

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**



**“ESTUDIO DEL CRECIMIENTO SUBCRÍTICO DE GRIETAS EN PAPEL:  
ANÁLISIS ESTADÍSTICO Y CORRELACIÓN POR EMISIÓN ACÚSTICA”**

TESIS

EN OPCIÓN PARA OBTENER EL GRADO DE  
MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON  
ESPECIALIDAD EN MATERIALES

PRESENTA:

DANA DANIELA AGUIRRE MORALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN

MAYO 2011

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**



**“ESTUDIO DEL CRECIMIENTO SUBCRÍTICO DE GRIETAS EN  
PAPEL: ANÁLISIS ESTADÍSTICO Y CORRELACIÓN POR EMISIÓN  
ACÚSTICA”**

TESIS

EN OPCIÓN PARA OBTENER EL GRADO DE  
MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON  
ESPECIALIDAD EN MATERIALES

PRESENTA:

DANA DANIELA AGUIRRE MORALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN

MAYO 2011

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**

**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**



**“ESTUDIO DEL CRECIMIENTO SUBCRITICO DE GRIETAS EN  
PAPEL: ANÁLISIS ESTADISTICO Y CORRELACIÓN POR EMISIÓN  
ACÚSTICA”**

TESIS

EN OPCIÓN PARA OBTENER EL GRADO DE  
MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA MECÁNICA CON  
ESPECIALIDAD EN MATERIALES

PRESENTA:

DANA DANIELA AGUIRRE MORALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN

MAYO 2011

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**  
**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la tesis “Estudio del crecimiento subcrítico de grietas en papel: análisis estadístico y correlación por emisión acústica” realizada por el alumno Dana Daniela Aguirre Morales con número de matrícula 1105926 sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales.

El comité de tesis

---

**Dr. Moisés Hinojosa Rivera**

Asesor

---

**Dr. Diego Ledesma Ramírez**

Revisor

---

**Dr . Francisco Garza**

Revisor

Vo. Bo.

---

**Dr. Moisés Hinojosa Rivera**

Subdirector de estudios de posgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, Agosto del 2010

# *Dedicatoria*

*A Dios*

*A mis padres*

*A mi hijo.*

## **Agradecimientos**

A Dios.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por el apoyo financiero brindado durante esta investigación.

Al Dr. Moisés Hinojosa Rivera por su confianza.

Al Dr. Juan Antonio Aguilar Garib por creer en mí. Toda mi admiración.

Al Dr. Loïc Vanel por abrirme las puertas de su laboratorio. Pero sobre todo, por su infinita paciencia para enseñarme lo imposible y lograr sacar este trabajo adelante, a él le debo este proyecto. Mi estancia en su laboratorio, me trajo una gran lección de vida.

Al Dr. Stephan Santucci, por su paciencia, por el tiempo que sin obligación dedicó a mi trabajo, porque con su peculiar humor alegró los momentos más caóticos de este proyecto. Por recordarme que la imaginación es un ingrediente más de esta profesión.

A mis amigas del DIMAT Paola, Gabriela, Karina y muchos más. Por compartir conmigo estos bellos años y por compartir sus conocimientos y aún más, sus sueños.

A mi hijo, su sonrisa mantuvo la alegría en mi corazón en los momentos difíciles.

A mi padre y mi madre, por el incondicional apoyo brindado en cada momento de mi vida. A ellos todo mi amor, mi trabajo y les dedico mi vida. Todo lo bueno que soy, se lo debo a ellos.

Muchas gracias.



## ÍNDICE

RESUMEN.....	10
1. ANTECEDENTES .....	12
1.1.1 Fundamentos mecánicos .....	13
1.1.2 Fractura Frágil-Fractura Dúctil.....	14
1.1.2 Fractura Frágil-Fractura Dúctil.....	14
1.1.3 Modos de falla.....	14
1.1.4 Concentracion de esfuerzos .....	15
1.1.5 Mecánica de la fractura lineal elástica MFLE .....	17
1.1.6 Fractura subcrítica .....	18
1.2.1 Desarrollo de la técnica.....	20
1.3.1 Materias primas .....	23
1.3.2 Pulpa de papel .....	29
1.4.1 Ley de potencias .....	31
1.4.2 Acumulativo de energía de emisión acústica.....	34
1.4.3 Mecanismos de propagación: emisión acústica .....	36
1.4.4 Crecimiento subcrítico; análisis termodinámico.....	36
2. OBJETIVO E HIPÓTESIS .....	38
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	39
3.1.1 Microscopia óptica y de barrido.....	39
3.2.1 Dispositivo mecánico .....	40
3.2.2 Protocolo de carga. ....	41
3.3.1 Adquisición y análisis de emisión acústica .....	43
3.3.2 Adquisición y análisis de imágenes.....	44
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	46
4.1 Microscopía óptica y de barrido.....	46

4.1.1 Revolución reciclado .....	46
4.1.2. Papel revista .....	47
4.1.3 Papel bond .....	48
4.1.4 Papel Kraft .....	49
4.1.5 Papel Matte .....	51
4.1.6 Rec Bond .....	52
4.1.7 Papel Alrey .....	54
4.1.8 Papel de trazado. ....	55
4.1.9 Selección final.....	56
4.2 Ensayo de ruptura. ....	57
4.2.1 Análisis de la emisión acústica y el crecimiento de grieta.....	57
4.2.2 Correlación de crecimiento de grieta y emisión acústica. ....	64
4.2.3 Ley de Potencias .....	67
5. CONCLUSIONES.....	80
6. BIBLIOGRAFÍA .....	83
ÍNDICE DE TABLAS.....	87
ÍNDICE DE FIGURAS .....	88

## RESUMEN

En este trabajo de investigación se reporta el análisis de la emisión acústica (EA) de la fractura subcrítica de papel, se realizó el análisis estadístico de los parámetros de crecimiento de la grieta y de la EA, así como el análisis cualitativo de ambas variables.

Se realizó el estudio en 3 materiales comerciales con micro estructuras diferentes en diámetro y distribución del tamaño de fibra, para observar posibles diferencias en la señal de EA obtenida tras el ensayo de fractura subcrítica.

Se realizó un análisis de caracterización de las muestras por microscopía electrónica de barrido (SEM), y el análisis de datos se realizó por medio de Matlab con un algoritmo propio para la EA, y un análisis estadístico del propio programa.

Con el análisis anterior se corroboró la hipótesis de la existencia de una correlación entre la EA y el crecimiento individual de la grieta en la región subcrítica. Se obtuvo la estadística de los parámetros de crecimiento y de la EA. Se encontraron diferencias cualitativas de los eventos individuales de EA, de los diferentes materiales. Se encuentra además que la técnica es útil para el monitoreo de grietas *in situ*. No se encontró evidencia que correlacione cualitativamente el crecimiento individual de la grieta con una señal particular de EA, es probable que lo anterior sea debido a una falla en la sincronización de ambas señales.

Por último se sugiere continuar estudiando el ensayo para lograr a identificar por emisión acústica el crecimiento individual de la grieta.



## 1. ANTECEDENTES

### 1.1 Fractura

La fractura se define como la separación de un sólido en dos o más partes bajo acción de un esfuerzo (1). Todos los sólidos se romperán si se aplica sobre ellos la carga suficiente. El valor de la carga necesaria, las condiciones, así como la forma y características de la fractura resultante dependen intensamente de la naturaleza del material y la forma en que se aplica la carga (2).

Para comprender el proceso de fractura se proponen distintas perspectivas dependiendo de la escala a la que se esté interesado. Un conjunto de disciplinas se encarga de estudiar este fenómeno. La ciencia de materiales se encarga de estudiar el fenómeno de fractura desde la escala atómica hasta la microscópica, mientras que a escalas superiores la ingeniería civil y la mecánica intentan mejorar el diseño de estructuras para prevenir la falla última. El mecanismo mediante el cual se desarrolla la fractura tiene dos componentes: la nucleación de grietas y la propagación del frente de grieta. Respecto al tipo de fractura, en general las fracturas se clasifican en fractura frágil y fractura dúctil. La fractura frágil se caracteriza por una inapreciable deformación plástica y muy poca microdeformación. Por el contrario, en la fractura dúctil se aprecia la deformación antes y durante la propagación de la grieta. La fractura frágil es indeseable en todo sentido pues la falla ocurre sin aviso con consecuencias desastrosas. En esta sección se introducen algunos conceptos básicos para la comprensión del fenómeno de fractura, así como algunas nociones generales de la mecánica de la fractura.

### 1.1.1 Fundamentos mecánicos

La respuesta mecánica de los materiales ante un efecto de carga es importante para comprender el proceso de fractura. Todos los sólidos se deforman cuando son sometidos a carga. Si un cuerpo homogéneo con dimensiones  $L \times W$  se somete a una fuerza uniaxial en tensión, el cuerpo se deforma en proporciones  $\Delta L$  y  $\Delta W$ , para una elongación relativa de  $\delta = \Delta L / L$ . Para pequeñas deformaciones la relación fuerza-deformación es proporcional, aplicando la llamada elasticidad lineal. Si la fuerza cruza el umbral del límite elástico, se observa una desviación de esta relación lineal, ahí comienza el comportamiento plástico, donde la deformación permanece aún cuando la fuerza ejercida sea retirada del sistema. Por debajo del límite elástico es válida la ley de Hook y el esfuerzo promedio es proporcional a la deformación promedio. Esta última relación permite definir lo que se conoce como módulo de elasticidad o módulo de Young y se expresa como  $\sigma/e = E = \text{cte}$ .

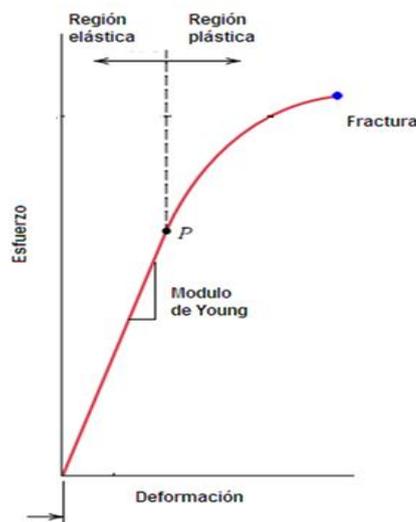


FIGURA 1. 1 CURVA ESFUERZO DE FORMACIÓN

### **1.1.2 Fractura Frágil-Fractura Dúctil.**

En un diagrama de esfuerzo deformación Figura 1.1, se puede ilustrar el concepto de fractura frágil o dúctil. Si el material rompe aún estando en el régimen elástico, la fractura se dice frágil. De lo contrario si el esfuerzo a la fractura supera el punto de cedencia y la fractura ocurre en el régimen plástico, se conoce como fractura dúctil. En la fractura dúctil es observable una deformación característica de la región plástica.

Las características de la fractura frágil y dúctil están bien definidas, no así para las condiciones a las que ocurren los dos procesos, el tipo de fractura dependerá de las condiciones de carga, la temperatura, la presión y de las propiedades mismas del material. En 1911 von Kármán descubrió que el mármol de carrara, el cuál usualmente se fractura de forma frágil, a presión hidrostática lo hace en forma dúctil (2) . Transiciones como esta ocurren al aumentar la temperatura o disminuir la rapidez de deformación. Tecnológicamente hablando la fractura frágil es indeseable y en general los esfuerzos en el estudio de la fractura se centran en la prevención de esta, ya que ocurre de forma súbita sin anuncio previo de falla en la estructura.

### **1.1.3 Modos de falla**

En las aplicaciones reales la carga aplicada a un sistema tiene componentes más complejos a la tensión uniaxial antes mencionada, donde la deformación del sólido tiene componentes tridimensionales, para su estudio la respuesta mecánica del sólido se representa a través de tensores, dónde para el sistema mencionado en 1.1.2 la fuerza aplicada  $F$  a la barra se convierte en el tensor de esfuerzos y la elongación de la barra se representa por el tensor de deformación. La tridimensionalidad del sistema repercute sobre el proceso de fractura, por lo que se manejan tres modos de falla que juntos pueden representar cualquier sistema de carga.

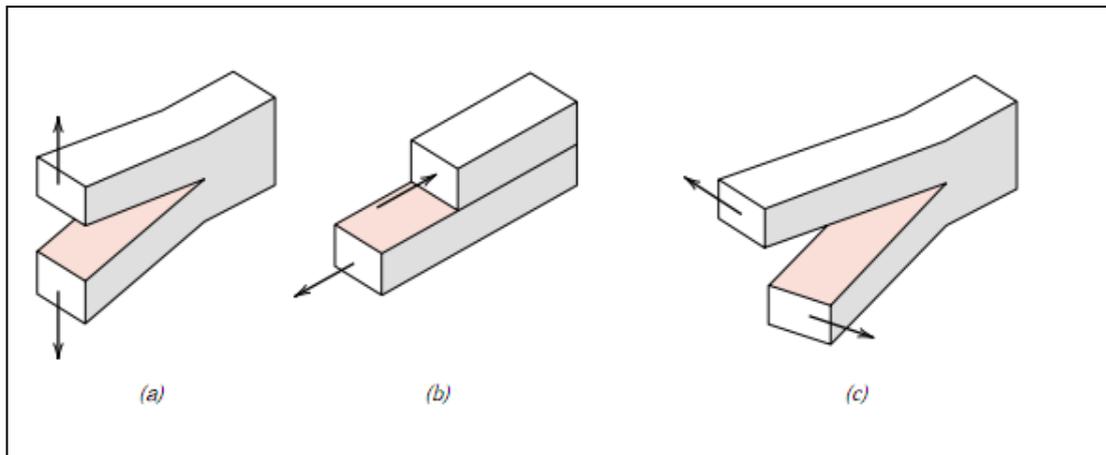
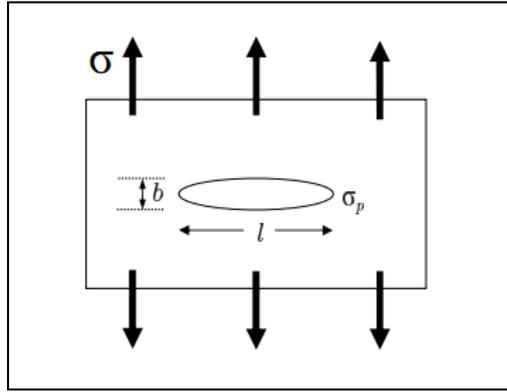


FIGURA 1. 2 ANÁLISIS DE LOS TRES MODOS DE FALLA. A) MODO I DE APERTURA O TENSIÓN, B) MODO II DE DESLIZAMIENTO, C) MODO III DE RASGADO.

#### 1.1.4 Concentracion de esfuerzos

La fractura de un cristal perfecto puede manipularse teóricamente con relativa facilidad y es posible calcular la fuerza necesaria para la falla del material; sin embargo en los materiales reales estos cálculos están sobrestimados por varios órdenes de magnitud. La respuesta a esta discrepancia está en el desorden del material, los materiales reales tienen desviaciones serias del cristal perfecto a lo cual el proceso de fractura es extremadamente sensible al llamado desorden. A nivel microscópico el desorden significa muchas cosas: vacancias, inclusiones, componentes estructurales e incluso fronteras de grano, estas heterogeneidades a gran escala se reducen a ruido aleatorio en las propiedades del material. Este argumento da entrada a la comprensión del fenómeno de fractura y las teorías básicas de la mecánica de la fractura, basándose en el conocimiento de que la existencia de grietas en el material se promueve la falla por el efecto de concentración de esfuerzos en la punta de la grieta.



**FIGURA 1. 3** PLACA BIDIMENSIONAL CON UNA CAVIDAD ELÍPTICA DE LONGITUD  $l$  Y RADIO DE CURVATURA  $\rho_c = \frac{b^2}{l}$ .

En 1913 Inglis (3) analizó la modificación de esfuerzos en un sólido bidimensional debido a la presencia de defectos. Considerando la Figura 1.3, una placa de dimensiones infinitas, con una grieta de forma elíptica con longitud  $l$  y curvatura  $\rho_c$ , sometida a carga en modo I, siendo  $\sigma$  el esfuerzo uniforme aplicado y  $\sigma_p$  el esfuerzo en la punta de la grieta, Inglis determinó que el esfuerzo efectivo en la punta de la grieta  $\sigma_p$  era mayor, y que este esfuerzo crecía cuándo la relación  $l/b$  aumentaba. El trabajo determinó que el esfuerzo en la punta  $\sigma_p$  es,

$$\sigma_p = \sigma \left( 1 + 2\sqrt{\frac{l}{\rho_c}} \right) \quad (1)$$

Donde el término  $\sqrt{\frac{l}{\rho_c}}$  muestra que el esfuerzo en la punta depende fuertemente de la forma de la grieta y de su radio de curvatura.

Unos años más tarde, en 1920, Griffith (4) ataca el problema basándose en el teorema de mínima energía. Su criterio para la propagación de grietas dice "Una grieta se propaga cuando la disminución en la energía elástica de deformación es al menos igual a la energía requerida para crear las nuevas superficies". Así, apoyándose en el trabajo de Inglis, Griffith retoma el sistema de la placa bidimensional con una grieta de tamaño  $2c$  y estima que

la disminución energética que resulta cuando la grieta de longitud  $2c$  se introduce al sistema es:

$$U_E = \frac{-\pi a^2 \sigma^2}{E} \quad (2)$$

Mientras que la energía necesaria para la formación de la grieta es  $2a \times 2\gamma$ ; uniendo lo anterior y considerando  $U$  la energía potencial de la placa en presencia de la grieta y  $U_o$  la energía potencial sin ésta,  $\sigma$  representa el esfuerzo aplicado sobre la placa,  $\gamma$  es la energía superficial por unidad de área,  $E$  es el módulo de Young.

$$U - U_o = 4a\gamma - \frac{\pi a^2 \sigma^2}{E} \quad (3)$$

El criterio de Griffith implica un equilibrio entre la deformación elástica y la energía superficial del sistema, de acuerdo a esto la grieta crece mientras la energía de superficie se compense con un decremento de la energía de deformación. Dado que la ecuación (3) representa el cambio en la energía potencial del sistema, la primera derivada representa el cambio en la energía potencial, e igualando este cambio a cero, obtenemos el esfuerzo crítico al cuál se propaga el frente de grieta.

$$\frac{d\Delta U}{da} = 0 = \frac{d}{da} \left( 4a\gamma - \frac{\pi a^2 \sigma^2}{E} \right) \quad (4)$$

$$\left( 4\gamma - \frac{\pi 2a\sigma^2}{E} \right) = 0 \quad (5)$$

$$\sigma_c = \left( \frac{2E\gamma}{\pi a} \right)^{1/2} \quad (6)$$

### 1.1.5 Mecánica de la fractura lineal elástica MFLE

En vista de la importancia de la fractura frágil, la Mecánica de la Fractura Lineal Elástica (MFLE) surge como una disciplina que permite obtener una medida cuantitativa de la resistencia del material contra la propagación de las grietas.

Esta teoría se fundamenta en las siguientes suposiciones:

- Las grietas son defectos microestructurales inherentes al material.
- Una grieta se considera como una superficie libre interna y plana presente en un campo de esfuerzos elástico. Con base en lo anterior se calcula el esfuerzo en la punta como :

$$\sigma_{r\theta} = \frac{K}{\sqrt{2r\pi}} f(\theta) \quad (7)$$

Donde  $r$  y  $\theta$  son coordenadas polares,  $K$  es el factor de intensidad de esfuerzos y  $f(\theta)$  es una función geométrica. El crecimiento de la grieta es predicho en términos del esfuerzo en la punta de la grieta, y la magnitud de este esfuerzo puede definirse mediante  $K$ , y bajo la consideración de validez de la teoría de elasticidad se establece la relación  $K = \alpha \sigma \sqrt{\pi a}$ , donde  $\sigma$  es el esfuerzo aplicado,  $a$  es la mitad del tamaño de la grieta y  $\alpha$  es una constante que depende la geometría del sistema.

### 1.1.6 Fractura subcrítica

La ruptura subcrítica ocurre cuando un material sometido a cargas inferiores al umbral experimental de ruptura falla. Este fenómeno llamado ruptura subcrítica o retardada, genera un daño progresivo en el material, en este fenómeno se ha observado que el material presenta un tiempo de vida  $\tau$  que depende del esfuerzo externo aplicado. El proceso incluye la nucleación y coalescencia de grietas, el avance lento de la grieta en la llamada región subcrítica, y finalmente la grieta alcanza un tamaño crítico tras el cual la falla es inminente.

Tras las observaciones de Zhurkov y Brenner (5)(6), surge una posible explicación del crecimiento de la grieta en base a un mecanismo térmicamente activado, con una energía de activación que depende del esfuerzo aplicado. Se asume que estadísticamente existe ruido térmico dentro

del material, el cuál induce fluctuaciones de esfuerzo que pueden superar el umbral local de ruptura y permitir la nucleación de grietas. Estos modelos estadísticos consideran que en el equilibrio hay siempre fluctuaciones estadísticas de esfuerzo con una varianza que depende de la temperatura real del material.

## 1.2 Emisión Acústica

La acústica como disciplina, es la rama de la física que estudia al sonido, infrasonido y ultrasonido, en general estudia la propagación de ondas mecánicas a través de la materia. Podemos decir que estudia la producción, transmisión, almacenamiento, percepción o reproducción del sonido. Como ciencia estudia los fenómenos sonoros por medio de modelos físicos y matemáticos, y de esta rama surge lo que conocemos como ingeniería acústica la cuál refiere a las aplicaciones tecnológicas de la acústica. Por otra parte, la emisión acústica como técnica se define como las ondas elásticas transitorias generadas por la rápida liberación localizada de energía de deformación en el material. (7) . Como técnica ha sido rápidamente aceptada como una metodología no destructiva *in situ* NDT. En lo general, se basa en la detección de estas ondas en la superficie del material para identificar cambios localizados al interior de este. Sus aplicaciones son tan diversas como el control de calidad en la manufactura o el estudio de procesos dinámicos tales como reacciones o transformaciones de fase. Al igual que el ultrasonido sirve para monitorear componentes estructurales, en la geología es la técnica más utilizada para predecir terremotos y más recientemente debido a la similitud con este fenómeno se utiliza en el estudio del proceso de fractura. En el fenómeno de fractura, la emisión acústica se asocia al rompimiento de enlaces propios de la generación de dos superficies. Por ejemplo, durante la fractura a tensión, en el proceso de carga aún en la parte elástica existe un reacomodo del material, más adelante comienza el proceso de deformación y finalmente la ruptura, todos estos mecanismos generan “*crackling noise*” o ruido de fractura, definido como una serie de eventos

discretos ampliamente distribuidos en tamaño como consecuencia del desorden del material (8). Así, la dinámica de ruptura de materiales heterogéneos usualmente implica numerosas rupturas a microescala que son precursores de la falla final, estos precursores generan trenes de ondas elásticas ultrasónicas, que conocemos como emisión acústica. Se ha observado que la energía, amplitud y tiempos de espera de estos eventos se describen por distribuciones exponenciales con exponentes ligeramente dependientes del material y modo de fractura y con valores entre 1-1.5 para los tiempos de espera y de 1.3-1.9 para la energía EA. (9) (10) (8) (11)

### **1.2.1 Desarrollo de la técnica**

Durante años la limitante al uso de la técnica es su extrema sensibilidad a factores externos que interfieran en la lectura correcta de la señal, además de esto, en todos los sistemas existe un ruido natural de los alrededores que debe controlarse y calibrarse antes de comenzar el ensayo. El desarrollo de sensores ultra sensibles y de sistemas de análisis de señal más complejos ha permitido que la técnica evolucione en su capacidad de detección y análisis. Como se ha mencionado, el sistema se basa en la detección de una onda en la superficie del material, por medio de un piezoeléctrico que convierte la onda que llega a la superficie en una señal eléctrica, esta deberá pasar por un sistema de amplificación y finalmente pasar a un proceso de análisis para identificar los parámetros más importantes que caracterizan el patrón de EA.

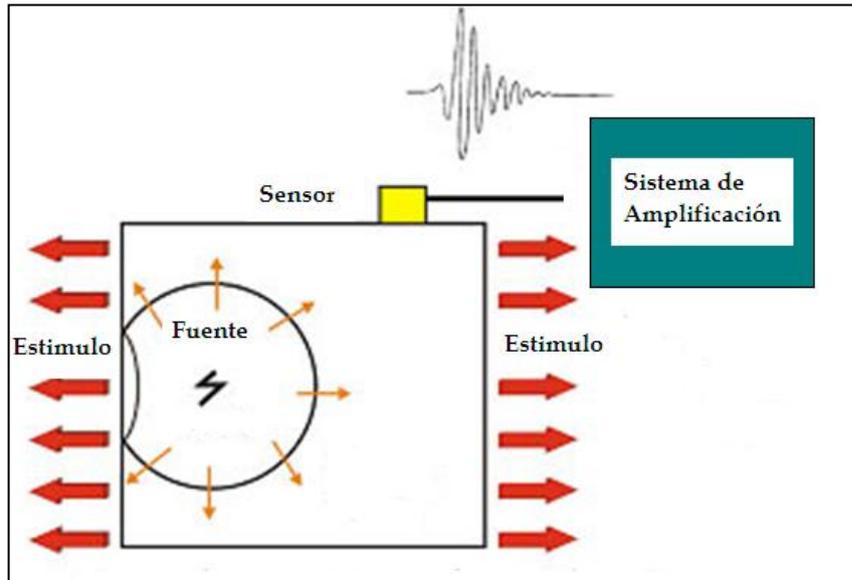


FIGURA 1. 4 ESQUEMA DE DETECCIÓN DE EMISIÓN ACÚSTICA

La señal puede variar dependiendo del material y del mecanismo que genere el daño, sin embargo entre los parámetros más importantes que describen la señal están los que se discuten a continuación.

Las Normas Internacionales hacen referencia a más de 60 términos característicos de la señal de emisión acústica, aquí se mencionan los parámetros relevantes para este estudio, teniendo en consideración las características de la señal en cuestión y los datos que se desean obtener de la señal. Para una referencia más completa se puede revisar la fuente original (9) u otras normas internacionales como ISO/FDIS 12716:2001 - Non-destructive testing - Acoustic emission inspection - Vocabulary.

*Acoplante.* Material utilizado en la interface del material y sensor.

*Amplitud de EA.* El pico de tensión de la mayor excursión conseguida por la forma de onda de la señal de un evento de emisión.

*Arreglo.* Conjunto de dos o más sensores dispuestos según la estructura a analizar con el fin de detectar y ubicar las fuentes.

*Comienzo de la señal.* Instante en que la señal supera por primera vez el umbral

*Energía del evento.* La energía elástica total liberada por un evento de EA

*Estimulación.* Aplicación de un estímulo como fuerza, presión o calor, al objeto en ensayo para causar la activación de las fuentes de EA.

*Evento.* Un cambio local en el material que produce un aumento de EA.

*Señal de EA.* La señal eléctrica obtenida por la detección de uno o más eventos de EA.

*Sensor de EA.* Un dispositivo de detección, generalmente piezoeléctrico, que transforma el movimiento de las partículas generado por las ondas elásticas en una señal eléctrica.

*Umbral de ruido.* Valor prefijado para el cual se considera como ruido del sistema a la señal que se encuentre por debajo de este. Es el valor del ruido que se detecta en el sistema antes de comenzar la medición.

### **1.3 El papel**

El papel es un material bidimensional, elaborado por un soporte fibroso y una matriz que varía en composición. La función principal del papel es servir para la escritura y las artes gráficas.

La materia prima más importante en la fabricación del papel son las fibras, las cuáles por lo general son de fuentes vegetales, principalmente la madera aunque existen fibras de algodón, bagazo y otras plantas. Por esta razones, el 90% de las fibras utilizadas en la producción mundial son de madera.



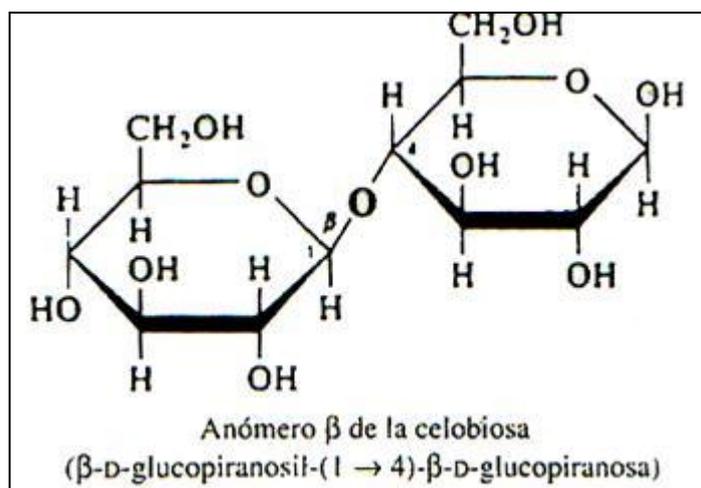


FIGURA 1. 6 ESTRUCTURA DE LA CELOBIOSA

A partir de esta estructura se da lo que conocemos como la estructura de la celulosa, podemos decir que está formada por celobiosa menos una molécula de agua. Las ligaduras presentes entre las dos moléculas de glucosa se llaman beta-glucosídicas, con la adición de agua estas uniones desaparecen que es lo que sucede ante cualquier acción hidrolítica.

La unidad estructural de la celulosa contiene tres grupos hidroxílicos alcohólicos, en los átomos de carbono 2,3,6. Los primeros dos son alcoholes secundarios y el tercero es un alcohol primario presente en el carbono terminal.

### 1.3.1.2 Oxidación de la celulosa

Se ha observado que la celulosa es relativamente resistente a la oxidación y el blanqueo se puede llevar a cabo sin relativos cambios a la estructura. Sin embargo, ciertos oxidantes en exceso pueden afectar los múltiples grupos hidroxilo de la molécula, generando un deterioro sobre la estructura y sus propiedades, donde el producto final en una oxidación es una estructura muy heterogénea en la que algunas secciones de la molécula quedan sin ataque.

### **1.3.1.3 Solubilidad**

La celulosa, además de ser insoluble en agua fría y caliente, es insoluble en compuestos orgánicos neutros como la gasolina, alcohol, benceno y éter, incluso en soluciones ácidas y alcalinas diluidas. Se disuelve en soluciones de ácido sulfúrico al 72 -75% y en ácido clorhídrico al 44%, aunque la degradación de las fibras es inevitable en estas condiciones, a menos que se mantenga el sistema a baja temperatura. La celulosa también es soluble en ácido fosfórico al 85% y bajo estas condiciones la degradación es poco notoria.

### **1.3.1.4 Estructura submicroscópica.**

Cabe mencionar que las moléculas filiformes de la celulosa siempre difieren en longitud y cualquier valor de grado de polimerización obtenido siempre será una cifra promedio. Las moléculas de la celulosa forman a nivel microscópico arreglos filiformes o fibrales, cuyas propiedades han sido descifradas por medio del rayos X. El microscopio electrónico muestra que a nivel microscópico se pueden identificar zonas en las que las microfibras se alinean de forma paralela y compacta, en un arreglo similar al observado en los cristales. En otras regiones se observa una disposición desordenada y aleatoria. Dependiendo de la naturaleza y tratamiento del producto, se dan la relaciones entre el área de cristalinidad y amorfa. Las diferencias en el arreglo también tienen un efecto en la reactividad del material. Las zonas cristalinas, por ser más compactas y de difícil acceso, son más resistentes al ataque químico que las zonas desordenadas o amorfas. En las zonas cristalinas los grupos hidroxilo de cada molécula de celulosa están íntimamente ligados a los grupos hidroxilo de las moléculas adyacentes. Las moléculas adyacentes se mantienen unidas por enlaces secundarios que si bien son mucho más débiles que los enlaces primarios de la ligadura glucosídica, es a estas fuerzas que se atribuyen muchas de las propiedades de las fibras de celulosa. Por otra parte en la zona amorfa donde las microfibras se acomodan de forma aleatoria, la reactividad química es más evidente ya

que son zonas mucho más accesibles que la zona cristalina. De esta manera podemos decir que las zonas cristalinas son las responsables de la tenacidad de las fibras, mientras que a la zona amorfa podemos adscribirle la elasticidad y las propiedades de hinchamiento.

#### **1.3.1.5 Estructura de la fibra.**

Se ha mencionado reiteradamente que la molécula de celulosa tiene numerosos grupos hidroxilos con tendencia a formar puentes con el hidróxido de la molécula adyacente y que esta tendencia es en parte responsable de la insolubilidad de la celulosa en agua y de su tendencia a formar áreas cristalinas.

Algunos estudios demuestran que la formación de la estructura de las fibras de algodón se da de forma periódica; durante el día se alinean las fibrillas y durante la noche se da paso a un crecimiento menos organizado. Dada la similitud en la estructura del algodón y la celulosa de madera se cree que el crecimiento se da con la misma dinámica. Entonces, una fibra está compuesta de fibrillas cristalinas acomodadas en grupo, dándose *bundles* o ramilletes de fibras fuertemente unidas, después se encuentran zonas menos organizadas y así sucesivamente. Así, las fibras se mantienen unidas por medio de tres tipos de uniones, fuerzas de Van der Waals, uniones de hidrógeno polares y posiblemente uniones primarias.

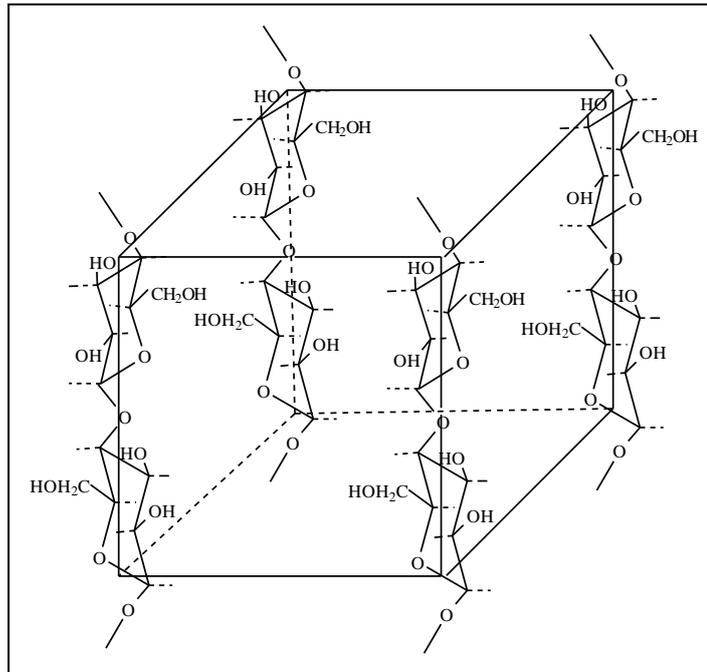


FIGURA 1. 7 ESTRUCTURA CRISTALINA DE LAS FIBRAS DE CELULOSA

### 1.3.1.5 Topografía de la superficie de las fibras celulósicas.

En las uniones o enlaces fibra-fibra, la naturaleza de estos recae en la superficie de cada fibra, debido a esto, la topografía de la superficie es importante al estudiar los enlaces fibra-fibra. Se ha sugerido (10) que la superficie tiene: (a) una capa polimérica hidratada, (b) rugosidad y (c) grupos cargados. El hinchamiento de la superficie de las fibras puede mejorarse en el procesamiento, mediante el refinamiento y prensado, que permiten incrementar el área superficial de la fibra y los fibriles de la superficie. Respecto a la capa hinchada, se cree que esta facilita la formación de enlaces fibra-fibra a nivel molecular. Hay evidencias de que existe esta capa hinchada en la superficie de la fibra. Las imágenes de microscopía de fuerza atómica muestran que las fibras en agua presentan un hinchamiento y un subsecuente encogimiento al secarse. Comparada con la adhesión entre dos superficies secas de celulosa, una adhesión más fuerte se observó cuando los

enlaces intermoleculares entre dos fibras se desarrollaron cuando se secaron. La diferencia en la adhesión fue atribuida a un entrecolamiento de las cadenas de celulosa y/o a enlaces de hidrógeno formados tras el secado de las fibras.

#### 1.3.1.6 Teorías acerca del enlace entre las fibras.

El enlazamiento entre fibras es la piedra angular de la resistencia que se desarrolla en el papel. Aquí se mencionan los tipos de uniones que se consideran en la literatura; enlaces covalentes y iónicos, puentes de hidrógeno y entrecruzamiento de fibriles o colas de fibra.

A nivel molecular, las fibras se mantienen unidas por medio de puentes de hidrógeno principalmente. La existencia de estos enlaces en la celulosa se debe a que los grupos hidroxílicos adyacentes presentan una fuerte atracción mientras el agua se va removiendo en el proceso de secado.

#### Las cargas minerales y productos químicos

El uso de cargas se ha realizado durante toda la historia del papel, algo de contenido mineral es encontrado en el papel excepto en grados muy especiales de papel. Representan el 20 % de la composición del papel. Se encuentran básicamente en la matriz que contiene a la red de fibras. Es en esta parte donde la industria puede cambiar las características del papel que se va a producir.

Las cargas tienen como función darle tersura, cuerpo, color así como opacidad, blancura y estabilidad dimensional a la hoja, incrementan la calidad de impresión, mejorando la opacidad y dando cuerpo a la hoja producida. En general el uso excesivo de cargas causara la caída en la resistencia del papel y lo hará extremadamente suave; así mismo muy poco contenido dará como resultado un papel duro y de superficie no suave.

Las cargas más usadas en la industria son el caolín, bióxido de silicio, el carbonato de calcio, el bióxido de titanio, la arcilla y el llamado *chalk*. Entre los materiales que se comenzaron a utilizar en los últimos años está el dióxido de titanio y los pigmentos derivados de zinc y titanio. Respecto a los productos químicos utilizados existen resinas orgánicas y sintéticas, almidones, polímeros y bactericidas, cuya función varía y el uso de estos o no dependerá del producto final. Las resinas se utilizan para dar encolado al papel, y así evitar la penetración de líquidos. Los almidones y polímeros se utilizan para mejorar la adhesión de las fibras con el contenido mineral de las cargas, con el fin de mejorar la resistencia y evitar el desprendimiento. Los dispersantes, bactericidas y antiespumantes ayudan a mantener homogénea la pasta, sin generación de microorganismos y espuma.

### **1.3.2 Pulpa de papel**

El 80 % de la composición del papel son fibras, por lo que éstas reciben especial atención en la formación y producción del papel a partir de la madera. Las fibras formarán lo que se conoce como pulpa de papel, que es una solución que junto con las cargas, pigmentos y aditivos químicos formarán más tarde la pasta a partir de la que se manufactura la hoja de papel. La pulpa merece especial atención ya que el proceso de extracción de las fibras es tan importante como el control en la manufactura del producto final; de las características del proceso de obtención de la pulpa dependerá el tipo de papel que se puede producir a partir de estas y las propiedades del producto. La celulosa de la madera puede extraerse por medios físicos y químicos en presencia de agua, dado que resiste a las degradaciones químicas que puedan llevarse a cabo en ese momento, esto hace posible la extracción y manejo de la celulosa con relativa facilidad. En la industria existen varios procesos para la elaboración de la pulpa, sin embargo la mayoría son modificaciones o caen dentro de los procesos que se mencionan a continuación.

### 1.3.2.1 Pulpa mecánica.

La preparación de la pasta mecánica consiste en convertir la madera en pasta mecánica, lo que se logra golpeando la madera contra una piedra de molino que gira a alta velocidad. Este proceso utiliza prácticamente toda la fibra de madera que existe en el tronco, por lo que tiene alto contenido de lignina en comparación con la pasta química. Las fibras presentes varían mucho en longitud y composición. Debido a la gran diferencia entre las fibras, la pasta mecánica se utiliza generalmente para la fabricación de papel periódico u otros papeles donde las propiedades no se vean muy comprometidas por el contenido de lignina que suele volver frágil y amarillo al producto; sin embargo, bajo algunas modificaciones se pueden obtener calidades de fibra mecánica apropiadas para usarse en libros y en otros papeles especiales.

La pasta resultante es una mezcla de haces fibrosos, fibras individuales, fibras rotas y harina de madera. El papel que se fabrica a partir de esta es suave, voluminoso y absorbente, pero débil y tiende a deteriorarse bajo el efecto de la luz solar. Sin embargo, sus propiedades son aceptables para muchas aplicaciones mientras no se requiera de permanencia del papel.

### 1.3.2.2 Pulpa química

La pulpa química, como su nombre lo indica, se produce a partir de un tratamiento químico a la materia prima que contiene las fibras vegetales. El proceso tiene la finalidad de remover la lignina de la materia prima, solamente entre el 45 a 55% de la materia prima se convierte en fibras útiles.

El propósito de la preparación química es solubilizar la lignina en el licor de tal forma que pueda ser fácilmente removida de las fibras de celulosa. La pulpa resultante cuesta más que la obtenida por el proceso mecánico, sin embargo sus propiedades físicas son mucho mejores que las de la pulpa mecánica, otra ventaja de este proceso es que la mayor parte del calor necesario en el

proceso se obtiene de la combustión de la lignina que se obtiene como residuo. El más conocido de estos procesos es el Kraft o sulfato.

### 1.3.2.3 Pulpas semiquímicas y quimimecánicas.

Estos son procedimientos intermedios que implican tanto un tratamiento químico moderado de la materia prima fibrosa para separar y degradar en cierto grado las uniones entre fibras, seguido por un tratamiento mecánico que causa la fibrilación, que separa las fibras y produce una pulpa. El rendimiento de estos procesos es de entre el 55 al 95%. Los reactivos más empleados para la cocción de la lignina son los licores del proceso al sulfato.

## 1.4 Estado del arte

### 1.4.1 Ley de potencias

En 2003 (11) Salminen estudió el proceso de fractura en papel por medio de EA, elucidando propiedades estadísticas de este proceso similares a las presentes en un terremoto. Se estudió la EA para dos mecanismos de fractura en modo I y peel-in-nip. Se analizó la morfología de los eventos, caracterizando los eventos en base a la energía de estos:  $E = \sum_j A_j^2$  y al tiempo de espera:  $\tau_i = t_{i+1} - t_i$ , encontrando una duración de eventos menor a 1 ms y tiempos de espera  $\tau$  superiores a 1 segundo. Se observó una ley de potencia del tipo Gutenberg-Richer:  $P(E) \sim E^{-\beta}$  para la energía de eventos y para los tiempos de espera una ley tipo Omori  $P(\tau) \sim \tau^{-\alpha}$ . Para el sistema en modo I se reporta una distribución  $P(E) \sim E^{-\beta}$ ,  $\beta = 1.2 \pm 0.2$ , y  $\beta = 1.7 \pm 0.2$  para el ensayo a tensión con muesca, mientras que un exponente  $\alpha = 1.0 \pm 0.1$ , para todos los valores de rapidez de carga y sin aparentes cambios en la fase de pre-fractura y en la fase de propagación de la grieta; otros exponentes (12)(13)(14) varían  $\beta = 1.2 - 1.5$ , mientras que  $\alpha$  parece tener un valor más estable cercano a 1. Los ensayos de modo peel-in-nip, resultaron en un exponente  $\beta = 2.0 \pm 0.2$ . Concluyen que el cambio en el exponente  $\beta$  está

relacionado con el tipo de ensayo, el ensayo a tensión promueve la falla de forma dispersa, mientras que el ensayo con muesca localiza el esfuerzo en la punta de la grieta y finalmente el ensayo de peel-in-nip, promueve una falla más homogénea con una distribución energética más estrecha que resulta en un exponente mayor, cercano a 2.0. (11)

En 2004 Ojala y col. (17) estudiaron el efecto de la temperatura y la velocidad de deformación en la actividad de EA, reportaron que la evolución en el tiempo y la distribución del tamaño la actividad de EA presenta una dependencia clara de la rapidez de deformación, esto parece se entiende con el trabajo hecho en 2003,2004 por los mismo autores en los que muestran la clara dependencia de las propiedades mecánicas e hidráulicas de este material con la rapidez de deformación, reportaron una ley de tipo Omori para la distribución de la razón de eventos de emisión acústica  $dN/dt$ .

Entre el 2006 y 2008 Deschanel y col. (10) (8), estudiaron la fractura en poliuretano, sabiendo que en los materiales heterogéneos la fractura en 3D implica severos eventos de ruptura a escala microscópica que ocurren como precursores de la falla macroscópica, estudiaron los parámetros de EA de estos. Encontraron que la distribución estadística de los parámetros de EA siempre es una ley de potencias, sin importar la porosidad del material, el modo de carga o las propiedades mecánicas del material (dúctil o frágil). Elucidan un comportamiento único de la energía de emisión acústica y del acumulativo de salvas o eventos de EA.

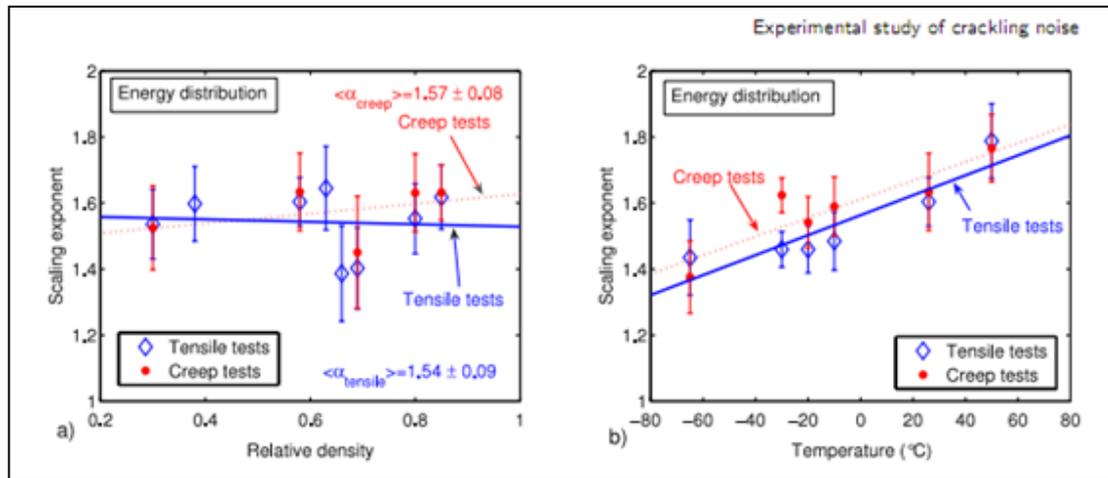


FIGURA 1. 8 EXTRAÍDA DE (8) . LOS VALORES DEL EXPONENTE  $P(E)$  PARA LOS EXPERIMENTOS DE TRACCIÓN A CARGA Y DEFORMACIÓN CONSTANTE (A) EXPONENTE PARA DIFERENTES DENSIDADES RELATIVAS A TEMPERATURA AMBIENTE ( B) EFECTO DE LA TEMPERATURA PARA UNA DENSIDAD  $0.54 \pm 0.04$

En Figura 1.8 a) se puede observar la estabilidad de los valores del exponente  $\alpha$  de energía de EA con respecto a la densidad relativa del material, para dos modos de carga. b) Densidad relativa  $0.54 \pm 0.04$ , dependencia de  $\alpha$  con la temperatura.

Para el caso de la distribución del tiempo de espera reportaron una distribución  $N(\delta t) \propto \delta t^{-\beta}$  con exponente  $\beta$  ligeramente dependiente de la densidad relativa con valores promedios  $\beta_{creep} = 1.18$   $\beta_{tensil} = 1.18$ , para los ensayos de creep (carga constante) y tensión (deformación constante) respectivamente. Los ensayos a diferentes temperaturas revelan que para los ensayos a carga constante, el tiempo de espera siempre sigue una distribución exponencial en todo el rango de temperaturas, mientras que los ensayos a deformación constante solo presentan una distribución exponencial en un cierto rango de temperaturas por encima de los  $-20$  °C.

En (15) Mallick y col. estudiaron el crecimiento subcrítico de una grieta propagada en vidrio. Por medio de EA monitorearon la dinámica de ruptura y las propiedades estadísticas de los eventos. Encontraron que el proceso de

propagación se asemeja al de los eventos post-terremoto con una llamada ley de Omori, en dónde la velocidad de eventos presenta una desaceleración respecto al tiempo  $\frac{dn}{dt} \propto t^{-1}$ . Esta ley se había observado solo en la fractura de rocas y los propios terremotos (16)(17) y aparece aquí con bastante claridad. Igual que para la dinámica, se observan propiedades estadísticas similares entre las microfisuras y los eventos post-terremoto. Para el mismo experimento, al igual que en otras investigaciones (18)(19)(8)(20) Mallick observa una ley de potencia con exponente  $P(E) \sim E^{-\beta}$   $\beta = 1.3 \pm 0.5$  y  $P(\tau) \sim \tau^{-\alpha}$   $\alpha = 1.05 \pm 0.05$ .

#### 1.4.2 Acumulativo de energía de emisión acústica.

El acumulativo de la energía de emisión acústica es una medida global que permite la estimación cuantitativa del daño ocurrido a lo largo del ensayo. Graficando en función del tiempo de ruptura, se puede describir la dinámica de la ruptura. En (8) se reporta una dinámica independiente de la heterogeneidad del material (densidad relativa) tanto para ensayos de carga o deformación constante, como se puede observar en Figura 1.9, dónde la dinámica parece no verse fuertemente alterada por la densidad relativa del material

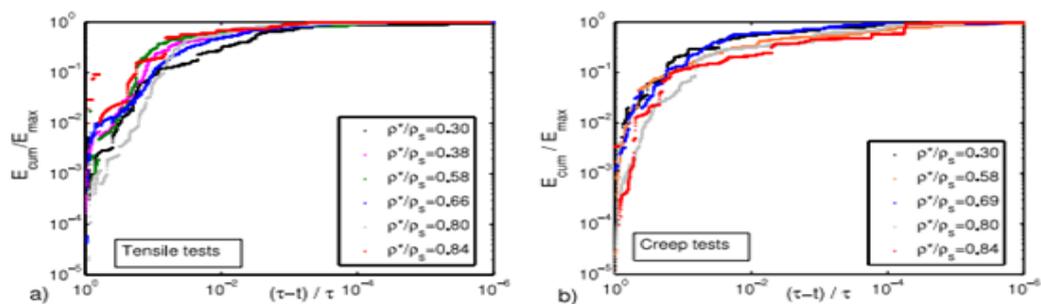


FIGURA 1. 9 ENERGÍA ACÚSTICA ACUMULADA  $E_{cum}/E_{max}$  CON RESPECTO AL TIEMPO PARA VARIAS DENSIDADES DE POLIURETANO PU A TEMPERATURA AMBIENTE PARA LOS ENSAYOS DE TRACCIÓN A CARGA CONSTANTE Y DEFORMACIÓN CONSTANTE

La dinámica de ruptura parece depender de la temperatura en el ensayo de deformación constante mientras que a carga constante se observa más un comportamiento único. Para los ensayos a deformación constante el acumulativo de la energía se acerca al máximo antes a temperaturas bajas, de lo cual concluyen que a bajas temperaturas las concentraciones de esfuerzos promueven la ruptura y la propagación aparece más rápidamente que a temperaturas altas. Sin embargo, el acumulativo de eventos o salvas  $N_{cum}/N_{max}$ , Figura 1.10, en el ensayo a carga constante tiene una forma única a diferencia de la Figura 1.9b. Lo cual permite ver cómo evolucionan respecto al tiempo los eventos, sin considerar la amplia distribución energética de estos.

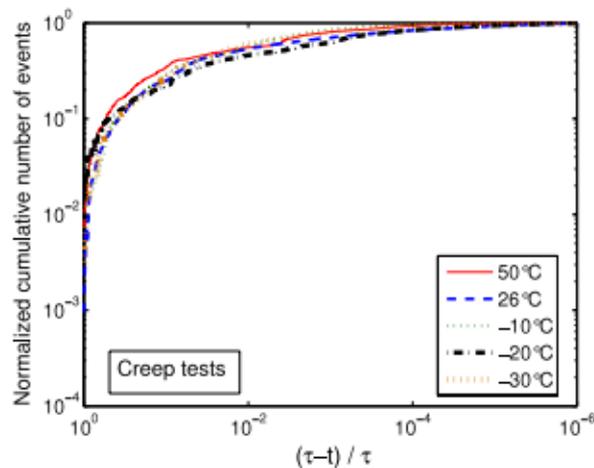


FIGURA 1. 10 ACUMULATIVO DEL NÚMERO DE EVENTOS (EA) CON RESPECTO AL TIEMPO, PARA ENSAYOS A CARGA CONSTANTE PARA PU DE DENSIDAD RELATIVA  $0.54 \pm 0.04$  A DIFERENTES TEMPERATURAS.

### **1.4.3 Mecanismos de propagación: emisión acústica**

En 2002 Valea y col (21) analizaron los mecanismos de falla por medio de la EA de la fractura de un compuesto de matriz vinil ester. Como criterio de identificación de los modelos estudiaron la morfología de las salvas considerando que el proceso de liberación de energía de un mismo mecanismo debería presentar características similares. Otros trabajos ya han confirmado esta suposición (22)(23). Identificando tres clases de salvas asociadas a tres mecanismos: agrietamiento de la matriz, decohesiones y ruptura de fibras. Según las investigaciones en el campo (24), diferentes mecanismos generan espectros con características comunes, por el propio mecanismo y por los modos de propagación de la onda. Mientras que las rupturas de fibra favorecen la propagación longitudinal con altas frecuencias, los agrietamientos favorecen la propagación del modo flexional. Así, como segundo criterio se analizó el espectro para localizar las salvas características y la evolución de los mecanismos durante el ensayo.

### **1.4.4 Crecimiento subcrítico; análisis termodinámico**

En (14) Santucci y col. estudiaron la fractura bidimensional de manera analítica y experimental, particularmente el crecimiento subcrítico de una grieta propagada en papel. Desarrollaron un modelo basándose en que la fractura subcrítica puede ser un fenómeno de activación térmica , a partir de un modelo bidimensional de resortes (2D spring network), un sistema sometido a carga externa y fluctuaciones térmicas, con una energía de activación dependiente del esfuerzo aplicado, y suponiendo que el ruido térmico induce fluctuaciones de esfuerzo que permiten la nucleación de microgrietas.

Los resultados analíticos del modelo anterior los corroboraron mediante un ensayo de tracción, en el que se observó un crecimiento intermitente de la grieta de acuerdo con la teoría de la barrera energética. La grieta permanece en reposo, hasta avanzar súbitamente una cantidad  $s$  variable, así la grieta

avanza en pasos  $s$  hasta alcanzar una longitud bien definida  $L_c$ . El experimento mostró una gran dispersión en la curva de crecimiento y el tiempo de vida, mientras que la variable  $L_c$  parece estar bien definida. Se observa que la dinámica de crecimiento es dispersa incluso para las mismas condiciones, pero al realizar un promedio sobre los experimentos, el crecimiento se describe muy bien por el modelo desarrollado.

En resumen en el ramo de emisión acústica se han realizado estudios que buscan identificar características de la EA correspondientes a los diferentes mecanismos de fracturas. En analogía entre el proceso de fractura de materiales y los terremotos, se ha demostrado que la EA de los primeros presenta propiedades estadísticas similares a los terremotos donde el tiempo de espera de los eventos y la magnitud de energía de emisión acústica tiene una distribución estadística  $P(E) = E^{-\beta}$  y los tiempos de espera entre los eventos EA tienen la forma  $P(wt) = E^{-wt}$ . Es decir, ambas variables tienen una distribución estadística del tipo exponencial donde no existe un tamaño característico del evento  $\beta$  o del tiempo de espera  $wt$ . Por otra parte otras investigaciones han mostrado que el estudio de la EA permite analizar el daño del material, se ha mostrado que tiene correlaciones con los ciclos de carga en los ensayos de fatiga, por lo que podemos decir que el acumulativo de EA puede ser una medida sencilla del daño en el material en un ensayo de fractura. Por otra parte, los experimentos de fractura bidimensional en papel (material heterogéneo) han elucidado la naturaleza discreta del crecimiento subcrítico de grietas. Se ha demostrado que la EA es un método potencial para el estudio en tiempo real del proceso de fractura o daño de un material; sin embargo hasta el momento no ha sido posible identificar visualmente en tiempo real el daño del material, para poder correlacionar los eventos de EA con el crecimiento de la grieta, en base a lo anterior se plantea la hipótesis de este trabajo, que se enuncia en el capítulo siguiente.

## 2. OBJETIVO E HIPÓTESIS

### 2.1 Hipótesis.

En la propagación de una grieta en papel es posible encontrar una correlación entre el crecimiento típico de la grieta y su emisión acústica. Además, las distribuciones estadísticas de la emisión acústica, el crecimiento de la grieta y los tiempos de espera, obedecen una ley de potencia con características de universalidad. El análisis de la estructura del papel de manera concurrente al estudio de la propagación de grietas y la EA puede permitir una mejor comprensión del fenómeno de fractura en materiales bidimensionales fibrosos.

### 2.2 Objetivo

Dilucidar las posibles relaciones entre los parámetros asociados al crecimiento subcrítico y la emisión acústica generada por una grieta al propagarse en un medio elástico cuasi bidimensional, a través del análisis estadístico de tiempos de espera, energía disipada y las longitudes características del avance típico de la grieta y de la microestructura.

### 3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El desarrollo experimental de este trabajo se puede explicar en tres etapas, la selección y caracterización del material, el ensayo mecánico, y finalmente la adquisición y análisis de imágenes y de la señal de EA. A continuación se explican a más detalle cada una de éstas.

#### 3.1 Material

Se exploraron 8 diferentes tipos de papel con características de manufactura y materia prima diferente, con la finalidad de estudiar la distribución de las fibras y la microestructura del material, para estudiar los parámetros de EA respecto a su estructura. Se inspecciono la estructura de papel revolución reciclado, papel de revista, bond, bond reciclado, kraft, matte, alrey y papel de trazado. Se selecciono papel fax (A), papel bond (B) y papel de trazado (C).

##### 3.1.1 Microscopia óptica y de barrido.

Se obtuvieron imágenes de las ocho muestras para la microestructura, la distribución de las fibras y su tamaño característico. Las imágenes fueron tomadas con un Nikon modelo Ephiplot 46075 y un JEOL modelo JSM-G510LV para microscopia óptica y de barrido respectivamente.

#### 3.2 Ensayo mecánico

Se fracturaron tres muestras de papel en un ensayo de tensión en el que se adquiere en tiempo real el crecimiento de la grieta y la emisión acústica (EA)

de la fractura. La estructura bidimensional del papel permite observar, por medio de una cámara, el crecimiento de la muesca en la fractura subcrítica. Los sensores de emisión acústica permiten adquirir la emisión que acompaña el crecimiento de la fisura.

El arreglo en el que se llevaron a cabo los experimentos consiste en un ensayo simple de tensión, en el cual se aplica carga constante a una hoja de papel con una muesca de tamaño controlado. Por medio de sensores de emisión acústica y una cámara de alta resolución se puede seguir la dinámica de crecimiento de la grieta en conjunto con la emisión acústica que acompaña el proceso de ruptura. El dispositivo consiste así en tres partes fundamentales: la máquina de tensión, la acústica y la cámara de alta resolución; a continuación se explican cada una de ellas.

### **3.2.1 Dispositivo mecánico**

El dispositivo consiste en un arreglo sencillo en el cuál se coloca la muestra de papel bajo carga, para generar así un ensayo de tensión a carga constante, la naturaleza simple del dispositivo está relacionada con la necesidad de evitar el ruido electrónico que existe en una máquina de tensión comercial tradicional. En la imagen se puede observar el arreglo experimental: (1) ubicadas en la parte superior en dirección perpendicular a las columnas que sostienen el arreglo, están las mordazas que sostienen a la muestra de forma uniforme para promover la tensión homogénea a lo largo de la muestra, (2) entre las dos mordazas se ubica un sensor de desplazamiento que permite conocer la curva de deformación durante el ensayo, (3) la carga deseada en el experimento se aplica en la parte inferior del dispositivo mediante un juego de pesas que permiten cambiar la fuerza aplicada,(4) por último la muestra se coloca con la dirección máquina perpendicular a las mordazas para que la carga se aplique paralela a la dirección de las fibras.

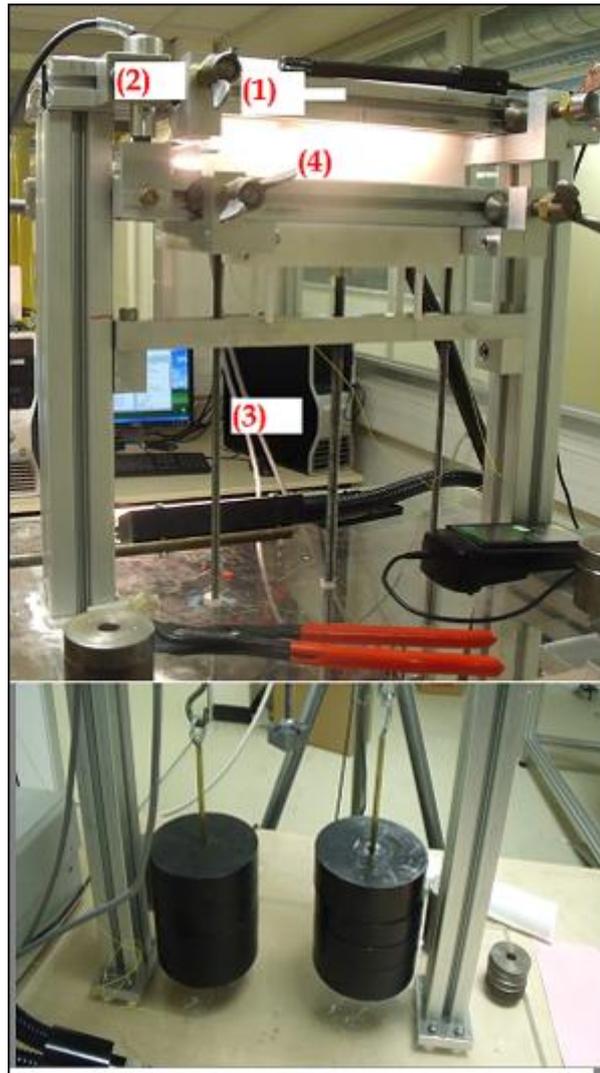


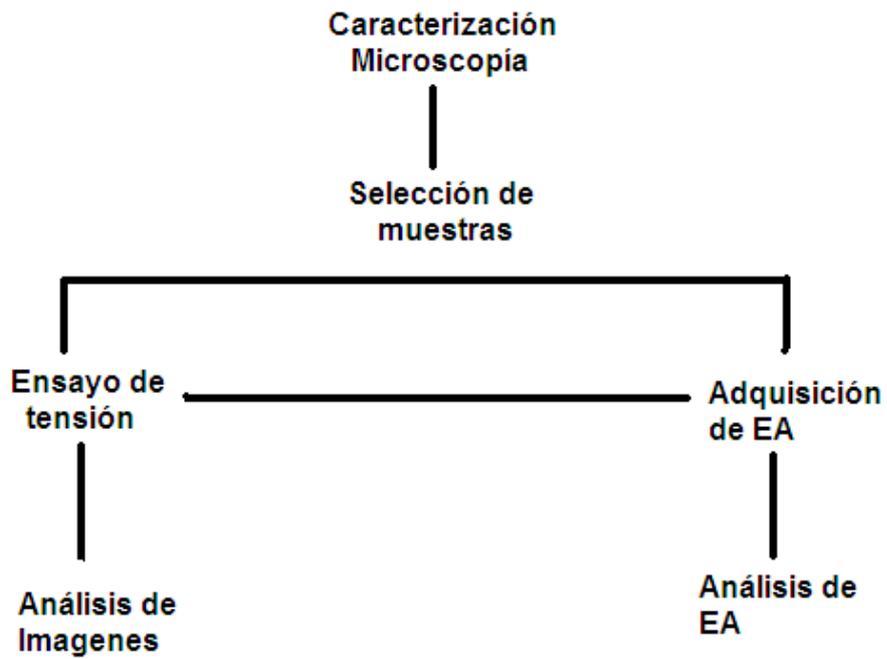
FIGURA 3. 1 DISPOSITIVO MECÁNICO.

### 3.2.2 Protocolo de carga.

En una primera etapa exploratoria, se efectuaron ensayos para las tres muestras en tres niveles de carga, cada uno para tres tamaños de muesca, Obteniendo un total de 27 condiciones diferentes, finalmente se escogieron para el análisis estadístico de este trabajo los ensayos mostrados en la Tabla 3.1.

**TABLA 1 PROTOCOLO DE CARGA PARA LOS ENSAYOS DE RUPTURA**

Muestra	Carga(Kg)	Muesca C (cm)	Repeticiones	A x B (cm)
A	20.0	4.0	12	20.9x4
A	17.4	4.5	5	20.9x4
B	23.0	5.0	7	21.6x4
B	23.0	4.5	8	21.6x4
B	22.0	5.0	7	21.6x4
B	22.0	4.5	9	21.6x4



**FIGURA 3. 2 DESARROLLO EXPERIMENTAL**

### 3.3 Análisis de datos.

### 3.3.1 Adquisición y análisis de emisión acústica

Sobre la mordaza superior (5) se encuentra suspendidos dos sensores de emisión acústica, al colocarse la muestra en tensión los sensores entran en contacto con la muestra, están colocados a una distancia de 3 centímetros entre ellos y el más cercano a la grieta se coloca sobre la punta de la muesca.

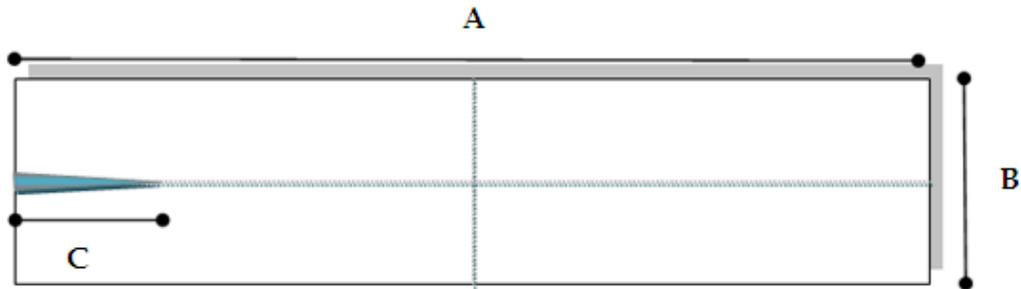


FIGURA 3. 3 ESQUEMA DE LA MUESTRA Y LAS DIMENSIONES DE ESTAS EN EL ARREGLO EXPERIMENTAL. LOS SENSORES SE ENCUENTRAN EN CONTACTO UNO ARRIBA DE LA PUNTA DE LA MUESCA SEÑALADA EN CELESTE Y EL SEGUNDO 3 CENTIMETRO ALEJANDOSE DE LA MUESCA

Los sensores permiten obtener la emisión acústica de la grieta en crecimiento, la señal pasa a través de un amplificador la señal llega a una frecuencia de adquisición de datos de 1MHz. La señal se adquiere por medio de una tarjeta Valpey Fisher VP-1093,10KHz-1Mhz, de National Instruments NI\_PCI 613.

El análisis de señal se realizó con Matlab, mediante un algoritmo basado en un análisis sencillo que “escanea” la señal y encuentra los puntos importantes para este estudio, localiza el punto inicial de la señal al cruzar el umbral, escanea alrededor de este punto y registra el máximo que alcanza la señal después de esto.

El algoritmo se basa en la lectura en bloques de la señal, escanea un bloque de un millón de puntos correspondientes a 1 segundo de señal y encuentra los puntos más importantes para este estudio. Localiza el punto en que la señal cruza el umbral de ruido, identifica el máximo valor alcanzado durante el evento, localiza el momento en que la señal regresa a la región de ruido y

con estos valores calcula: el tiempo de espera, el máximo alcanzado, el acumulativo de la energía y el numero de eventos, entre otros.

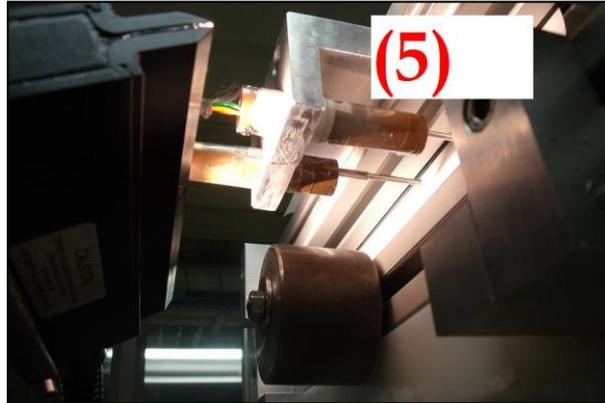


FIGURA 3. 4 SENSORES DE EMISIÓN ACÚSTICA (5)

### 3.3.2 Adquisición y análisis de imágenes

Con el fin de seguir el crecimiento de la grieta en tiempo real se tiene una cámara de alta velocidad, sin embargo la adquisición de imágenes se dio a una o dos imágenes por segundo dependiendo el caso, para experimentos largos se programo a una imagen por segundo, en experimentos dónde el tiempo de ruptura se esperaba por debajo de los 5 minutos se programo a 2 imágenes por segundo. La cámara (6) se controla mediante el programa de adquisición de la señal, lo que permite comenzar la adquisición de ambos canales de datos por medio de una señal única. La cámara utilizada es una Imper X IPX-11M5-L Resolución (4000x2672 @5 fps, Mono o Color, 8/10/12-bit data).

Mediante análisis de imágenes en Matlab, un algoritmo permite extraer los parámetros que definen la posición de la grieta en cada imagen registrada. El perfil extraído permite describir el recorrido de la grieta con buenos resultados.

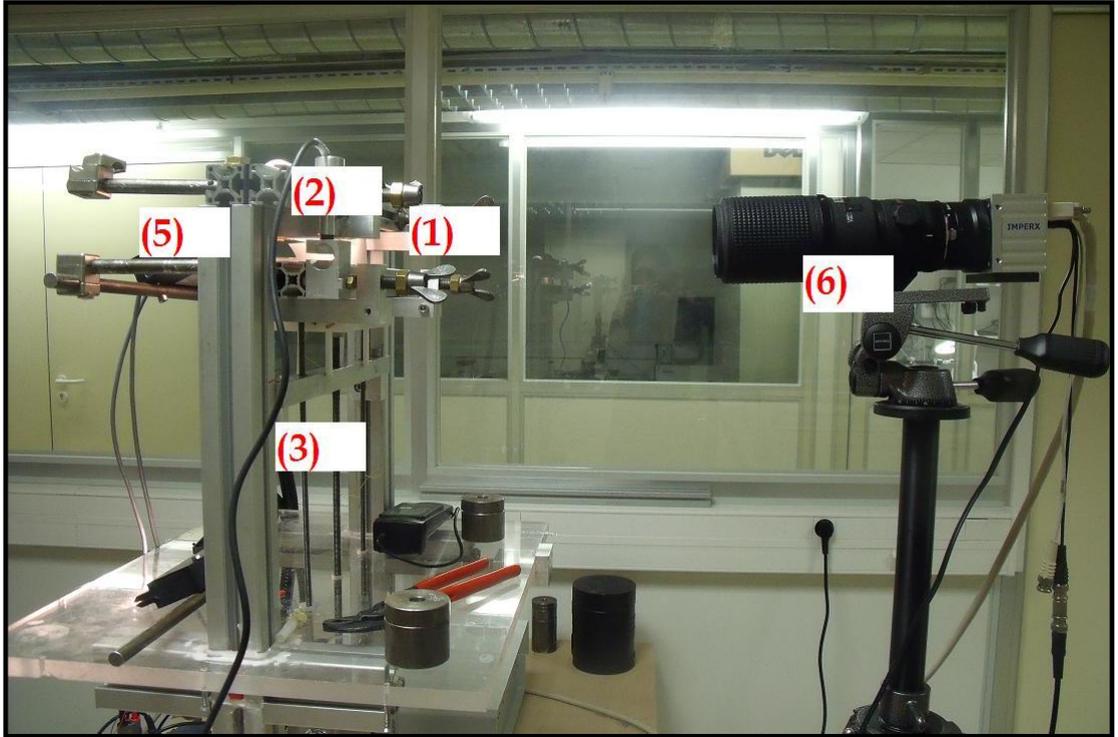


FIGURA 3. 5 IMAGEN DEL SISTEMA EXPERIMENTAL, A LA IZQUIERDA EL DISPOSITIVO MECÁNICO, A LA DERECHA LA CÁMARA.

## 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se resumen los resultados de la caracterización por microscopía y de los ensayos de fractura realizados. Primero se muestran los resultados de MEB para observar las diferencias estructurales en el material. La segunda parte refiere al ensayo de fractura, donde se analizan los resultados obtenidos del ensayo, la dinámica de crecimiento de la grieta en base al monitoreo de la EA y la propagación de la grieta y por último se reportan los datos estadísticos que definen a las variables del tamaño típico del avance de la grieta  $s$ , la energía del evento  $E$  y los tiempos de espera entre eventos.

### 4.1 Microscopía óptica y de barrido

Las imágenes fueron tomadas con un Nikon modelo Epiaphot 46075 y un JEOL modelo JSM-G510LV para microscopia óptica y de barrido respectivamente.

#### 4.1.1 Revolución reciclado

Las Figura 4. 1 y Figura 4. 2 muestran una distribución amplia del tamaño de fibra, se encontraron fibras de  $5.37 \mu\text{m}$  hasta  $28.03 \mu\text{m}$ , con un promedio de  $15.409$  y una desviación estándar de  $7.99$  lo mismo se observó en el resto de la muestra. Se observa la presencia de material no celulósico en forma de partículas. Respecto al largo de las fibras se pudo observar una longitud característica de  $1 \text{ mm}$  o más, como se puede observar en figura anterior. Las imágenes del microscopio óptico hacen notar la diferencia de densidades en el material, además cabe mencionar que la estructura fibrosa queda al descubierto fácilmente.

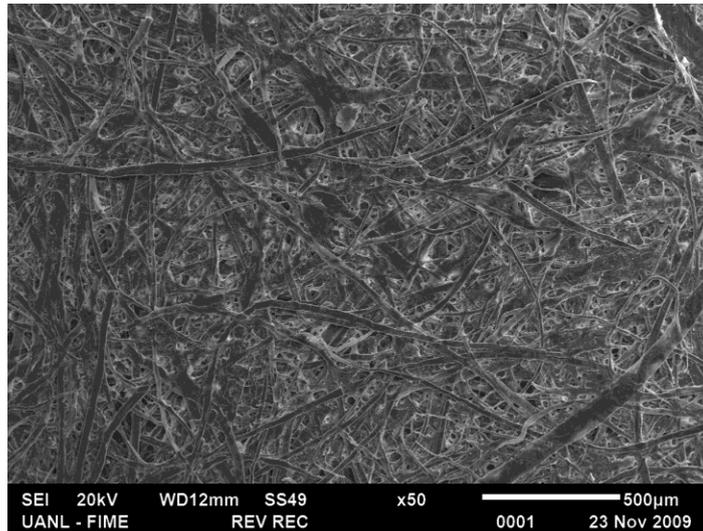


FIGURA 4.1 PAPEL REVOLUCIÓN RECICLADO 50X

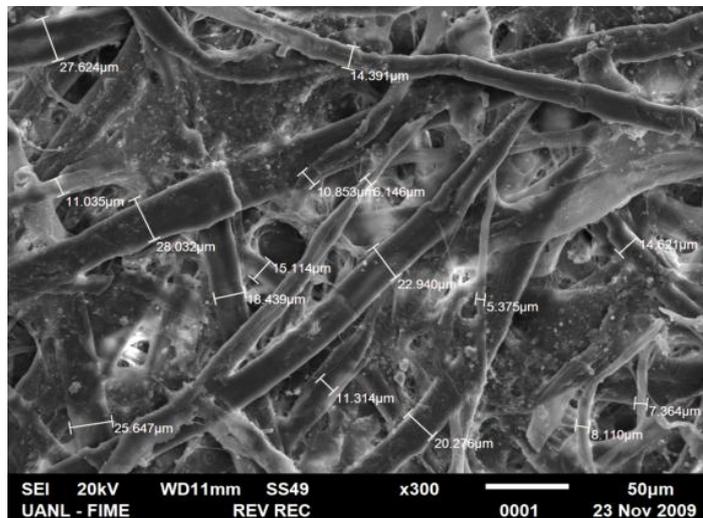


FIGURA 4.2 PAPEL REVOLUCIÓN RECICLADO 300X

#### 4.1.2. Papel revista

La muestra se tomo de una revista comercial. El papel revista es un papel especial de primera calidad, con acabados finales que le dan lisura y brillo a las caras del papel. Las imágenes del MEB permiten ver el acabado de las hojas. La red de fibras no es observable, sin embargo se identifican algunas fibras individuales.

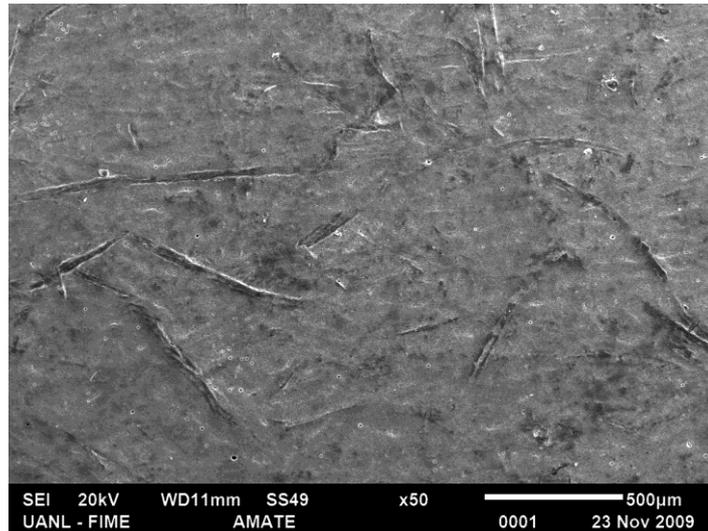


FIGURA 4. 3 PAPEL REVISTA 50X

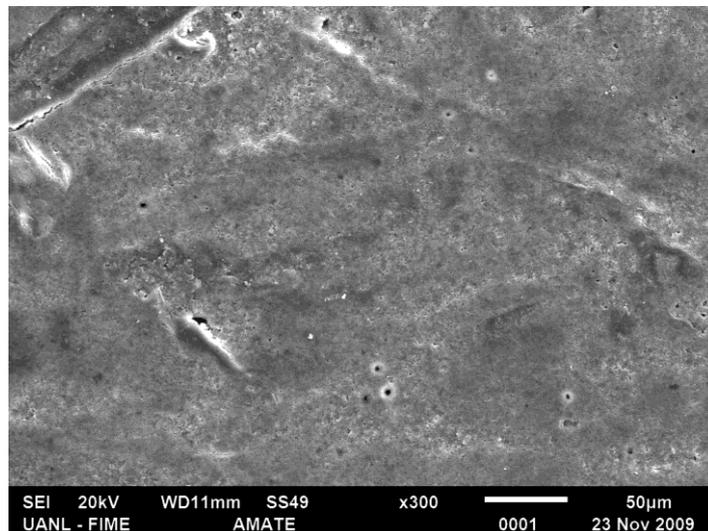


FIGURA 4. 4 PAPEL REVISTA 300X

#### 4.1.3 Papel bond

La Figura 4. 5 hace notar la estructura porosa del material. En Figura 4. 6 se realizaron mediciones sobre el diámetro de las fibras encontrando valores desde los 6.667 μm hasta los 34 μm con un promedio de 18.1679 μm y una desviación estándar de 7.77 μm para 20 mediciones.

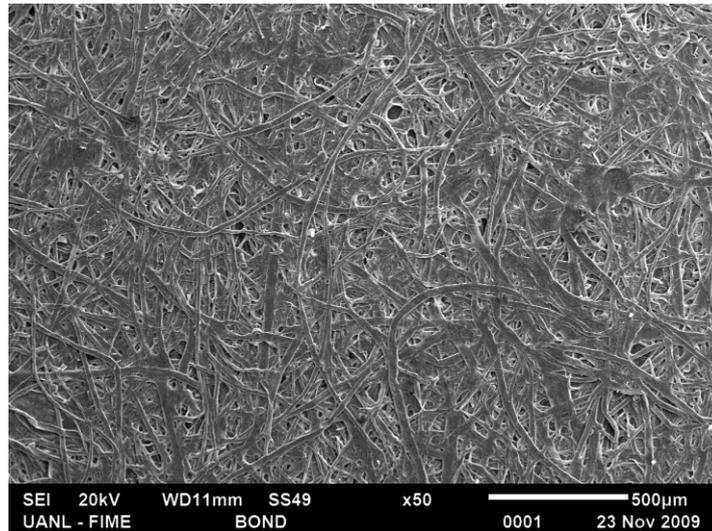


FIGURA 4. 5 PAPEL BOND 50X

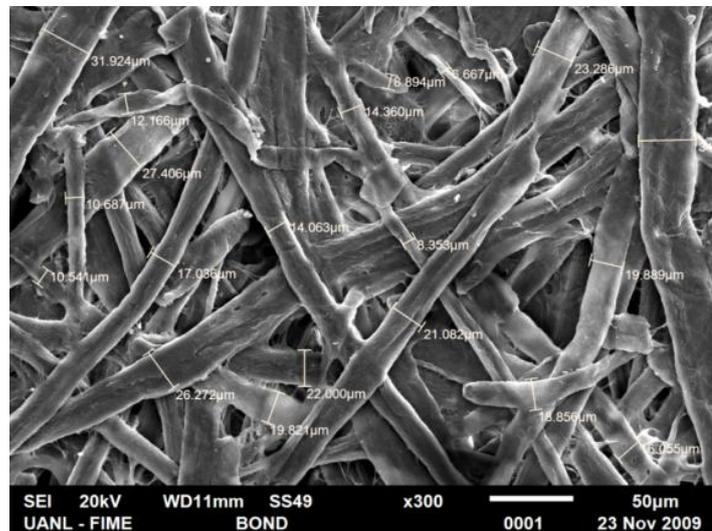


FIGURA 4. 6 PAPEL BOND 300X

#### 4.1.4 Papel Kraft

Este tipo de papel comercial es elaborado por el método Kraft sin blanqueo. Se observa anisotropía en las fibras. Se observan las uniones entre fibras, se encontraron fibras desde 22.980  $\mu\text{m}$  hasta 42.005  $\mu\text{m}$ ., con un promedio de 34.307  $\mu\text{m}$  y una desviación estándar de 6.282  $\mu\text{m}$ .

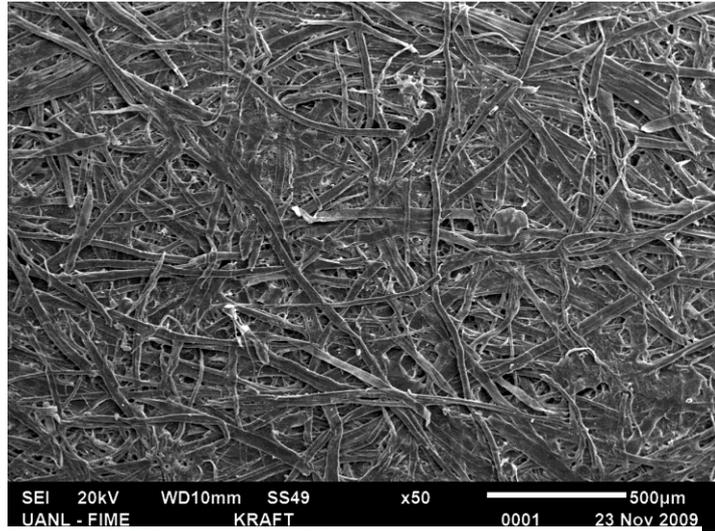


FIGURA 4. 7 PAPEL KRAFT 50X

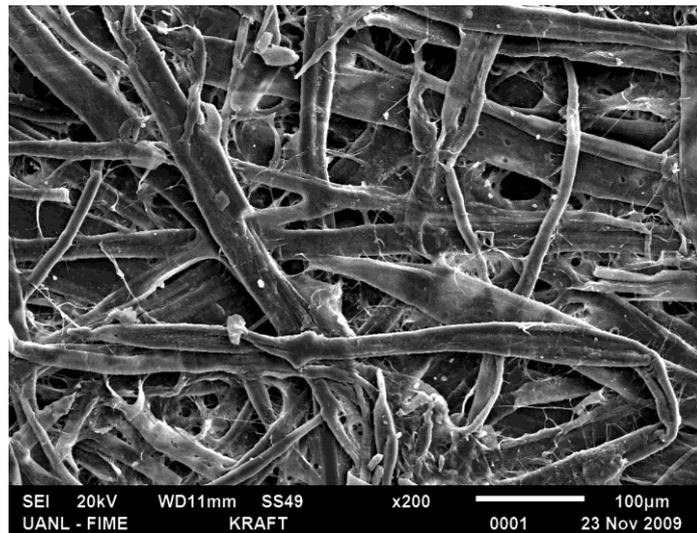


FIGURA 4. 9 PAPEL KRAFT 200X

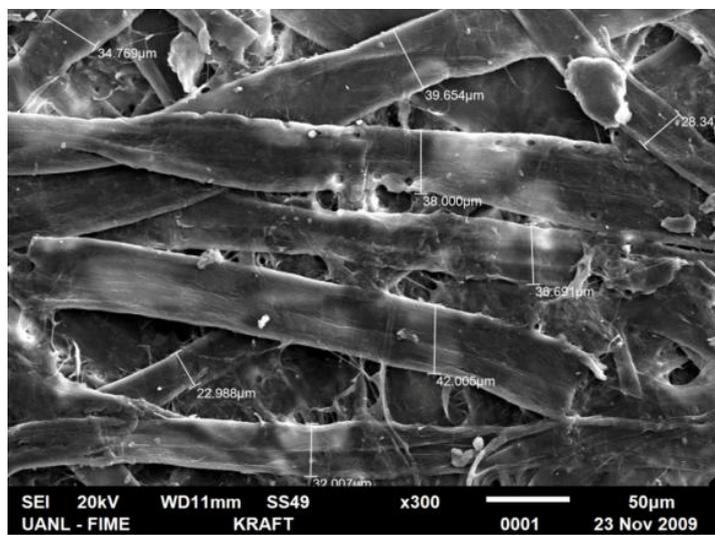


FIGURA 4. 8 PAPEL KRAFT 300X

#### 4.1.5 Papel Matte

En la Figura 4. 10 se puede observar la estructura que conforma la matriz. Las imágenes del microscopio óptico repiten la orientación observada en SEM en donde en general las fibras parecen estar distribuidas de forma aleatoria. Se encontró un tamaño mínimo de  $2.749\ \mu\text{m}$  y un máximo de  $25.966\ \mu\text{m}$  en el diámetro de las fibras con un promedio de  $13.766\ \mu\text{m}$  y una desviación estándar de  $6.344\ \mu\text{m}$ . En cuanto al largo de las fibras se puede observar que son por lo menos de un largo de 1.5 mm.

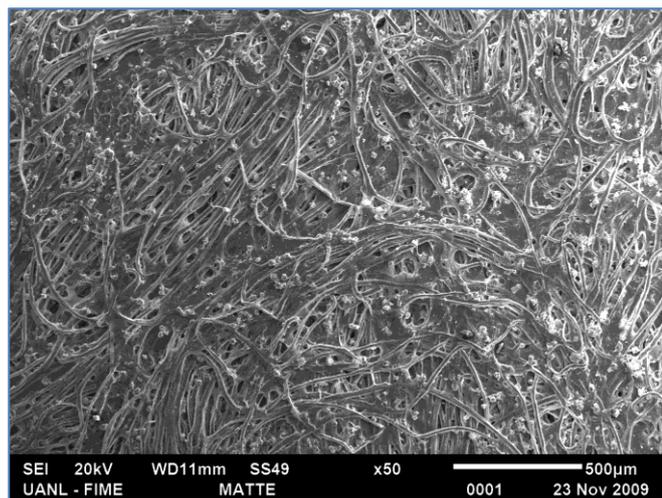


FIGURA 4. 10 PAPEL MATTE 50X

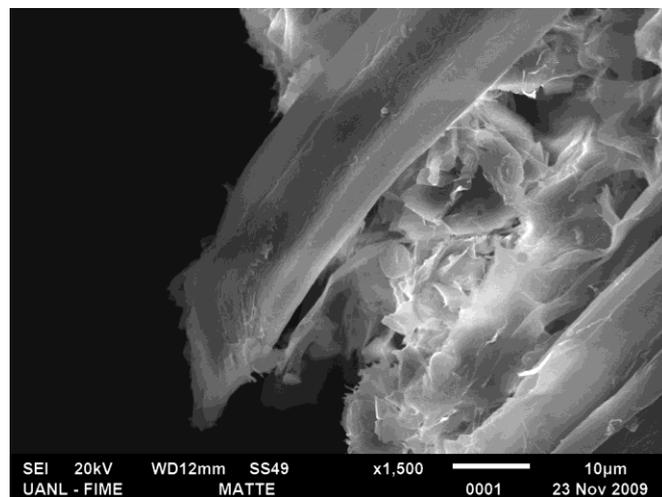


FIGURA 4. 11 PAPEL MATTE 1500X

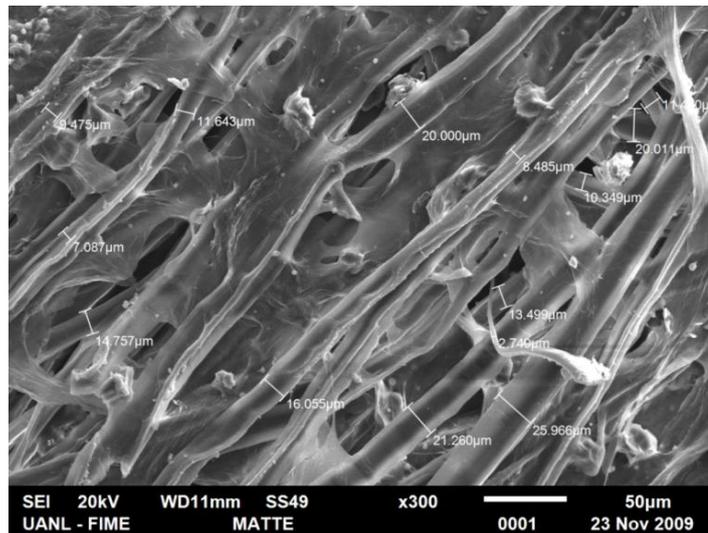


FIGURA 4. 12 PAPEL MATTE 300X

#### 4.1.6 Rec Bond

En la Figura 4. 13 se observa una panorámica de la estructura de este papel, se ven zonas porosas, un tamaño de fibra relativamente regular y una orientación al azar. A mayor amplificación Figura 4. 14, se comienzan a ver las impurezas del material propias de un papel reciclado y se observa en esta zona la dirección de las fibras. Se observan listones y manojos de fibras que se unen para formar fibras de mayor diámetro. La muestran las uniones entre fibras, las terminaciones de la fibra se conectan con las fibras más cercanas, asimismo se observa cómo entre fibras alineadas se dan uniones que llegan a alinear a dos fibras en una sola. Tamaños de 6.146  $\mu\text{m}$  hasta 20.928  $\mu\text{m}$  con una media de 13.53  $\mu\text{m}$  y una desviación de 4.14  $\mu\text{m}$ .

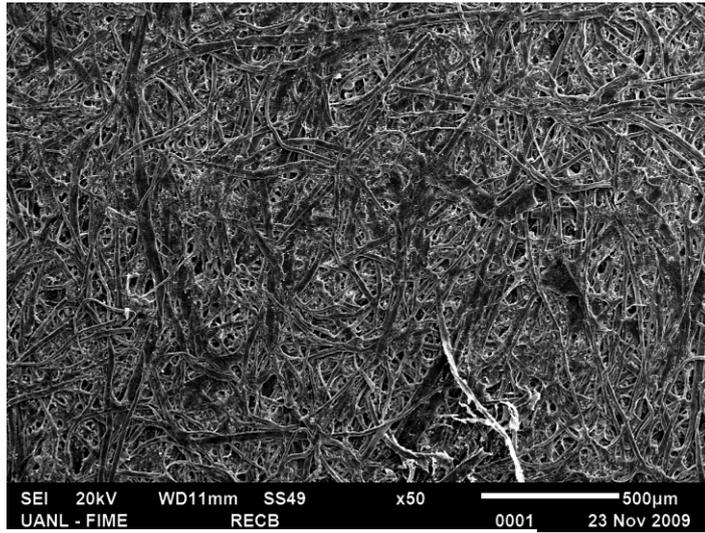


FIGURA 4. 13 PAPEL RECICLADO BOND 50X

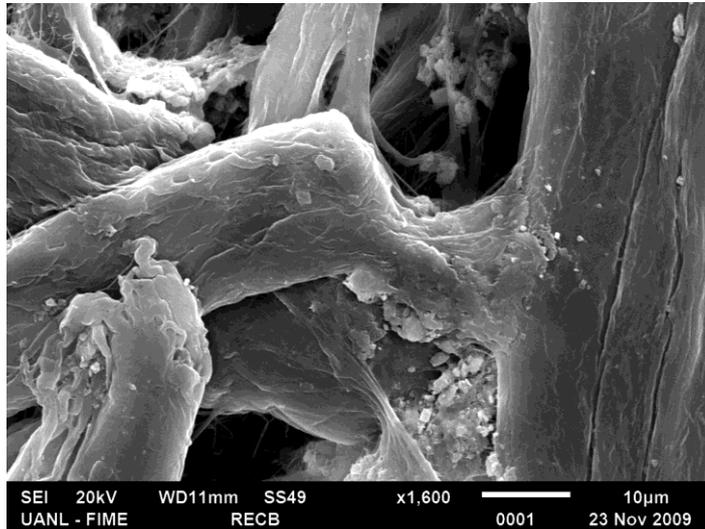


FIGURA 4. 15 PAPEL RECICLADO BOND 1600X

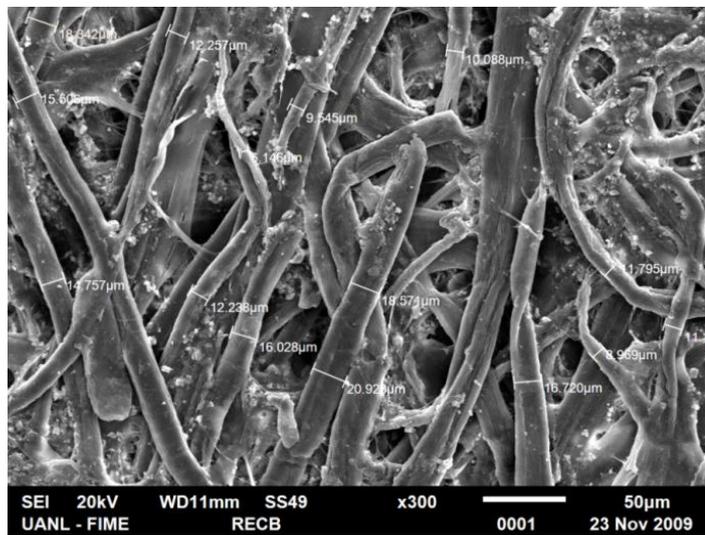


FIGURA 4. 14 PAPEL RECICLADO BOND 300X

#### 4.1.7 Papel Alrey

Se obtuvo un valor promedio de  $14.66 \mu\text{m}$  para la muestra Alrey 1-2 con valores desde  $5.33 \mu\text{m}$  hasta los  $24.44 \mu\text{m}$  y una desviación estándar de  $6.53 \mu\text{m}$ .

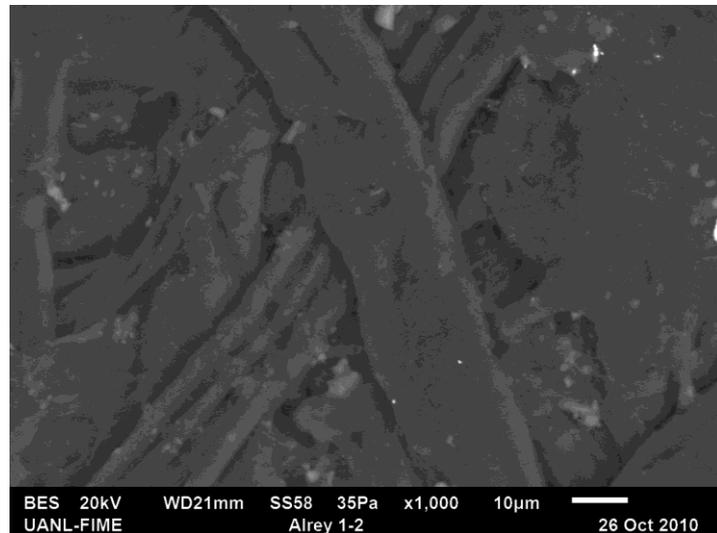


FIGURA 4. 17 PAPEL ALREY 1000X

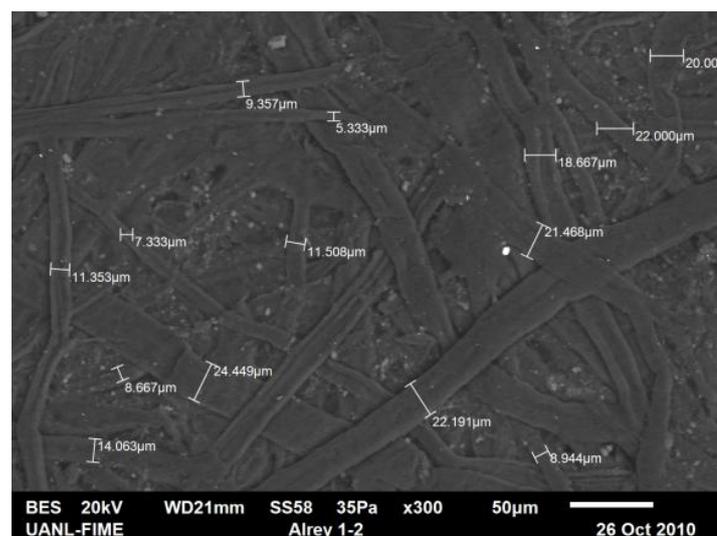


FIGURA 4. 16 PAPEL ALREY 300X

#### 4.1.8 Papel de trazado.

El papel de trazado, también conocido como papel calca o *tracing paper* se produce a partir de un tratamiento químico al papel bond. Por la estructura observada en la microscopía se evidencia que el tratamiento químico tiene un efecto sobre la fibra del material. Las imágenes de microscopía óptica corroboran la estructura fibrosa del papel, en la zona de fractura quedan al descubierto las fibras de la estructura. Las imágenes del MEB muestran zonas donde es observable la estructura fibrosa original.

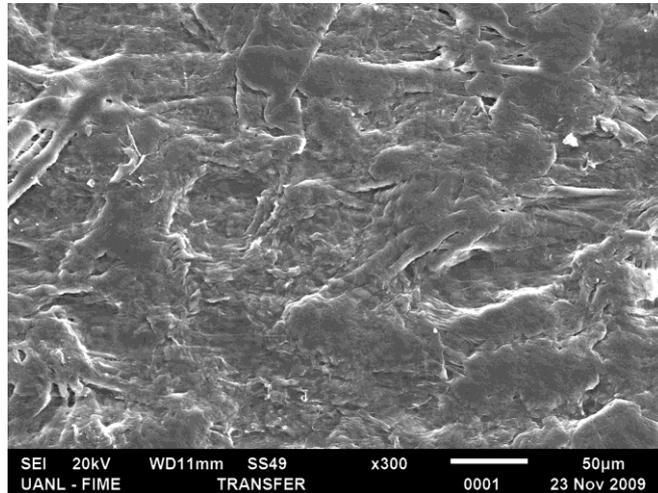


FIGURA 4. 18 PAPEL TRAZADO 300X

#### 4.1.9 Selección final

Se escogieron muestras de papel bond, papel Alrey y papel de trazado para encontrar posibles diferencias en la señal de emisión acústica causadas por diferencias en la micro estructura del material.

En la ruptura de papel existen tres mecanismos de propagación, "*fiber-fiber*", *pull out* , *matrix fiber*. Se ha encontrado que en diferentes materiales las características de los eventos de emisión acústica varían, lo que se atribuye a las diferencias en la microestructura del material.

El papel bond parece tener una estructura más limpia respecto a cualquier papel reciclado tal y como se esperaba, además de mostrar una distribución más estrecha de entre todas las muestras. El papel Alrey se estudió para comparar sus resultados con estudios anteriores(25)(26)(8) sobre este mismo material. En adelante, las muestras de papeles Alrey, bond y de trazado se identifican como muestras A, B y C, respectivamente.

En este trabajo se estudia la diferencia en la señal obtenida de las tres muestras en la búsqueda de diferencias que permitan ser atribuidas a la microestructura o heterogeneidades del material. Mientras que el papel Bond y Alrey presentan una estructura claramente fibrosa, el material llamado de trazado tiene una estructura muy diferente, esta diferencia representa un factor importante para el mecanismo de propagación de la grieta, aquí probablemente los tres mecanismos mencionados anteriormente no compitan entre sí, sino se encuentre un mecanismo único de propagación, pues no parece existir una zona clara de fibras o matriz. Bajo la suposición de la presencia de un único mecanismo de propagación o tres mecanismos que compite se espera encontrar evidencia de esto en la señal de EA.

## 4.2 Ensayo de ruptura.

### 4.2.1 Análisis de la emisión acústica y el crecimiento de grieta.

La Figura 4.19 muestra el perfil típico de una grieta, la imagen superior representa la grieta a un tiempo  $t=4781$  segundos durante el crecimiento controlado en un experimento de 5700 segundos. En ambas imágenes se observa una zona plástica que es de 0.27 cm para la primera imagen y de 0.51 cm antes de la fractura total, esto representa el 11% y el 8.1% del crecimiento total de la grieta respectivamente. Para todas las imágenes de C se encuentra esta misma zona plástica y su longitud respecto a la longitud alcanzada por la grieta disminuye mientras se acerca a la ruptura. Para esta muestra la longitud relativa de esta zona es del 57% , 56%, 17%,14%,11%,8.1% para los tiempos  $t=50s$ ,  $t=100s$ , $t=2000s$ , $t=3000s$ , $t=4781s$ , $t=5170s$ , respectivamente. La última imagen Figura 4.19 (d) muestra un acercamiento a la zona de proceso. El algoritmo se basa en un umbral de color que establece para obtener un perfil como el obtenido en (b) en esta imagen se puede observar como La imagen (B) y (C) representa el perfil obtenido al segundo antes de la ruptura total por medio de la cámara y esta misma imagen sobreponiendo el perfil obtenido mediante el algoritmo de MATLAB. La imagen muestra una grieta de 4.13 cm. Se puede observar que el perfil se sobrepone bien al perfil real de la grieta. El algoritmo considera la punta de la grieta como el final de la zona de proceso, considerada como la parte oscura al final de la grieta. Solo en la muestra C es observable esta zona de proceso, debido a la mayor plasticidad del material. Mientras que en A, es observable en algunas ocasiones grietas secundarias ajenas a la grieta principal (la grieta que crece a partir de la muesca) y que finalmente se unen para crecer con esta.

La Figura 4.20 y Figura 4.21 muestran la dinámica de crecimiento de la grieta para las muestras A y C respectivamente. Se observa un crecimiento escalonado, con una aceleración al inicio del proceso de fractura una zona de crecimiento controlado, donde la rapidez de ruptura parece constante y una zona crítica de crecimiento como señal de la fractura inminente. Esta dinámica va acorde al modelo FBM donde la aceleración al inicio del proceso de fractura representa el proceso acelerado de ruptura de un numerosas fibras con baja resistencia hasta llegar a un punto donde las fibras presentes tienen una resistencia a la ruptura más homogénea que permite el crecimiento escalonado de la grieta, finalmente el numero de fibras presentes es muy bajo y la avalancha de crecimiento se presenta como antesala a la ruptura final.

En los siguientes gráficos no es posible observar un comportamiento único, la curva parece reproducirse cualitativamente, mas no se repite cuantitativamente para cada muestra. Otros trabajos (26) (9) mostraron este comportamiento disperso en el mismo material, observando que al realizar un promedio de estas curvas se encuentra un comportamiento único predicho por un modelo térmicamente activado (29) (30). De la comparación entre la Figura 4. y Figura 4.19 se concluye una clara dispersión en la dinámica del crecimiento de la grieta para A en comparación con la muestra C donde ambas figuras muestran gran dispersión entre muestra y muestra, sin embargo, es notorio que para el papel C la dispersión es menor en comparación a A.

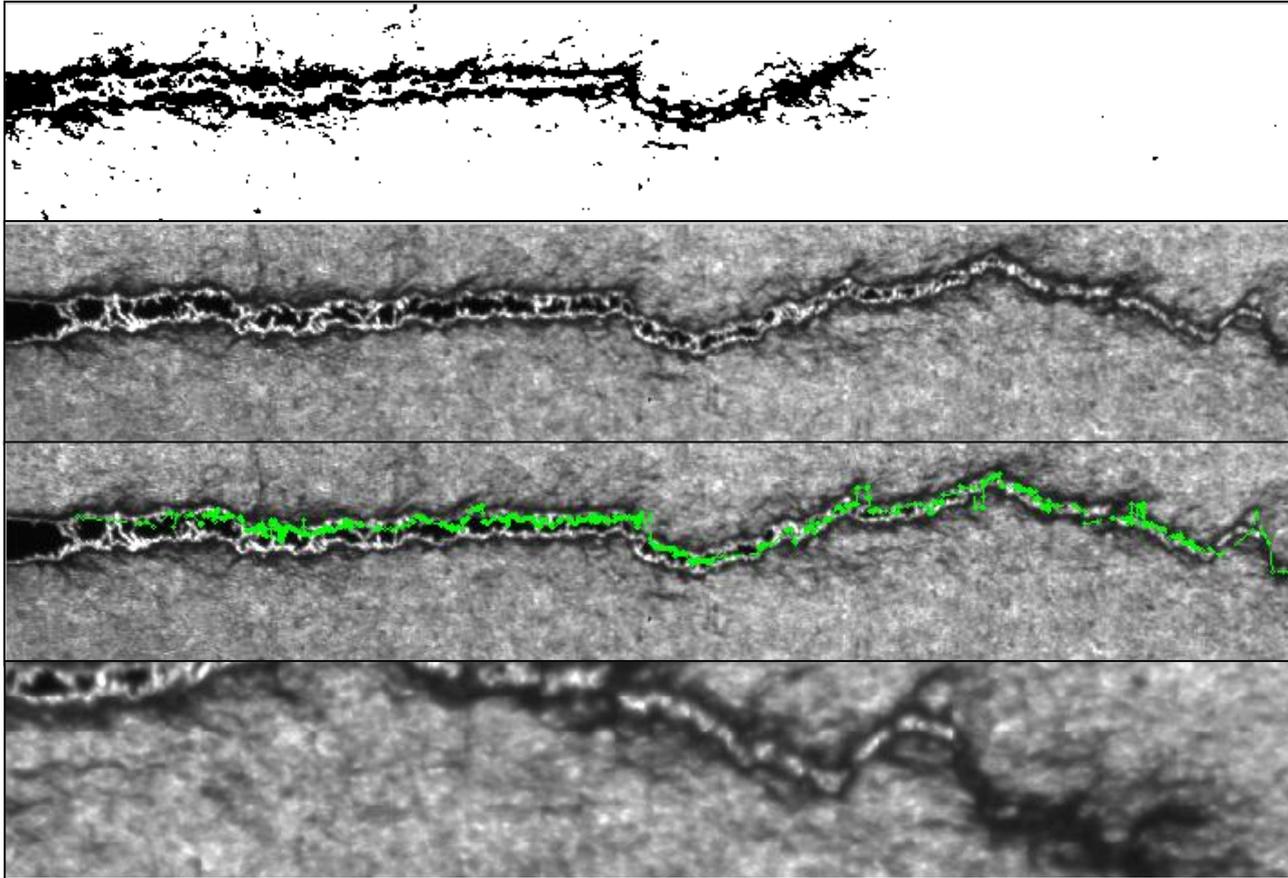


FIGURA 4. 19 LA FIGURA SUPERIOR(A) REPRESENTA UN PERFIL TÍPICO DE LA GRIETA C UNA VEZ EXTRAIDO EL FONDO NEGRO DE LA GRIETA. (B) PERFIL DE LA GRIETA (C) PERFIL REAL DE LA GRIETA Y LA LINEA VERDE INDICA EL PERFIL OBTENIDO MEDIANTE MATLAB (D) LA IMAGEN ES UN ACERCAMIENTO DE LA ZONA PLASTICA QUE SE OBSERVA EN ESTA MUESTRA OBTENIDO MEDIANTE MATLAB TOMA EN CONSIDERACIÓN ESTA ZONA COMO LA PUNTA DE LA GRIETA COMO SE PUEDE VER EN LAS IMÁGENES.

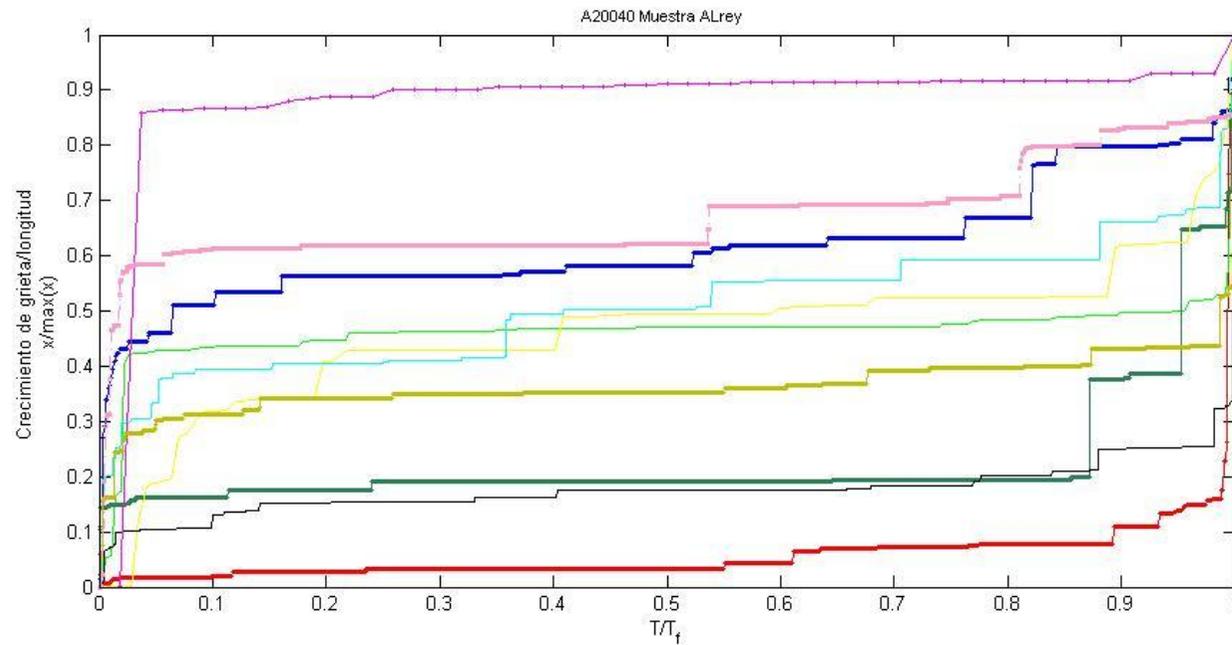


FIGURA 4. 19 MUESTRA PAPEL ALREY 20KG CARGA 4.0 CM MUESCA. 10 EXPERIMENTOS. LA FIGURA MUESTRA EL ACUMULATIVO DEL CRECIMIENTO DE LA GRIETA ( $x$ ) . EL EJE Y REPRESENTA LA PROPORCIÓN DEL  $x$  Y LA LONGITUD MÁXIMA ALCANZADA POR LA GRIETA ANTES DE LA RUPTURA RÁPIDA. EL EJE X REPRESENTA LA PROPORCIÓN DEL TIEMPO Y EL TIEMPO TOTAL PARA CADA EXPERIMENTO.

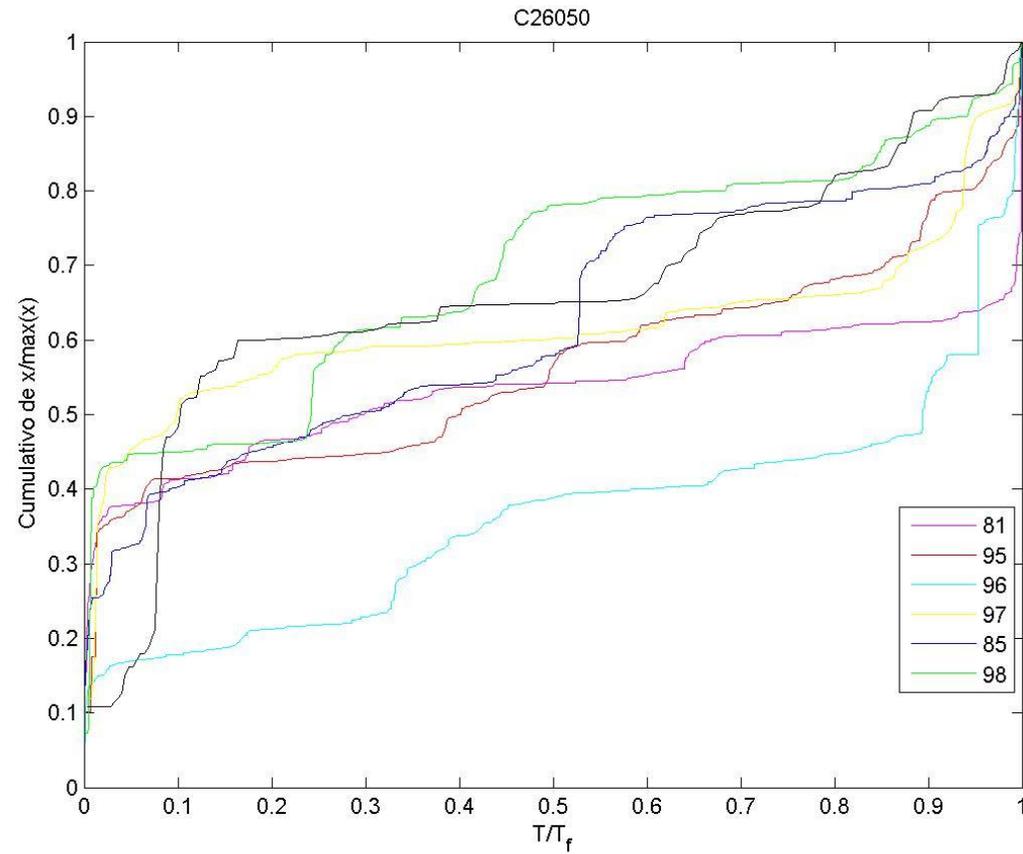


FIGURA 4. 20 MUESTRA PAPEL TRAZADO 26KG CARGA 5.0 CM MUESCA. 6 EXPERIMENTOS. LA FIGURA MUESTRA EL ACUMULATIVO DEL CRECIMIENTO DE LA GRIETA (x) . EL EJE Y REPRESENTA LA PROPORCIÓN DEL X Y LA LONGITUD MÁXIMA ALCANZADA POR LA GRIETA ANTES DE LA RUPTURA RÁPIDA. EL EJE X REPRESENTA LA PROPORCIÓN DEL TIEMPO Y EL TIEMPO TOTAL PARA CADA EXPERIMENTO.

La Figura 4.19 y 4.20 muestran los acumulativos de la EA de las muestras A y C respectivamente. La emisión acústica elucidada el comportamiento escalonado de la variable al igual que el crecimiento de la grieta. No se observa un comportamiento único, pero la forma de la curva es reproducible.

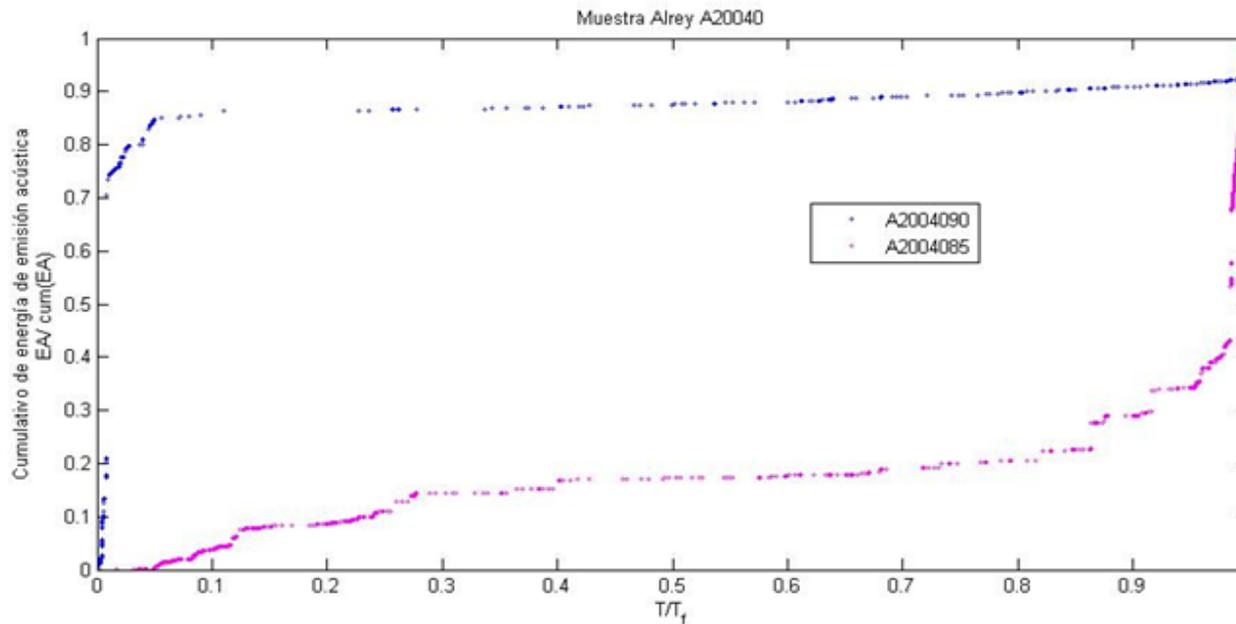


FIGURA 4. 20 EL GRÁFICO MUESTRA EL ACUMULATIVO DE LA EMISIÓN ACÚSTICA PARA DOS EXPERIMENTOS DE LA MUESTRA A CON 20 KG DE CARGA, UNA MUESCA DE 4 CM. SE PUEDE VER EL CRECIMIENTO ESCALONADO DEL CUMULATIVO DE EA. SE VE QUE EL CRECIMIENTO CUANTITATIVAMENTE NO ES REPRODUCIBLE EN LAS DOS MUESTRAS, EL CRECIMIENTO DE LA EA NO INCREMENTA DE LA MISMA MANERA EN AMBAS MUESTRAS.

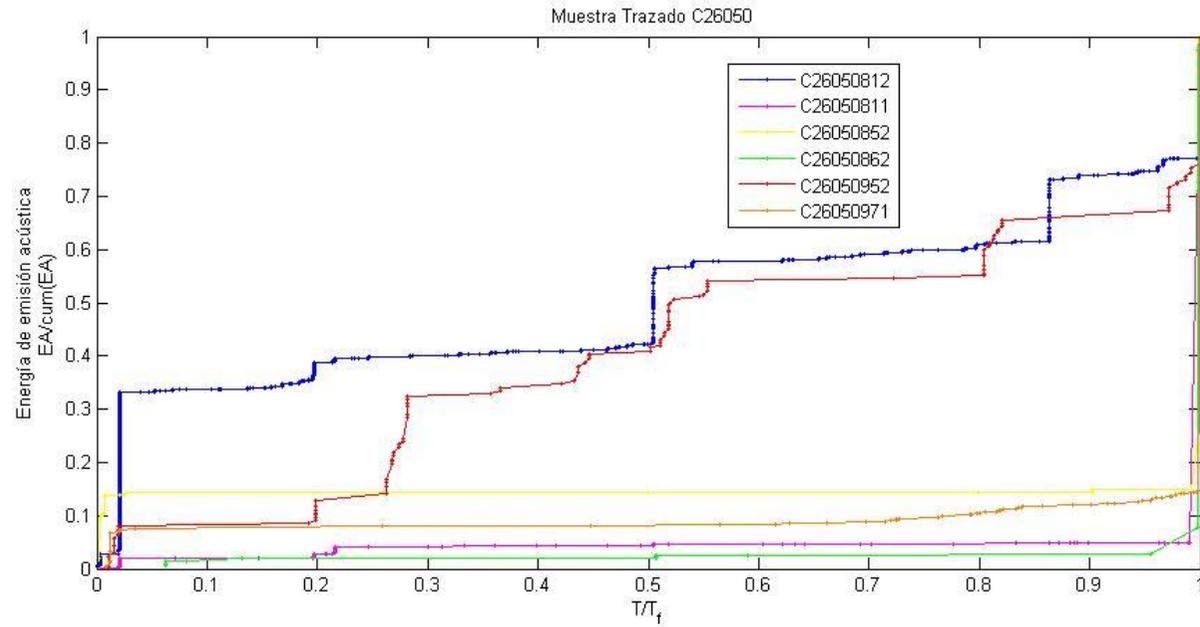


FIGURA 4. 21 EL GRÁFICO MUESTRA EL ACUMULATIVO DE LA EMISIÓN ACÚSTICA PARA DOS EXPERIMENTOS DE LA MUESTRA C CON 26 KG DE CARGA, UNA MUESCA DE 5 CM. SE PUEDE VER EL CRECIMIENTO ESCALONADO DEL CUMULATIVO DE EA. SE VE QUE EL CRECIMIENTO CUANTITATIVAMENTE NO ES REPRODUCIBLE EN LAS DOS MUESTRAS, EL CRECIMIENTO DE LA EA NO INCREMENTA DE LA MISMA MANERA EN AMBAS MUESTRAS.

#### 4.2.2 Correlación de crecimiento de grieta y emisión acústica.

A continuación se muestran gráficos de la correlación entre la emisión acústica y el crecimiento de la grieta para algunos experimentos individuales correspondientes a las muestras A y C. Las líneas identificadas como crecimiento  $X$ , representan el avance de la grieta y muestran el acumulativo del crecimiento de la grieta respecto a la longitud máxima alcanzada por la grieta, los datos en la cámara se adquieren por segundo, cada punto representa la posición de la grieta en el tiempo normalizado tiempo/tiempo final. La línea Emisión Acústica representa el crecimiento del acumulado de la EA respecto al tiempo, los datos se adquieren cada segundo y el valor del eje Y representa la razón entre el acumulativo de la energía de emisión acústica y la energía total acumulada al final del experimento. Una tercera línea se obtiene de los datos de EA, los puntos representan el número de eventos observados respecto al tiempo sin considerar la energía de estos, esta línea permite observar cómo evoluciona el número de eventos respecto al tiempo independientemente de la energía de estos. Por último la línea verde representa la lectura del sensor de desplazamiento. Todas las gráficas están normalizadas.

En las Figura 4.23 - 4.26, los saltos verticales en la curva de EA representan la presencia de eventos y la magnitud de estos se relaciona con la energía correspondiente. Por otra parte, en las curvas de crecimiento en  $X$ , los avances verticales de la punta de la grieta representan el avance óptico de la grieta. Se esperaba encontrar que para cada evento en  $X$  se encontrara su correlación en la curva de eventos de emisión acústica. Se encuentra lo siguiente: ambas curvas parecen proyectar la misma dinámica de crecimiento de forma cualitativa, la zona de la aceleración el inicio del experimento y del crecimiento controlado dónde la razón de crecimiento parece constante de la grieta congenian claramente en las dos curvas. Por otra parte no se detectan eventos de EA para todos los puntos en los que la grieta avanza, dado que sabemos (revisión óptica) que la grieta creció y por principio debe existir EA

proveniente de la propagación de la grieta, se considera que debido a fallas en el sistema de adquisición de EA, no todos los eventos de EA son debidamente obtenidos, sin significar que no existieran. Incluso en los lapsos donde se puede encontrar un crecimiento de la grieta y un grupo de eventos de EA correspondientes al avance de  $X$ , no se ve una correlación cuantitativa entre la cantidad que aumenta el acumulativo de la emisión acústica.

La señal de emisión acústica y la cámara parecen tener un desfase no cuantificado respecto al momento en que inicia el conteo de ambas variables.

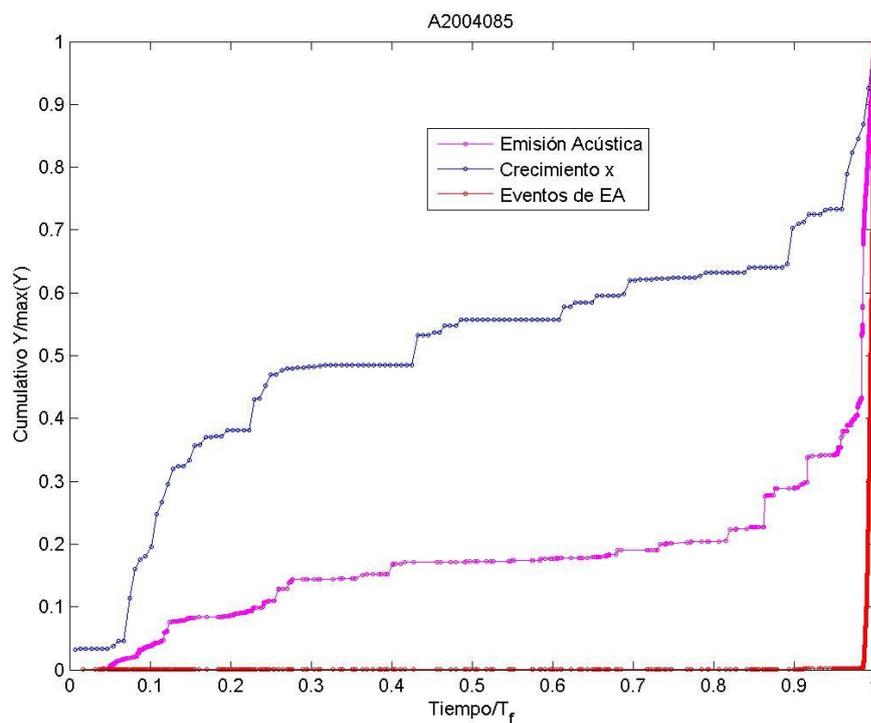


FIGURA 4. 22 MUESTRA A 20KG CARGA Y 4 CM MUESCA. ACUMULATIVO DE LA EMISIÓN ACÚSTICA CON EL CRECIMIENTO DE LA GRIETA X.

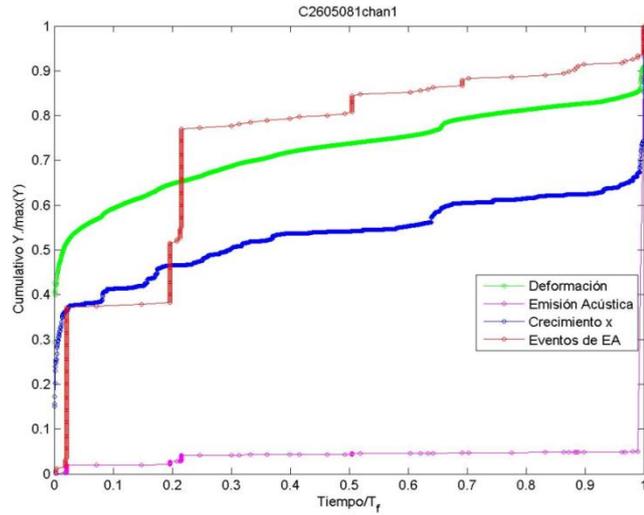


FIGURA 4. 23 MUESTRA C, 26 KG CARGA, 5 CM MUESCA. ACUMULATIVO PARA EA Y CRECIMIENTO DE LA GRIETA. LOS EJES ESTAN NORMALIZADOS PARA CADA VARIABLE.

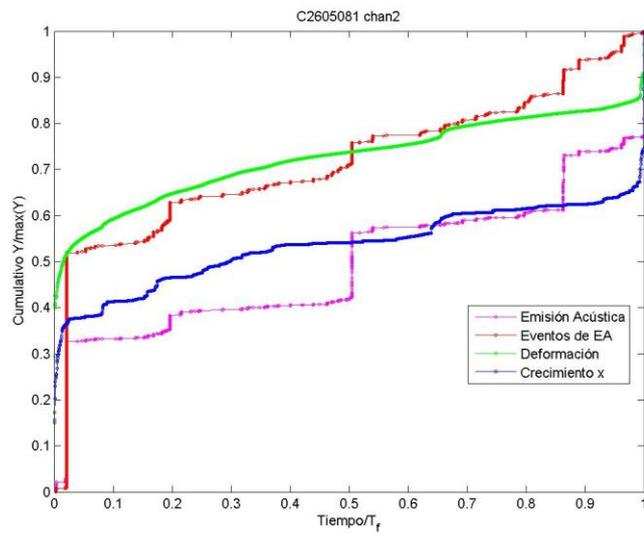


FIGURA 4. 24 MUESTRA C, 26 KG CARGA, 5 CM MUESCA. ACUMULATIVO PARA EA Y CRECIMIENTO DE LA GRIETA. LOS EJES ESTAN NORMALIZADOS PARA CADA VARIABLE.

### 4.2.3 Ley de Potencias

#### Muestra A

TABLA 2 EXPONENTES PARA LA LEY DE POTENCIAS MUESTRA A

Muestra A	Avance grietas	Energía EA	Tiempo espera grieta $w_{TEA}$	Tiempo espera EA. $w_s$
A2004079	-1.4	*	*	-1.8
A2004081	-1.4	-1.7	-1.6	-1.5
A2004082	-1.3	-1.9	-1.6	-1.3
A2004084	-1.3	*	*	-1.6/-1.4
A2004085	-1	-1.8	-2.4	-1.5
A2004089	-1.5	*	*	-1.8/-1.4
A2004090	-1.7	-1.8	-1.5	-0.86
A2004095	-1.4	*	*	-1.4/-1.5
A2004096	-1.3	*	*	-1.4

\*Indica la falta de señal en el experimento, no una falla en el ajuste de la ley de potencias

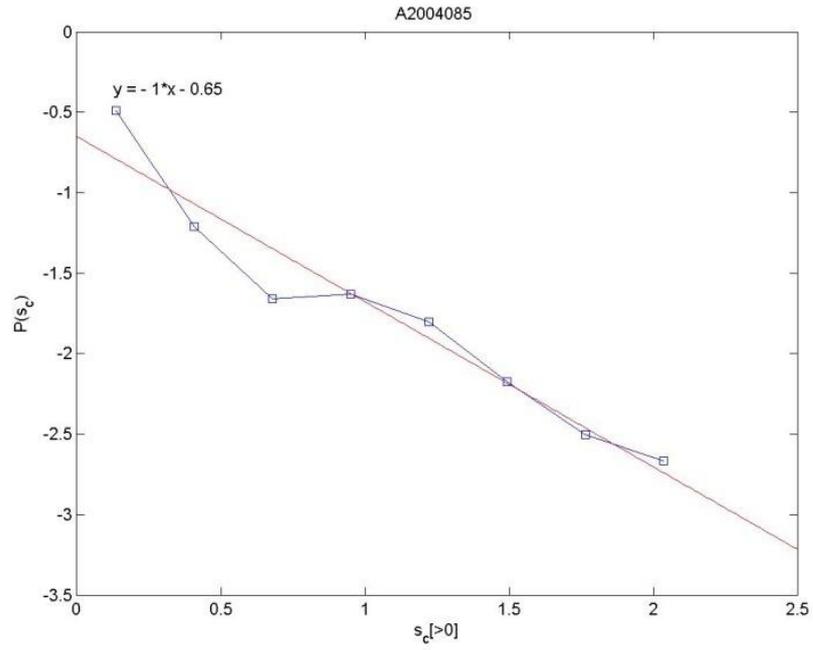


FIGURA 4. 25 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TAMAÑO DE CRECIMIENTO DE LA GRIETA  $s_c$  MAYOR QUE CERO, SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -1

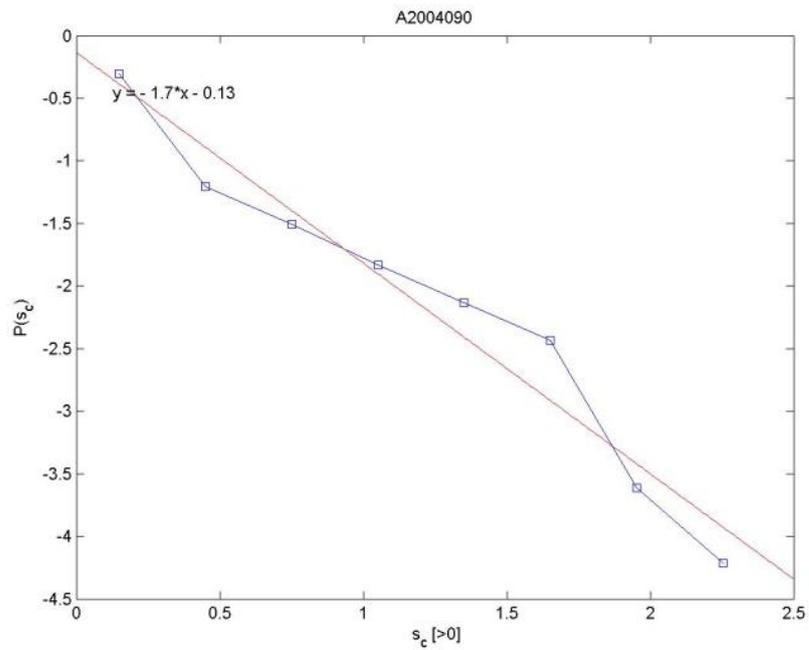


FIGURA 4. 26 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TAMAÑO DE CRECIMIENTO DE LA GRIETA  $s_c$  MAYOR QUE CERO, SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -1.7

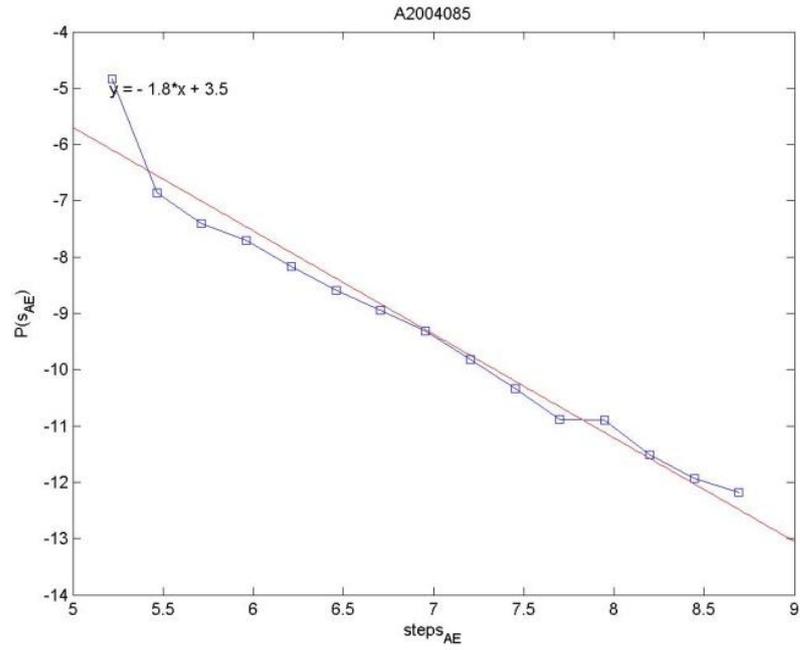


FIGURA 4. 27 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA LA ENERGÍA DE EMISIÓN ACÚSTICA DE LOS EVENTOS STEPS  $s_{AE}$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE **-1.8**

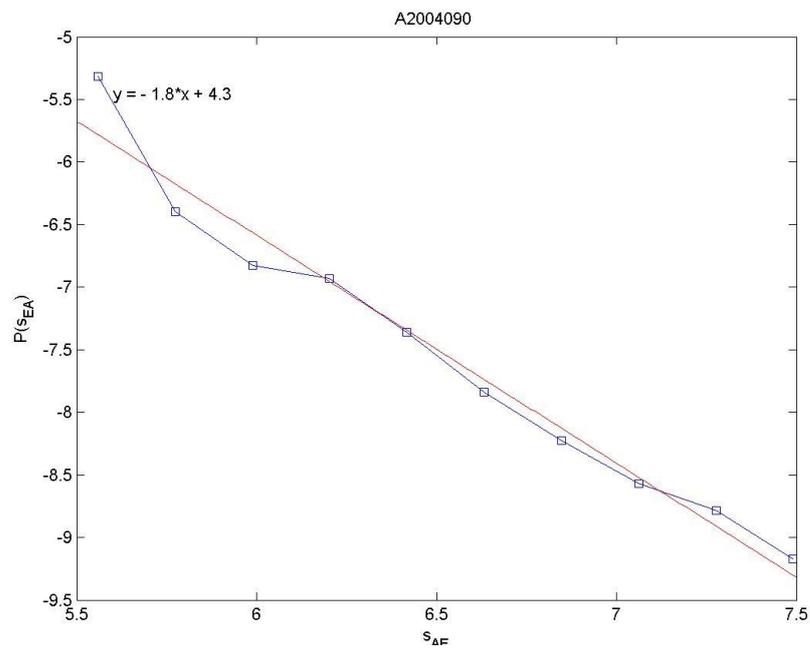


FIGURA 4. 28 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA LA ENERGÍA DE EMISIÓN ACÚSTICA DE LOS EVENTOS STEPS  $s_{AE}$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE **-1.8**

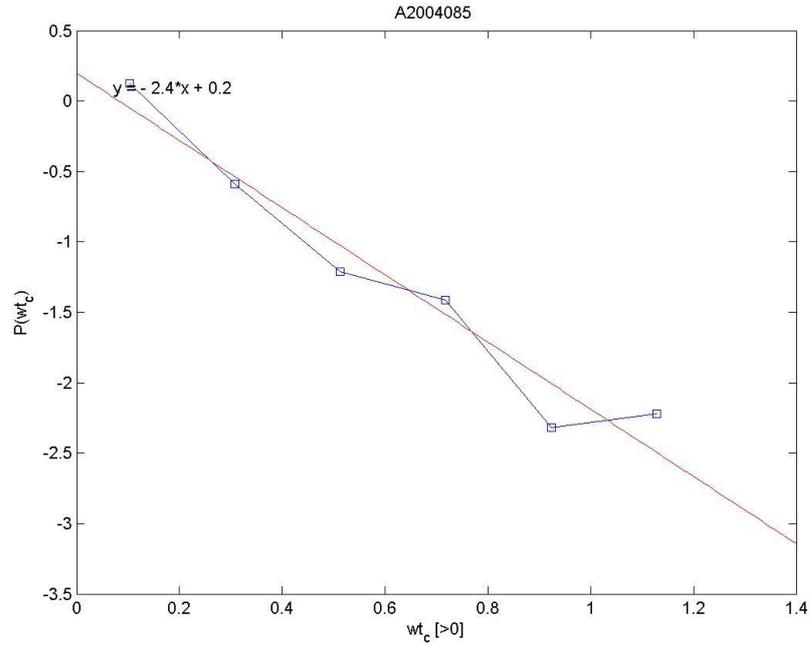


FIGURA 4. 29 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TIEMPO DE ESPERA DE LA GRIETA  $wt_c$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -2.4

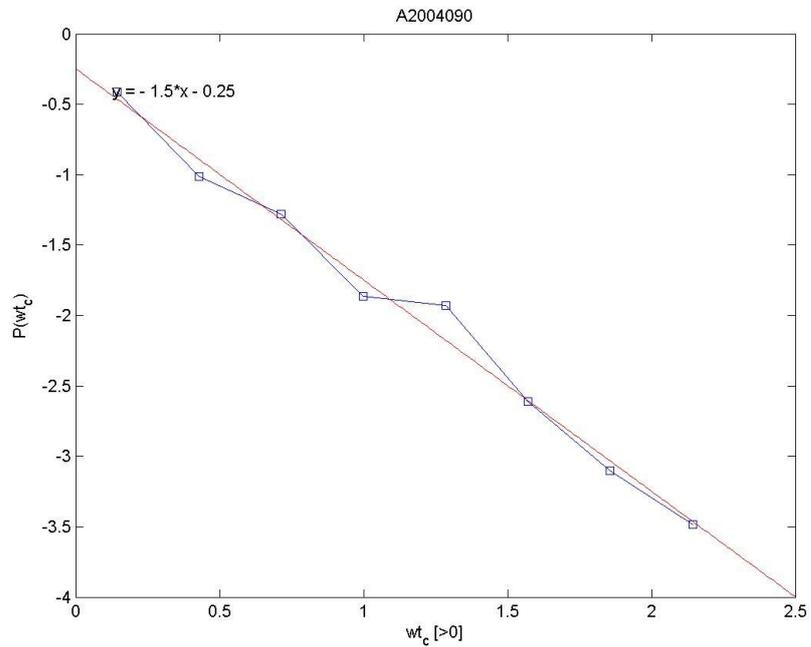


FIGURA 4. 30 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TIEMPO DE ESPERA DE LA GRIETA  $wt_c$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -1.5

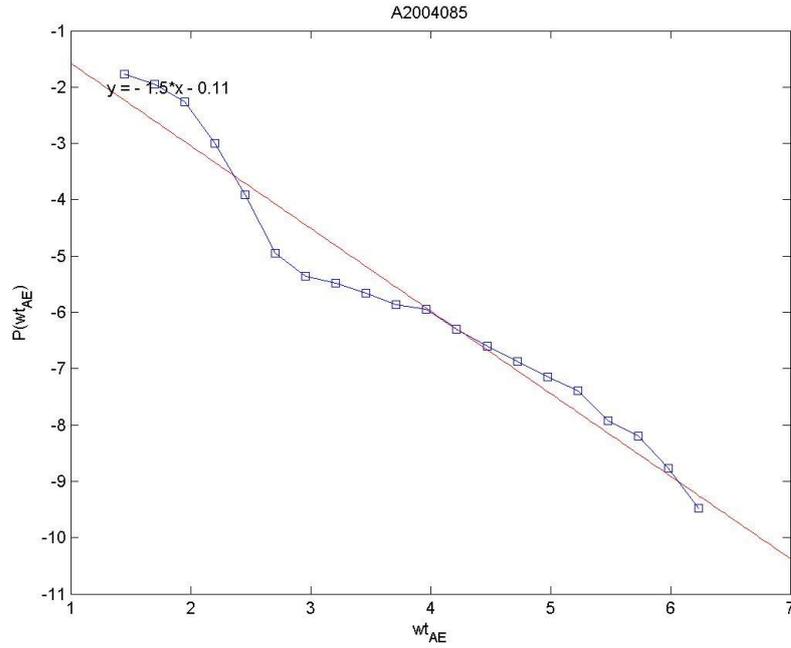


FIGURA 4. 31 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TIEMPO DE ESPERA DE LOS EVENTOS DE EMISIÓN ACÚSTICA  $w_{t_{AE}}$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -1.5

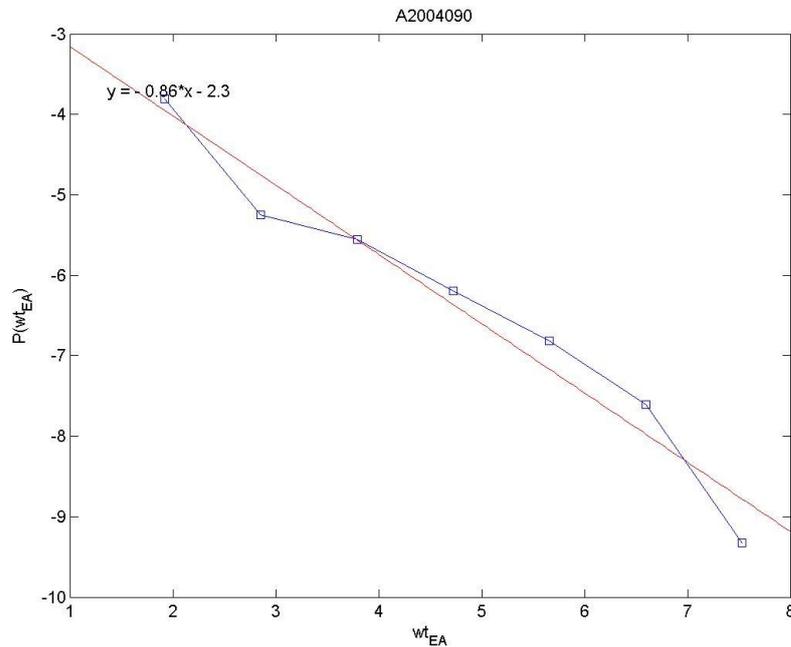


FIGURA 4. 32 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TIEMPO DE ESPERA DE LOS EVENTOS DE EMISIÓN ACÚSTICA  $w_{t_{EA}}$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -0.86

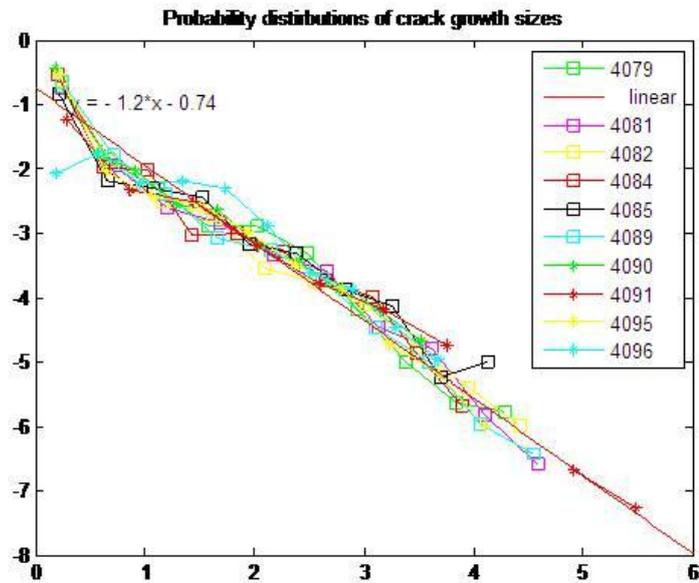


FIGURA 4. 33 DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDAD PARA EL CRECIMIENTO DE LA GRIETA  $S_C$  PARA 10 MUESTRAS EL AJUSTE LINEAL GENERA UNA PENDIENTE DE -1.2, PARA EL EXPONENTE DE :  $P(S) \sim S^{-\beta}$

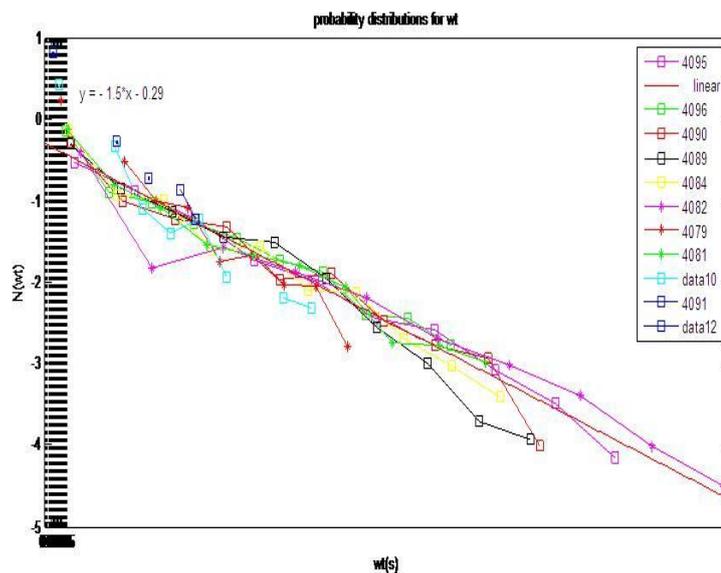


FIGURA 4. 34 DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDAD PARA EL TIEMPO DE ESPERA  $wt_C$  PARA 10 MUESTRAS EL AJUSTE LINEAL GENERA UNA PENDIENTE DE -1.5, PARA EL EXPONENTE DE :  $P(wt) \sim wt^{-\beta}$

## Muestra C. Papel de trazado

TABLA 3 EXPONENTES PARA LA LEY DE POTENCIAS DE LA MUESTRA C.

Muestra C	Avance grieta	Energía EA	Tiempo espera grieta	Tiempo espera EA.
C2605081.1	-2.2	-1.8	-1.6	-1.1
C2605081.2	-2.2	-2.2	-1.6	-1.2
C2605085	-2.1/-2.3	-2.0	-1.5/-1.2	-1.5
C2605086	-2	-2.0	-2.7	-1.3
C2605086.2	-1.9		-2.1	
C2605095	-2.1		-2.4	
C2605096	-2.3/-2.1		-1.9/-1.5/-1.3	
C2605097	-1.9		-2/-1.7/-1.5	-1.5
C2605098	-2		-1.6	

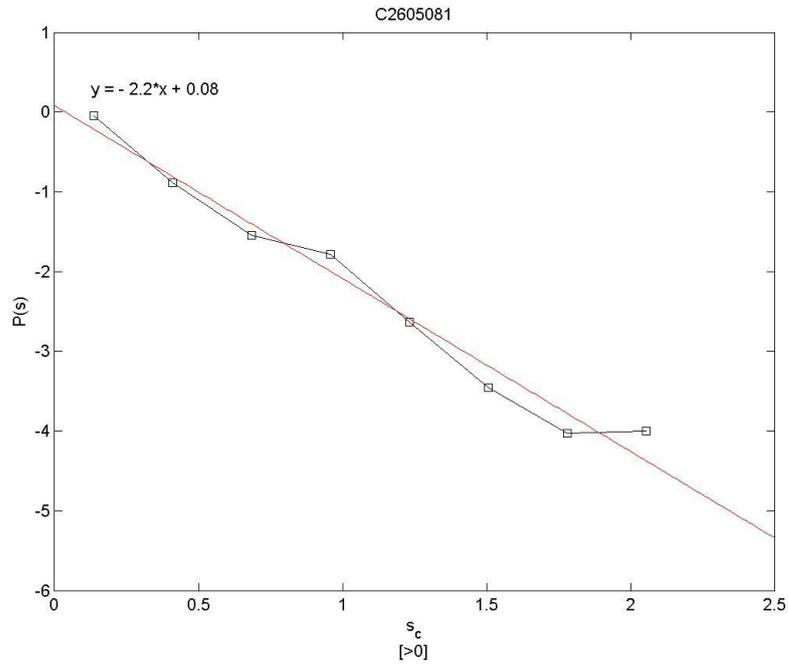


FIGURA 4. 35 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TAMAÑO DE CRECIMIENTO DE LA GRIETA  $s_c$  MAYOR QUE CERO, SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE  $-2.2$

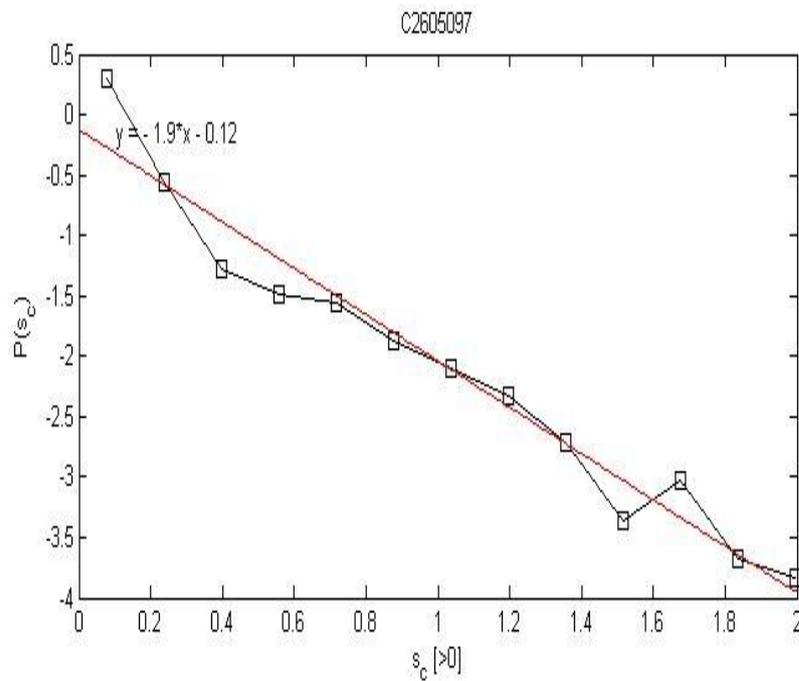
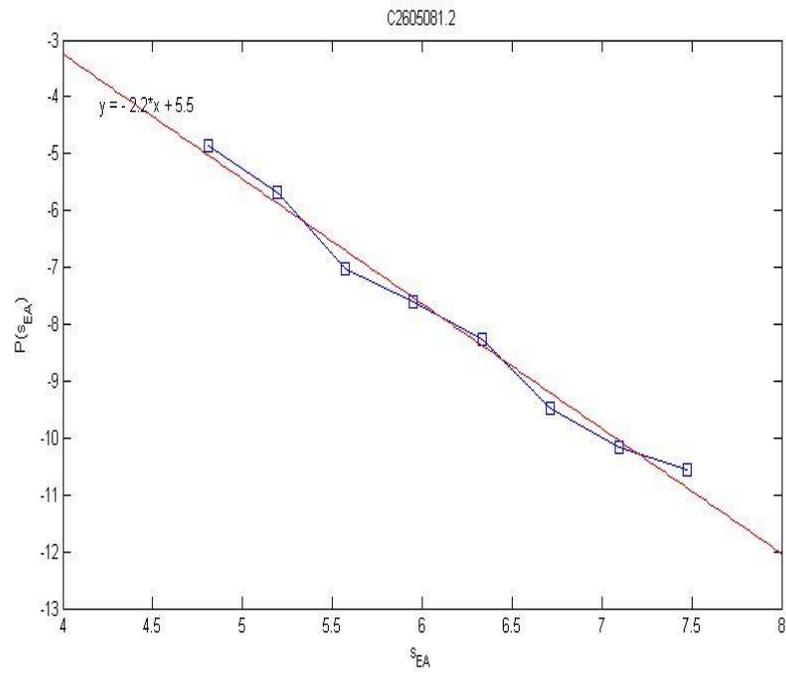
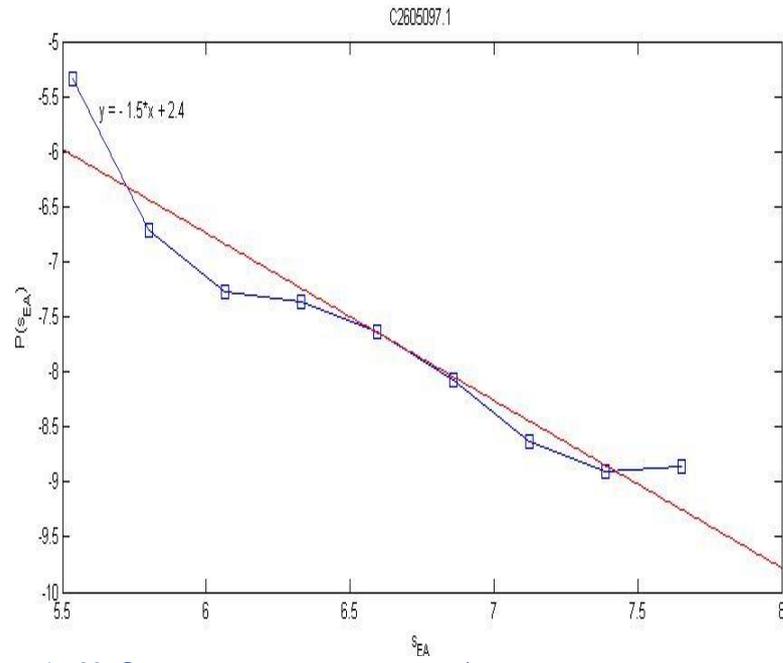


FIGURA 4. 36 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TAMAÑO DE CRECIMIENTO DE LA GRIETA  $s_c$  MAYOR QUE CERO, SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE  $-1.9$



**FIGURA 4. 37 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA LA ENERGÍA DE EMISIÓN ACÚSTICA  $s_{AE}$  MAYOR QUE CERO, SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -2.2**



**FIGURA 4. 38** SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA LA ENERGÍA DE EMISIÓN ACÚSTICA  $s_{AE}$  MAYOR QUE CERO, SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE **-1.5**

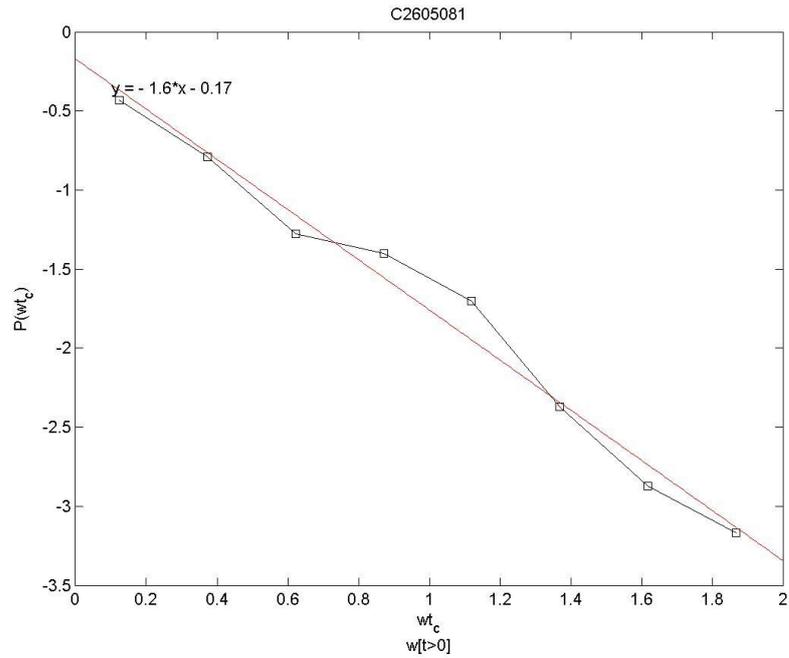


FIGURA 4. 39 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TIEMPO DE ESPERA DE LOS EVENTOS DE EMISIÓN ACÚSTICA  $wt_c$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -1.6

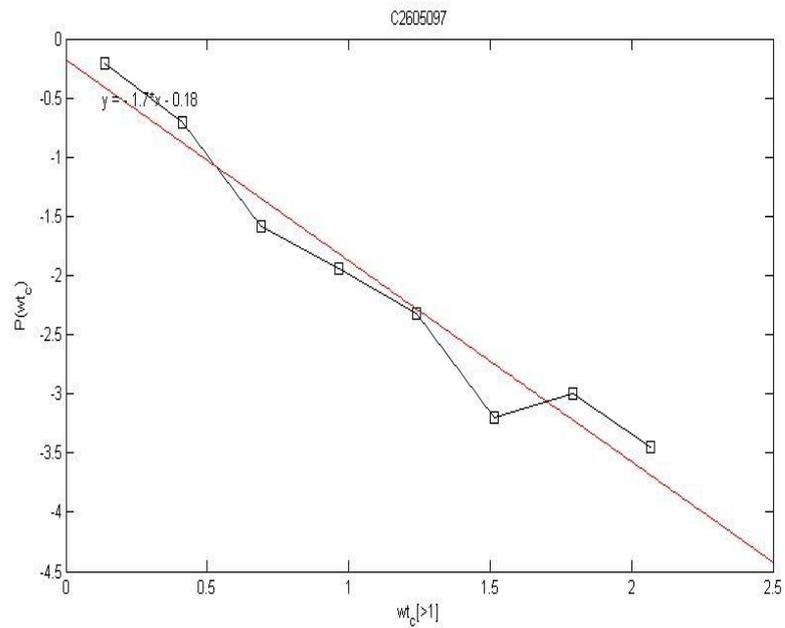
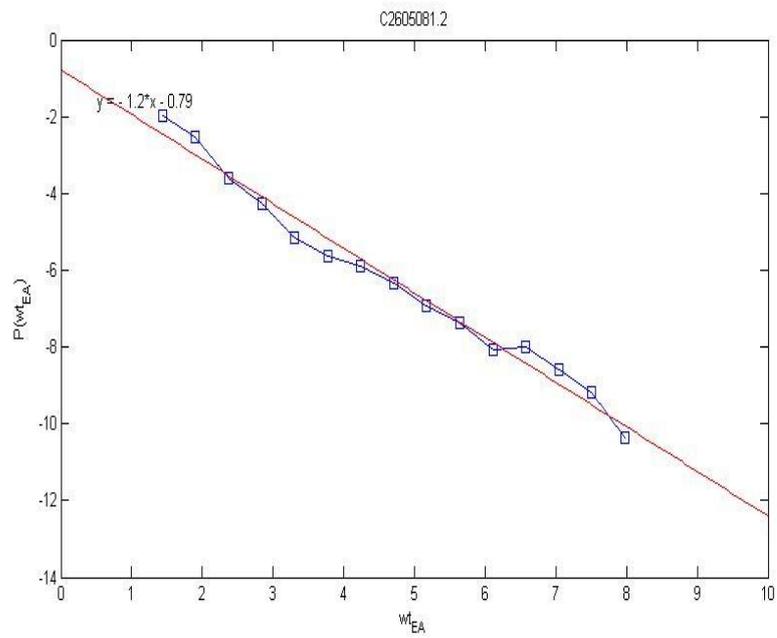
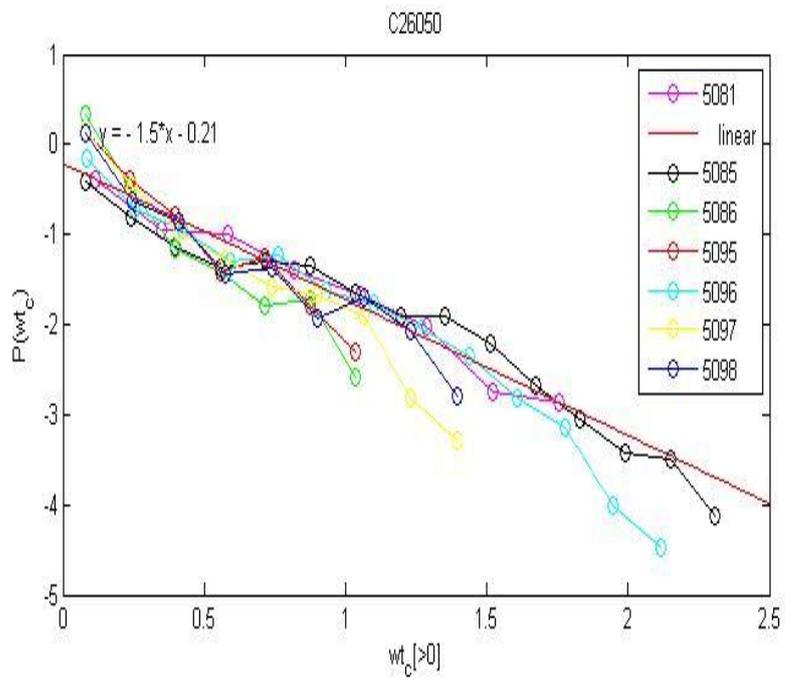
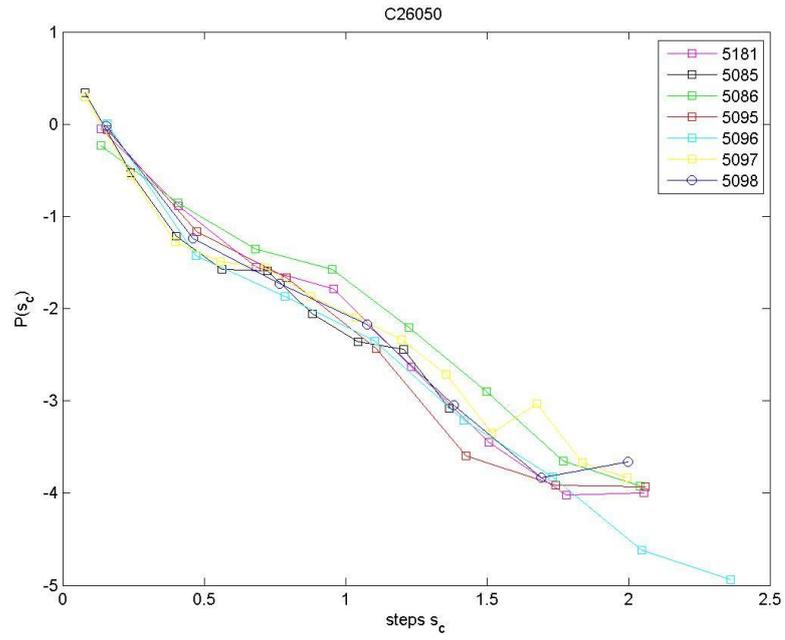


FIGURA 4. 40 SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TIEMPO DE ESPERA DE LOS EVENTOS DE EMISIÓN ACÚSTICA  $wt_c$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE -1.7



**FIGURA 4. 41** SE MUESTRA LA DISTRIBUCIÓN DE PROBABILIDADES PARA EL TIEMPO DE ESPERA DE LOS EVENTOS DE EMISIÓN ACÚSTICA  $w_{EA}$ , SE OBSERVA UNA LEY DE POTENCIAS CON UNA VALOR PARA EL EXPONENTE DE **-1.2**



## 5. CONCLUSIONES

En base a la MEB la diferencia primordial de la micro estructura de las muestras está en la presencia de impurezas en la matriz, cuando la muestra presenta estructura fibrosa, además en todas las muestras se observó una amplia dispersión en el tamaño de fibras y las imágenes más generales (50x) muestran que la direccionalidad de las fibras es más a nivel local.

Existe dispersión en la dinámica de crecimiento en todas las muestras, niveles de carga y tamaño de muesca. Se atribuye a la misma dispersión del tamaño de fibras y la aleatoriedad que genera en el mecanismo de ruptura.

En el material C se presenta una zona de proceso que no aparece en la muestra A, este resultado se atribuye a una mayor plasticidad en el material, la cuál de acuerdo a la micro estructura se puede observar que existe menos porosidad en el material y es más homogénea la estructura.. En la muestra A la grieta no presenta este efecto en la zona de proceso, cuándo está presente esta zona se ve definida por micro agrietamientos por delante de la punta.

El acumulativo de EA presenta el mismo crecimiento escalonado que el crecimiento de la grieta y la misma dinámica de crecimiento. Pero no se encuentra una correlación individual entre los eventos de EA y el crecimiento de la grieta. En principio el número de eventos de emisión acústica es menor al número de saltos que presenta la grieta para el mismo experimento. Lo anterior puede ser a un desfase de la señal de EA con la señal de la cámara. Además se encontró que en eventos largos por encima de los 3000 puntos, existe un desfase de en ocasiones mayor a 2 segundos entre la toma de la cámara y la señal de EA.

Al observar de forma individual las imágenes de energía de emisión acústica, con el acumulativo de los eventos, no se observa correlación entre el número de eventos. Cuando es posible correlacionar un eventos de EA con un punto de crecimiento específico no parece existir una relación cuantitativa de estos. Los crecimientos más grandes no corresponden a eventos de EA con mayor energía. La falla en la adjudicación de un evento de EA a un salto en la grieta puede ser debido al desfase de la señal o a fallas en el mismo sensor, pues parece existir momentos en los que el contacto no es adecuado. Para poder encontrar esta posible relación, debe existir una perfecta sincronización de la señal de adquisición de ambas variables, además de realizar a mayor frecuencia la toma de imágenes, ya que los eventos se encuentra en un rango de 10Ms -50Ms. Es obvio además que debe existir un filtro para la señal de adquisición para remover el ruido en el experimento.

Se reporta un exponente para la muestra A de 1.3 para la ley de potencias de  $S_c$  y -1.7 para  $S_{EA}$  un exponente de -1.8  $WT_{EA}$  y de -1.46 para  $WT_{EA}$ . Para la muestra B un exponente de 2.07 para la ley de potencias de  $S_c$  y -1.95 para  $S_{EA}$  un exponente de -1.93  $WT_{EA}$  y de -1.32 para  $WT_{EA}$ . Lo anterior sustenta la hipótesis de la ley de potencias para este y otros materiales en la señal de EA y el crecimiento subcritico de las grietas. Y muestra la falta de un tamaño característico en los eventos de ambas variables.

## TRABAJO A FUTURO

Es necesario realizar una mejora al diseño experimental en relación a la adquisición de ambas señales y al análisis por EA. El Algoritmo de MATLAB parece ofrecer buenos resultados para el análisis de las imágenes. Se cree que es posible encontrar la correlación entre el crecimiento individual de ambas variables para encontrar una correlación matemática entre el tamaño del crecimiento y la energía de EA correspondiente  $S_c \sim S_{EA}$ .



## 6. BIBLIOGRAFÍA

1. **Dieter, George.** Mechanical Metallurgy. *Libro.* s.l. : Mc-graw Hill, 1988.
2. **Roux, Herrmann &.** *Statistical models for the fracture of disordered media.* 1990.
3. **C.E. Inglis,** . Trans. Inst. Naval.
4. **Griffith, A.A.** *The phenomena of rupture and flow in solids.* 1920.
5. **Brenner, S. S.** (1962)., J. Appl. Phys, Vols. 33, 33.
6. **Zhurkov, S. N.** (1965)., , Int. J. Fract. Mech.,, Vols. 1, 311.
7. **Grosse, Christian U.** *Acoustic emission testing.* s.l. : Springer, 2008.
8. *Experimental study of crackling noise: conditions on power law scaling correlated with fracture precursors.* **S Deschanel, LVanel.NGodin.GVigier.** 2009, Journal of Statistical Mechanics: Theory and Experiment.
9. **IAN.** Inspección por emisión acústica. Vocabulario. Norma IRAM 779.Esquema. Buenos Aires : Instituto Argentino de Normalización, 2001.
10. **Zhang, Jin.** *Effect of polymer structure and interaction on paper strength.* Canada : UMI, 2000. Tesis.
11. **Lauri, Salminen.** *Aspects of fracture processes in paper.* Laboratory of Physics, Helsinki University of Technology. 2003. tesis.
12. **J.Sethna, K Dahmen, and C Myers.** 410, 2001, Nature, pág. 242.
13. **Houle P., Setha.** 1996, Physics Review , Vol. 54, pág. 278.
14. *Statistical properties of microcracking in polyurethane foams under tensile test, influence of temperature and density.* **Godin, S. Deschanel · L. Vanel · G. Vigier · N.** (2006), Int J Fract 140, págs. 87-98.

15. *Aftershocks in thermally activated rupture of indented glass* . **N. Mallick, S. Ciliberto, S.G. Roux, P. Di Stephano.**
16. *Premonitory activity, rupture propagation, and aftershocks,*. **A. Schubnel, B. Thompson, J. Fortin, Y. Gueguen, R.P. Young.** (2007). , Geophys. Res. Lett., Vol. 34 (19).
17. *Strain rate and temperature dependence of Omori law scaling constants of AE data: Implications for earthquake foreshock-aftershock sequences.*. **Ojala, I. O., I. G. Main, and B. T. Ngwenya.** (2004)., Geophys. Res. Lett., Vol. 31 (24).
18. *Acoustic emission from volcanic rocks: An example of self-organized criticality.*. **P. Diodati, F. Marchesoni, S. Piazza.** (1991),, Phys. Rev. Lett., Vol. 67 {17} , págs. 2239-2243.
19. *Acoustic emission from paper fracture.* **L. I. Salminen, A. I. Tolvanen, and M. J. Alava.** 2002, Physical review letters , pág. vol 89 num 18.
20. *Statistical Properties of Fracture Precursors.*. **A. Garcimartin, A. Guarino, L. Bellon, S. Ciliberto.**, (1997),, Phys. Rev. Lett., Vol. 79 {17}, págs. 3202-3205.
21. *APLICACIÓN DE LA EMISIÓN ACÚSTICA AL ESTUDIO DE LA FRACTURA DE UN MATERIAL COMPOSITE DE MATRIZ VINILÉSTER* . **Valea Pérez, A.\*, y otros.** 2002, ANALES DE MECÁNICA DE LA FRACTURA vol 19, págs. 257-262.
22. " *Burst pressure prediction in graphite/epoxy pressure vessels using neural networks and acoustic emission amplitude data*". **Hill, Eric K, II, James L. Walker y Rowell, Ginger H.** June de 1996.
23. " *Characterization of fracture process in short-fiber-reinforced plastics by acoustic emission*". **Takahashi, K. y Choi, N.S.** Progress in Acoustic Emission IX AEWG&AE group".
24. *Waveform analysis techniques for the reliable acoustic emission testing of composites structures*". **Surgeon, M., y otros.** 2000, EWGAE 24th european conferences on acoustic emission testing .

25. *Slow crack growth: Models and experiments*. **S. Santucci, L. Vanel, S. Ciliberto**. 2007, Eur. Phys. J. Special Topics 146, pp. 341–356 .
26. *Thermal activation of rupture and slow crack growth in a model of homogeneous brittle materials*. **S. Santucci L. Vanel<sup>1</sup>, A. Guarino<sup>2</sup>, R. Scorretti**. (2003), Europhys. Lett., 62 (3), , págs. pp. 320–326.
27. *Discrepancy between Subcritical and Fast Rupture Roughness: A Cumulant Analysis*. **N. Mallick, P.-P. Cortet, S. Santucci,\* S.G. Roux, and L. Vanel**. 2007, PHYSICAL REVIEW LETTERS.
28. *Super-Arrhenius dynamics for sub-critical crack growth*. **P.-P. Cortet, L. Vanel and S. Ciliberto**. (2006), Europhys. Lett., 74 , págs. pp. 602–608.
29. *The cooperative effect of load and disorder in thermally activated rupture of a 2d random fuse network*. **A. Guarino, L. Vanel , R. Scorretti and S. Ciliberto**. 2006, Journal of Statistical Mechanics:.
30. *Subcritical Statistics in Rupture of Fibrous Materials: Experiments and Model*. **Stéphane Santucci, Loïc Vanel, and Sergio Ciliberto**. 2004, PHYSICAL REVIEW LETTERS vol 93 num 9.
31. **Shen, Baohua**. *Variation in the local structure and properties of paper*. University of Toronto. Toronto : s.n., 2000. Tesis.
32. *FRACTURE IN TWO DIMENSIONS (IN PAPER): ACOUSTIC EMISSION STUDIES AND THEORETICAL LESSONS*. **L.I. Salminen, J. Rosti, J.M. Pulakka, and M.J. Alava**.
33. *The Use of Acoustic Emission Monitoring to Rank Paper materials with respect to their fracture toughness*. **Vallen, P.A. Gradin & D. Graham & P. Nygård & H.** 2008, Experimental Mechanics, págs. 48,133-137.
34. *Acoustic emission as a measure of wood fracture energy*. **Douglas, Landis E. Whittaker**. págs. 296-303.

35. **Buckley, Moitreyee Sinha and Donald J.** Acoustic Properties of Polymers. s.l. : General Electric Global Research Center, One Research Circle, Niskayuna, NY 12309, 60.
36. *Acoustic emission in brittle solids.* **W. Swindlehurst, T. Wilshaw.** 1976, Journal of material science, págs. 11 1653-1660.
37. *Acoustic emission from crumbling paper.* **Sethna, Paul A. Houle and James P.** 1996, Physical review E, págs. Volumen 54,number 1.
38. *Dynamic fracture model for acoustic emission.* **L.Pietronero, M. Minozzi G.Caldarelli.** (2003), European Phys. Journal B, págs. 203–207 B36.
39. *Detección dle daño generado en materiales compuestos de matriz polimérica empleando la técnica de emisión acústica.* **J Cauch Cupul, J.A.Rodriguez Laviada.** 2008, Ingeniería Investigación y Tecnología, pág. IX 2 149.
40. *Evaluation of the strain-induced martensitic transformation by acoustic emission monitoring in 304L austenitic stainless steel:identification of the EA signature of the martensitic transformation and power law statistics.* **M.Shaira, N.Godin.P.Guy.L.Vanel.** 2008, Materials science and engineering A, págs. 492 392-299.
41. **Suo, Z.** Fracture in thin films. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology, Second Edition* . s.l. : Elsevier science, 2001.
42. *An experimental test of the critical behaviour of fracture precursors.* **A. Guarino, A. Garcimart, and S. Ciliberto.** 1998, The european physical journal B, págs. 6, 13-24.
43. **Richer, B.Gutenberg and C.** 1944, Bull Seismol Society Americane, Vol. 34, pág. 185.
44. **Omori, F.** 1895, College Science Imper University of Tokyo, Vol. 7, pág. 111.
45. **Ono K., O.** 1994, Journal of acoustic emission, Vol. 12, pág. 177.

46. *Probabilistic mechanics of self-affine cracks*. **Alexander S. Balankin, Luis H. Hernandez,Guillermo Urriolagoitia C., Orlando Susarrey H.,Jesus Gonzalez**. 1999, The Royal Society.
47. *Statistics of acoustic emission in paper fracture:precursors and criticality*. **J. Rosti, J. Koivisto, M.J. Alava**. 2010.
48. *Fracture resistance of paper*. **J. Rosti, J. Koivisto, M.J. Alava**. 1974, Journal of material science, Vol. 9, pág. 1745.
49. *Multi-scale Modeling Approach to Acoustic Emission during Plastic Deformation*. **Ananthakrishna, Jagadish Kumar and G**. 2011.
50. *ACOUSTIC EMISSION ANALYZER*. **J. J. Almeida-Pérez, R. Chaparro-Sánchez, A. Rojas-Molina1R. Ríos-Cabrera**. 2003.

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Protocolo de carga para los ensayos de ruptura .....	42
Tabla 2 Exponentes para la ley de potencias muestra A .....	67
Tabla 3 Exponentes para la ley de potencias de la muestra C.....	73

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1 Curva esfuerzo deformación.....	12
Figura 1.2. Análisis de los tres modos de falla.....	14
Figura 1. 3 Placa bidimensional con cavidad elíptica y su concentración de esfuerzos.....	15
Figura 1.4 Esquema de detección de EA.....	20
Figura 1.5 Estructura de la celulosa.....	23
Figura 1.6 Estructura de la celobiosa.....	22
Figura 1.7 Estructura cristalina de las fibras de celulosa .....	26
Figura 3. 1 Dispositivo mecánico. ....	41
Figura 3. 2 Desarrollo experimental .....	42
Figura 3. 3 Esquema de la muestra .....	43
Figura 3. 4 Sensores de emisión acústica .....	44
Figura 3. 5 Imagen del sistema experimental, a la izquierda el dispositivo ..	45
Figura 4. 1 Papel revolución reciclado 50x.....	47
Figura 4. 2 Papel revolución reciclado 300x .....	47
Figura 4. 3 Papel revista 50x .....	48
Figura 4. 4 Papel revista 300x .....	48
Figura 4. 5 papel bond 50x.....	49
Figura 4. 6 papel bond 300x.....	49
Figura 4. 7 Papel kraft 50x.....	50
Figura 4. 8 Papel kraft 300x.....	50
Figura 4. 9 Papel kraft 200x.....	50
Figura 4. 10 Papel matte 50x .....	51
Figura 4. 11 papel matte 1500x .....	51
Figura 4. 12 papel matte 300x .....	52
Figura 4. 13 Papel reciclado bond 50x.....	53
Figura 4. 14 papel reciclado bond 300x.....	53
Figura 4. 15 papel reciclado bond 1600x.....	53
Figura 4. 16 Papel alrey 300x .....	54
Figura 4. 17 papel Alrey 1000x .....	54

Figura 4. 18 Papel trazado 300x.....	55
Figura 4. 19 Perfil típico de la grieta C.....	59
Figura 4. 20 Acumulativo de la emisión acústica . .....	62
Figura 4. 21 Acumulativo de la emisión acústica. ....	63
Figura 4. 22 Muestra A 20kg carga y 4 cm muesca. Acumulativo de la emisión acústica con el crecimiento de la grieta x.....	65
Figura 4. 23 Muestra C, 26 kg carga, 5 cm muesca. Acumulativo para EA y crecimiento de la grieta. Los ejes estan normalizados para cada variable.....	66
Figura 4. 24 Muestra C, 26 kg carga, 5 cm muesca. Acumulativo para EA y crecimiento de la grieta. Los ejes estan normalizados para cada variable.....	66
Figura 4. 25 Distribución de probabilidades para el tamaño de crecimiento de la grieta $s_c$ mayor que cero, .....	68
Figura 4. 26 Distribución de probabilidades para el tamaño de crecimiento de la grieta $s_c$ mayor que cero.....	68
Figura 4. 27 Distribución de probabilidades para la energía de emisión acústica de los eventos $steps_{ae}$ .....	69
Figura 4. 28 Distribución de probabilidades para la energía de emisión acústica de los eventos $steps_{ae}$ .....	69
Figura 4. 29 Distribución de probabilidades para el tiempo de espera de la grieta $wt_c$ .....	70
Figura 4. 30 Distribución de probabilidades para el tiempo de espera de la grieta $wt_c$ .....	70
Figura 4. 31 Distribución de probabilidades para el tiempo de espera de los eventos de emisión acústica $wt_{AE}$ .....	71
Figura 4. 32 Distribución de probabilidades para el tiempo de espera de los eventos de emisión acústica $wt_{AE}$ .....	71
Figura 4. 33 Distribución de probabilidad para el crecimiento de la grieta $S_c$ para 10 muestras el ajuste lineal genera una pendiente de -1.2, para el exponente de : $PS \sim S - \beta$ .....	72

Figura 4. 34 Distribución de probabilidad para el tiempo de espera $w_{t_c}$ para 10 muestras el ajuste lineal genera una pendiente de -1.5, para el exponente de : $P_{wt} \sim wt - \beta$ .....	72
Figura 4. 35 Distribución de probabilidades para el tamaño de crecimiento de la grieta $s_c$ mayor que cero .....	74
Figura 4. 36 Distribución de probabilidades para el tamaño de crecimiento de la grieta $s_c$ mayor que cero.....	74
Figura 4. 37 Distribución de probabilidades para la energía de emisión acústica $s_{AE}$ .....	75
Figura 4. 38 Distribución de probabilidades para la energía de emisión acústica $s_{AE}$ mayor que cero .....	76
Figura 4. 39 Distribución de probabilidades para el tiempo de espera de los eventos de emisión acústica $w_{t_c}$ .....	77
Figura 4. 40 Distribución de probabilidades para el tiempo de espera de los eventos de emisión acústica $w_{t_c}$ .....	77
Figura 4. 41 Distribución de probabilidades para el tiempo de espera de los eventos de emisión acústica $w_{t_{AE}}$ .....	78