

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 587 909**

21 Número de solicitud: 201500279

51 Int. Cl.:

G01N 3/20 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

21.04.2015

43 Fecha de publicación de la solicitud:

27.10.2016

71 Solicitantes:

**UNIVERSIDAD DE CÁDIZ (100.0%)
C/ Ancha, 16
11001 Cádiz ES**

72 Inventor/es:

**TORRES URIONA, Dery;
ARAUJO GAY, Daniel;
ESTEVEZ, Rafael y
VILLAR CASTRO, Pilar**

54 Título: **Procedimiento para determinar la tenacidad intrínseca de polímeros**

57 Resumen:

Procedimiento para determinar la tenacidad intrínseca de polímeros. Consiste en un procedimiento alternativo para estimar la tenacidad intrínseca de polímeros mediante la 'extrapolación' del valor de tenacidad correspondientes a Los diversos radios de entalla hasta la tenacidad intrínseca (tenacidad mínima) correspondiente a un radio de entalla agudo (cuasi-cero). El presente procedimiento consta de cuatro etapas: i) Generación de probetas con entallas de diferentes radios fáciles de generar; ii) Obtención experimental de la tenacidad (K_{IC}) para diferentes radios de entalla; iii) Calibración y validación de un modelo de zona cohesiva viscoplástico que nos permite obtener numéricamente la tenacidad; y por ultimo iv) Predicción de la tenacidad de fractura intrínseca para un radio de grieta agudo (cuasi-cero).. La principal ventaja del procedimiento propuesto reside en que mediante su empleo es posible estimar la tenacidad intrínseca de polímeros, partiendo de varios radios de entalla fáciles de mecanizar.

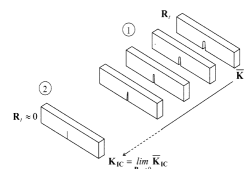


Fig.2

DESCRIPCIÓN

PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LA TENACIDAD INTRÍNSECA DE POLÍMEROS.

SECTOR DE LA TÉCNICA AL QUE SE REFIERA LA INVENCION

- 5 Obtención de la tenacidad a la fractura (K_{IC}) de materiales poliméricos mediante una nueva metodología. Los materiales poliméricos son ampliamente utilizados, especialmente en la industria aeronáutica como matriz de materiales compuestos.

ESTADO DE LA TÉCNICA

- 10 La tenacidad de fractura intrínseca en modo I se obtiene cuando se genera una grieta natural con una longitud determinada y de radio el más pequeño posible. Para materiales metálicos se suele someter la probeta con entalla natural a cargas de fatiga y generar así una grieta fina [Moore D.R., Pavan A., and Williams J.G. Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives, and Composites. ESIS Publication. Elsevier, 2001]. Este método puede también ser utilizado para materiales poliméricos, sin embargo su aplicación en estos materiales presenta dificultades derivadas de: i) el uso de cargas cíclicas de fatiga induce una disipación viscoelástica o viscoplástica en el entorno de la entalla, que produce finalmente una modificación del comportamiento mecánico del polímero; ii) 15 Inestabilidad en el crecimiento de la grieta de fatiga; iii) Necesidad de utilizar frecuencias muy bajas (<4Hz en algunos polímeros) para evitar calentamiento por histéresis [Moore D.R., Pavan A., and Williams J.G. Fracture Mechanics Testing Methods for Polymers, Adhesives, and Composites. ESIS Publication. Elsevier, 2001]. En polímeros es posible producir grietas iniciales suficientemente finas 25 mediante otros métodos que requieren el uso de una cuchilla de afeitar: “tapping” o “sliding”; estos requieren una entalla mecánica previa. Si bien es cierto que con estos métodos se puede generar una grieta natural, en materiales poliméricos se debe tener ciertas habilidades y mucha perseverancia, sobre todo si se trata de polímeros frágiles o con alguna plasticidad localizada. Además, se requiere

mucho cuidado para evitar una grieta demasiado larga o añadir tensiones residuales al sistema. Si no se controlan bien todos estos aspectos en la generación de dicha grieta fina, puede darse un sobredimensionamiento de la tenacidad de fractura.

5

EXPLICACIÓN DE LA INVENCION

La presente invención permite estimar la tenacidad de fractura intrínseca (K_{IC}) de polímeros, mediante un análisis alternativo, para un radio de grieta muy fino. El procedimiento consta básicamente de cuatro etapas: i) Generación de probetas con entallas de diferentes radios fáciles de generar; ii) Obtención experimental de la tenacidad (\bar{K}_{IC}) para diferentes radios de entalla; iii) Calibración y validación de un modelo de zona cohesiva viscoplastico [Estevez, R., Tijssens, M., der Giessen, E. V. Modeling of the competition between shear yielding and crazing in glassy polymers. Journal of the Mechanics and Physics of Solids 48 (12), 2585-2617, 2000] que nos permite obtener numéricamente la tenacidad; y por último iv) Predicción de la tenacidad de fractura intrínseca para un radio de grieta agudo (cuasi-cero).

En la descripción del procedimiento se emplean dos variables semejantes con significado diferente. Así, mientras K_{IC} se refiere al valor mínimo de la tenacidad a la fractura (tenacidad intrínseca) que se obtiene para un radio muy fino (cuasi-cero), \bar{K}_{IC} se refiere el valor de la tenacidad a la fractura para otro cualquier radio de entalla.

La principal ventaja del procedimiento propuesto reside en que mediante su empleo es posible estimar la tenacidad intrínseca de polímeros, partiendo de varios radios de entalla fáciles de mecanizar.

El modo de actuar para estimar la tenacidad intrínseca de polímeros mediante el uso del procedimiento desarrollado, comprende las siguientes etapas sucesivas:

i) Generación de probetas con entallas de diferentes radios fáciles de generar.

En primer lugar, se han de generar probetas con entallas de diferentes radios fáciles a mecanizar. (Fig. 2).

5 ii) Obtención experimental de la tenacidad (\bar{K}_{IC}) para los diferentes radios de entalla.

En segundo lugar se describe el procedimiento según la norma (ESIS-TC4) para obtener experimentalmente la tenacidad (Fig. 3).

10 1.- Realización de ensayos mecánicos: se realizan ensayos de flexión 4 puntos en probetas con diferentes radios de entalla, diferentes velocidades de carga y temperatura ambiente.

2.- Identificación de la Fuerza máxima de rotura (F_C): se elaboran curvas fuerza-desplazamiento resultantes de los ensayos mecánicos de flexión y se identifica la fuerza máxima (F_C).

15 3.- Verificación de la mecánica de fractura elástica lineal (LEFM): se verifica si la F_C está dentro de los parámetros establecidos por la mecánica de fractura elástica lineal. Si, la fuerza máxima (F_C) es igual a la fuerza al 5% ($F_{5\%}$) o la relación entre ellas es menor al valor de 1,1, entonces F_C es igual a F_Q .

4.- Cálculo del factor de intensidad de tensiones (K_Q):

20 Se obtiene el valor de (K_Q) en función de la tensión (σ_Q) y en función de la fuerza máxima de rotura (F_Q), configuración del ensayo y de las dimensiones de la probeta (S_1, S_2, B, W) (Fig. 1).

$$K_Q = \sigma_Q \sqrt{\pi a} f(a/W),$$

$$\sigma_Q = \frac{3 S_1 - S_2}{2 B W^2} F_Q$$

25 $f(a/W) = 1.122 - 1.4(a/W) + 7.33(a/W)^2 - 13.08(a/W)^3 + 14(a/W)^4$

5.- Verificación de condiciones de deformación plana: esta condición se verifica en función de K_Q de la tensión elástica (σ_y) y de las dimensiones de la probeta (Fig. 1) como,

$$a(W-a), B \geq 2.5 \left(\frac{K_Q}{\sigma_y} \right)^2$$

5 6.- Determinación del factor de intensidad de tensiones crítico \bar{K}_{IC} : si el punto (5) es verificado entonces el factor de intensidad de tensiones K_Q es igual a \bar{K}_{IC} .

iii) Obtención numérica de la tenacidad mínima (K_{IC} .) correspondiente a una radio muy fino (cuasi-cero)

10 En tercer lugar, se calibra y valida los parámetros de un modelo numérico de zona cohesiva viscoplástica que nos permite obtener numéricamente la tenacidad (Fig. 4). Para ello, se elige un radio de entalla (r_t) como referencia para calibrar el modelo, una vez obtenida dicha calibración para el radio de entalla de referencia, comprobamos y validamos con los otros radios de entalla de la etapa ii). Este
15 proceso sigue los siguientes pasos:

1.- Introducción de los parámetros necesarios que caracterizan al material: se obtienen los parámetros necesarios del material como son, modulo elástico (E), coeficiente de Poisson (ν), rigidez (k_n), el radio de entalla (r_t), longitud de entalla (a).

20 2.- Creación de una geometría numérica y aplicación de desplazamientos: se crea una geometría numérica de tipo “Small Scale Yielding” (SSY) y se aplica pequeños desplazamientos en las direcciones horizontal y vertical (u_1 y u_2 , respectivamente) alrededor de dicha geometría hasta la creación de una grieta localizada durante todo el proceso. Estos desplazamientos
25 están en función de los parámetros del paso (1), velocidad de carga (\dot{K}_I), dimensiones de la geometría creada (r, θ) y del tiempo,

$$u_1 = 2(1+\nu) \frac{\dot{K}_I}{E} \sqrt{\frac{r_f}{2\pi}} \cos \frac{\theta_f}{2} \left[2 - 2\nu - \left(\cos \frac{\theta_f}{2} \right)^2 \right] \times \Delta t$$

$$u_2 = 2(1+\nu) \frac{\dot{K}_I}{E} \sqrt{\frac{r_f}{2\pi}} \sin \frac{\theta_f}{2} \left[2 - 2\nu - \left(\cos \frac{\theta_f}{2} \right)^2 \right] \times \Delta t$$

$$\dot{K}_I = \dot{\sigma}_n \sqrt{\pi a}; \quad \dot{\sigma}_n = k_n \dot{\Delta}_n$$

5 3.- Iniciación del proceso de fractura (vacíos localizados en el seno del material): consecuente al campo de desplazamiento aplicado la tensión normal (σ_n) aplicada aumenta y cuando alcanza un valor crítico ($\sigma_n^{cr} \approx 55$ MPa), se desencadena el proceso de fractura. A partir de aquí se analiza su crecimiento y propagación a través del material.

10 4.- Crecimiento y propagación del proceso de fractura (Ley tensión-apertura): desde que se inicia el proceso de fractura hasta que se origina una grieta, este proceso está gobernado mediante una ley de tensión-apertura ($\sigma_n - \Delta_n$). Esta ley depende de algunos parámetros que describen el comportamiento mecánico del material ($A^c, \sigma^c, \dot{\Delta}_0$) y del tamaño de la apertura normal de la zona de proceso (Δ_n^c).

15 $\dot{\sigma}_n = k_n (\dot{\Delta}_n - \dot{\Delta}_n^c)$

$$\dot{\Delta}_n^c = \dot{\Delta}_0 \exp \left[\frac{-A^c \sigma^c}{T} \left(1 - \frac{\sigma_n}{\sigma^c} \right) \right]$$

20 5.- Obtención de la tenacidad (K_{IC}) numérica del material: cuando la apertura normal de la zona de proceso (Δ_n) alcanza un valor crítico ($\Delta_n^{cr} \approx 3 \mu\text{m}$), significa que se ha dado lugar a una grieta en el seno del material. A partir de este punto el parámetro K_I es constante, este valor se toma como la tenacidad del material (K_{IC}).

25 iv) Obtención de la tenacidad mínima o tenacidad intrínseca correspondiente a un radio de entalla muy fino (cuasi-cero): por último, una vez se ha validado los parámetros del modelo que controlan el proceso de fractura, se “extrapola” un valor de tenacidad intrínseca (o tenacidad mínima) correspondiente a un radio de

entalla fino (radio cuasi-cero) (Fig. 2). Esta “extrapolación” consiste en variar el radio de entalla en el modelo numérico hasta un valor aproximado de 0,005 mm.

DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

5 **Fig. 1.-** Esquema de las dimensiones de la probeta utilizada con diferentes entallas y configuración del ensayo de flexión de 4 puntos.

Fig. 2.- Esquema resumido de la metodología para la obtención de la tenacidad intrínseca. Se representa que una vez completadas las etapas del procedimiento es posible predecir la tenacidad de fractura intrínseca del material en cuestión. Se muestra:

- 1.- La creación de una base de datos de tenacidad (\bar{K}_{IC}) para probetas con diferentes radios de entalla fáciles de mecanizar.
- 2.- La ‘Extrapolación’ de la tenacidad (\bar{K}_{IC}) para diferentes radios de entalla hasta una tenacidad intrínseca (K_{IC}) correspondiente a un radio de entalla agudo, cuasi-cero.

15 **Fig. 3.-** Esquema de la metodología de cálculo de la tenacidad experimental. En la figura se trata de esquematizar las seis etapas que comprende el cálculo de la tenacidad experimental para diferentes radios de entalla.

- 1.- Realización de ensayos mecánicos de flexión en cuatro puntos.
- 20 2.- Identificación de la fuerza máxima de rotura.
- 3.- Verificación de condiciones de la elástica lineal de fractura.
- 4.- Calculo del factor de intensidad de tensiones.
- 5.- Verificación de condiciones planas de deformación.
- 6.- Determinación del factor de intensidad de tensiones crítico o tenacidad de fractura.

25 **Fig. 4.-** Esquema de la metodología de calibración y validación del modelo de zona cohesiva viscoplástica para calcular numéricamente la tenacidad. En la

figura se trata de esquematizar las cinco etapas que comprende la obtención de la tenacidad numérica para diferentes radios de entalla.

- 1.- Introducción de parámetros necesarios para caracterizar el material.
- 2.- Creación de una geometría numérica y aplicación de desplazamientos.
- 5 3.- Iniciación del proceso de fractura (vacíos localizados en el seno del material).
- 4.- Crecimiento y propagación del proceso de fractura (Ley tensión-apertura).
- 5.- Obtención de la tenacidad numérica del material.

10

MODO DE REALIZACIÓN DE LA INVENCION

El modo de actuar para estimar la tenacidad intrínseca de polímeros mediante el uso del procedimiento desarrollado, comprende las siguientes etapas sucesivas:

i) Generación de probetas con entallas de diferentes radios fáciles de generar.

- 15 Para la realización de este procedimiento se emplearon probetas del tipo mostrado en la figura 1, donde $S_1=40\text{ mm}$, $S_2=90\text{ mm}$, $L=100\text{ mm}$, $W=20\text{ mm}$, $B=10\text{ mm}$ y $a=10\text{ mm}$.

- 20 Para mecanizar las entallas se empleó una cortadora de hilo de diamante Well modelo 3242. En la realización del corte se utilizaron hilos de acero inoxidable con diamantes incrustados en su superficie con diversos radios que van desde 0.05 mm a 0.5 mm. Como resultado se obtienen cortes suaves y de bordes definidos que no inducen tensiones ni deformaciones residuales en el material. Es decir, no se genera ningún tipo de daño local que altere su comportamiento mecánico intrínseco.

- 25 ii) Obtención experimental de la tenacidad (\bar{K}_{IC}) para diferentes radios de entalla.

Una vez obtenidas las probetas con entallas de diferentes radios, procedemos a calcular la tenacidad para cada una de ellas. Primero, se realizan ensayos de

flexión de 4 puntos (Fig. 1) y se obtiene la fuerza máxima de rotura. Con este valor se calcula la tenacidad experimental para cada una de las probetas. El objetivo de esta etapa es el de obtener una base de datos de tenacidad (\bar{K}_{IC}) para diferentes radios de entalla, y comprende los siguientes pasos, descritos en la
 5 figura 3:

- 1.- Realización de ensayos mecánicos bajo una configuración de flexión 4 puntos en probetas con diferentes radios de entalla, diferentes velocidades de carga y temperatura ambiente.
- 2.- Realización de curvas fuerza-desplazamiento resultantes de los ensayos mecánicos de flexión. Identificación de la Fuerza máxima de rotura (F_C).
 10
- 3.- Comprobación si la F_C está dentro de los parámetros establecidos por la mecánica de la fractura elástica lineal (LEFM).
- 4.- Cálculo de la tensión (σ_Q) y del factor de intensidad de tensiones (K_Q) en función de la fuerza máxima de rotura (F_C), configuración del ensayo y de las dimensiones de la probeta.
 15
- 5.- Verificación del criterio de tamaño de K_Q en función de las dimensiones de la probeta para asegurar condiciones de deformación plana.
- 6.- Si el punto (5) es verificado entonces el factor de intensidad de tensiones K_Q es igual al factor de intensidad de tensiones crítico \bar{K}_{IC} .
 20

iii) Calibración y validación de un modelo de zona cohesiva viscoplástico que nos permite obtener numéricamente la tenacidad.

Se toma un radio de entalla como referencia para realizar la calibración de un modelo viscoplástico que permite el cálculo numérico de la tenacidad. Una vez que los parámetros de dicho modelo sean calibrados se realiza una
 25 corroboración/validación utilizando los demás radios de entalla de nuestra base de datos previamente obtenida.

La realización de esta etapa comprende los siguientes pasos (figura 4):

- 1.- Introducir todas las variables necesarias que caracterizan al material. Se utiliza una geometría numérica denominada SSY ('small scale yielding'), esta configuración indica que la zona plástica es mucho más pequeña que cualquier otra dimensión de la probeta.
- 5 2.- Se aplica un desplazamiento en la dirección horizontal (u_1) y vertical, (u_2) alrededor de la geometría numérica en función de la velocidad de carga (\dot{K}_I) durante todo el proceso hasta la creación de una grieta localizada en el seno del material. El parámetro \dot{K}_I está en función de la tensión normal aplicada ($\dot{\sigma}_n$) y la longitud de entalla (a).
- 10 3.- Consecuente al desplazamiento aplicado la tensión normal (σ_n) aplicada aumenta y cuando alcanza un valor crítico ($\sigma_n^{cr} \approx 55$ MPa), se desencadena el proceso de fractura (vacíos localizados). A partir de aquí se analiza el crecimiento y propagación a través del seno del material.
- 15 4.- Desde que se inicia el proceso de fractura hasta que se origina una grieta localizada, el crecimiento de este proceso está gobernado mediante una ley de tensión-apertura ($\sigma_n - \Delta_n$) que depende de algunos parámetros extraídos del comportamiento mecánico del material y del tamaño de la apertura normal de la zona de proceso.
- 20 5.- Cuando la apertura normal de la zona de proceso (Δ_n) alcanza un valor crítico ($\Delta_n^{cr} \approx 3$ μm) significa que se ha dado lugar a una grieta localizada en el seno del material. A partir de este punto el parámetro K_I es constante, este valor se toma como la tenacidad del material (K_{IC}).

iv) Predicción de la tenacidad de fractura intrínseca para un radio de grieta agudo (cuasi-cero).

- 25 Finalmente, una vez que el modelo está calibrado y validado se variará el radio de entalla numéricamente hasta un valor de radio mucho más fino, cuasi-cero (0,005 mm.) para obtener así, la tenacidad intrínseca (K_{IC}) o tenacidad mínima del material en cuestión (Fig. 2).

APLICACIÓN INDUSTRIAL

El procedimiento objeto de la presente invención se ha empleado utilizando una resina epoxi de uso aeronáutico. Tiene un alto potencial de aplicación, pues la tenacidad de fractura, sobre todo en modo I y a distintas velocidades de carga
5 tienen una gran importancia a la hora de diseñar elementos estructurales. Como ya se ha mencionado anteriormente, el cálculo de la tenacidad es muy sensible a la manera de generar entallas agudas. Las consecuencias de un sobredimensionamiento de este parámetro pueden ser desastrosas.

10

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para determinar la tenacidad intrínseca de polímeros, que comprende las siguientes etapas:
 - 5 i) Generación de probetas con un radio de entalla suficientemente grande para que sea posible realizarlo sobre un material polimérico sin introducir tensiones residuales que produzcan un sobredimensionamiento de la tenacidad de fractura.
 - 10 ii) Obtención experimental de la tenacidad sobre las probetas generadas en la etapa anterior, mediante la realización de ensayos de flexión en 4 puntos a distintas velocidades de carga y la obtención de una base de datos de tenacidad para diferentes radios de entalla..
 - 15 iii) Realizar la calibración y validación de parámetros de un modelo de zona cohesiva que permite calcular numéricamente la tenacidad de fractura, que será comparada con los datos obtenidos experimentalmente.
 - 20 iv) Una vez comprobado que las simulaciones coinciden con los valores obtenidos experimentalmente, se realiza el cálculo numérico de la tenacidad intrínseca correspondiente a un radio de entalla agudo (cuasi-cero).
2. Procedimiento, según reivindicación 1 caracterizado porque los radios de las entallas practicados en las probetas generadas en la etapa i van desde 0,05 a 0,5mm
- 25 3. Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque la obtención experimental de la tenacidad comprende:

- a.- Realización de ensayos mecánicos bajo una configuración de flexión en probetas con diferentes radios de entalla, diferentes velocidades de carga y temperatura ambiente.
- 5 b.- Realización de curvas fuerza-desplazamiento resultantes de los ensayos mecánicos de flexión. Identificación de la Fuerza máxima de rotura (F_Q).
- c.- Comprobación si la F_C está dentro de los parámetros establecidos por la mecánica de la fractura elástica lineal (LEFM).
- d.- Cálculo de la tensión (σ_Q) y del factor de intensidad de tensiones (K_Q) en función de la fuerza máxima de rotura (F_Q), configuración del ensayo y de las dimensiones de la probeta.
- 10 e.- Verificación del criterio de tamaño de K_Q en función de las dimensiones de la probeta para asegurar condiciones de deformación plana.
- f.- Si el punto (e) es verificado entonces el factor de intensidad de tensiones K_Q es igual al factor de intensidad de tensiones crítico \bar{K}_{IC} .
- 15
4. Procedimiento, según reivindicación 1, caracterizado porque la calibración y validación de un modelo de zona cohesiva viscoplástico para obtener numéricamente la tenacidad se realiza tomando un radio de entalla como referencia y comprende:
- 20
- a.- Introducir todas las variables necesarias que caracterizan al material. Se utiliza una geometría numérica denominada SSY ('small scale yielding'), esta configuración indica que la zona plástica es mucho más pequeña que cualquier otra dimensión de la probeta..
- 25 b.- Se aplica un desplazamiento en la dirección horizontal (u_1) y vertical, (u_2) alrededor de la geometría numérica en función de la velocidad de carga (\dot{K}_I) durante todo el proceso hasta la creación de una grieta localizada en el seno del material. El parámetro \dot{K}_I está en función de la tensión normal aplicada ($\dot{\sigma}_n$) y la longitud de entalla (a).

- c.- Consecuente al desplazamiento aplicado la tensión normal (σ_n) aplicada aumenta y cuando alcanza un valor crítico ($\sigma_n^{cr} \approx 55$ MPa), se desencadena el proceso de fractura (vacíos localizados). A partir de aquí se analiza el crecimiento y propagación a través del seno del material.
- 5 d.- Desde que se inicia el proceso de fractura hasta que se origina una grieta localizada, el crecimiento de este proceso está gobernado mediante una ley de tensión-apertura ($\sigma_n - \Delta_n$) que depende de algunos parámetros extraídos del comportamiento mecánico del material y del tamaño de la apertura normal de la zona de proceso.
- 10 e.- Cuando la apertura normal de la zona de proceso (Δ_n) alcanza un valor crítico ($\Delta_n^{cr} \approx 3$ μm), significa que se ha dado lugar a una grieta localizada en el seno del material. A partir de este punto el parámetro K_I es constante, este valor se toma como la tenacidad del material (K_{IC}).
- 15 5. Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una vez que el modelo está calibrado y validado se variará el radio de entalla numéricamente hasta un valor de radio mucho más fino, cuasi-cero (0,005 mm.) para obtener así, la tenacidad intrínseca (K_{IC}) o tenacidad mínima del material en cuestión.

20

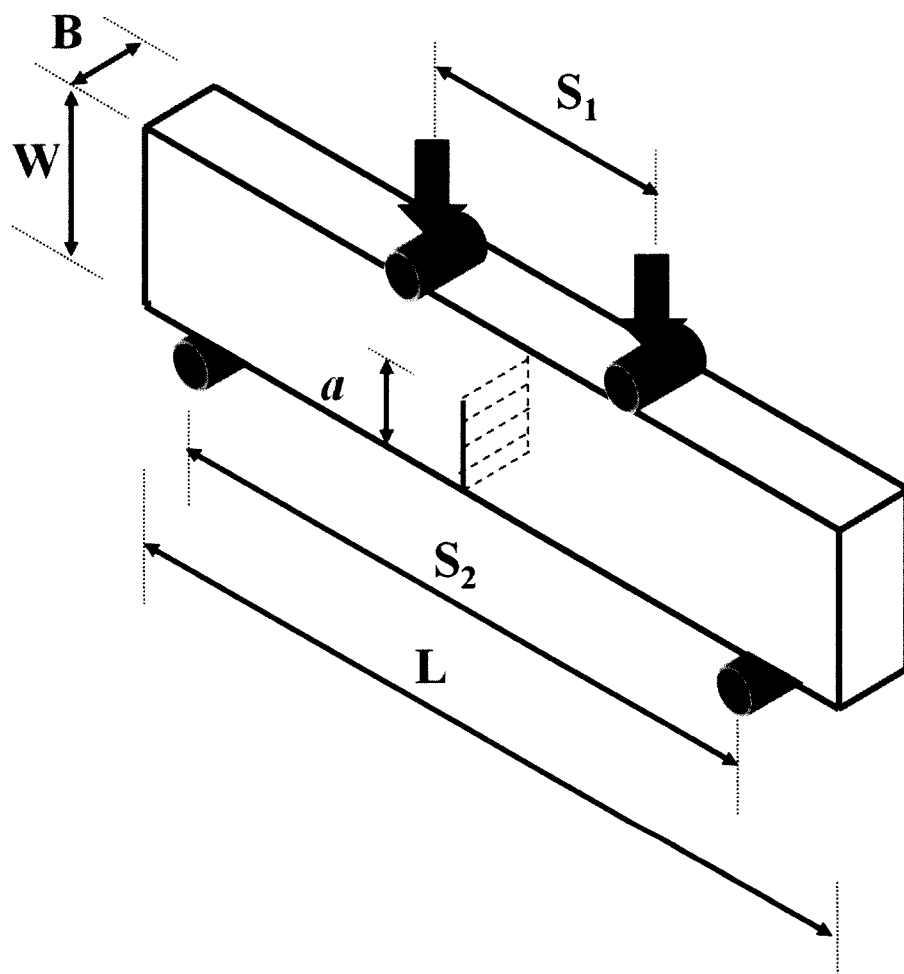


Fig.1

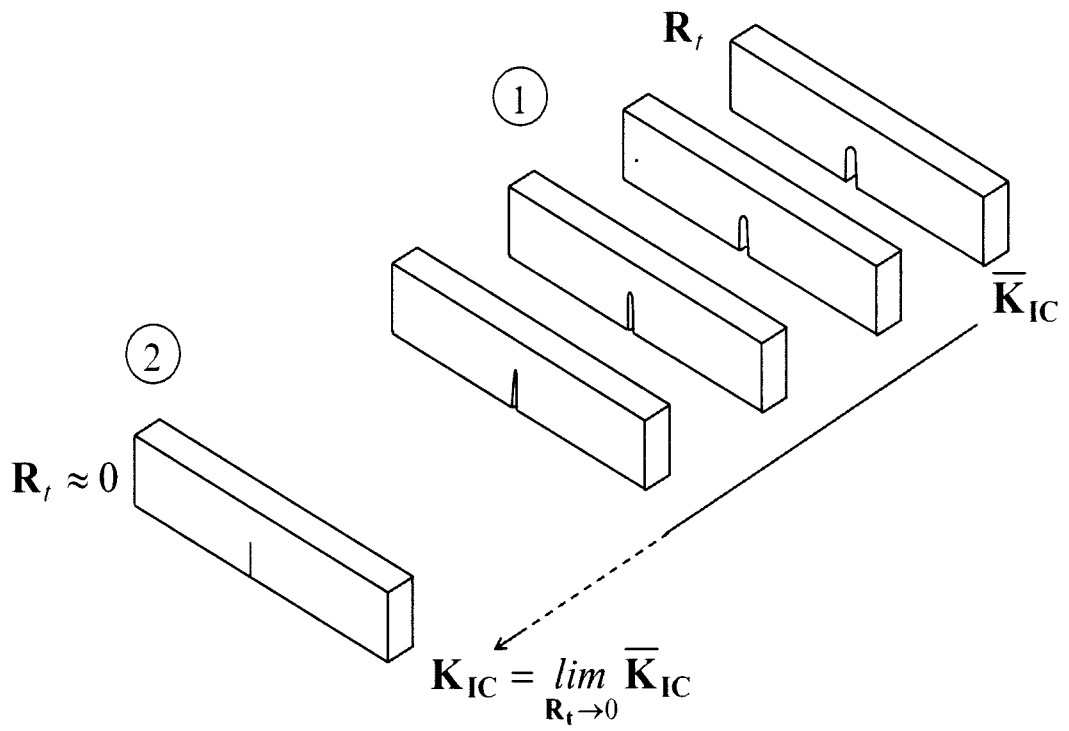


Fig.2

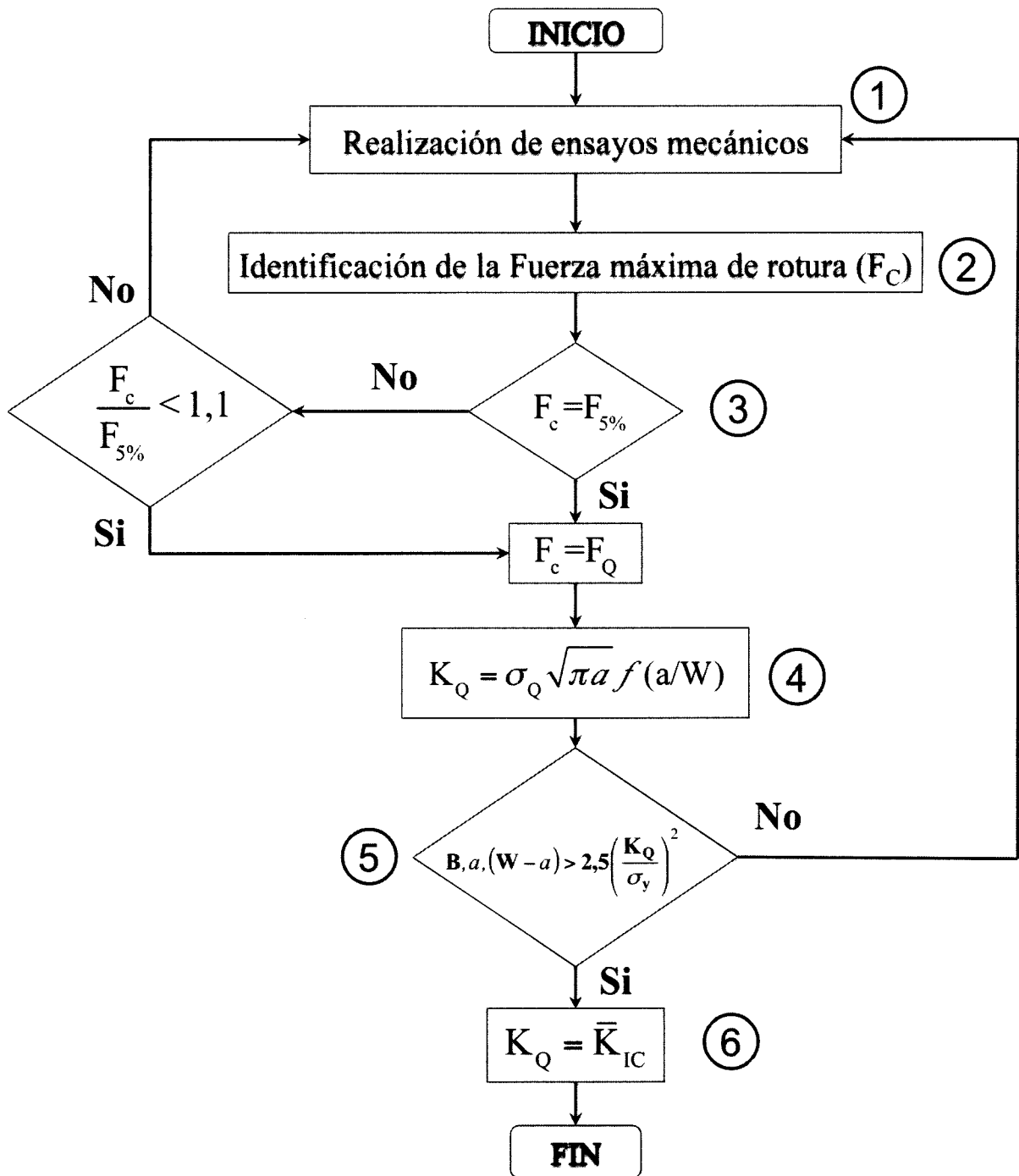


Fig.3

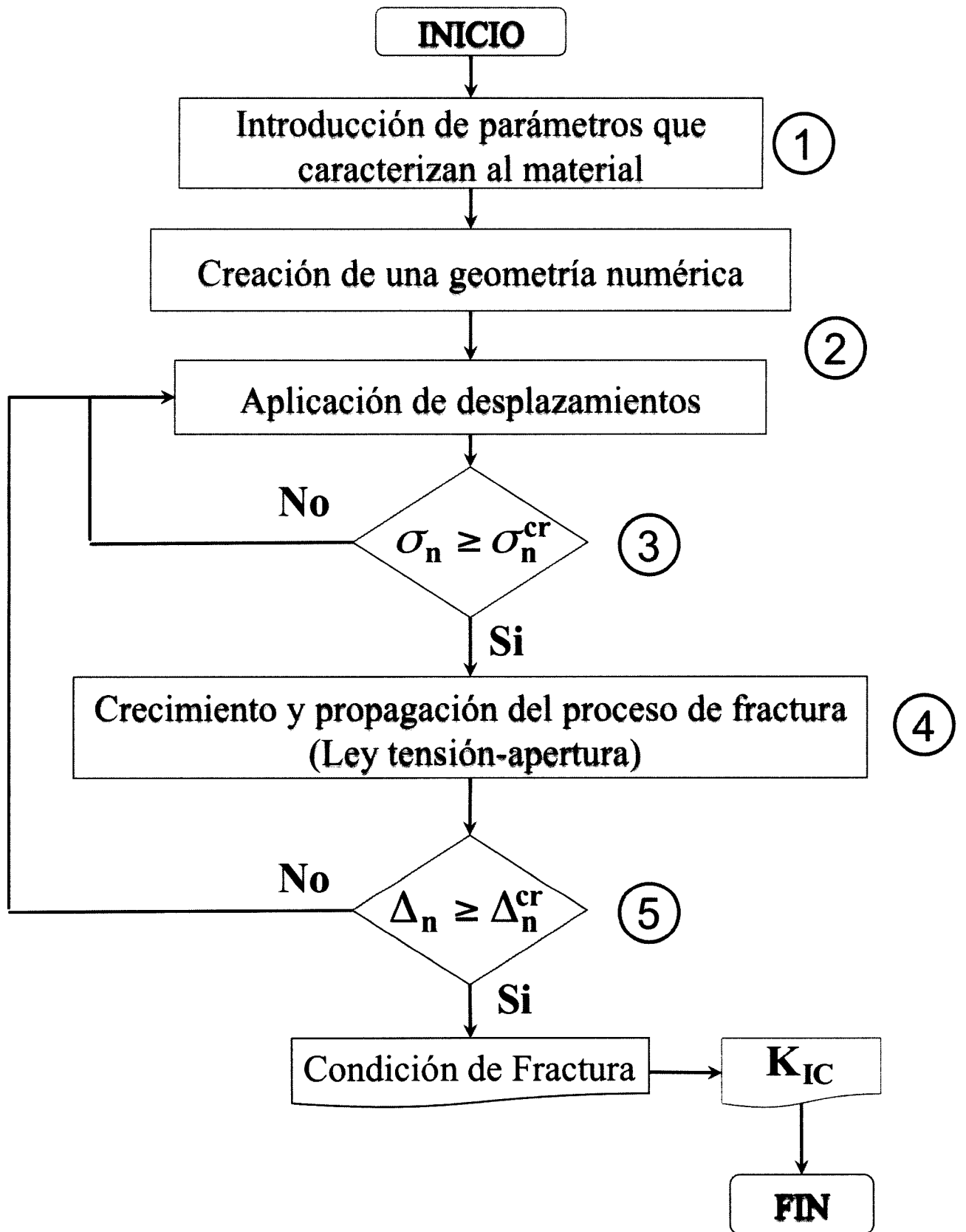


Fig.4



- ②¹ N.º solicitud: 201500279
②² Fecha de presentación de la solicitud: 21.04.2015
③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤¹ Int. Cl.: **G01N3/20** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	SHU GUO et al. "3D Analysis of Amorphous polymers Deformation under Mode I". 13th International Conference on Fracture. June 16-21, 2013, Beijing, China.	1-5
Y	N SAAD et al. "Calibration of a Cohesive Zone for Crazeing in glassy polymers". In ICF11, Italy 2005. (publicado en 2013)	1-5
A	SHU GUO. "Modelling and numerical study of 3D effect on glassy polymer fracture". Thesis. HAL Id: tel-01077941 https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01077941 Submitted on 27 Oct 2014.	1-5
A	R ESTEVEZ et al. "Modeling of the competition between shear yielding and crazeing in glassy polymers". Journal of the Mechanics and Physics of Solids 48 (2000) 2585-2617.	1

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
20.01.2016

Examinador
B. Tejedor Miralles

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01N

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, bases de datos de literatura no patente, internet

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 20.01.2016

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-5	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-5	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	SHU GUO et al.	21.06.2013
D02	N SAAD et al.	2013
D03	SHU GUO.	27.10.2014
D04	R ESTEVEZ et al.	2000

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

La invención definida en las reivindicaciones nº 1-5, se considera que no implica actividad inventiva por resultar del estado de la técnica de una manera evidente para un experto en la materia.

Reivindicación 1:

El documento D01 se considera el estado de la técnica más cercano al objeto de la invención (entre paréntesis las referencias al documento citado).

Este documento divulga un procedimiento para determinar la tenacidad intrínseca de polímeros, que comprende las etapas de:

- i) Generación de probetas con un radio de entalla suficientemente grande. El documento D01 expone que se realiza el procedimiento con probetas de diferentes radios de entalla (D01: figura 2, página 9 (0,25 mm, 0,1 mm y 0,5 mm)).
- ii) Obtención experimental de la tenacidad sobre las probetas mediante la realización de ensayos de flexión en 4 puntos a distintas velocidades de carga y la obtención de una base de datos de tenacidad para diferentes radios de entalla (D01: página 6).
- iv) Realización de cálculo numérico de la tenacidad intrínseca correspondiente a un radio de entalla agudo (D01 y D02).

El documento D01 no parece contemplar la realización de la tercera etapa relativa a la calibración y validación de parámetros de un modelo de zona cohesiva que permite calcular numéricamente la tenacidad de fractura que será comprada con los datos obtenidos experimentalmente.

El efecto técnico que se consigue es obtener numéricamente la tenacidad.

El problema técnico a resolver es como validar los datos experimentales. No obstante, el documento D02 divulga un método de calibración de zona cohesiva para polímeros adecuado para el procedimiento objeto de la invención. Así un experto en la materia incorporaría las enseñanzas del documento D02 al documento D01 para resolver el problema técnico planteado. Por lo tanto, la primera reivindicación no presentaría actividad inventiva según el artículo 8.1 de la ley de patentes 11/1986.

Reivindicaciones dependientes 2-5:

La reivindicación 2 hace referencia al intervalo de radios de entalla utilizados. En el documento D01 se expone que se han utilizado radios de entalla de 0,1 mm 0,25 mm y 0,5 mm (es decir, entre 0,1 y 05 mm). El intervalo reivindicado es un intervalo que un experto en la materia podría seleccionar a partir de los resultados publicados en los documentos citados (documentos D01-D04) y que parece depender de la posibilidad de realizar mecánicamente un radio de entalla tan pequeño. Además, el límite inferior del intervalo reivindicado sólo puede considerarse que posee actividad inventiva, si presentara efectos o propiedades inesperadas en relación al resto del rango. Sin embargo, no se han indicado dichos efectos o propiedades en la solicitud. Por lo tanto, no se aprecia actividad inventiva en el objeto de la reivindicación 2. Así, dicha reivindicación no presentaría actividad inventiva según el artículo 8.1 de la ley de patentes 11/1986.

Las reivindicaciones dependientes 3-5 exponen el método matemático para llevar a cabo las etapas 2, 3 y 4 de la primera reivindicación. Las características técnicas de estas reivindicaciones se encuentran divulgadas tanto en los documentos citados D02- D04. Por lo tanto, dichas reivindicaciones no presentarían novedad según el artículo 6.1 de la ley de patentes 11/1986.