prácticamente. Esto da una idea de las dificultades que este ensayo supone.

### **A3.2.2. Factores relacionados con las condiciones ambientales**

La temperatura, el ruido, las vibraciones... todas estas condiciones que envuelven el ensayo producen cierta influencia. Para paliar esto, el nanoindentador está "suspendido" sobre una mesa anti-vibratoria en el interior de una cabina de aislamiento, la temperatura de la sala se fija con un aparato de aclimatación en unos 22°C, etc. También se debe asegurar la debida aclimatación de las muestras al ambiente de la sala antes de iniciar el ensayo (tiempo de *delay*), para evitar la deriva térmica.

La deriva térmica se puede dar por el flujo plástico del material (relacionada con la fluencia), o también puede producirse por pequeñas variaciones del tamaño de la muestra o del equipo debidas a la contracción/expansión térmica. También se debe tener en cuenta que durante el ensayo se produce cierta deformación, trabajo que puede desprender calor, afectando así los valores de fluencia o de dureza.

### ***Problemas del equipo o del indentador***

En este punto entran tanto aquellos errores provocados por el equipo en general como aquellos específicos relacionados con la punta de indentación.

El primero de ellos es la rigidez del sistema. Si el conjunto del equipo no tiene una rigidez suficiente, éste puede sufrir cierta deflexión que se traduzca en errores en los resultados. La idea es aplicar factores correctores para minimizar dicho efecto. En el caso de los equipos con CSM, la tarea resulta más sencilla puesto que el propio



equipo es capaz de calcular continuamente la rigidez del sistema y aplicar las correcciones necesarias a los valores medidos.

La geometría del indentador también puede introducir parte de error en las mediciones debido a que ésta jamás es ideal por las dificultades de fabricación. Por ello es necesario aplicar ciertos parámetros de corrección (valores resumidos en la Tabla 4.2-A de la memoria [3]) empleando expresiones como la Ec. A3-a.

$$A_c = \pi \left[ \frac{dP}{dh} \frac{1}{2\beta E^*} \right]^2 \quad (\text{A3-a})$$

El inevitable redondeo de la punta en los indentadores Berkovich (de un radio del orden de los 50-100nm [3]), debido al desgaste del indentador y la imperfección de la forma, obliga a corregir los valores hallados de  $E^*$  y  $H$  mediante las ecuaciones siguientes:

$$H = \frac{P}{A} \left[ \frac{A_i}{A} \right] \quad (\text{A3-b})$$

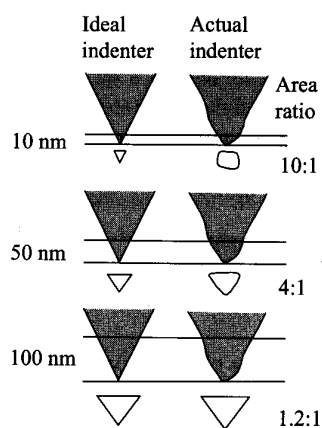
$$E^* = \frac{dP}{dh} \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta\sqrt{A}} \sqrt{\frac{A_i}{A}} \quad (\text{A3-c})$$

$$A = C_1 h_p^2 + C_2 h_p + C_3 h_p^{1/2} + C_4 h_p^{1/4} + \dots + C_8 h_p^{1/28} \quad (\text{A3-d})$$

Sin embargo, debe remarcarse que el grado de afectación dependerá de la dimensión de la huella, siendo más evidente a pequeña escala y menos relevante en marcas más profundas, como se muestra en la Fig. A3-4.

El último problema relacionado con el equipo es el de la definición de la profundidad inicial. Esto se debe a problemas de contacto entre la muestra y el indentador, y se vuelve de una relevancia extrema en los ensayos de nanoindentación esférica. La descoordinación entre el momento en que contactan ambas superficies y el momento en que se empiezan a tomar mediciones provoca el desplazamiento de las curvas por lo que resulta necesario definir la profundidad de contacto inicial.





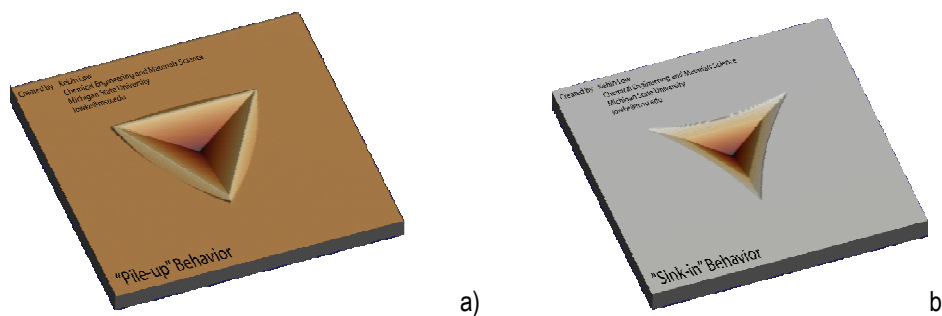
**Fig. A3-4.** Comparación esquemática de las áreas de contacto entre indentador ideal y real. Extraído de [3].

Para la corrección del contacto en casos de indentación esférica, se debe considerar punto de inicio aquel para el que la rigidez es cero cuando la profundidad es cero. De este modo se puede estimar el punto de contacto.

En el caso de las indentaciones esféricas, existe un método basado en la teoría de Hertz del contacto puramente elástico, que asume que los primeros puntos de la curva corresponden a un contacto totalmente elástico, por lo que la curva del contacto puramente elástico de Hertz debe coincidir en esta primera zona con la curva experimental corregida.

**Otros efectos**

**Piling-up y sinking-in**



**Fig. A3-5.** a) Efecto de pile-up. Sucede, por un general, a altas temperaturas para el material. b) Efecto de sink-in. Éste, por el contrario, suele producirse a bajas temperaturas. Extraído de: [www.egr.msu.edu](http://www.egr.msu.edu).

La deformación de la muestra no copia perfectamente la geometría del indentador, puesto que el material del alrededor puede amontonarse o apilarse contra el indentador (*pile-up* Fig. A3-5a) o hundirse alrededor de éste



(*sink-in* Fig. A3-5b). En el primer caso, el material se eleva alrededor de la huella, de modo que el área de contacto resulta mayor de lo que se calcula, generando cierto error, puesto que los valores de H y E hallados son subestimados. En el segundo, por el contrario, tiene un área de contacto real menor de lo esperado, por los que los valores de H y E calculados en realidad resultan una sobreestimación.

### Size effect

Cuando se nanoindenta un material homogéneo e isotrópico mirado a macroescala, el resultado que se espera es un único valor de módulo elástico o dureza con una pequeña desviación estándar. Sin embargo, las evidencias experimentales muestran un abanico de valores de E y H que no se esperaba. Esto se debe al efecto del tamaño del ensayo de nanoindentación, pues resulta tan pequeño que es posible captar hasta la más mínima inhomogeneidad del material como pequeñas capas de óxido atrapadas en el interior, tensiones residuales o endurecimientos locales debidos al pulido, e incluso diferencias de comportamiento entre granos cristalográficos orientados más favorablemente. De hecho, la diferente fricción entre el indentador y la muestra puede producir este efecto.

Con la técnica de nanoindentación se puede, incluso, llegar a conocer las propiedades de un grano de material. Este efecto se magnifica a pequeñas profundidades de penetración, cuando la huella es muy pequeña, y se va reduciendo a medida que ésta aumenta, puesto que el volumen ensayado es cada vez mayor, y por tanto los resultados muestran una mayor homogeneidad.

### Referencias

- [1] Guía de usuario del equipo Nano Indenter XP.
- [2] DEPARTAMENTO DE CIENCIA E INGENIERÍA DE LOS MATERIALES, UNIVERSIDAD REY JUAN CARLOS. *Laboratorios de Investigación, Descripción del equipo "nano"*. [En línea, consultada a 25/09/2008]  
[http://www.materiales.escet.urjc.es/html\\_es/nano.php](http://www.materiales.escet.urjc.es/html_es/nano.php)
- [3] A.C. FISCHER-CRIPPS. *Nanoindentation*, 2ª ed. Springer-Verlag, Nueva York, (2004)
- [4] CURSO NANOMEC-GEF 2008. "Técnicas de Caracterización y Simulación en Micro y NanoMecánica". Grupo Español de Fractura, (2008)

