

# Fractometría y propagación autoafín de grietas en materiales heterogéneos

Moisés Hinojosa Rivera, Jorge A. Aldaco Catañeda, Edgar Reyes Melo\*

Uno de los principales propósitos de la ciencia de materiales es descubrir relaciones útiles entre la microestructura y las propiedades de los materiales. Desde que Mandelbrot<sup>1</sup> reportó en 1984 los primeros resultados de la aplicación de geometría de fractales al estudio de las superficies de fractura de metales, ha habido un creciente interés en este campo. Mandelbrot estableció claramente el carácter fractal de las superficies de fractura y desarrolló un método para determinar la dimensión fractal de las mismas. Además reportó una fuerte correlación de este parámetro fractal con la propiedad macroscópica de tenacidad en los aceros tratados térmicamente que analizó en su trabajo.

Resultados posteriores publicados por diversos autores,<sup>2,3</sup> en los que se probaron múltiples materiales usando sofisticados métodos experimentales y refinados métodos analíticos, concluyeron en que no se pueden correlacionar de manera clara los parámetros fractales con propiedades mecánicas macroscópicas. Sin embargo, estos trabajos han permitido un gran avance en la comprensión del complejo fenómeno de la propagación de grietas y el proceso de fractura en general.

Actualmente se acepta que las superficies de fractura son fractales naturales con escalamiento anisotrópico.<sup>4</sup> La descripción y cuantificación de su carácter fractal se realiza mediante el exponente de Hurst o de rugosidad,  $\zeta$ , en conjunto con los límites del régimen autoafín, en particular el límite superior, que es denominado *longitud de correlación*,  $\xi$ . Típicamente, las superficies de fractura muestran dos exponentes de rugosidad. Las superficies generadas en altas velocidades de propagación muestran el llamado exponente "universal",  $\zeta = 0.8$ .<sup>5</sup> Para

bajas velocidades de propagación se encuentra generalmente un exponente menor con valor cercano a 0.5.<sup>5</sup> En ocasiones se detectan los dos exponentes para la misma superficie, con el valor de 0.5 dominando en las escalas nanométricas y el valor de 0.8 dominando en las escalas micro y milimétricas, con los regímenes separados a una *longitud de quiebre* característica. En algunos casos, especialmente en altas velocidades de propagación, el exponente de 0.8 se ha reportado incluso para las escalas de longitud nanométricas.<sup>6</sup> Considerando los resultados acumulados desde los iniciales de Mandelbrot, ninguno de los dos exponentes de rugosidad parece estar directamente correlacionado con la microestructura de los materiales, aunque se ha intentado correlacionar la longitud de quiebre con magnitudes microestructurales en algunos materiales.<sup>7</sup>

Las superficies de fractura son autoafines en un intervalo de longitudes de escala hasta el valor característico de la longitud de correlación,  $\xi$ , arriba del cual la superficie puede considerarse un objeto euclidiano. Si se visualiza el frente de grieta como una línea que avanza a través de los obstáculos microestructurales, parece evidente que la interacción del frente con las heterogeneidades más grandes de la microestructura determinarán la longitud de correlación. Sin embargo, en la literatura se ha encontrado escasa evidencia experimental para corroborar esta suposición. Se ha reportado recientemente que la longitud de correlación en metales policristalinos es del orden del tamaño de grano.<sup>6</sup> El propósito de este trabajo es aportar evidencias para probar que la longitud de correlación es del

\* Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, UANL.

orden de las heterogeneidades más grandes en una amplia gama de materiales, incluyendo metales, plásticos y polímeros.

## Desarrollo experimental

El desarrollo experimental consistió en la generación de superficies de fractura en tres materiales diferentes y el análisis fractométrico autoafín de las mismas. Los materiales empleados son representantes de los metales, plásticos y cerámicos. El metal analizado es una aleación vaciada dendrítica de aluminio-silicio empleada en la industria automotriz, fue seleccionada con miras a comparar su comportamiento con los resultados reportados para metales policristalinos no dendríticos.<sup>6</sup> El material polimérico seleccionado para el presente trabajo es un polipropileno isotáctico parcialmente cristalino que fue tratado para obtener diferentes tamaños de esferulitas. Finalmente, el material cerámico analizado es un vidrio opalino acondicionado para obtener diferentes tamaños de las partículas opacificantes. Damos más detalles específicos sobre cada material y el procedimiento de generación de las superficies de fractura en las secciones siguientes.

El análisis de autoafinidad se efectuó usando los datos topométricos obtenidos mediante microscopía de fuerza atómica (MFA),<sup>6</sup> microscopía electrónica de barrido (MEB)[6], y perfilometría convencional.<sup>8</sup> En el caso del material metálico se emplearon las tres técnicas, mientras que para los otros dos materiales sólo se empleó el MFA. En cada caso se buscó obtener datos topométricos hasta longitudes de escala mayores que el tamaño de las heterogeneidades más grandes presentes en cada material, con objeto de poder determinar con buena precisión la longitud de correlación, sobre la base de la hipótesis de que este parámetro corresponde al tamaño de dichas heterogeneidades.

Los datos topométricos se trataron mediante el método de ventanas de ancho variable.<sup>9</sup> Se calcularon diferentes momentos estadísticos  $w(r)$  de la distribución de alturas, segundo momento y momento de orden infinito.<sup>9</sup> Estos momentos tienen un escalamiento  $w(r) \propto r^\zeta$ , donde  $r$  es el tamaño de la ventana móvil en el método de ventanas de ancho variable. Se comparó el comportamiento del segundo momento estadístico con el momento de orden infinito, resultando que el segundo momento permite una determinación más clara de la longitud de co-

relación, por lo que sólo se presentan los resultados obtenidos mediante dicho segundo momento. Para cada material se promediaron por lo menos quince curvas autoafines individuales.

### Aluminio

La figura 1 muestra la microestructura de la aleación de aluminio tipo A319. En ella se identificaron por lo menos seis constituyentes distintos: dendritas de fase alfa, silicio, fase eutéctica, Al Cu, AlFeSi y Al (MnFe) Si. La estructura granular,<sup>5</sup> no visible en la <sup>1</sup>fig.1, que <sup>2</sup>está en condición de solo pulido, fue revelada usando ataque químico. El análisis cuantitativo de la microestructura indicó que las más grandes longitudes características de las heterogeneidades microestructurales fueron el tamaño de grano (446  $\mu\text{m}$ ) y la longitud de brazos dendríticos primarios (313.9  $\mu\text{m}$ ).

Se prepararon muestras que fueron fracturadas en ensayos de impacto Charpy, el análisis

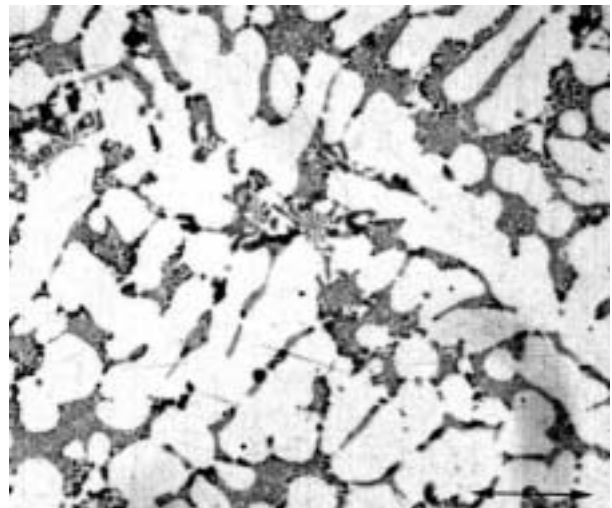


Fig. 1.- Microestructura dendrítica de la aleación de aluminio tipo A319. Indicador = 100  $\mu\text{m}$ .

fractográfico mediante MEB reveló propagación mixta con deformación plástica localizada, como se observa en la fig. 2.

Los datos topométricos se colectaron mediante MFA, MEB y perfilometría, en dirección paralela al frente de propagación. Para las observaciones mediante MEB la superficie se recubrió electrolíticamente con níquel antes de ser seccionada y los perfiles se extrajeron mediante análisis de imágenes.<sup>6</sup> La

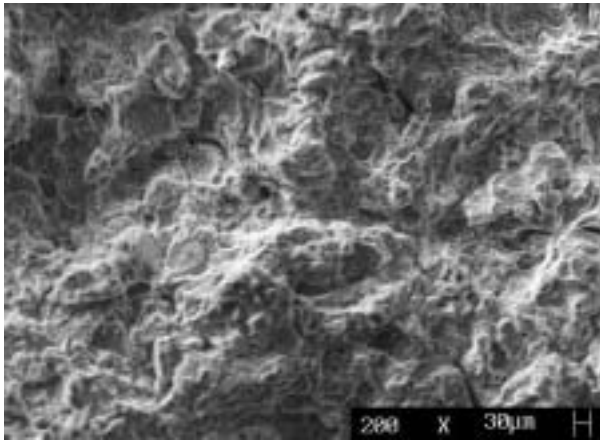


Fig. 2.- Superficie de fractura de la aleación de aluminio tipo A319 vista al MEB mostrando propagación mixta.

distancia mínima entre puntos de los perfiles fue de 0.06 µm y cada perfil comprendía 1024 puntos. Los perfiles obtenidos mediante el MFA se capturaron en modo de contacto, la distancia mínima entre puntos fue de 1 nm y la longitud de los perfiles fue de 512 puntos. El perfilómetro proveyó perfiles de 10,000 puntos con longitud máxima de 1 cm.

La figura 3 muestra la curva de autoafinidad, se obtuvo una curva única promediando las respectivas para cada técnica, la curva se extiende en siete décadas de longitud de escala, desde dos nanómetros hasta un centímetro. Hay una total compatibilidad de las tres técnicas, a pesar de existir un claro entre los datos de SEM y del perfilómetro. El exponente de rugosidad muestra un valor de 0.81 y la longitud de correlación se estima a un valor de 456 µm, que es del orden del tamaño de grano y de los brazos dendríticos primarios.

*Vidrio ópalo*

Para el análisis de este material se tomaron dos muestras con diferentes tamaños de las partículas opacificantes, se fracturaron mediante un punzón y las superficies obtenidas se analizaron topométricamente mediante MFA. Una de las muestras poseía una distribución de partículas con tamaño promedio de 0.34 µm mientras que la otra mostraba una distribución de partículas gruesas de aproximadamente 4 µm y partículas finas de 0.47 µm. La figura 4 muestra una imagen de una superficie de fractura en la que se observan las zonas características: la zona especular, la zona difusa y la zona fibrosa. La

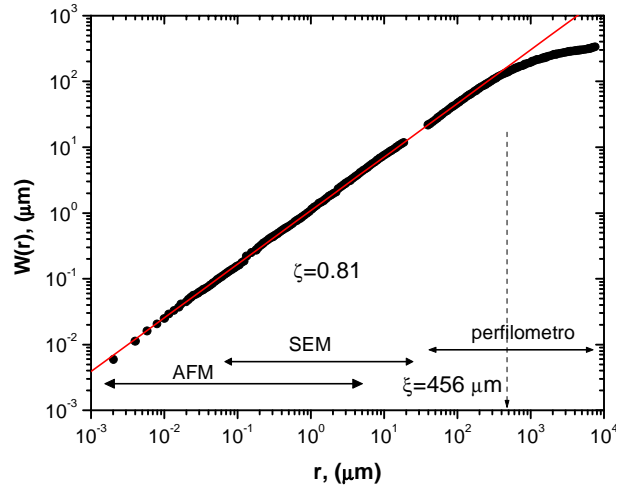


Fig. 3.- Curva de autoafinidad de la superficie de fractura de la aleación aluminio tipo A319 mostrando el régimen autoafín sobre siete décadas de longitud de escala.

Vidrio ópalo

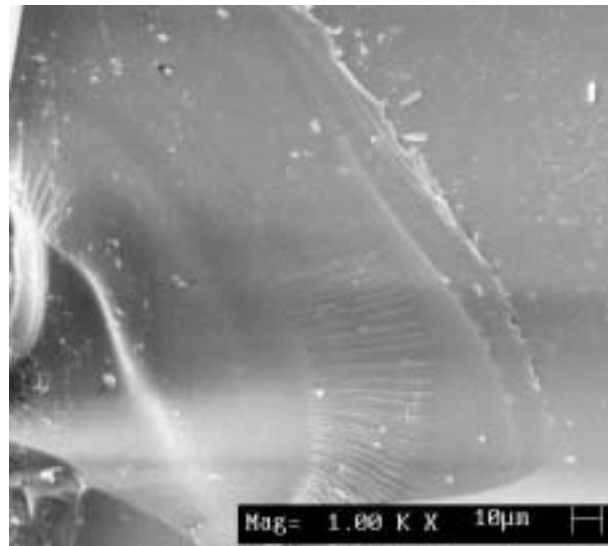


Fig. 4.- Superficie de fractura típica del vidrio mostrando las zonas especular (a), difusa (b) y fibrosa (c), imagen de MEB.

zona espejo es una región semicircular de apariencia muy "lisa" y corresponde al avance continuo del frente de grieta original; la región rugosa con formaciones escalonadas es la zona fibrosa y revela ramificaciones del frente de propagación al acelerarse; la zona intermedia entre la especular y la fibrosa es la zona difusa.

Las observaciones topométricas mediante MFA se concentraron en la zona especular para ambas muestras. Las figuras 5 y 6 muestran imágenes de MFA en la zona especular para las muestras de par-

tículas finas y de partículas gruesas, respectivamente. En la figura 7 se muestra una partícula opacificante correspondiente a la muestra con partículas gruesas, indicando su tamaño y composición de forma cualitativa. Los resultados del análisis de autoafinidad se muestran en la figura 8. En el caso de la muestra con partículas finas el exponente de rugosidad tiene un valor de 0.80 y la longitud de correlación se observa claramente a un valor de cerca de 0.3 mm, que concuerda con el tamaño promedio de las partículas opacificantes. En el caso de la muestra con partículas gruesas, el régimen autoafín parece que es perturbado por la presencia de las dos distribuciones de partículas gruesas y finas, el exponente de rugosidad muestra un valor de 0.78 y la longitud de correlación se estima alrededor de 3-

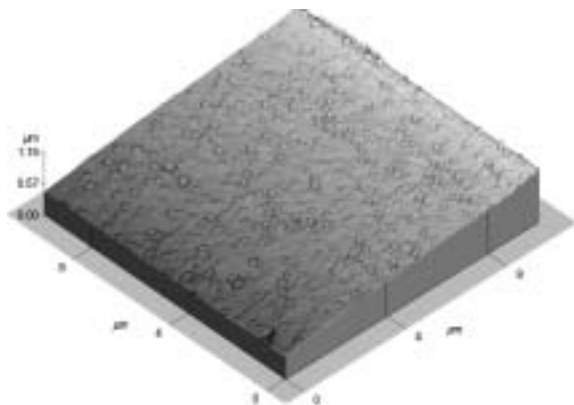


Fig. 5.- Imagen de microscopía de fuerza atómica de la superficie de fractura de vidrio ópalo en la zona especular, corresponde a la muestra con partículas finas.

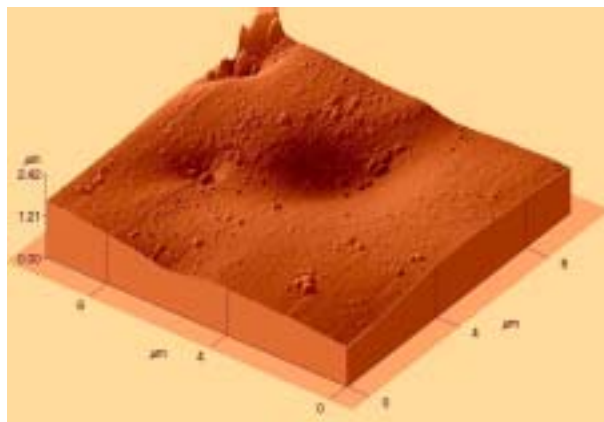


Fig. 6.- Imagen de microscopía de fuerza atómica de la superficie de fractura de vidrio ópalo en la zona especular, corresponde a la muestra con partículas gruesas.

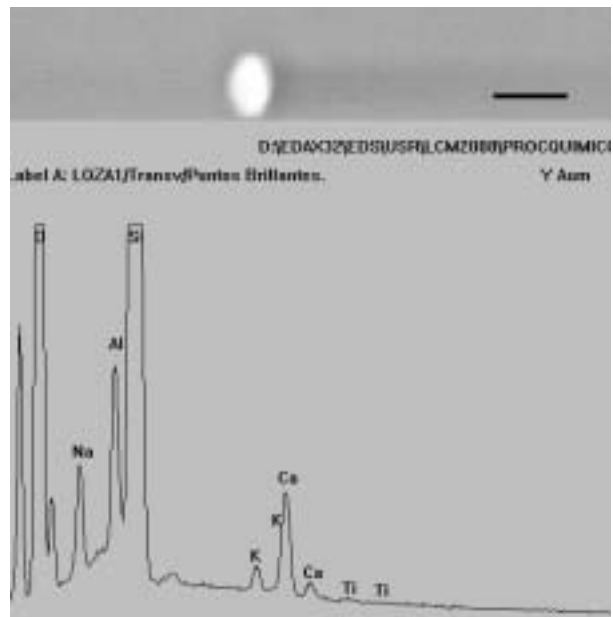


Fig. 7.- Imagen de SEM mostrando una partícula opacificante, abajo se indica cualitativamente por EDX su composición química, la marca de escala es de 5 micrómetros.

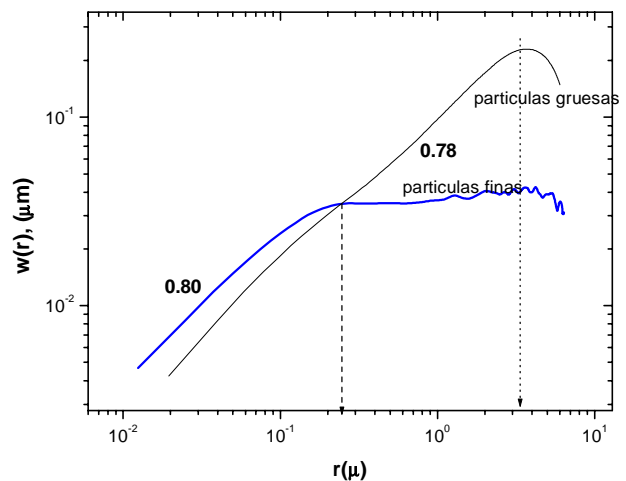


Fig. 8.- Curva de autoafinidad para las muestras de vidrio ópalo, la longitud de correlación es del orden del tamaño de las partículas opacificantes mayores.

4 mm, que nuevamente concuerda con el tamaño de las partículas opacificantes gruesas.

### Polipropileno

Para complementar este trabajo mediante el estudio de un material polimérico se analizaron las superficies de fractura de dos muestras de polipropileno isotáctico parcialmente cristalino. Se elaboraron muestras en forma de discos delgados que fueron

fundidas y posteriormente enfriadas con diferente rapidez para obtener diferentes tamaños esferulíticos. El tamaño promedio de las esferulitas obtenidas se midió por microscopía óptica y por MFA. En la muestra enfriada más rápidamente se obtuvo un tamaño fino promedio de 0.34  $\mu\text{m}$ , mientras que en la muestra enfriada más lentamente el tamaño fue de 0.95  $\mu\text{m}$ . Las muestras se sumergieron en nitrógeno líquido durante 15 minutos y posteriormente se fracturaron por flexión sin control de carga. Las observaciones topométricas se realizaron mediante microscopía de fuerza atómica en modo de contacto. Las figuras 9 y 10 muestran imágenes de MFA de las superficies de fractura para las muestras de

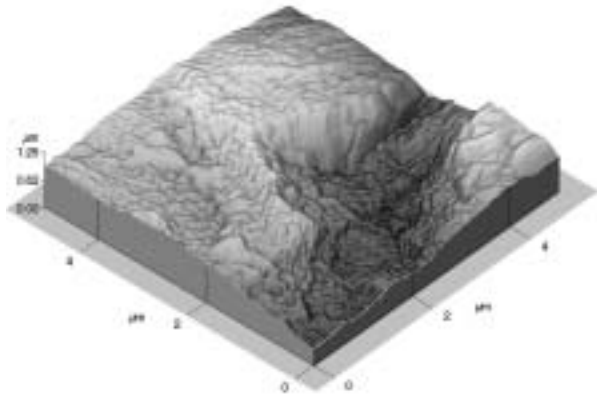


Fig. 9.- Imagen de la superficie de fractura en la muestra de polipropileno con esferulitas de tamaño fino

esferulitas finas y gruesas, respectivamente. Los perfiles topométricos se obtuvieron de estas imágenes para realizar el análisis autoafín.

Los resultados del análisis de autoafinidad se muestran en la figura 11. Las curvas no siguen un comportamiento estricto de ley de potencia, observándose un efecto similar al observado en metales dúctiles por efecto de deformación plástica localizada.<sup>10</sup> Las longitudes de correlación no logran definirse con gran precisión, pero para la muestra de esferulitas gruesas puede estimarse un valor cercano a 1.1  $\mu\text{m}$ , mientras que para la muestra de esferulitas finas este valor se estima entre 0.4 y 1.0  $\mu\text{m}$ . A pesar de la incertidumbre, estos valores son proporcionales al tamaño de las esferulitas en cada caso. En la región de escalas pequeñas ( $r < 0.1 \mu\text{m}$ ) el exponente de rugosidad se estima entre 0.75 y 0.85.

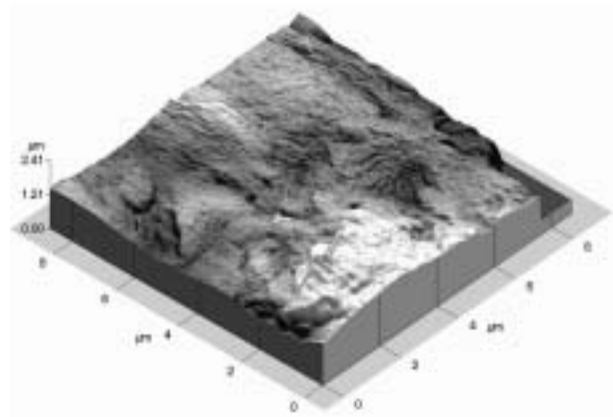


Fig. 10.- Imagen de MFA de la superficie de fractura correspondiente a la muestra con esferulitas gruesas.

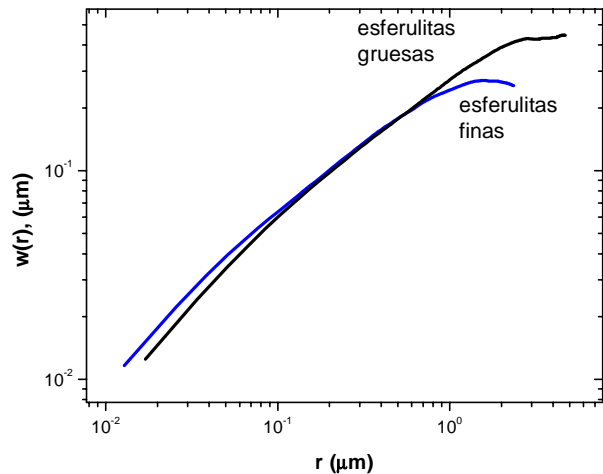


Fig. 11.- Curva de autoafinidad para las muestras de polipropileno isotáctico, (ver texto).

## Conclusiones

Los resultados presentados en este trabajo respaldan la hipótesis de que la longitud de correlación de las superficies de fractura autoafines está ligada al tamaño de las mayores heterogeneidades presentes en la microestructura de los materiales, siendo esto válido para materiales metálicos, poliméricos y cerámicos. En el caso de la aleación de aluminio, el uso conjunto de perfilometría, microscopía electrónica de barrido y microscopía de fuerza atómica permitió realizar el análisis autoafín de una superfi-

cie en siete décadas de longitud de escala por primera vez, hasta donde sabemos. La longitud de correlación es del orden de tamaño de grano y del tamaño de brazos dendríticos primarios para el material metálico, es del orden del tamaño de las partículas opacificantes del vidrio ópalo y es también del orden del tamaño de las esferulitas en el polipropileno semicristalino. En todos los casos se determinó el exponente de rugosidad con valor cercano a 0.8, en concordancia con resultados anteriores publicados para diversos materiales fracturados en condiciones cinéticas similares. Estos resultados representan un avance en la búsqueda de relaciones entre la microestructura, parámetros autoafines y propiedades macroscópicas de los materiales en general.

## Resumen

Se reporta el análisis fractométrico autoafín de tres diferentes materiales heterogéneos: una aleación de aluminio vaciada dendrítica, un vidrio opalino de borosilicato y polipropileno isotáctico parcialmente cristalino. El objetivo principal en este análisis fue explorar las posibles relaciones entre los parámetros microestructurales y los parámetros autoafines que caracterizan las superficies de fractura y el fenómeno de propagación de grietas. Los datos topométricos se obtuvieron empleando microscopía de fuerza atómica, microscopía electrónica de barrido y perfilometría, estas técnicas permitieron realizar el análisis autoafín sobre siete décadas de longitud de escala en el caso de la muestra metálica. Los resultados indican que en todos los casos analizados la longitud de correlación queda determinada por las mayores heterogeneidades relevantes presentes en la microestructura.

*Palabras clave:* Superficies de fractura, autoafinidad, aleaciones de aluminio, exponente de rugosidad, longitud de correlación.

## Abstract

In this work we report the self-affine fractometric analysis of three different heterogeneous materials: a cast dendritic aluminum alloy, an opal borosilicate glass and partially crystalline isotactic polypropylene. We were mainly interested in the possible

relationships between the microstructural parameters and the self-affine parameters of the fracture surfaces. Topometric data were collected using AFM and/or SEM and/or stylus profilometry, which allowed the analysis over seven decades of length scales in the case of the aluminum samples. Our results show that in all cases the correlation length is determined by the largest relevant microstructural features.

*Keywords:* fracture surfaces, self-affinity, aluminum alloys, roughness exponent, correlation length.

## Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo financiero del Conacyt y de la UANL a través del Programa de Apoyo a la Investigación Científica y Tecnológica (PAICYT).

## 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., Scaling Properties of Cracks, *J. Phys.:Condens. Matter* 9 (1997) 4319-4344 y sus abundantes referencias.
3. Balankin, Physics of Fracture and Mechanics of Self-Affine Cracks, *Engineering Fracture Mechanics* Vol. 57, No. 2/3, pp. 135-203, 1997. Y sus abundantes referencias.
4. Mandelbrot B. B., *Phys. Scr.* 32. 257 (1985).
5. Bouchaud E., Navéos S., From quasi-static to rapid fracture, *J. Phys. I France*, 5, pp. 547-554, 1995.
6. Hinojosa M., Bouchaud E. and Nghiem B., Materials Research Society Symposium Proceedings, Volume 539, Materials Research Society, Warrendale, Pennsylvania, pp. 203-208, 1999.
7. Daguié P., Tesis, doctoral, Universidad de París VI, París, 1997.
8. Maloy K.A., Hansen A., Hinrichsen E.L. and Roux S., Experimental measurements of the roughness of brittle cracks, *Phys. Rev. Lett.*, 68, pp 213-215 (1992).
9. Schmittbuhl, Vilotte and Roux, Reliability of self-affine measurements, *Phys. Rev. E.*, Vol.51, No 1, January 1995, p. 131.
10. Hinojosa M., Bouchaud E., trabajo no publicado.