

Autoafinidad de superficies de fractura en una aleación aluminio-silicio[♦]

Jorge A. Aldaco Castañeda, Moisés Hinojosa Rivera*

Abstract

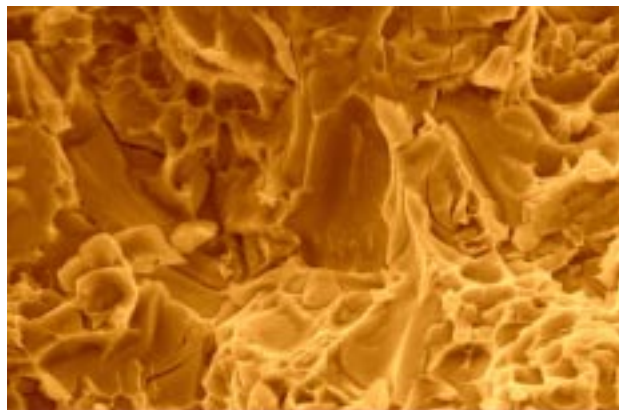
The self-affine analysis of the fracture surface of an A319 casting alloy was investigated in this work. Fracture surfaces were analyzed using a scanning electron microscopy, contact atomic force microscopy and a stylus profilometer. To our knowledge, the first quantitative self-affinity analysis was performed for length scales spanning over seven decades, from the nanometer to the centimeter scales. The variable bandwidth method was applied to calculate the roughness exponent and the correlation length for this alloy. For the roughness exponent, a value of $\zeta \approx 0.8$ was obtained, which is close to that reported for other materials broken under similar kinetic conditions. The correlation length was found to be correlated with the largest characteristic lengths of the microstructure.

Keywords: Roughness exponent, Self-affinity analysis, fracture surfaces, statistical topography.

INTRODUCCIÓN

El conocimiento que se tiene acerca de las causas y/o mecanismos de la fractura en materiales heterogéneos se basa principalmente en los estudios realizados a lo largo de los años sobre la apariencia morfológica de las superficies de fractura, estos estudios están encaminados a ligar la apariencia con los parámetros microestructurales del material fracturado; dentro de estos estudios fractográficos tradicionales se han aplicado análisis topográficos basados en métodos dependientes de factores de escala como la rugosidad raíz-media-cuadrada (Root Mean Square RMS).

♦ Trabajo galardonado con el «Premio a la Mejor Tesis de Maestría UANL 2000», en la categoría de Ciencias Exactas, entregado en la sesión solemne del H. Consejo Universitario del 12 de septiembre 2001.



Superficie de fractura típica en aluminio.

Sin embargo, es en 1984 que Mandelbrot¹ sugiere que estos objetos rugosos, las fracturas, presentan rasgos de *fractalidad* empleando el método de la dimensión fractal, que ya había sido probado por él mismo con resultados satisfactorios en la descripción de algunos objetos naturales como las líneas costeras, para estudiar superficies de fractura de materiales con tenacidades diferentes. Esta investigación parecía proveer de un método adecuado, independiente de factores de escala, para caracterizar estos fractales anisotrópicos, lo que generó una expectativa en el ambiente científico acerca de la posible correlación entre la tenacidad del material y la dimensión fractal de sus superficies de fractura. Sin embargo ésta esperada correlación no llegó debido a que en experimentos similares a los de Mandelbrot realizados por Bouchaud² en 1990 concluían, en base a resultados provenientes de análisis estadísticos refinados como la función de autocorrelación, que la dimensión fractal no era tan “apropiada” para la descripción de estos objetos rugosos. La descripción de estos objetos se ajusta más bien a una transformación afín de $d-1$ exponentes, denominados exponentes de Hurst ζ en el plano d -dimensional para llevar a cabo la caracterización, Bouchaud encontró que el exponente de Hurst ζ

* Doctorado en Materiales de la FIME-UANL.

perpendicular a la dirección de avance del frente de grieta presenta un valor *universal* ≈ 0.8 para las superficies fracturadas en condiciones de propagación de grieta rápidas y en escalas de longitudes consideradas grandes –micrómetros a milímetros–.

Con estos resultados pareciera que no existe relación entre los parámetros autoafines y las heterogeneidades del material, pero Hinojosa³, en 1999 publica que el valor límite de la conducta autoafín es igual en orden de magnitud al tamaño de las mayores heterogeneidades de una superaleación de níquel N18.

Teniendo como antecedentes las técnicas autoafines implementadas por los investigadores citados, entre otros, se pretende al realizar esta investigación encontrar una relación definitiva entre la microestructura de un material dendrítico de uso ingenieril y su longitud de correlación, abarcando la mayor cantidad posible de décadas de escala de longitud de observación, lo que se trata de alcanzar con el uso de técnicas experimentales fractográficas apoyadas de microscopía de fuerza atómica, microscopía electrónica de barrido y perfilometría para la recopilación de datos topográficos de las superficies fracturadas de una aleación aluminio-silicio tipo A319.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En esta investigación se efectuó un estudio y caracterización de las superficies de fractura de un material de uso ingenieril por medio del exponente de Hurst (ζ) y de la longitud de correlación (ξ) con el propósito de examinar la hipótesis de que en un material dendrítico las mayores heterogeneidades presentes se encuentran relacionadas a la longitud de correlación de la superficie de fractura.

Las muestras empleadas en la experimentación fueron extraídas de piezas de aluminio-silicio vaciado tipo A319, su composición química se presenta en la tabla I.

Tabla I.- Composiciones químicas de las muestras a investigar (% peso)

Elemento	Muestras ensayadas por impacto	Ensayadas por tensión
Si	7.147	6.497
Cu	3.261	2.901
Fe	0.612	0.318
Zn	0.664	0.182
Mn	0.374	0.125
Ni	0.041	0.015
Ti	0.154	0.181
Mg	0.313	0.275
Sr	0.014	0.013
Otros	0.114	0.003
Al	Balance	Balance

Como medio para la obtención de las superficies de fractura se realizaron ensayos de tensión y de impacto.

Para la observación metalográfica se siguieron las técnicas indicadas por la norma ASTM E-3 en cuanto a preparación de la muestra, finalizando con un pulido mediante suspensión de diamante de 0.25 μm en paños de rayón.

Para la identificación de cada fase de la aleación aluminio-silicio se utilizó un microscopio electrónico de barrido: Esta identificación se efectuó mediante comparación morfológica apoyada con la técnica de espectrometría de rayos X en dispersión de energía del MEB. Una vez que se tenía plenamente identificada cada fase se procedió a su caracterización mediante microscopía óptica y análisis de imágenes.

Las observaciones de la microestructura se efectuaron en un microscopio óptico conectado a un equipo de análisis de imágenes. Las imágenes fueron registradas a 100x, esta magnificación resultó adecuada para diferenciar las diversas fases presentes. Se pro-

cedió a calcular el diámetro de Feret, fracción de área y factor de forma de los granos (revelados con el reactivo de Keller durante 8 minutos), los brazos dendríticos primarios, los brazos dendríticos secundarios, el espaciamiento dendrítico secundario y las otras fases presentes.

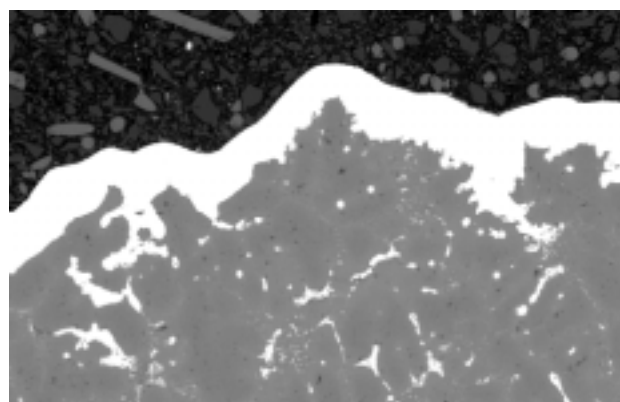
El estudio fractográfico se realizó mediante el microscopio electrónico de barrido bajo la técnica de electrones secundarios, sin ninguna preparación especial de las muestras fracturadas, se emplearon magnificaciones 100, 200, 400, 1000, 2000, 4000, 8000 y 10000X las cuales se digitalizaron en imágenes grises de 256 tonos (1024 x 480 pixeles).

Para la adquisición de los perfiles topográficos de la superficie de fractura en escalas de longitudes de observación pequeña, específicamente en escalas submicrométricas, se utilizó la técnica del microscopio de fuerza atómica, en modo de contacto en aire. No se requirió de alguna preparación especial de la muestra.

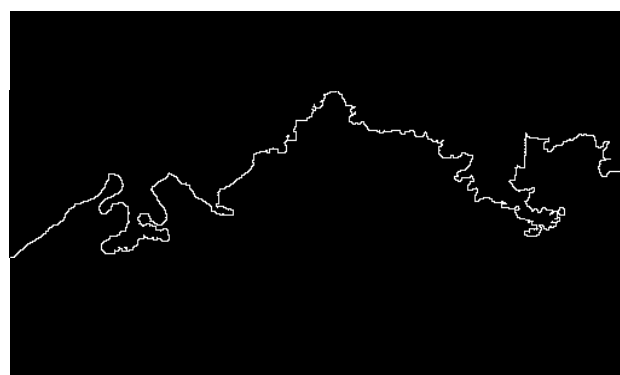
Se obtuvieron diversas imágenes en tres dimensiones con tamaños de barridos de $1 \times 1 \mu\text{m}$ hasta $10 \times 10 \mu\text{m}$, cada imagen corresponde a una matriz discreta de datos de altura, obteniendo una resolución lateral de 20 \AA aproximadamente.

Para la adquisición de datos topográficos en longitudes de escala micrométrica-milimétrica se utilizó un microscopio electrónico de barrido usando electrones retrodispersados, los cuales permiten la distinción entre elementos con diferente número atómico. Gracias a una técnica de recubrimiento electrolítico de níquel aplicada en las superficies de fractura (previamente cortadas a $0.01 \times 0.01 \times 0.01 \text{ m}$) se obtuvieron altos contrastes de intensidad de tonos de la imagen adquirida. Enseguida, las muestras fueron introducidas al MEB obteniendo imágenes digitalizadas, de 512×480 pixeles, del perfil de la fractura hasta magnificaciones de 2000 X con resolución lateral de 0.06 micrómetros en tamaño de imágenes de $62.5 \mu\text{m}$ por $62.5 \mu\text{m}$.

Una vez obtenidas las imágenes por medio del MEB, se procedió a efectuar la detección del perfil de fractura por medio del analizador de imágenes, ver figura 1, obteniendo perfiles de 512 pixeles de longitud. También se construyeron perfiles extensos mediante la unión de imágenes de campos adyacentes ligeramente traslapados obteniendo perfiles de una longitud aproximada a 3.7 mm con una cantidad de 3070 datos puntuales al utilizar las imágenes de 100X. Una vez que se tenían los datos de los perfiles de las muestras se almacenaron en disco para su posterior análisis de autoafinidad.



(a)



(b)

Fig.1. a) Imagen gris de 256 niveles de grises obtenida por MEB a 100X, b) Aislamiento del perfil de fractura eliminando las fases indeseables.

La adquisición de datos en la escala de longitud desde milímetros hasta centímetros, fue efectuada mediante un equipo de perfilometría, el cual posee una aguja con un radio de punta de $2 \mu\text{m}$ del tipo cónico. Se efectuaron barridos en dirección perpendicular al avance de la grieta para el caso de las probetas fracturadas en impacto, para las probetas fracturadas en tensión se efectuaron los barridos en direcciones aleatorias; obteniendo como máxima resolución lateral 0.25 micrómetros en barridos ≈ 1 cm con 28841 datos puntuales. Una vez que se tenían los datos de los perfiles de las muestras se almacenaron en disco para su posterior análisis de autoafinidad.

Para la determinación del exponente de rugosidad así como de la longitud de correlación, se siguió el procedimiento descrito a continuación: Los perfiles de fractura obtenidos mediante las diversas técnicas experimentales MEB, MFA y perfilometría en unidades de micrómetros (tanto para el espaciamiento entre puntos muestrales de longitud en el eje X como para los datos de altura en el eje Y) se alimentaron en un programa diseñado para eliminar las tendencias presentes en cualquier superficie.

Para la determinación de los parámetros autoafines se utilizó el método de banda de ancho variable, el cual ha sido probado en la determinación de mediciones autoafines resultando en un error (exponente de entrada - exponente de salida) $\leq \pm 0.05$ en perfiles con más de 1,000 datos.⁴ Establecido el método de caracterización autoafín, Z_{max} o banda de ancho variable, se implementó un programa al cual se alimentan los perfiles de fractura. Estos resultados se introducen en un gráfico logarítmico obteniendo una dispersión de puntos que siguen un comportamiento lineal, al determinar la pendiente se obtiene el exponente de Hurst ζ mediante

$$Z_{\text{max}}(r) \propto r^{\zeta} \therefore \log Z_{\text{max}}(r) \propto \zeta \log r$$

La longitud de correlación es el límite superior del comportamiento autoafín, ver figura 2.

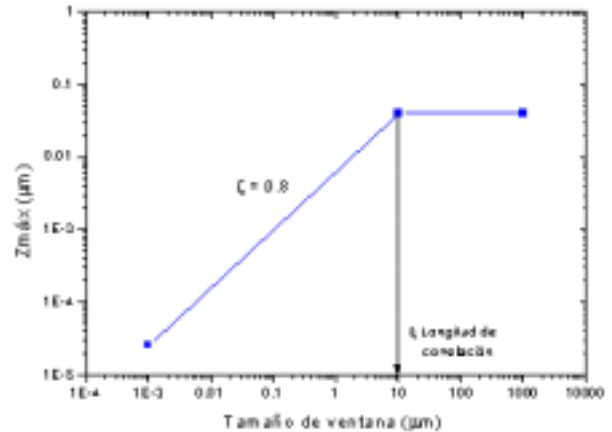


Fig. 2. Gráfico típico de salida obtenida al representar todos los datos de los perfiles (MFA, MEB y perfilometría).

RESULTADOS

La figura 3 muestra la microestructura típica de la aleación Aluminio-Silicio modificada y refinada de las muestras usadas en las probetas de impacto y tensión. De la microestructura fue posible distinguir 6 fases presentes, éstas son las fases aluminio alfa, silicio, eutéctico, Al_2Cu , Al_5FeSi y $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$.

En la tabla II las mediciones de espaciamiento secundario dendrítico, la longitud de brazos primarios de la fase aluminio alfa y el tamaño de grano.

En las muestras fracturadas mediante el ensayo de impacto, ver la figura típica 4a se presentó una fractura tipo granular (*fractura por clivaje*), esto se puede observar en la imagen ya que se presenta una alta reflectividad y brillantez junto a una carencia de huecos (*fractura por corte*) este modo de propagación ocurrió a través de los granos. En la parte externa de la superficie de fractura se presentó la tendencia a la formación de labios de corte (*fractura por corte*) en un grado pequeño estableciéndose con esto que se presenta una fractura mixta.⁵

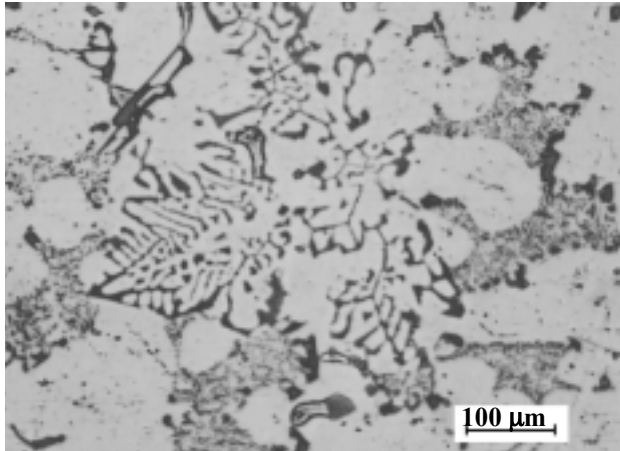


Fig. 3. Microestructura típica de las muestras de la aleación Aluminio-Silicio.

En las muestras fracturadas por tensión, ver figura típica 4b, se presentó un modo de fractura dúctil de coalescencia de microhuecos, los cuales presentan una forma esférica señal del esfuerzo tensil axisimétrico.⁶

La figura 5 muestra dos imágenes de MFA donde es posible observar un cierto grado de similitud al variar la escala de medición en las imagenes.

Tabla II.- Resultados de las mediciones de la longitud de los brazos primarios y del espaciamento secundario dendrítico en la fase aluminio alfa, así como del tamaño de grano.

	Ensayadas por tensión	Ensayadas por impacto
Longitud de los brazos primarios (μm)	220.9	313.9
Espaciamento dendrítico secundario (μm)	31.3	51.6
Tamaño de grano (μm)	364.1	445.8

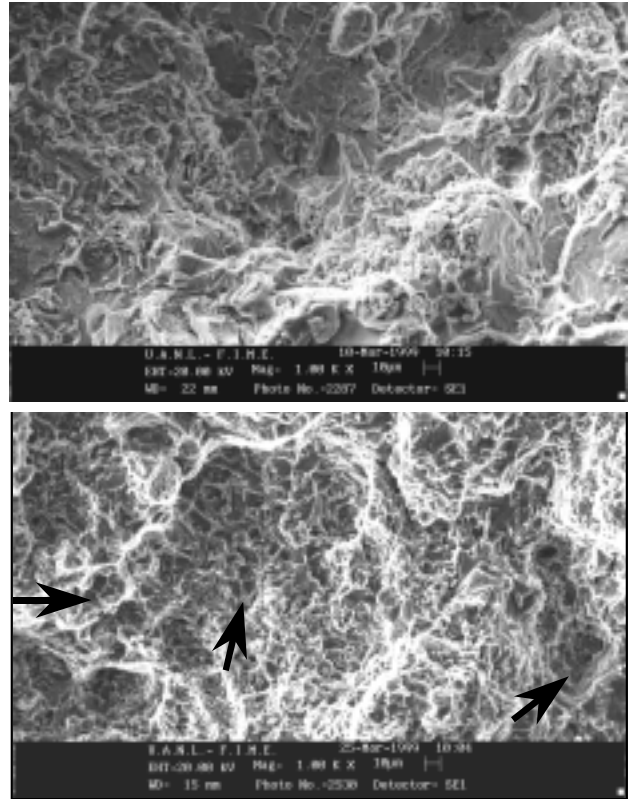


Fig. 4. Imágenes típicas de las superficies de fractura de los ensayos de impacto (a) y de las superficie de fractura por tensión (b) obtenidas mediante MEB en electrones secundarios a 1000X. En (a) se presenta un modo de fractura mixta y en (b) se presenta una fractura dúctil indicada por los diversos microhuecos presentes en toda la muestra.

En las figuras 6 y 7 se muestran los resultados del análisis de autoafinidad para las muestras de fractura de impacto y de tensión. Los resultados de autoafinidad de los datos provenientes de MFA, MEB y de rugosimetría resultaron cuantitativamente compatibles y permitieron la construcción de una curva única para cada caso, superficies de fractura por tensión y por impacto, sobre cerca de 7 décadas de escalas de longitud.

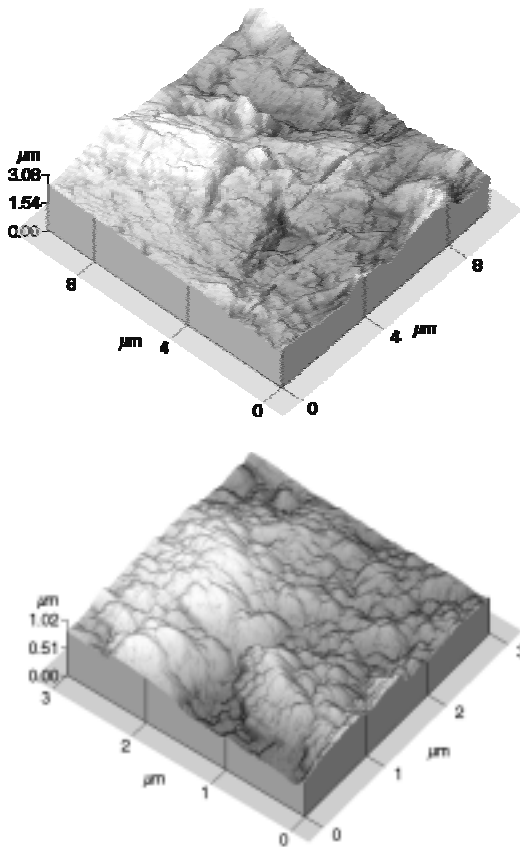


Fig. 5. Imágenes típicas MFA de la superficie de fractura Charpy, en las que se puede observar un grado de similitud al variar la escala de medición. En (a) el barrido es de 10 x 10 μm , en (b) es de 3 x 3 μm .

El graficar logarítmicamente Z_{max} versus r permite observar el dominio del régimen autoafín hasta una longitud superior límite, denominada longitud de correlación ξ . Se observa en las gráficas que el valor de longitud de correlación es del orden de 456 μm para las superficies obtenidas de las pruebas de impacto, mientras que en el caso de las superficies de fractura de tensión, se presenta un valor de longitud de correlación de 372 μm , estos valores son del orden del tamaño de las mayores estructuras del material.

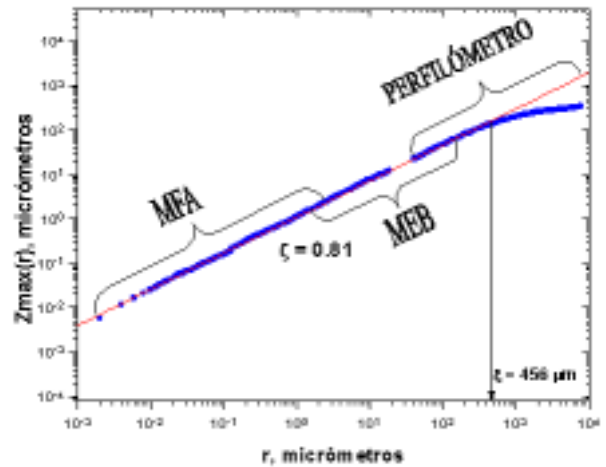


Fig. 6. Curva autoafín para las muestras de la aleación Aluminio-Silicio fracturadas por ensayos de impacto. Los puntos experimentales se ajustan correctamente a una función $Z_{max} \propto r^{0.81}$.

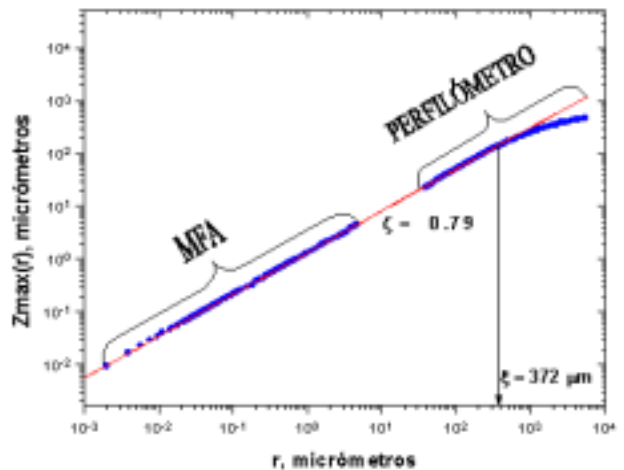


Fig. 7. Curva autoafín para las muestras de la aleación Aluminio-Silicio fracturadas por ensayos de tensión. Los puntos experimentales se ajustan correctamente a una función $Z_{max} \propto r^{0.79}$.

En ambos casos se encuentra que el comportamiento de las superficies se ajusta a una ley de potencia donde el exponente característico del régi-

men autoafín ζ presenta un valor del orden de $\zeta = 0.8 \pm 0.01$, este resultado es consistente con el reportado por otros investigadores para superficies de fractura obtenidas mediante condiciones similares de propagación de grieta.^{2-3,7-17}

DISCUSIÓN

Dentro de la caracterización microestructural se encontró que el tamaño característico de los granos, representado por el tamaño de grano medido mediante el método de intersección de líneas¹⁸, presenta un valor del orden de $445 \mu\text{m}$ en las muestras ensayadas por impacto y en las muestras ensayadas por tensión se presenta un tamaño de grano del orden de $364 \mu\text{m}$, siendo estas las heterogeneidades de *mayor* tamaño dentro del material investigado.

La conducta autoafín se confirmó y cuantificó al efectuar análisis estadístico mediante el cálculo del momento de orden infinito Z_{max} sobre la distribución de las alturas de las superficies de fractura recopiladas por MEB, MFA y perfilometría. Al graficar logarítmicamente los resultados del análisis estadístico, Z_{max} versus tamaño de ventana, se logró la construcción de una curva única con las curvas provenientes de MEB, MFA y perfilometría, sobre cerca de siete décadas de escala de longitud, probando que los resultados de estas tres herramientas resultan ser cuantitativamente compatibles, la conducta seguida por las superficies se ajustó a un régimen lineal dinámico con pendiente de $\zeta = 0.8 \pm 0.01$ lo que establece el carácter autoafín para estos objetos naturales. El valor obtenido para la pendiente, exponente de rugosidad, en las dos curvas únicas de tensión y de impacto se encuentra que es del orden de magnitud del establecido por otros investigadores sobre fracturas estudiadas en condiciones similares de propagación de grieta.

Así mismo, de las curvas únicas se establece que la longitud límite del carácter autoafín –longitud de

correlación– presenta valores de $372 \mu\text{m}$ y $456 \mu\text{m}$ para las muestras fracturadas por tensión y por impacto. Estos valores son similares al tamaño de grano en estas muestras, tensión e impacto respectivamente, lo que lleva a pensar que la longitud de correlación se encuentra ligada directamente con el tamaño de las heterogeneidades del material estudiado las que impiden que el comportamiento autoafín se observe sobre mayores longitudes ya que estas heterogeneidades al interactuar con el frente de grieta hacen que la superficie que se genera presente un carácter de planicidad. Este pensamiento intuitivo se confirma al cotejar el valor máximo del diámetro de Feret de las heterogeneidades contra la longitud de correlación, concluyendo que el valor de las heterogeneidades de mayor tamaño, tamaño de grano, corresponde a la longitud de límite del comportamiento autoafín.

CONCLUSIONES

Las superficies de fractura presentan un carácter fractal anisotrópico que puede ser caracterizado apropiadamente mediante el método de banda de ancho variable. El valor del exponente de rugosidad o de Hurst ζ utilizado para la caracterización de superficies de fractura obtenidas mediante pruebas en las que la grieta se propaga a velocidades altas como en los ensayos de impacto y de tensión resultó en un valor de $\zeta = 0.80 \pm 0.01$ lo que está de acuerdo con resultados obtenidos por otros investigadores como Daguer, Bouchaud y Maloy. Para las superficies de fractura caracterizadas en esta investigación mediante análisis autoafín se determinó por *primera vez* en estudios similares un valor de longitud de correlación que se extiende sobre cerca de siete décadas de escala de longitud desde $1 \times 10^{-3} \mu\text{m}$ hasta $1 \times 10^4 \mu\text{m}$. El valor límite del dominio autoafín, denominado longitud de correlación, se encuentra que corresponde al tamaño de las *mayores* heterogeneidades del material frac-

turado, en el caso de esta investigación es correspondiente al tamaño de grano. Con este resultado se determina una relación entre los parámetros autoafines y la microestructura.

REFERENCIAS

1. Mandelbrot B. B., Passoja D. E., and Paullay A. J., Fractal Character of Fracture Surfaces of Metals, *Nature* 308, pp. 721-722, 1984.
2. Bouchaud E., Lapasset G., and Planès J., *Europhys. Lett.* 13 73, 1990.
3. Hinojosa M., Bouchaud E., and Nghiem B., Long Distance Roughness of Fracture Surfaces in Heterogeneous Materials, *Materials Research Society Symposium Proceedings* Vol. 539, pp. 203-208, 1999.
4. Schmittbuhl Jean, Vilotte Jean-Pierre, Roux Stéphane, Reliability of Self-affine Measurements, *Physical Review E*, Vol. 51, No. 1, 1995.
5. Dieter George Ellwood, *Mechanical metallurgy*, Si metric edition. Mc Graw Hill, pp. 471-475, 1988.
6. Hertzberg, R. W., *Fracture Surface Micromorphology in Engineering Solids, Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals*, ASTM STP 948, J. E. Masters and J. J. Au, Eds, pp. 5-36, 1987.
7. Daguier Pascal, *Effets D' Echelle Dans La Rupture Des Matériaux Hétérogènes*, These de Doctorat de l'Université Paris 6, pp. 11-13, Novembre 1997.
8. Bouchaud Elisabeth, *Scaling Properties of Cracks*, *J. Phys.: Condens. Matter* Vol. 9, pp. 4319-4344, 1997.
9. Maloy K. J., Hansen A., Hinrichsen E. L. And Roux S., *Phys. Rev. Lett.* Vol. 68, p. 213, 1992.
10. Lemaire E., Ould Mohamed Abdelhaye Y., Laure J., Benoit R., Levitz P. An Van Damme H., *Fractals* Vol. 1, p. 968, 1993.
11. Schmittbulh J., Gentier S., and Roux S., *Geophys. Res. Lett.* Vol. 20, p. 8, 1993.
12. Schmittbulh J., Roux S., and Berthaud Y., *Europhys. Lett.* Vol. 28, p. 585, 1994.
13. Bouchaud E., Lapasset G., Plànes J., and Navéos S., *Phys. Rev. B.* Vol. 45, p. 2917, 1993.
14. Daguier Pascal, Henaux Stéphane, Bouchaud Elisabeth and Creuzet Francois, *Quantitative Analysis of a Fracture Surface by Atomic Force Microscopy*, *Physical Review E*. Vol. 53, No. 6, 1996.
15. Reyes Melo M. E., *Autoafinidad de Superficies de Fracturas en Materiales Poliméricos*, Tesis de Maestría de la Universidad Autónoma de Nuevo León, 1999.
16. Bouchaud J. P., Bouchaud E., Lapasset G., and Planès J., *Phys. Rev. Lett.* Vol. 71, p. 2240, 1993. Bouchaud E., Bouchaud J.-P., Lapasset G., and Planès J., *Fractals* Vol. 1, p. 1051 1993.
17. Ertas D., and Kardar M., *Phys. Rev. Lett.* Vol. 69, p. 929, 1992.
18. Vander Voort, G. F., *Grain Size Measurement, Practical Applications of Quantitative Metallography*, ASTM STP 839, J. L. McCall and J. H. Steele, Jr., Eds, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, pp. 85-131, 1984.