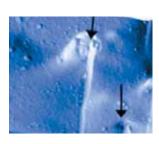
Parámetros autoafines de las superficies de fractura en un vidrio opalino

Leonardo Chávez Guerrero, Virgilio A. González González, Moisés Hinojosa Rivera

Programa de Doctorado en Ingeniería de Materiales, FIME-UANL hinojosa@gama.fime.uanl.mx



RESUMEN

Se analiza el carácter autoafín de las superficies de fractura en muestras de vidrio ópalo con dos tamaños de partícula opacificante, que se fracturaron mediante flexión en tres puntos. Se obtuvieron perfiles de altura mediante microscopía de fuerza atómica en modo contacto. El análisis autoafín realizado por el método de ventanas de ancho variable mostró que el exponente de Hurst presenta un valor cercano a $\zeta \approx 0.8$ y que la longitud de correlación corresponde al tamaño de las partículas opacificantes. Estos resultados apoyan la hipótesis de la existencia de un valor atractor que gobierna la fractura autofín cuando la propagación de grietas ocurre a velocidades relativamente altas, asimismo se sustenta la hipótesis, basada en el modelo de líneas, de que la longitud de correlación debe ser proporcional al tamaño de las mayores heterogeneidades microestructurales.

PALABRAS CLAVE

Fractura, autoafinidad, exponente de Hurst, propagación de grietas.

ABSTRACT

We analyze the self-affine character of fracture surfaces obtained in threepoint bend tests of opal glass with opacifying particles of different sizes. Height profiles of the surfaces were obtained by atomic force microscopy in the contact mode and the self-affine analysis was performed by the variable bandwidth method. A value of 0.8 was obtained for the Hurst exponent and the correlation length was found to be related to the size of the opacifying particles. These results support the hypothesis stating that the fracture process has an attractor value for the Hurst exponent when crack propagation proceeds at relatively high velocities, the hypothesis stating that the correlation length should be of the order of the largest heterogeneities is also supported by our results.

KEYWORDS

Fracture, self-affinity, Hurst exponent, crack propagation.

INTRODUCCIÓN

La fractura de los materiales es una de las más importantes causas de pérdidas económicas en las sociedades industrializadas. En los Estados Unidos, según un

estudio del Departamento de Comercio que data de 1983, las fallas por fractura de materiales le cuestan a la sociedad aproximadamente el 4% del producto nacional bruto. A pesar de la gran importancia de este problema queda mucho por conocer acerca de la razón por la que algunas grietas son benignas, mientras que otras se propagan de manera catastrófica.¹

Después de décadas de estudio mediante la fractografía convencional, que produjeron importantes avances, el surgimiento de la geometría fractal ha dado un nuevo impulso a la fractografía. Mandelbrot *et al*² fueron los primeros en analizar cuantitativamente los aspectos fractales de las superficies de fractura de metales. Sus resultados, obtenidos sobre muestras de acero tratadas térmicamente fracturadas en ensayos de impacto, sugirieron una fuerte correlación entre la propiedad macroscópica de tenacidad y la dimensión fractal de la superficie de fractura. Esto provocó un gran entusiasmo en la comunidad científica y a partir de entonces se han obtenido grandes avances.

Actualmente se reconoce que las superficies de fractura son objetos fractales naturales que manifiestan escalamiento anisotrópico. Los fractales matemáticos son autosimilares, pero las superficies de fractura solo son autosimilares estadísticamente, no es estrictamente correcto aplicar el concepto de dimensión fractal para ellas, por lo que su carácter fractal, o autoafín, se describe en términos de sus parámetros autoafines como el exponente de Hurst o exponente de rugosidad, ζ ; y la longitud de correlación, ξ , que es el límite superior para el que se presenta el comportamiento autoafín.

Uno de los mejores métodos para determinar el exponente de Hurst es el de ventanas de ancho variable,⁴ en el que un perfil de alturas se analiza determinando la función $Z_{max}(r)$, dada por:

$$Zmax(r) = \langle max\{z(r')\}_{ro < r' < ro + r}$$

- $min\{z(r')\}_{ro < r' < ro + r} > {}_{ro} \propto r^{\zeta}$

donde r es el ancho de las ventanas móviles, $Z_{max}(r)$ es la diferencia máxima de alturas z en la ventana, promediada sobre todos los posibles orígenes r_o de la ventana. Mediante este método se puede determinar el exponente de Hurst y la longitud de correlación construyendo un gráfico log-log de Zmax(r) vs r.

En la literatura se reporta el escalamiento de

las superficies de fractura de medios heterogéneos tridimensionales; se ha encontrado que para una variedad de materiales el exponente de rugosidad (o de Hurst) de sus superficies de fractura presenta un comportamiento invariante e independiente del tipo de material, de su microestructura, propiedades y modo de carga.

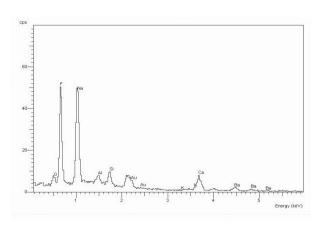
De acuerdo al escenario actual,⁴⁻¹⁷ las superficies de fractura manifiestan exponentes de rugosidad que tienden a tomar dos valores: en condiciones cinéticas altas propias de ensayos de tensión, impacto y fatiga en régimen de París, el exponente tiende a un valor cercano a 0.8, mientras que para propagación lenta y en particular a escala nanométrica, el exponente se ha reportado en el orden de 0.5. Estos resultados se han obtenido en una variedad de materiales⁴⁻¹⁷ metálicos, cerámicos y, en menor escala, poliméricos. Es oportuno mencionar que se han realizado relativamente pocos trabajos intensivos en el área de materiales plásticos y compósitos, que sin embargo muestran aspectos de gran interés e importancia. También se ha demostrado que en medios bidimensionales, como en hojas de papel de celulosa y papel de aluminio, las trayectorias de propagación de grietas son autoafines y se encuentra buena correspondencia entre el valor del exponente de Hurst (2/3) que predicen los modelos con los valores experimentales. Es adecuado considerar que algunos autores cuestionan la existencia de valores "universales", existiendo aún un cierto debate al respecto.

En el llamado modelo de líneas, el frente de propagación se visualiza como una línea, que puede ser autoafín y que avanza a través de la microestructura, interactuando con los obstáculos u heterogeneidades de la misma, dejando tras de sí las superficies de fractura, es lógico suponer que el tamaño característico de las fluctuaciones de esta línea autoafín quede determinado por el tamaño de las mayores heterogeneidades relevantes, por lo que se espera que la longitud de correlación esté relacionada con el tamaño de estas heterogeneidades. Recientemente se ha reportado que la longitud de correlación de superficies de fractura de algunos materiales efectivamente está estrechamente correlacionada con la microestructura. Esto se ha reportado para materiales como superaleaciones de níquel,6 algunos materiales poliméricos con esferulitas, 15, 16 aleaciones de aluminio vaciadas 7-10 y en papel de aluminio, 5 entre otros.

Este escenario, sin embargo, no es del todo claro y existen cuestionamientos que confirman la necesidad de indagar más a fondo estas cuestiones, aplicando nuevos conceptos propuestos como la mecánica de la fractura multifractal y el concepto de geometría cuántica. ¹⁷ Los más recientes avances se concentran en los aspectos teóricos y muy especialmente en simulaciones cada vez más detalladas. Estas nuevas propuestas no pueden ser, sin embargo, totalmente validadas, en parte por una cierta carencia o rezago experimental. Como una contribución a este estado del arte, en el presente trabajo se reporta el análisis del escalamiento en el fenómeno de fractura en vidrio ópalo con dos tamaños de partículas opacificantes.

EXPERIMENTACIÓN

El material empleado consistió en muestras de vidrio ópalo con diferente tamaño de partículas opacificantes, obtenidas durante la fabricación



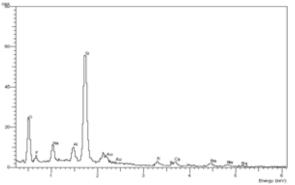


Fig. 1. Los diagramas muestran la composición cualitativa de la partícula opacificante en (a) y de la matriz vítrea en (b) obtenida mediante EDX en el MEB.

del vidrio por tratamiento térmico. Los tamaños promedio de partícula (0.78 µm y 3 µm) se determinaron mediante mediciones de microscopía de fuerza atómica. En la figura 1 se muestra la composición cualitativa del vidrio y las partículas opacificantes, obtenida mediante EDX en el MEB. Se emplearon cilindros de 100 mm de longitud y 3 mm de diámetro, que fueron sometidas a ensayos de flexión en tres puntos.

El análisis fractográfico se realizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB). Para el análisis fractométrico se utilizó el Microscopio de Fuerza Atómica (MFA) en modo de contacto con frecuencias de barrido de 0.8 y 1 Hertz. Se obtuvieron imágenes tridimensionales con tamaños de barrido de hasta 60 x 60 µm con resolución de 512 x 512 pixeles, a partir de dichas imágenes se extrajeron perfiles de alturas a escalas nanométricas. El análisis autoafín se realizó mediante el método de ventanas de ancho variable descrito anteriormente.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El estudio fractográfico reveló que en las regiones de inicio de las fallas, las superficies de fractura muestran las 3 zonas características de un material frágil y amorfo como el vidrio, las cuales son la zona espejo, difusa y fibrosa, como se observa en la figura 2.

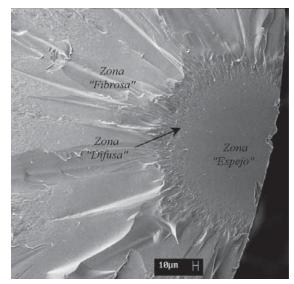


Fig. 2. Imagen obtenida mediante MEB en la modalidad de electrones secundarios que muestra las zonas características de la fractura del vidrio ópalo, en este caso corresponde a la muestra con partícula pequeña.

En la figura 3 se aprecia que debido al choque del frente de grieta con la partícula se genera una marca o "escalón", mediante esta marca se puede saber la dirección que tenía el frente de grieta al interactuar con la heterogeneidad, que en este caso es la partícula opacificante, lo cual es de gran ayuda para localizar el origen de la falla, ya que trazando una línea en sentido contrario al frente de grieta pero en la misma dirección de las marcas se encontrará el origen de ésta.

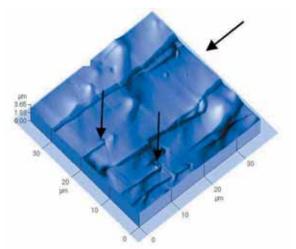


Fig. 3. Imagen de la zona "fibrosa" que corresponde al vidrio ópalo de partícula pequeña, se muestran las fibras mediante las flechas de mayor tamaño y las partículas opacificantes mediante las flechas pequeñas.

La figura 4 muestra una imagen de la muestra con partícula grande donde se logra apreciar nuevamente la generación de la marca o "escalón" resultado de la interacción del frente de grieta con la partícula. Las

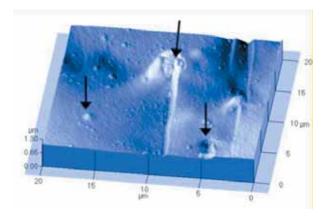


Fig. 4. Imagen de la zona "fibrosa" en el vidrio ópalo de partícula grande. Las flechas indican las partículas y la dirección del frente de propagación.

flechas indican las partículas opacificantes y también la dirección del frente de grieta al propagarse a través del material.

En la figura 5 se muestra evidencia de la interacción de las heterogeneidades con el frente de grieta y se muestran de manera específica los perfiles correspondientes una partícula opacificante. Se observa en los perfiles de la figura que las regiones delimitadas por líneas verticales corresponden al rectángulo sobre la imagen de la misma figura, donde en el perfil (A) aparece una región amorfa antes de llegar a la partícula; en el perfil (B), correspondiente a la interacción de la grieta con la partícula opacificante, inmediatamente después se aprecia la aparición de un "escalón", esto se presenta en todas las partículas que interactúan con el frente de grieta, por lo que se puede decir que este comportamiento se convierte en una "regla"; en el perfil (C) el escalón continúa creciendo y en el perfil (D) llega a su altura máxima y de ahí en adelante inicia su disminución hasta hacerse plano nuevamente.

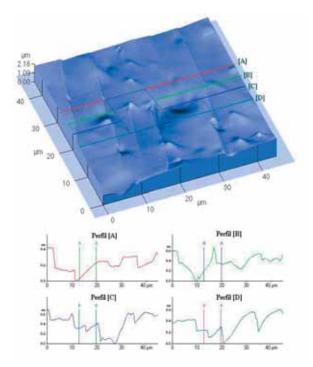


Fig. 5. Perfiles que muestran la formación de un "escalón", en el vidrio ópalo de partícula grande. El perfil (A) corresponde a una zona amorfa, el perfil (B) está trazado sobre la partícula mientras que en los perfiles (C) y (D) se muestra la forma del escalón formado por la interacción de la partícula con el frente de grieta.

Es importante hacer énfasis en este fenómeno, ya que se ha reportado anteriormente en trabajos similares con enfoques diferentes en la propagación de grietas de materiales amorfos con heterogeneidades cristalinas.

En la figura 6 se observa una partícula opacificante aislada que pertenece a una muestra de partícula pequeña, en esta imagen se representa la formación de escalones así como su morfología.

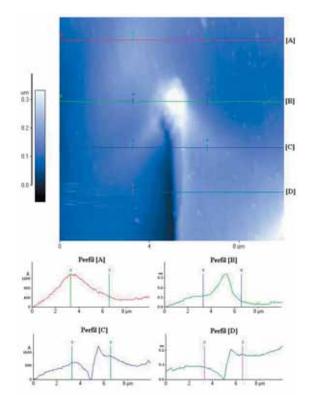


Fig. 6. Partícula opacificante aislada que corresponde al vidrio de partícula pequeña, donde se muestra la morfología de la interacción del frente de grieta con la heterogeneidad.

ANÁLISIS DE AUTOAFINIDAD

A continuación se presentan y discuten las curvas de autoafinidad que determinan el carácter autoafin de la superficie de fractura. Mediante el método de ventana de ancho variable se construyeron las curvas de autoafinidad presentadas en la figura 7, se obtiene una pendiente o exponente de "Hurst" $\zeta \approx 0.8$, estas gráficas se construyeron con imágenes extraídas de la zona espejo en el vidrio de partícula pequeña.

Al observar las gráficas se comprueba que la superficie de fractura del vidrio ópalo manifiesta

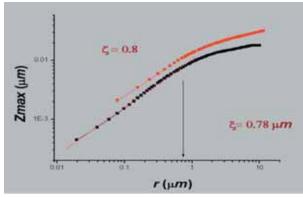


Fig. 7. Curvas de autoafinidad para el vidrio con partícula opacificante pequeña que muestra un $\zeta \approx 0.8$ y una $\xi \approx 0.78$ µm. Las dos gráficas corresponden a imágenes obtenidas en la zona "espejo".

escalamiento autoafin en un regimen de escala cuyo límite, o longitud de correlación, es cercano a 0.8 µm, que corresponde tamaño característico de las partículas opacificantes (0.78 µm), con esto se corrobora que el valor de la longitud de correlación está ligado a los tamaños de las máximas heterogeneidades presentes en el material.

En la figura 8 se muestran dos curvas de la misma pendiente y longitud de correlación pero con diferentes valores característicos de Z_{max} , lo cual induce a pensar que la generación de las superficies de fractura presentan un carácter universal para materiales del mismo tipo.

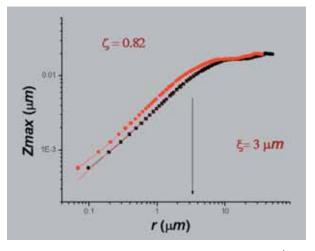


Fig. 8. Curva de autoafinidad para el vidrio con partícula opacificante grande, la cual muestra un $\zeta \approx 0.82$ y una $\xi \approx 3 \mu m$. Las dos gráficas corresponden a imágenes tomadas en la zona "espejo".

Por ejemplo, se pueden tener representadas las curvas de autoafinidad de las superficies de fractura de diversos materiales que muestran las tres zonas características (espejo, difusa y fibrosa) y todas estarían distribuidas dentro de la gráfica de autoafinidad con diferentes alturas Z_{max} características, pero con el mismo exponente de rugosidad.

En la figura 8 se comprueba de nuevo que la longitud de correlación con un valor de ξ =3µm corresponde con el tamaño de partícula opacificante, el valor del exponente de Hurst es $\zeta \approx 0.82$, las imágenes para construir la gráfica fueron extraídas de la zona "espejo" en el vidrio con partícula grande.

CONSIDERACIONES FINALES

Adicionalmente, el empleo de distintas técnicas experimentales, como MFA, MEB, microscopía óptica y digitalizadores ópticos ha permitido realizar el estudio fractométrico y autoafín bajo un enfoque multiescalar, cubriendo longitudes de análisis desde el orden de nanómetros hasta algunos milímetros. Esto hace que los resultados que se muestran sean de un elevado interés y potencial aplicación en la construcción y validación de modelos multiescalares como los que están desarrollando distintos grupos de investigación en el mundo.

Una observación importante es que el carácter autoafin de las superficies de fractura estudiadas se extiende en las escalas pequeñas hasta valores menores a un nanómetro, corroborando resultados similares obtenidos en una amplia variedad de materiales, incluyendo superficies de clivaje que se han estudiado a resolución atómica, 18 esto sugiere que el origen de la fractura en toda clase de materiales, así como su carácter autoafín, se encuentra en las escalas subnanométricas en las que los efectos cuánticos son dominantes. Comprender el origen de este fenómeno y sus manifestaciones en las escalas más pequeñas, sin perder de vista las consecuencias que se reflejan en escalas mayores, podría tener implicaciones en la nanociencia y la nanotecnología, sobretodo considerando los resultados recientes que reportan desviaciones en el comportamiento mecánico de nanoestructuras respecto del que predice la teoría de Griffith. 19 Estudios como el aquí presentado pueden auxiliar a resolver paulatinamente los conflictos que se generan al extrapolar resultados particulares para determinadas longitudes de análisis en otras regiones de escala donde un enfoque generalista y multiescalar puede proporcionar respuestas precisas.

CONCLUSIONES

Las superficies de fractura del vidrio ópalo, obtenidas por flexión en tres puntos, muestran escalamiento autoafín con exponente de rugosidad cercano al valor de 0.8, independientemente del tamaño de las partículas opacificantes. La longitud de correlación sí se encuentra dependiente de la microestructura, correspondiendo al tamaño de las partículas opacificantes.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue posible gracias al apoyo del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Conacyt) a través del proyecto 38873-U, así como de la UANL a través del Programa PAICYT. Igualmente se agradece el constante apoyo de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL.

REFERENCIAS

- 1. Mark Eberhart, Scientific American, pp. 44-51, octubre 1999.
- 2. B.B. Mandelbrot, Passoja, Paullay, Nature Vol 308 19 April 1984, p. 721.
- 3. E. Bouchaud, J. Phys.:Condens. Matter 9 (1997) 4319-4344.
- 4. González V., Chacón O., Hinojosa M, Guerrero C., Fractals, Vol. 10, pp. 373-386, 2002
- 5. Guerrero Dib X. E., Tesis de Maestría de la Universidad Autónoma de Nuevo León, 2001.
- 6. Hinojosa M., Bouchaud E., Nghiem B., Materials Research Society Symposium Proceedings, Vol. 539, pp. 203-208, 1999.
- 7. M. Hinojosa, J. Aldaco, U. Ortiz and J.A. González, Euromat 2000, pp. 1469-1474
- 8. E. I. Morales, Tesis de maestría, UANL, 2002.
- 9. Hinojosa M. and Aldaco J., J. Mat. Res. 2002; 17: 2002
- 10. Hinojosa M., Aldaco J., Ortiz U. and González V., Alum. Trans. 2000; 3: 53
- 11. Bouchaud E., Lapasset G., Planès J., Europhys.

- Lett, Vol. 13, pp. 73, 1990.
- 12. Måløy K., Hansen A., Hinrichsen E. L., Roux S., Phys. Rev. Lett., Vol. 68, pp. 213, 1992.
- 13. Daguier P., Henaux S., Bouchaud E., Creuzet F., Phys. Rev. E, Vol. 53, pp. 5637-5642, 1996.
- 14. Bouchaud E., Bouchaud J.-P., Phys. Rev. B, Vol. 50, pp. 17 752, 1994.
- 15.E. Reyes, C. Guerrero, V. González y M. Hinojosa, MRS Symp. Proc. Vol. 578, pp. 357-361, 2000
- 16. Guerrero C.; Reyes E.; González V. Polymer 43 (2002), , 6683-6693

- 17.J.K. West, J.J. Mecholsky, L. L. Hench, The application of fractal and quantum geometry to brittle fracture, Journal of Non-Crystalline Solids 260 (1999) 99-108
- 18.E. López, Análisis microestructural de cerámicos utilizando microscopía de fuerza atómica, tesis de maestría, UANL, mayo 1998.
- 19.Gao, Jager, Artz, Fratz, "Materials Become Insensitive to Flaws at Nanoscale: Lessons from Nature", Proc. National Academy of Sciences, Mao 13, 2003, vol. 100, No. 10, 5595-5600.

