

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON  
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA  
DIVISION DE ESTUDIOS DE POST-GRADO



AUTOAFINIDAD DE SUPERFICIES DE FRACTURA  
EN UNA ALEACION ALUMINIO SILICIO

POR:

JORGE ADRIAN ALDACO CASTAÑEDA

TESIS

EN OPCION AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE  
LA INGENIERIA MECANICA CON ESPECIALIDAD  
EN MATERIALES

CD. UNIVERSITARIA

FEBRERO DE 2000



J.A.A.C.

AUTOAFINIDAD DE SUPERFICIES DE FRACTURA  
EN UNA ALEACION ALUMINIO SILICIO

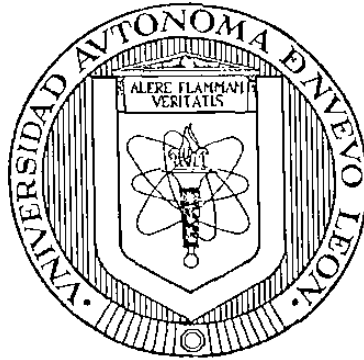
TM  
Z5853  
.M2  
FIME  
2000  
A4

2000



1020129202

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



**AUTOAFINIDAD DE SUPERFICIES DE FRACTURA EN  
UNA ALEACIÓN ALUMINIO SILICIO**

**POR**

**JORGE ADRIÁN ALDACO CASTAÑEDA**

**TESIS**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA  
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN  
MATERIALES**

**CIUDAD UNIVERSITARIA**

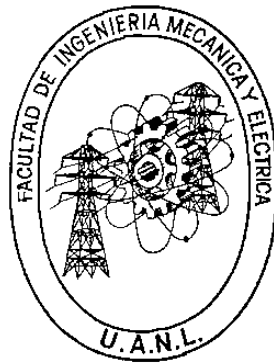
**FEBRERO 2000**

TM  
Z58E3  
M2  
FME  
2000  
A4



FONDO  
TESIS

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



**AUTOAFINIDAD DE SUPERFICIES DE FRACTURA EN  
UNA ALEACIÓN ALUMINIO SILICIO**

**POR**

**JORGE ADRIÁN ALDACO CASTAÑEDA**

**TESIS**

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA  
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN  
MATERIALES**

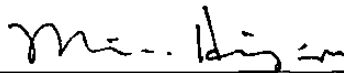
**CIUDAD UNIVERSITARIA**

**FEBRERO 2000**

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 “Autoafinidad de Superficies de Fractura en una Aleación Aluminio Silicio” realizada por el Ing. Jorge Adrián Aldaco Castañeda sea aceptada como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis



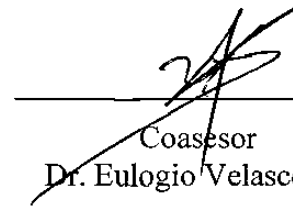
Asesor

Dr. Moisés Hinojosa Rivera



Coasesor

Dr. Ubaldo Ortiz Méndez



Coasesor

Dr. Eulogio Velasco Santes



Vo. Bo.

M.C. Roberto Villarreal Garza  
División de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León a Enero del 2000.

# **DEDICATORIA**

Con todo mi cariño a mi hermosa familia:

A mis Padres y a mi hermano por que gracias a ustedes he completado esta etapa de mi vida.

Gracias por todo.



# AGRADECIMIENTOS

A Dios.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) y al programa PAICYT de la Universidad Autónoma de Nuevo León por su apoyo financiero brindado a este proyecto de investigación y a mi persona.

Al DIMAT de la FIME de la UANL por el apoyo recibido en la realización de esta investigación y por mi formación académica.

A todo el personal docente y administrativo del Doctorado en Ingeniería de Materiales de la FIME de la UANL por su ayuda incondicional recibida en el transcurso de la elaboración de este trabajo.

Al Dr. Moisés Hinojosa Rivera por su amistad, consejos y confianza depositados en mí.

Al Dr. Ubaldo Ortiz Méndez por sus directos y claros consejos, los cuales han servido en mi crecimiento personal.

Al Dr. Eulogio Velasco Santes por su asesoramiento en esta investigación.

A la Dra. Patricia Rodríguez, Dra. Martha P. Guerrero, Dr. Rafael Colás, Dr. Alberto Pérez, Dr. Carlos Guerrero, Dr. Virgilio González, Dr. Alan Castillo y Dr. Juan A. Aguilar por su ayuda, ánimo, consejos y conocimientos brindados.

A Enrique López por confiar en mí.

A todas aquellas personas que colaboraron en esta investigación como Lorena Cruz, Nelly Cárdenas, Omar Garza, Fco. Garza, Raúl Rodríguez, Jesús Garza, José Luis Reyes, Andrés Rodríguez, Miguel Cavazos y a las empresas NEMAK S.A. de C.V. y PEÑOLES S.A. de C.V.

A LuisMi, Alex y Edgar por los momentos agradables que pasamos.

A todos mis amigos del DIMAT por la agradable convivencia mantenida en estos años.

A Margarita Mezzetti, Rosa Ma. Torres L., Fabiola Sánchez, Nelly Cárdenas, Yessica, Francisco García y Víctor Gámez quienes siempre tuvieron palabras de aliento y consejos que me ayudaron a terminar esta investigación, pero lo más importante me enseñaron a disfrutar el presente.

A todas aquellas personas que de alguna u otra forma con su convivencia me han ayudado a mi crecimiento espiritual y profesional.

# ÍNDICE

	Página
<b>DEDICATORIA</b>	
<b>AGRADECIMIENTOS</b>	
<b>RESUMEN</b>	1
<b>CAPÍTULO 1.- INTRODUCCIÓN</b>	3
<b>CAPÍTULO 2.- GEOMETRÍA DE FRACTALES</b>	5
2.1 Introducción	5
2.2 Fractales	5
2.2.1 Fractales autosimilares	6
2.2.2 Fractales autoafines	10
2.3 Métodos experimentales para la caracterización de estructuras autoafines	15
2.3.1 El método de banda de ancho variable	15
2.3.2 Probabilidad de retorno	16
<b>CAPÍTULO 3.- AUTOAFINIDAD DE SUPERFICIES DE FRACTURA</b>	18
3.1 Introducción	18
3.2 Autoafinidad de superficies de fractura	18
3.3 Estudios experimentales de superficies de fractura	19
<b>CAPÍTULO 4.- MECÁNICA DE LA FRACTURA Y FRACTOGRAFÍA ESTADÍSTICA</b>	24
4.1 Introducción	24
4.2 Tipos de fractura	25
4.3 Mecánica de la fractura	26
4.4 El criterio de Griffith	28
4.5 Aspectos microestructurales de fractura	31
4.6 Fractografía	31
4.7 Modelos de línea	32

<b>CAPÍTULO 5.- ALEACIONES ALUMINIO-SILICIO</b>	<b>34</b>
5.1 Introducción	34
5.2 Aleaciones aluminio-silicio	34
5.2.1 Solidificación en aleaciones aluminio-silicio	34
5.2.2 Compuestos intermetálicos	36
5.2.3 Refinamiento de grano	36
5.2.4 Modificación de estructura eutéctica	38
<b>CAPÍTULO 6.- DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	<b>41</b>
6.1 Introducción	41
6.2 Material utilizado	42
6.3 Ensayo de tensión y ensayo de impacto	43
6.3.1 Preparación de las probetas	43
6.4 Preparación metalográfica	44
6.5 Determinación del tamaño de las heterogeneidades del material por medio de microscopía óptica y de análisis de imágenes	44
6.6 Fractografía	45
6.7 Microscopía de fuerza atómica	46
6.8 Microscopía electrónica de barrido y análisis de imágenes	48
6.9 Perfilometría	51
6.10 Medición del exponente de rugosidad y de la longitud de correlación	52
<b>CAPÍTULO 7.- RESULTADOS</b>	<b>55</b>
7.1 Microestructura e imágenes digitalizadas	55
7.2 Medición de la microestructura	57
7.3 Fractografía	58
7.4 Análisis de autoafinidad	59
<b>CAPÍTULO 8.- ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b>	<b>62</b>
8.1 Microestructura de la aleación aluminio-silicio	62
8.2 Autoafinidad	63
<b>CAPÍTULO 9.- CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	<b>65</b>
9.1 Conclusiones	65
9.2 Recomendaciones	66
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>67</b>
<b>APÉNDICE</b>	<b>70</b>
<b>LISTA DE FIGURAS</b>	<b>83</b>
<b>LISTA DE TABLAS</b>	<b>86</b>
<b>RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO</b>	<b>87</b>

# RESUMEN

En este trabajo se aplican técnicas de análisis autoafín para la caracterización de las superficies de fractura, en una aleación aluminio-silicio, obtenidas a partir de ensayos de impacto y de tensión.

El objetivo logrado en este trabajo fue relacionar los parámetros autoafines con la microestructura del material analizado. Teniendo como objetivos específicos los siguientes:

- Confirmar que las superficies de fractura presentan un comportamiento fractal anisotrópico.
- Corroborar que el exponente de rugosidad  $\zeta$  utilizado para la caracterización de las superficies de fractura presenta un valor *universal* de 0.8 independiente del modo de fractura bajo condiciones cinéticas de propagación de grieta *altas*.
- Implementar métodos fractográficos experimentales encaminados a obtener la mayor información de las superficies de fractura.

Para cumplir dichos objetivos se realizó una caracterización cuantitativa y morfológica de la microestructura del material mediante técnicas de análisis de imágenes, microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y espectrometría de rayos X en dispersión de energía.

Por otra parte se llevaron a cabo ensayos de fractura bajo condiciones cinéticas de propagación de grieta altas mediante ensayos de impacto y de tensión. A las superficies de fractura se les analizó su topografía mediante la implementación de métodos fractográficos experimentales apoyados en técnicas de microscopía de fuerza atómica, microscopía electrónica de barrido y perfilometría, contando así con datos de alturas cuantitativamente compatibles lo que permitió obtener valores topográficos sobre siete décadas de escala de longitud.

Una vez que se recabó la información de las distribuciones de alturas de las superficies de fractura se procedió a efectuar el análisis estadístico autoafín mediante el método de banda de ancho variable resultando en un valor de exponente de rugosidad concordante con el reportado como *universal*.



Así mismo como resultado del análisis estadístico se determinó que la longitud de correlación presenta un valor que es del orden de magnitud del obtenido en la caracterización de las heterogeneidades del material representadas mediante el tamaño de grano.

Los métodos experimentales y estadísticos aquí descritos son apropiados para la caracterización de superficies fractales rugosas, contando con la ventaja, sobre los métodos tradicionales de análisis de rugosidad, de que el método de banda de ancho variable es independiente del factor escala.

# CAPÍTULO 1

## INTRODUCCIÓN

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

Sin embargo, es en 1984 que Mandelbrot [1] sugiere que estos objetos rugosos, las fracturas, presentan rasgos de *fractalidad* empleando el método de la dimensión fractal, que ya había sido probado por él mismo con resultados satisfactorios en la descripción de algunos objetos naturales como las líneas costeras, para estudiar superficies de fractura de materiales con tenacidades diferentes. Esta investigación parecía proveer de un método adecuado, independiente de factores de escala, para caracterizar estos fractales anisotrópicos, lo que generó una expectación en el ambiente científico acerca de la posible correlación entre la tenacidad del material y la dimensión fractal de sus superficies de fractura. Sin embargo ésta esperada correlación no llegó debido a que en experimentos similares a los de Mandelbrot realizados por Bouchaud [2] en 1990 concluían, en base a resultados provenientes de análisis estadísticos refinados como la función de autocorrelación, que la dimensión fractal no era tan “apropiada” para la descripción de estos objetos rugosos. La descripción de estos objetos se ajusta más bien a una transformación afín de  $d-1$  exponentes, denominados exponentes de Hurst  $\zeta$  en el plano  $d$ -dimensional para llevar a cabo la caracterización, Bouchaud encontró que el exponente de Hurst  $\zeta$  perpendicular a la dirección de avance del frente de grieta presenta un valor *universal*  $\approx 0.8$  para las superficies fracturadas en condiciones de propagación de grieta rápidas y en escalas de longitudes consideradas grandes – micrómetros a milímetros-.

Con estos resultados pareciera que no existe relación entre los parámetros autoafines y las heterogeneidades del material, pero Hinojosa [3] en 1999 publica que el valor límite de la conducta autoafín es igual en orden de magnitud al tamaño de las mayores heterogeneidades de una superaleación de níquel N18.

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

# CAPÍTULO 2

## GEOMETRÍA DE FRACTALES

### 2.1 INTRODUCCIÓN

A raíz de la introducción de la geometría fractal por Mandelbrot [4], se ha encontrado una nueva rama matemática que permite analizar de manera cuantitativa morfologías que no podían ser descritas satisfactoriamente por medio de las geometrías existentes como lo eran las formas adoptadas por los objetos creados por la naturaleza.

Dentro de las diversas aplicaciones que ha encontrado esta nueva geometría en la ciencia de materiales se encuentra la caracterización fractal de superficies de fractura, prolífico campo de investigación que ha generado una abundante cantidad de trabajos encaminados a relacionar las características de la superficie de fractura con la tenacidad del material [1,2,5,6,7].

En este capítulo se efectúa una recapitulación de los conceptos de los fractales así como de los métodos más empleados para su caracterización.

### 2.2 FRACTALES

El término fractal, propuesto por Mandelbrot, proviene del latín *fractus*, el correspondiente verbo *frangere* significa “romper, crear fragmentos irregulares” y se aplica a las formas geométricas que pueden ser separadas en partes, en la que cada parte es una versión reducida del todo.

Una característica inherente de los fractales es que poseen algún tipo de autosimilitud, es decir que están formados por partes pequeñas que se parecen al todo, esta similitud puede ser estrictamente geométrica (conjunto fractal) o bien puede ser aproximada o estadística (fractales naturales denominados autosimilares estadísticos o fractales autoafines) dentro de esta última categoría se ubica nuestro objeto de estudio,



las superficies de fractura, así como múltiples objetos encontrados en la naturaleza como los contornos de nubes, ramas de helechos, fluctuaciones de precios, etc., las características más relevantes de los objetos fractales se presentan en las dos siguientes secciones.

### 2.2.1 Fractales autosimilares

Un objeto fractal presenta invariancia con respecto a una traslación y a una dilatación global, lo que indica que se tiene un conjunto autosimilar, esta dilatación se presenta al transformar puntos  $x = (x_1, \dots, x_E)$  dentro de un espacio dimensional  $E$  en nuevos puntos  $x' = (rx_1, \dots, rx_E)$  con el mismo valor de la razón de escalamiento  $r$ .

Este concepto de fractales autosimilares se basa en la propiedad de igual escalamiento en todas direcciones: isotropía. Como se muestra en la figura 2.1, en la que se representa un fractal autosimilar clásico conocido como curva de Von Koch.

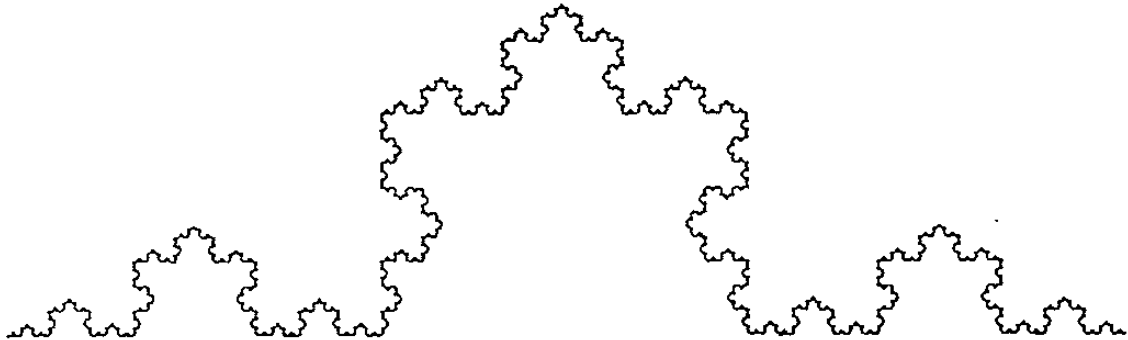


Figura 2.1.- Curva de Von Koch, para esta curva la dimensión fractal tiene un valor de 1.2628.

Asociados a cada objeto fractal se encuentran varios números que son indicadores de la eficiencia con lo que estos objetos llenan el espacio donde se encuentran contenidos, y permiten además efectuar una comparación entre diversos objetos fractales, estos números se denominan dimensiones fractales; en lo que resta de este apartado se presentan diversos métodos para la evaluación de diferentes dimensiones que son consideradas como equivalentes y se engloban en el término dimensión fractal, representada con el símbolo “ $D$ ”.

Mandelbrot en 1967 mostró que al *medir* la *longitud*  $L$  de una línea costera –fractal natural- su valor depende de la unidad de medición  $\delta$  empleada; de manera que al disminuir  $\delta$  la longitud  $L$  crece infinitamente, obteniéndose así diferentes valores de longitud para un mismo objeto, esta conducta se encuentra alejada de la presentada por los objetos “regulares” (euclidianos) los cuales siguen un comportamiento convergente hacia una medida del tipo:

$$M = N \delta^d \quad (2.1)$$

donde  $M$  es una medida,  $d$  es la dimensión del espacio y  $N$  es el número de unidades de medición necesarias para cubrir el objeto. Mandelbrot observó que la longitud medida de este objeto –línea costera- se regía por la siguiente ecuación:

$$L(\delta) = a \delta^{1-D} \quad (2.2)$$

donde  $L(\delta)$  es la longitud medida con la unidad de medición  $\delta$ ,  $D$  es una constante  $< 1$ , que Mandelbrot identificó como la dimensión fractal de la línea costera; este comportamiento de una ley de potencia se puede observar en la figura 2.2 en donde se presenta un gráfico denominado de Richardson que se construye graficando logaritmicamente  $\delta$  vs  $L(\delta)$  donde la pendiente de la recta de regresión tiene un valor  $1 - D$  [8,9].

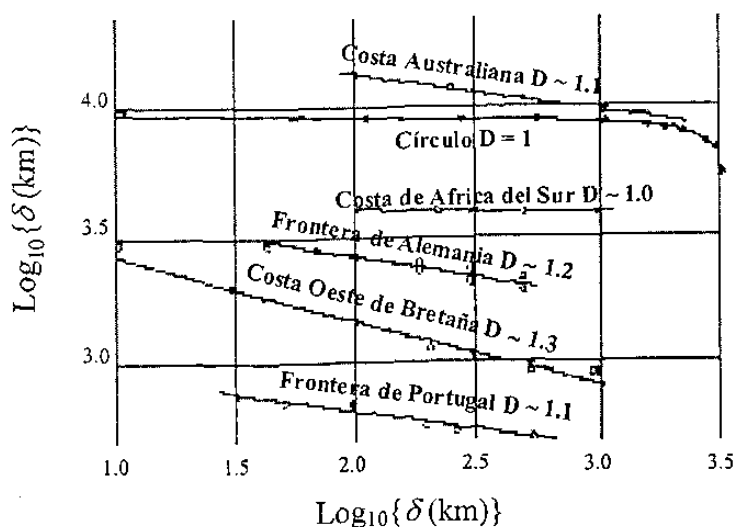


Figura 2.2.- Gráfico de Richardson de líneas costeras [9].

Otra forma de cuantificar que tan densamente llenan los objetos autosimilares el espacio métrico en el cual están contenidos, es mediante el método del conteo de celdas (Box counting method) que consiste en cubrir el objeto fractal -supóngase de nueva cuenta una línea costera- con celdas cuadradas de tamaño  $\delta$  y computando el número de estas celdas que contienen una parte del objeto  $N(\delta)$ ; al disminuir el tamaño de las celdas el parámetro  $N(\delta)$  se incrementa de acuerdo a:

$$N(\delta) \propto C\delta^{-D} \quad (2.3)$$

La dimensión fractal  $D$  de la línea costera se encuentra al determinar la pendiente de una gráfica logarítmica  $N(\delta)$  vs  $\delta$ , ver figura 2.3.

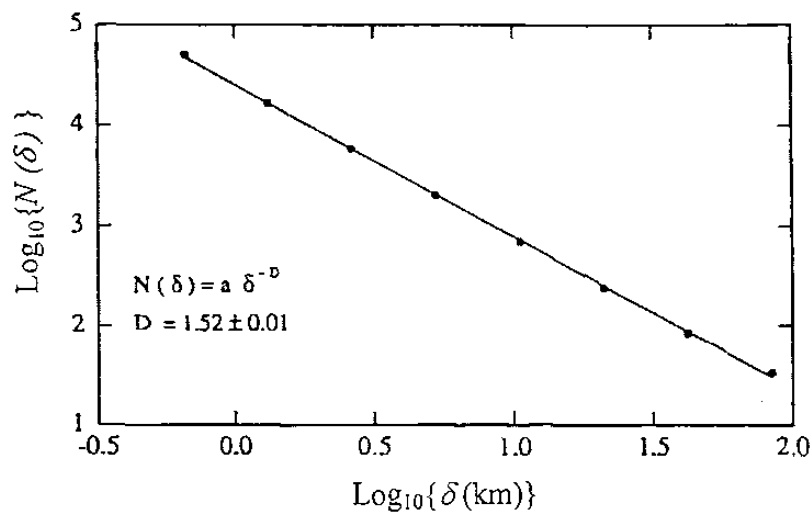


Figura 2.3.- Gráfico logarítmico del método de conteo de celda para la determinación de la dimensión fractal de la costa del sur de Noruega [10].

Se puede también determinar la dimensión fractal a partir de la idea de dimensión de Hausdorff-Besicovitch [10] aplicada a un conjunto de puntos  $S$ , este concepto es la dimensión crítica en el que la medida  $M_d$  cambia de cero a infinito:

$$M_d = \sum \gamma(d) \delta^d = \gamma(d) N(\delta) \delta^d \xrightarrow{\delta \rightarrow 0} \begin{cases} 0, & d > D; \\ \infty, & d < D. \end{cases} \quad (2.4)$$

donde  $\gamma$  es un factor geométrico = 1 cuando se utilizan líneas, cuadrados y cubos para cubrir el conjunto de puntos  $S$ , en cambio si se utilizan para esa tarea discos o esferas el valor del factor geométrico cambia a  $\pi/4$  y  $\pi/6$  respectivamente,  $N$  es el número de unidades de medición necesarias para cubrir el conjunto,  $\delta$  es el tamaño del objeto

utilizado para efectuar la medición y  $d$  es la dimensión. Esta conducta se ilustra en la gráfica de la figura 2.4, en la que se presenta la función de medida dimensional  $d$  versus la dimensión observándose nuevamente el comportamiento establecido en la ecuación 2.4 en el fractal conocido como triángulo de Sierpinski.

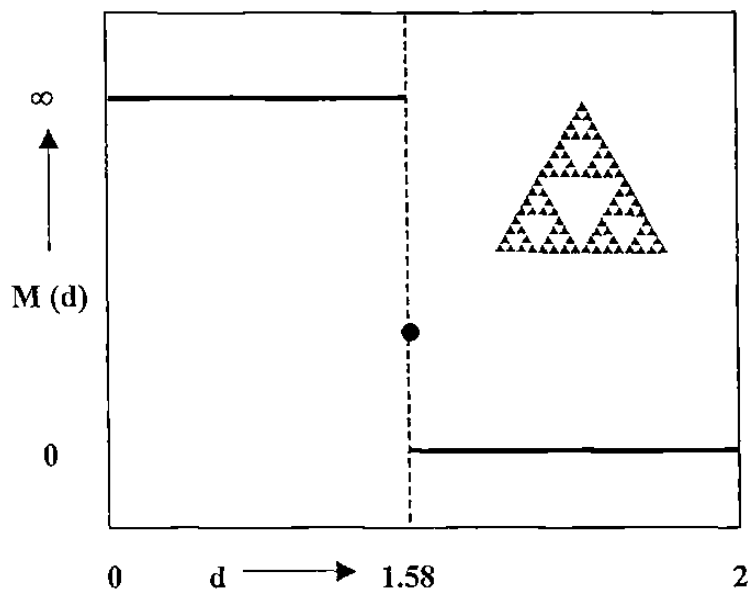


Figura 2.4.- Gráfico representando la dimensión Hausdorff-Besicovitch en el fractal conocido como triángulo de Sierpinski [11].

Un último método para la determinación de la dimensión fractal se presenta a continuación y está basado en la determinación de la función de autocorrelación [12], se ha mencionado que los objetos fractales se caracterizan por su invariancia de escala y su función de correlación no interviene en el escalamiento rigiéndose por una ley de la potencia

$$C(r) \sim r^{-x} \quad (a \ll r \ll \xi; x > 0) \quad (2.5)$$

donde  $C(r)$  es la función de correlación,  $a$  es el límite inferior a partir del cual se extiende el régimen de autosimilitud,  $\xi$  es el límite superior del régimen de autosimilitud.

Integrando  $C(r)$  entre el límite inferior  $a$  y un tamaño  $R < \xi$ :

$$M(r) = \int_a^R C(r) r^{d-1} dr \quad (2.6)$$

donde  $M(r)$  es la masa contenida dentro de una esfera (para  $d=3$ ) de radio  $R$ .



Esta cantidad  $M(r)$  se comporta como:

$$M(r) \sim R^{d_f} \quad (2.7)$$

suponiendo  $x = d - d_f$  se obtiene:

$$C(r) \sim r^{-df-d} \quad (a \ll r \ll \xi) \quad (2.8)$$

### 2.2.2 Fractales autoafines

Hay muchos objetos en la naturaleza que presentan un escalamiento desigual en diferentes direcciones, estos objetos se denominan fractales autoafines, y a diferencia de los objetos fractales, éstos son anisotrópicos, además poseen la característica de no ser invariantes estadísticamente a través de una dilatación global ajustándose más bien a una transformación afin en la que un punto  $x = (x_1, \dots, x_E, t)$  se transforma en un nuevo punto  $x' = (bx_1, bx_2, \dots, b^{\zeta}x_E, bt)$  donde  $b$  es cualquier número real,  $t$  es el tiempo y  $\zeta$  es el exponente de rugosidad o exponente de Hurst (suponiendo como dirección anisotrópica únicamente  $x_E$ .)

Un gran número de superficies naturales son encontradas a ser autoafines, tales como las encontradas en modelos de crecimiento de superficies [13], en superficies de paisajes [14], en superficies erosionadas [15] o en superficies de fractura [1, 2, 5, 6, 7].

Un ejemplo de estos fenómenos naturales que sirve como patrón para caracterizar estos fractales anisotrópicos es el movimiento fraccional Browniano (mfB), generalización del movimiento browniano clásico. Antes de abordar el movimiento fraccional Browniano introducido por Mandelbrot y Van Ness [16] se detallarán primero las propiedades fractales del movimiento clásico procediendo a la universalización de este comportamiento, mfB, al que se le caracterizará mediante la determinación de sus *exponentes de rugosidad o de Hurst*.

El movimiento browniano clásico ha sido objeto de numerosas investigaciones desde los pioneros trabajos empíricos realizados por Von Gleichen y Needham (1768) hasta la primera investigación detallada efectuada por el botánico inglés Robert Brown [17] (1828) quien observó el movimiento continuo y accidentado, en forma de zigzag, seguido por partículas de polen embebidas en una solución de agua, ver figura 2.5. En

las observaciones realizadas al movimiento Browniano se determinó que el desplazamiento de la partícula Browniana en un intervalo de tiempo era independiente del desplazamiento de la partícula durante otro intervalo de tiempo, no así la posición de la partícula en un tiempo dado la cual si dependía de la posición en otro tiempo.

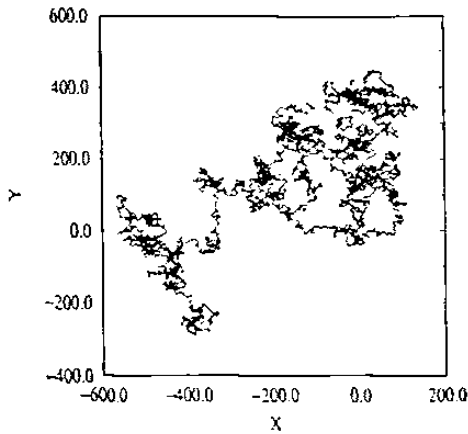


Figura 2.5.- El movimiento Browniano visto dentro de un plano [12].

Si se traza en un gráfico la posición de la partícula browniana  $X(t)$  como función del tiempo  $t$  se obtiene el denominado registro del movimiento browniano, ver figura 2.6. La posición  $X(t)$  de la partícula queda determinada por una ley de la potencia del tipo

$$[X(t) - X(t_0)]^2 = 2D(t - t_0)^{2H} \quad (2.9)$$

donde  $D$  es el coeficiente de difusividad y el exponente  $H = \zeta$  es el denominado *exponente de Hurst* o *exponente de rugosidad* que para el movimiento browniano tiene un valor invariante igual a  $1/2$ .

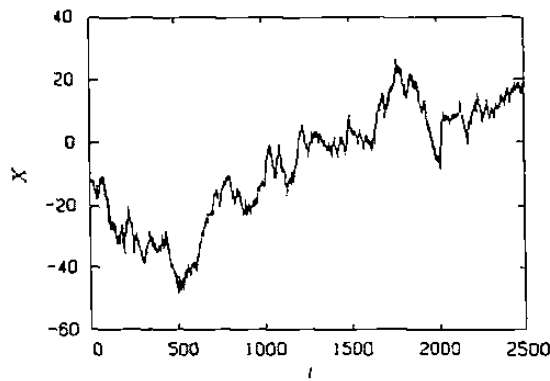


Figura 2.6.- Registro del movimiento Browniano [10].

Mandelbrot y Van Ness introdujeron el concepto de movimiento fraccional Browniano como una generalización del movimiento browniano, en el que el exponente cambia de  $H = 1/2$  a cualquier número real en el rango  $0 < H < 1$ . Mandelbrot denota la posición de la partícula  $X(t)$  mediante  $B_H(t)$  y caracteriza el proceso fraccional Browniano mediante la ley de la potencia mostrada en la ecuación 2.10.

$$[B_H(t) - B_H(t_0)]^2 = 2D |t - t_0|^{2H} \quad (2.10)$$

Al graficar la función  $B_H(t)$  la cual representa la localización  $x$  de una partícula en movimiento Browniano como función del tiempo,  $t$ , se obtiene la gráfica de la figura 2.7.

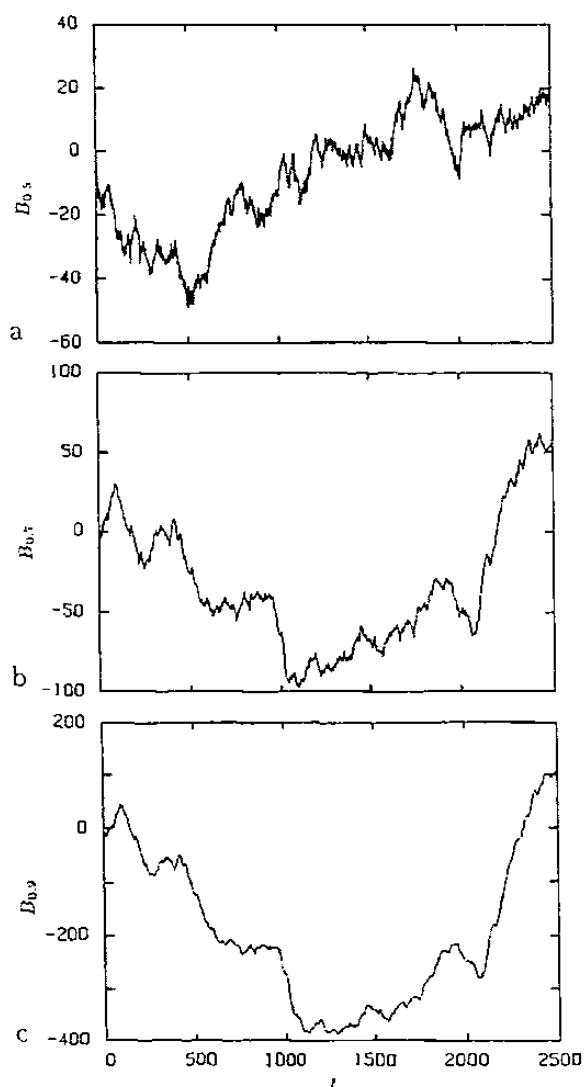


Figura. 2.7.- Gráfico de la localización  $B_H(t)$  contra el tiempo para una partícula en movimiento Browniano, con exponente de Hurst =  $1/2$ , 0.7 y 0.9, respectivamente [10].

Al desglosar las gráficas de la figura 2.7 es posible establecer que la posición de la partícula Browniana se determina por

$$X(t = nT) = \sum_{i=1}^n \xi_i \quad (2.11)$$

donde  $X$  es la posición de la partícula en un eje coordenado denominado  $x$ ,  $T$  es un intervalo de tiempo microscópico,  $\xi_i$  es una secuencia aleatoria de pasos de longitud microscópica cuyo valor se ajusta a una *distribución de probabilidad normal*. Esta distribución de probabilidades normales es clave en el concepto de autoafinidad por lo que es necesario ahondar en la estadística de la función Browniana.

La ecuación 2.12 muestra la distribución de probabilidad normal que rige la secuencia aleatoria de pasos de longitud microscópica seguida por la partícula Browniana en cada intervalo microscópico de tiempo  $T$  entre observaciones efectuadas al movimiento Browniano

$$p(\xi, T) = \frac{1}{\sqrt{4\pi DT}} \exp\left(-\frac{\xi^2}{4DT}\right) \quad (2.12)$$

Si se cambia la resolución del registro del movimiento Browniano, como ejemplo las gráficas de la figura 2.7, se observa “lo mismo”. Sin embargo, debido a que el tiempo  $t$  y la localización  $B_H(t)$  del registro son entidades físicas diferentes se esperaría que sufrieran de un escalamiento diferentemente, lo cual queda expresado por la transformación de la ecuación 2.12 al reemplazar  $\hat{\xi} = b^{1/2}\xi$  y  $\hat{T} = bT$ , con esta transformación se asegura la invariancia de escala, el resultado de esta transformación se expresa en la ecuación 2.13

$$p(\hat{\xi} = b^{1/2}\xi, \hat{T} = bT) = b^{-1/2} p(\xi, T) \quad (2.13)$$

En esta ecuación se demuestra que el proceso aleatorio Browniano es invariante en distribución bajo una transformación afín en la que se cambia la escala de tiempo por  $b$  y la escala de longitud por  $b^{1/2}$ . Aquí se puede generalizar que aquellas curvas que se reproducen así mismas en algún sentido bajo una transformación afín son llamadas autoafines.

Una vez establecido el carácter fractal anisotrópico o autoafín del movimiento aleatorio Browniano se puede tratar de caracterizarlo por medio de los métodos tradicionales vistos en el apartado 2.2.1, pero como se asentará en lo subsiguiente el valor de la dimensión fractal  $D$  utilizado para la caracterización de los fractales isotrópicos no se encuentra determinado para los objetos naturales como lo es el registro del movimiento Browniano.

Al aplicar el método de conteo de celdas para la caracterización del registro de una función Browniana, en un proceso Gaussiano independiente  $X(t)$  como función del tiempo, se necesitan  $T/bT$  segmentos de longitud  $bT$  para cubrir el eje tiempo. En cada segmento el rango del registro es del orden de  $\Delta B_H(bT) = b^H \Delta B_H(T)$  necesitándose un apilamiento de  $b^H \Delta B_H(T)/ba$  celdas de altura  $ba$  para cubrir ese rango; además de requerirse de un número de celdas  $N$  para cubrir el registro.

$$N(b; a, T) = \frac{b^H \Delta B_H(T)}{ba} \times \frac{T}{bT} \sim b^{H-2} \sim b^{-D} \quad (2.14)$$

Encontrándose que la dimensión fractal  $D = 2 - H$ .

Al aplicar el método del divisor utilizando una unidad de medición  $\delta$  para medir la longitud del registro Browniano se tiene una longitud proyectada  $bT$  sobre el eje tiempo, pudiéndose representar  $\delta$  como

$$\delta = \left( b^2 T^2 + b^{2H} [\Delta B_H(T)/a]^2 \right)^{1/2} \quad (2.15)$$

Si se tiene un valor de  $a$  pequeño en el último término de la raíz cuadrada se tiene que este último término es dominante dentro del valor de  $\delta$ , obteniéndose  $\delta \sim b^H$ . El número de segmentos a lo largo del eje tiempo es  $T/bT \sim b^{-1} \sim \delta^{-1/H}$ , encontrándose que la longitud del registro Browniano es

$$L \sim \delta^{1-1/H} \sim \delta^{1-D_0} \quad (2.16)$$

Y la dimensión fractal se presenta como  $D = 1/H$ .

Con los resultados establecidos con los métodos clásicos de evaluación de la dimensión fractal, métodos de celdas y de divisor, se determina que es ambiguo hablar de dimensión fractal para un objeto autoafín, como el registro del movimiento Browniano, siendo más correcto hablar de *exponentes de rugosidad*; debido al carácter

autoafín de nuestro objeto de estudio se dedicará la sección 2.3 para conocer los métodos creados especialmente para la caracterización de los objetos naturales.

## 2.3 MÉTODOS EXPERIMENTALES PARA LA CARACTERIZACIÓN DE ESTRUCTURAS AUTOAFINES

La caracterización de las estructuras autoafines se realiza por diversos métodos, éstos se pueden agrupar de la siguiente manera, por un lado se encuentran los métodos clásicos desarrollados para analizar objetos autosimilares en los cuales se incluyen el método del divisor, el método de conteo de celdas, el método área-perímetro, entre otros; los cuales producen como resultado el valor de la dimensión fractal del arreglo; por otra parte, se encuentran los métodos diseñados específicamente para determinar el carácter autoafín de una estructura, lo que se lleva a cabo mediante la determinación de los  $d - 1$  exponentes en un espacio  $d$ -dimensional dentro del cual se encuentra el conjunto a caracterizar, en esta segunda clasificación se incluyen los métodos de banda de ancho variable, el método de probabilidad de retorno y el método de espectro de potencias [18].

### 2.3.1 El método de banda de ancho variable

En este método un perfil de longitud  $L$  se divide en ventanas o bandas de ancho  $\Delta$ , iniciando por la posición del primer punto  $x_0$  de la ventana, dentro de cada ventana se computan dos momentos estadísticos de la distribución de alturas, como son el momento de orden infinito  $w_\infty$  o  $Z_{max}$  que es la diferencia entre la altura máxima y la altura mínima y el momento  $w_2$  o desviación estándar, estas cantidades son calculadas para cada ventana de tamaño  $\Delta$ , la ventana es movida por todos los puntos del perfil hasta el punto  $L - \Delta$ , donde se procede a efectuar un promedio de  $w_\infty$  y de  $w_2$  con respecto al número de ventanas utilizado. Estos promedios obtenidos para cada tamaño de ventana  $\Delta$  se ajustan a leyes de potencia sobre  $\Delta$  de la siguiente manera:

$$w_{\infty, x_0} \propto \Delta^\zeta \quad w_{2, x_0} \propto \Delta^\zeta \quad (2.17)$$

El ancho de ventana  $\Delta$  varía desde un tamaño igual al límite de resolución entre puntos del perfil hasta un tamaño de ventana igual a  $L$ .

El procedimiento descrito es ejemplificado en la figura 2.8:

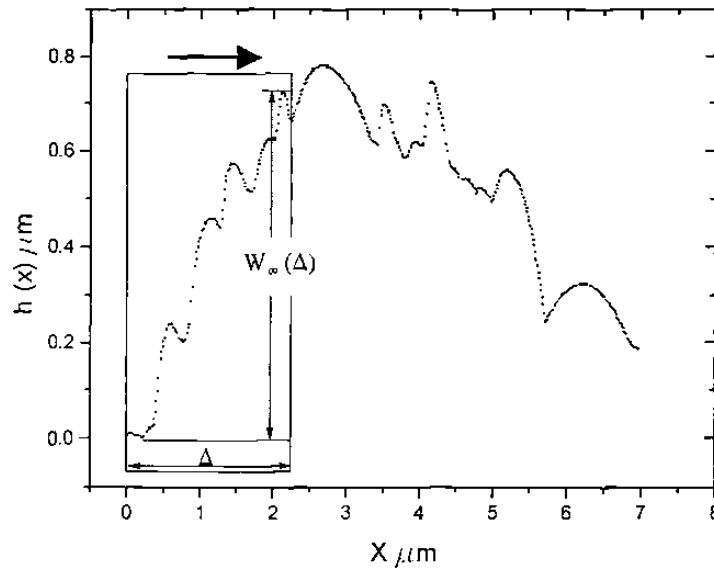


Figura 2.8.- Gráfico representativo del método de banda de ancho variable.

### 2.3.2 Probabilidad de retorno

En este método para cada punto  $x_0$  del perfil con altura  $h(x_0)$ , se detecta la mínima distancia  $d$  en la cual el perfil es intersectado otra vez a la misma altura  $h(x_0 + d) = h(x_0)$ , ver figura 2.9.

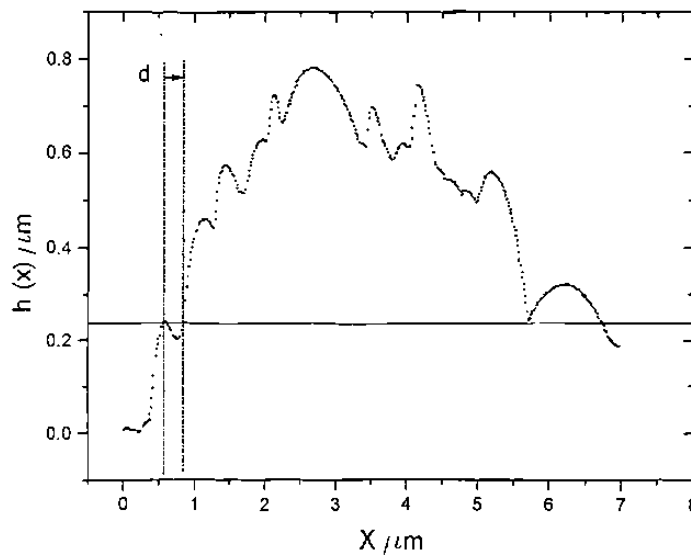


Figura 2.9.- Gráfico representativo del método de probabilidad de retorno.

La distribución de las distancias  $d$  construidas para todos los puntos del perfil es llamada la distribución de probabilidad del primer retorno  $p_1(d)$ . Para perfiles autoafines se satisface que la primera probabilidad de retorno

$$p_1(d) \propto d^{\zeta-2} \quad (2.18)$$

Esta propiedad se puede derivar del hecho de que la intersección entre una línea de altura constante y el perfil es un conjunto fractal de dimensión  $D_f = 1 - \zeta$ . Por lo tanto la distribución estadística de distancias entre intersecciones,  $p_1$ , sigue una ley de la potencia en la cual el exponente es  $-D_f - 1$ .



# CAPÍTULO 3

## AUTOAFINIDAD DE SUPERFICIES DE FRACTURA

### 3.1 INTRODUCCIÓN

Se mencionó en el capítulo precedente que el objeto de investigación del presente trabajo, superficie de fractura, es un fractal anisotrópico. Esta aseveración se prueba en el presente capítulo como punto de partida para la visualización de los diferentes trabajos experimentales que se han desarrollado en la caracterización de superficies de fractura de diversos materiales, de estos trabajos de investigación se desprenden dos puntos de vista históricos en cuanto al valor del exponente de rugosidad. Por un lado existen investigaciones pioneras que indican que la tenacidad del material se encuentra correlacionada a su dimensión fractal mientras que otros trabajos reportan la *universalidad* del valor del exponente de rugosidad  $\zeta \approx 0.8 \pm 0.05$  independiente del material y del modo de fractura, consecuentemente el valor de la dimensión fractal es constante, existiendo un dominio de escala –dependiente del material- sobre la que se presenta este exponente.

### 3.2 AUTOAFINIDAD DE SUPERFICIES DE FRACTURA

Como se asentó en la sección 2.2.2 el concepto de autoafinidad introducido por Mandelbrot y Van Ness fue usado primero para caracterizar el registro fraccional Browniano como una extensión de los registros Brownianos asociados a caminos estándar aleatorios. Las estructuras autoafines siendo intrínsecamente anisotrópicas no son invariantes estadísticamente a través de una dilatación global, estas estructuras se mantienen invariantes estadísticamente a través de una transformación afín [19]:

$$(x, y, z) \longrightarrow (bx, by, b^{\zeta}z) \quad (3.1)$$

donde  $z$  es la altura en la superficie,  $x$  y  $y$  son las coordenadas dentro del plano perpendicular a la dirección  $z$ , este plano se denomina “horizontal” y se asume que posee isotropía,  $\zeta$  es el llamado exponente de Hurst o índice de rugosidad. La ecuación 3.1 implica que la altura típica  $h(r)$  en un punto  $r = (x^2 + y^2)^{1/2}$  se encuentra determinada por:

$$h(r) = (z(x+r) - z(x))_{x,r}^{2,1/2} \approx r^\zeta \quad (3.2)$$

$\zeta$  se encuentra en el rango entre 0 y 1, y está relacionado a la dimensión fractal (dimensión de celda) de la estructura a través de la relación:

$$d_F = 3 - \zeta \quad (3.3)$$

$\zeta = 1$  corresponde a una superficie regular, inclinada con respecto al plano horizontal. Así, este corresponde a una dimensión fractal  $d_F = 2$ . Cuanto más pequeño es  $\zeta$ , la superficie es más rugosa (en consecuencia la dimensión fractal es más grande); estas propiedades de escalamiento se entienden en escalas de longitudes pequeñas  $r$ . Una superficie autoafín presenta su comportamiento fractal anisotrópico hasta una distancia del orden de una longitud característica llamada longitud de correlación  $\xi$ , traspasando esta longitud característica el objeto es plano y su dimensión es simplemente igual a 2.

### 3.3 ESTUDIOS EXPERIMENTALES DE SUPERFICIES DE FRACTURA

En 1984, Mandelbrot junto a Passoja y Paullay [1] presentan la caracterización fractal autoafín de superficies de fractura en acero. Ellos estudiaron seis muestras de aceros Maraging que tenían diferentes tratamientos térmicos, eso les confería diferentes energías de fractura medidas mediante pruebas de impacto. El procedimiento experimental seguido por Mandelbrot consistía en analizar las superficies de fractura resultantes de las pruebas a las que se les efectuaba un recubrimiento que era subsecuentemente cortado y pulido para contener un plano constante  $z$ , paralelo a la superficie de fractura. Al efectuar los pulidos se encontraban islas de acero rodeadas de níquel, a cada isla se le cuantificaba su área  $A$  y su perímetro  $P$ , ver figura 3.1.



Figura 3.1.- Representación del procedimiento experimental realizado por Mandelbrot.

Las islas representan objetos bidimensionales, en la que sus contornos son las intersecciones de la superficie de fractura con un plano  $z$  constante, ellas se ven como *líneas costeras* con una dimensión fractal  $D' = d_F - 1$  si la superficie de la isla es autoafín de dimensión  $d_F$ . Así  $A \propto l^2$  y  $P \propto l^{(d_F - 1)}$ , donde  $l$  es el tamaño lineal de las islas consideradas por lo que  $A \propto P^{2/(d_F - 1)}$ . Al graficar logarítmicamente área versus perímetro aparecían dos regímenes, en escalas más pequeñas que la longitud de correlación se muestra una pendiente  $2/(2 - \zeta)$  y una pendiente de 2 arriba del valor de la longitud de correlación. Los valores medidos por estos investigadores del exponente de rugosidad estaban en el rango de 0.70 a 0.85. La conclusión establecida era que conforme la energía de fractura disminuía el valor de la dimensión fractal aumentaba con lo que la superficie de fractura era más rugosa, ver figura 3.2.

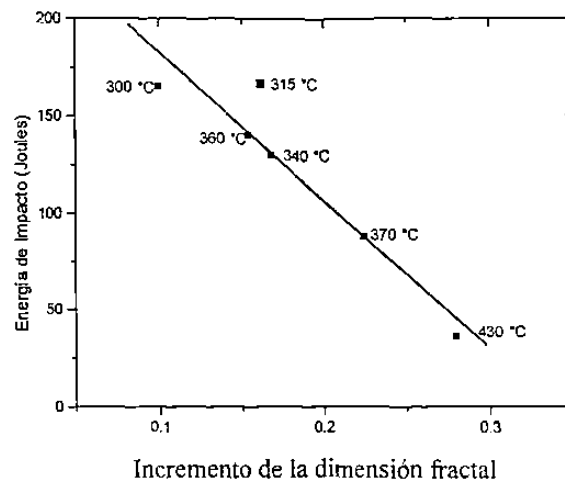


Figura 3.2.- Energía de impacto contra el incremento en dimensión fractal de la superficie de fractura de acero Maraging [1].

El mismo tipo de mediciones fue efectuado por Bouchaud [2] en 1990 en una aleación comercial de aluminio 7475 utilizando un procedimiento experimental diferente. Bouchaud ensayó con probetas que tenían diferentes tratamientos térmicos. La tenacidad a la fractura de deformación plana  $K_{Ic}$  fue medida en probetas de tensión compacta a las que se les había preagrietado en fatiga. Las superficies de fractura fueron recubiertas electroquímicamente con níquel, e igual que Mandelbrot, obtuvo cortes en un plano  $z$  constante; estas superficies fueron observadas en varias magnificaciones con un microscopio electrónico de barrido usando electrones retrodispersados obteniendo con esta técnica un contraste entre la aleación de aluminio y el níquel. Las imágenes obtenidas fueron binarizadas y se calculó la función de autocorrelación  $C(r)$  para cada micrografía. Debido a que la dimensión fractal del conjunto de contornos es igual a  $d_F - 1$  se esperaba que  $C(r)$  se comporte como  $C(r) \propto r^{-\zeta}$  dentro de la región autoafín.  $C(r)$  mostró que exhibía una ley de potencias decreciente que se extendía hasta un tamaño  $\lambda$  comparable al tamaño de la micrografía.

Las curvas relativas a la misma muestra fueron puestas en un mismo diagrama graficando  $C(r)$  versus  $r/\lambda$ . En esas unidades reducidas, el dominio de escala se extendía sobre dos décadas, pero corresponde a tres décadas en escala real:  $0.5 \times 10^{-6} \text{ m} < r < 0.5 \times 10^{-3} \text{ m}$ . Dentro de ese dominio el exponente fue medido en cada caso y no hubo variación sistemática de  $\zeta$  con  $K_{Ic}$ , encontrando un valor de  $\zeta = 0.80 \pm 0.05$ . Proponiendo que este exponente encontrado podría ser *universal*, independientemente del material, del modo de fractura y de la tenacidad. Únicamente podría depender de la velocidad de propagación de la grieta y de la escala de longitud de observación. Dentro de las escalas de longitudes que se presentan en la conducta anisotrópica de la superficie de fractura parece haber una dependencia entre el valor límite del comportamiento autoafín, denominado longitud de correlación, con la microestructura y tenacidad del material.

En 1992 Maloy y colaboradores [20], estudiaron seis materiales frágiles muy diferentes (plástico, baquelita, porcelana, grafito, acero y Al-Si) grabando sus perfiles de fractura usando perfilometría. Utilizando como métodos de análisis estadísticos la primera probabilidad de retorno y el espectro de potencias, ellos encontraron valores consistentes de  $\zeta$  los cuales no variaban mucho de un material a otro siendo estos del

orden de  $\zeta = 0.87 \pm 0.07$ , apoyando la conclusión establecida por Bouchaud de que el valor del exponente de rugosidad es universal.

Basándose en estos resultados, en los que se sugería una posible universalidad, se analizaron diversos materiales como pastas viscoelásticas [21] y rocas [22,23], se utilizaron también modos de fractura diversos como el aplicado por Bouchaud [24] en el que provocó fractura en modo II en  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , y todos ellos arrojaron resultados similares al valor reportado por Bouchaud.

No es sino hasta 1993 cuando Milmann y colaboradores [25,26], utilizando como herramienta de exploración microscopía de barrido por tunelamiento, en escalas de observación nanométricas, cuestionan la probable universalidad ya que ellos reportan 0.6 de exponente de rugosidad para superficies fracturadas de tungsteno, y 0.5 para grafito. Aunado a estos resultados surge el establecido por McAnulty [27] en el que reportó valores de exponentes cercanos a 0.6 en experimentos de fatiga de bajos ciclos realizados sobre acero.

Con estos resultados Bouchaud replantea su teoría de la universalidad del exponente de rugosidad, estableciendo la aparente existencia de dos regímenes, en el que la extensión de cada régimen depende de la velocidad de propagación de la grieta; presentándose un valor de 0.5 en el exponente de rugosidad en escalas de longitud pequeña y/o en bajas velocidades de propagación “cuasi-estático” mientras que un valor de 0.8 surge en altas velocidades de propagación de grieta y/o en grandes escalas de longitud de observación [28].

Una vez establecida la existencia de dos regímenes se ha implementado como herramienta de extracción de información en escalas nanométricas, consideradas como pequeñas, la microscopía de fuerza atómica (MFA) que permite encontrar resultados que se muestran cuantitativamente compatibles con los encontrados con la microscopía electrónica de barrido (MEB) como los encontrados por Daguiet [29] quien mostró la aparición de los dos regímenes, reportando el régimen de exponente de rugosidad de 0.5 en un rango de escala de 1 nm hasta 1 micrómetro, y el régimen de 0.8 lo mostró arriba de 1 micrómetro en la escala de longitud de observación hasta 1 milímetro. En este estudio Daguiet (1996) hizo uso de MFA y de MEB sobre la fractura de una aleación basada en  $\text{Ti}_3\text{Al}$ .

Hinojosa (1999) [3], utilizando MEB y MFA en el estudio de superficies de fractura de una superaleación basada en níquel reportó que el valor de la longitud de correlación era correspondiente al tamaño de las mayores heterogeneidades del material; dentro de su investigación se observa el valor de 0.8 del exponente de rugosidad sobre seis décadas de escala de longitud.

Reyes (1999) [30], utilizando MFA en el análisis de fracturas realizadas en materiales poliméricos, en altas velocidades de propagación de grieta, confirma el valor del exponente de rugosidad  $\approx 0.8$  en materiales no metálicos.

Todas estas investigaciones han permitido el uso y desarrollo de técnicas de análisis de fractura, buscando siempre obtener la mayor información de la superficie de fractura; aunadas a estas investigaciones, se desarrollan teorías que tratan de explicar este comportamiento presentado por la naturaleza, dentro de éstas se encuentran como las más aceptadas los modelos de línea (capítulo 4).

# CAPÍTULO 4

## MECÁNICA DE LA FRACTURA Y FRACTOGRAFÍA ESTADÍSTICA

### 4.1 INTRODUCCIÓN

La fractura es la separación o fragmentación de un sólido bajo la acción de una carga externa, a través de un proceso de creación de nuevas superficies, las superficies de fractura. El proceso de fractura consta de dos etapas iniciación de grietas y propagación de las mismas. Dependiendo de las condiciones de carga, geometría del cuerpo y de las propiedades mecánicas del material, para fracturar un componente estructural, puede ser necesario sostener e incluso incrementar la carga después de que la iniciación de grietas ha tenido lugar; mientras que en otros casos bastará con alcanzar el punto de iniciación de grieta que después se propagará espontáneamente. La fractura puede iniciar a partir de una grieta preexistente en el material, entonces la etapa de nucleación de grietas es suprimida y el proceso se reduce a iniciar la propagación de la grieta.

Para que la fractura ocurra no es necesario que el esfuerzo de iniciación y propagación de grietas esté presente en todo el volumen del cuerpo, si este esfuerzo de iniciación se alcanza en una pequeña región del cuerpo la fractura ocurrirá.

El hecho de que una fractura pueda iniciar en regiones muy localizadas, frecuentemente pequeñas de un componente estructural, y de que ocurra a esfuerzos menores a los de diseño ocasiona que la fractura presente características de ser súbita, inesperada y con consecuencias no gratas para un proceso. Estas características del fenómeno de fractura en materiales son las que la hacen un objeto constante de investigación.

## 4.2 TIPOS DE FRACTURA

La clasificación de la fractura se puede efectuar considerando diversas características tales como deformación a la fractura, modo cristalográfico de fractura y la apariencia de la fractura.

De acuerdo al punto de vista de la deformación a la fractura, se reconocen dos tipos de fractura dependiendo de la cantidad de deformación plástica previa, éstos son:

Fractura frágil: es la que ocurre cuando la deformación de la mayor parte del cuerpo es elástica, de manera que después de la fractura, los fragmentos de la pieza pueden volver a juntarse sin que haya cambios significativos en la geometría. Ocurre en metales con baja ductilidad y tenacidad aunque metales normalmente dúctiles también fallan de manera frágil cuando se les aplica grandes tasas de deformación (como en impacto).

Fractura dúctil: es la fractura que ocurre después de una apreciable deformación plástica del cuerpo, entendiendo que los esfuerzos en una región relativamente grande de la pieza rebasaron el esfuerzo de cedencia o límite elástico. Ocurre normalmente de manera transgranular (a través de los granos) en los metales con buena ductilidad y tenacidad.

La figura 4.1 presenta en forma esquemática dos cuerpos con fractura frágil y dúctil respectivamente. La clasificación de las fracturas en frágiles y dúctiles es estrictamente ingenieril, ya que de hecho, en algunas fracturas de aspecto frágil, puede existir una intensa deformación plástica, sólo que ésta se localiza en una región pequeña alrededor de la grieta y el resto del material permanece sin deformación plástica, como muestra el tercer cuerpo de la figura 4.1.



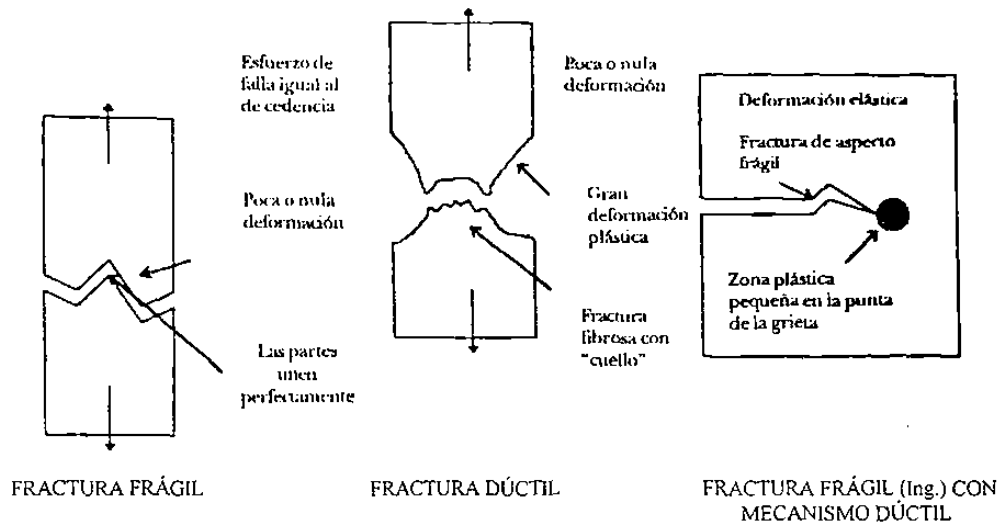


Figura 4.1.- Clasificación de la fractura, desde el punto de vista ingenieril.

### 4.3 MECÁNICA DE LA FRACTURA

La mecánica de fractura relaciona el tamaño y forma de una grieta y las fuerzas o cargas que conducen a la fractura de un componente de forma y dimensiones definidas, para esto se apoya en el cálculo de la distribución de esfuerzos, deformaciones, desplazamientos alrededor de una grieta y en el establecimiento de los balances de energía que tienen lugar durante la extensión de una grieta. Existen varias metodologías de análisis de componentes agrietados, dependiendo de la extensión de la deformación plástica que precede a la fractura. De acuerdo con la extensión de la deformación plástica, las categorías de la fractura son:

**Fractura lineal elástica:** cuando la extensión de la zona plástica está confinada a una pequeña región frente a la punta de la grieta y la deformación del resto del cuerpo es elástica.

**Fractura elasto plástica:** la zona plástica se extiende en el total remanente del ancho de la pieza, pero permaneciendo como una región relativamente estrecha alrededor del plano de la grieta.

**Colapso plástico:** la fractura es precedida de deformación plástica generalizada.

Estas tres categorías se presentan en la figura 4.2.

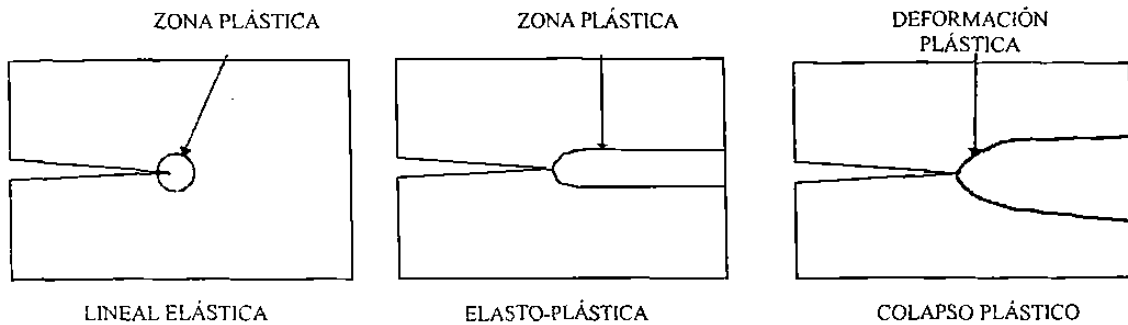


Figura 4.2.- Categorías de la fractura de acuerdo a la extensión de la zona plástica.

La mecánica de fractura considera que el proceso de fractura inicia con una grieta que se propaga hasta la separación final o fragmentación de la pieza. Si durante la propagación de la grieta, ésta puede detenerse al disminuir o desaparecer los esfuerzos, se dice que la propagación es estable; por otro lado, si la grieta se propaga de manera rápida y autoacelerada, de manera que es prácticamente imposible de detener, entonces la propagación es inestable.

Como la mayoría de los componentes estructurales y mecánicos son diseñados y operados en condiciones que no producen esfuerzos mas allá del límite elástico del material, la aproximación más común es la de la Mecánica de Fractura Lineal Elástica (MFLE).

El fundamento del análisis de la resistencia residual con base en la MFLE es la aplicación de un parámetro que caracteriza la fractura, éste es el factor de intensidad de esfuerzos ( $K$ ), el cual describe la distribución de esfuerzos alrededor de una imperfección del material y en su forma más general es expresado matemáticamente como:

$$K = Y \sigma \sqrt{\pi a} \quad (4.1)$$

donde  $Y$  es un parámetro que involucra la geometría de la grieta y del componente,  $a$  es la longitud de la grieta o imperfección y  $\sigma$  es una función que representa la magnitud del esfuerzo en el componente.

El factor de intensidad de esfuerzos ( $K$ ), es el parámetro que define la magnitud de los esfuerzos en la punta de la grieta si la deformación en el cuerpo es esencialmente

elástica. Cuando se alcanza un valor crítico de  $K$ , conocido como tenacidad a la fractura y denotado como  $K_{Ic}$ , ocurre la fractura. La tenacidad a la fractura constituye una propiedad del material, medible por medio de pruebas de laboratorio.

Aunado con el factor de intensidad de esfuerzos existen varios modos de deformación que pueden ser aplicadas a la grieta, ver figura 4.3. El modo I, modo de apertura de la grieta, se refiere a un esfuerzo tensil aplicado en la dirección normal a las caras de la grieta. Este es el modo usual para pruebas de tenacidad determinando el valor crítico de intensidad de esfuerzos como  $K_{Ic}$ . El modo II, el modo de corte, se refiere a un esfuerzo de corte aplicado normal al borde principal de la grieta pero en el plano de la grieta. El modo III, el modo de corte paralelo, es para esfuerzos de corte aplicado paralelo al borde principal de la grieta.



Figura 4.3.- Modos de deformación de grieta.

#### 4.4 EL CRITERIO DE GRIFFITH

El primer intento significativo para analizar matemáticamente el fenómeno de fractura fue llevado a cabo por Griffith [31], quien derivó una expresión para determinar el esfuerzo de fractura en materiales frágiles como el vidrio.

Griffith propuso que un material frágil contiene una población de finas grietas, las cuales producen una concentración de esfuerzos de magnitud suficiente tal que la resistencia cohesiva teórica se alcanza en regiones localizadas. Cuando una de las grietas se extiende dentro de una fractura frágil, ésta produce un incremento en el área superficial de los lados de la grieta. La grieta requiere energía para vencer la fuerza cohesiva de los átomos o expresado en otra forma esta requiere un incremento en la energía de superficie. La fuente del incremento de la energía de superficie es la energía de deformación elástica la cual es liberada cuando se extiende la grieta. Griffith

estableció el siguiente criterio para la propagación de una grieta: Una grieta se propagará cuando el decremento en energía de deformación elástica es al menos igual a la energía requerida para crear la nueva superficie.

A continuación se aplica el criterio de Griffith al modelo de grieta mostrado en la figura 4.4. El espesor de la placa es ignorable, y así el problema puede ser tratado como un caso de esfuerzo plano. La forma asumida de la grieta es elíptica. Para una grieta en el interior del elemento la longitud es  $2a$ , mientras para una en el borde del elemento la longitud es  $a$ . El efecto de ambos tipos de grieta en la conducta de la fractura es el mismo.

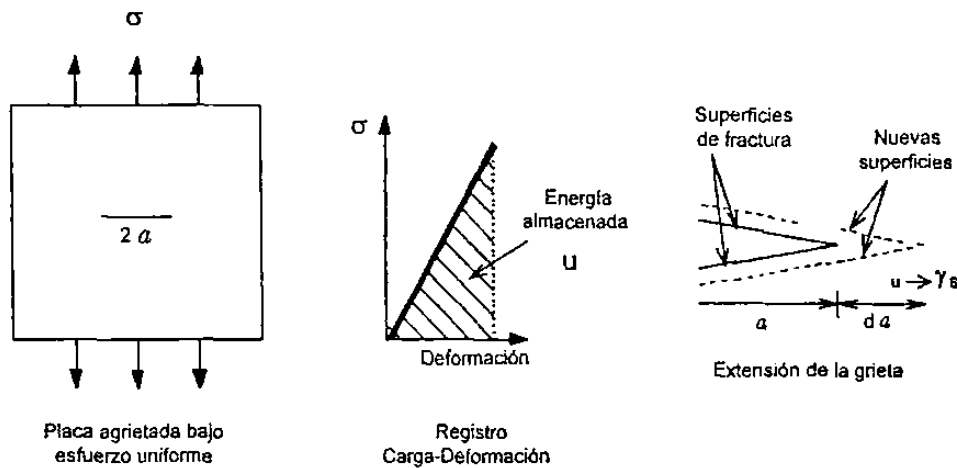


Figura 4.4.- Modelo de Griffith de fractura frágil.

La distribución de esfuerzos para una grieta elíptica fue determinada por Inglis [32]. Un decremento en la energía de deformación resulta de la formación de una grieta. La energía de deformación elástica por unidad de espesor de placa es igual a

$$U_E = - \frac{\pi a^2 \sigma^2}{E} \quad (4.2)$$

donde  $\sigma$  es el esfuerzo tensil actuando normal a la longitud de la grieta de longitud  $2a$  y  $E$  es el módulo de Young. El signo negativo es utilizado debido a que el crecimiento de la grieta libera energía de deformación elástica. La energía de superficie debido a la presencia de la grieta se encuentra dada por la siguiente ecuación

$$U_S = 2(2a)\gamma_s \quad (4.3)$$

donde  $\gamma_s$  es la energía superficial,  $2a$  es la longitud de la grieta y el 2 es debido a las caras de las superficies que se forman.

El cambio total en energía potencial resultante de la creación de la grieta es

$$\Delta U = U_s + U_e \quad (4.4)$$

De acuerdo al criterio de Griffith la grieta se propagará bajo un esfuerzo constante aplicado  $\sigma$  si un incremento en la longitud de la grieta no produce cambio en la energía total del sistema ya que el incremento en la energía de superficie es compensado por un decremento en la energía de deformación elástica.

$$\frac{d\Delta U}{da} = 0 = \frac{d}{da} \left( 4a\gamma_s - \frac{\pi a^2 \sigma^2}{E} \right) \quad (4.5)$$

$$4\gamma_s - \frac{2\pi a \sigma^2}{E} = 0 \quad (4.6)$$

$$\sigma = \left( \frac{2E\gamma_s}{\pi a} \right)^{1/2} \quad (4.7)$$

La ecuación proporciona el esfuerzo requerido para propagar una grieta en un material frágil como una función del tamaño de la microgrieta.

Para una placa que es gruesa comparada con la longitud de la grieta (deformación plana) la ecuación de Griffith se expresa como:

$$\sigma = \left[ \frac{2E\gamma_s}{(1-\nu^2)\pi a} \right]^{1/2} \quad (4.8)$$

donde  $\nu$  es la razón de Poisson,  $E$  es el módulo de Young,  $\gamma_s$  es la energía superficial y  $a$  es la mitad de la longitud de la grieta.

Orowan [33] sugirió que la ecuación de Griffith debe ser más compatible con la fractura frágil en metales por la inclusión de un término  $\gamma_p$  el cual expresa el trabajo plástico requerido para extender la pared de la grieta

$$\sigma = \left( \frac{2E(\gamma_s + \gamma_p)}{\pi a} \right)^{1/2} \quad (4.9)$$

## 4.5 ASPECTOS MICROESTRUCTURALES DE LA FRACTURA

La iniciación de microgrietas puede estar influenciada por la presencia y naturaleza de partículas de segunda fases. La resistencia a la fractura mejora si la partículas se encuentran bien ligadas a la matriz. Partículas pequeñas ( $r < 1 \mu\text{m}$ ) y partículas esféricas son más resistentes al agrietamiento, si la dispersión de partículas de una segunda fase es fácilmente cortada por las dislocaciones, entonces habrá deslizamiento plano y ocurrirán apilamientos de dislocaciones relativamente grandes. Esto lleva a tener altos esfuerzos, fácil iniciación de microgrietas y comportamiento frágil. Sin embargo, si la segunda fase consiste en una dispersión de partículas finas impenetrables, la distancia de deslizamiento es reducida de manera importante, y en correspondencia, el número de dislocaciones que pueden ser apiladas es reducido. Además, una vez que las grietas se encuentren formadas serán forzadas a arquearse entre las partículas incrementando la energía interfacial efectiva. Así, dispersiones finas de partículas pueden incrementar la tenacidad bajo circunstancias adecuadas. Una fase dúctil puede también impartir ductilidad a la matriz frágil.

## 4.6 FRACTOGRAFÍA

La examinación microscópica de la superficie de fractura con el objetivo de obtener información acerca de la naturaleza de la fractura es llamada fractografía. Este estudio se lleva a cabo utilizando microscopía electrónica de barrido (MEB), aprovechando su gran profundidad de campo.

Generalmente en la escala microscópica se observan tres modos de fractura: clivaje, cuasi-clivaje y ruptura de huecos.

La fractura de clivaje representa fractura frágil que ocurre a lo largo de planos cristalográficos. Los arreglos característicos de la fractura por clivaje son de caras planas, con marcas de río que son causadas por la grieta moviéndose a través del cristal a lo largo de un número de planos paralelos formando una serie de mesetas. La dirección de estos patrones de río representan la dirección de propagación de la grieta.

La fractura cuasi-clivaje es observada principalmente en fracturas realizadas a bajas temperaturas en aceros templados. En esta forma de fractura las caras no son verdaderos planos de clivaje, exhiben a menudo huecos y colinas rasgadas alrededor de las caras.

La ruptura de huecos se caracteriza por depresiones como copa que pueden ser equiaxiales, parabólicos o elípticos dependiendo del estado de esfuerzos. Este tipo de superficie de fractura denota una fractura dúctil. Las microgrietas son iniciadas en partículas de segunda fase, los huecos crecen, y eventualmente existen ligas entre las microgrietas de fractura.

#### 4.7 MODELOS DE LÍNEA

Una formulación que en la última década se ha utilizado para describir la propagación del frente de grieta en materiales heterogéneos consiste en imaginar el frente de fractura como una línea moviéndose a través de un material que contiene obstáculos microestructurales aleatoriamente distribuidos. Este frente va a separar el espécimen en dos piezas quebradas. La morfología de la línea en cada tiempo  $t$  determina la morfología de la superficie de fractura final, figura 4.5.

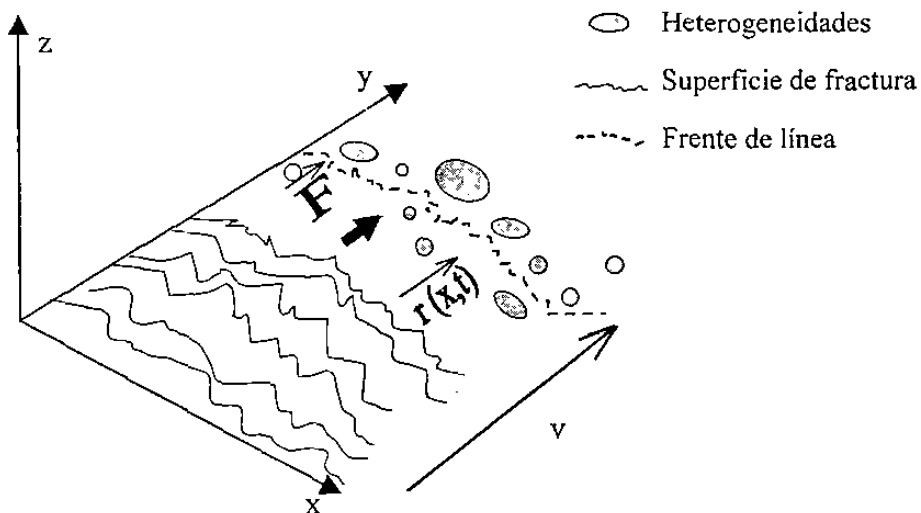


Figura 4.5.- Representación de una línea moviéndose a lo largo del eje y, dentro de un medio heterogéneo dejando detrás una superficie rugosa.

El movimiento del frente de grieta se describe por una ecuación local no lineal de tipo Langevin [34], aplicada primero por Ertas y Kardar en un contexto muy diferente [35-37].

$$\rho \frac{\partial \vec{r}}{\partial t} = \partial_x^2 \vec{r} + \vec{f}(x, \vec{r}(x, t)) + \vec{F} \quad (4.10)$$

donde  $\rho$  es el inverso de la movilidad,  $\vec{f}(x, \vec{r})$  es una fuerza aleatoria debida a las impurezas del medio heterogéneo y  $\vec{F}$  es una fuerza uniforme aplicada.

Los términos no lineales toman en cuenta las variaciones de la velocidad de la grieta local con la orientación local del frente. Esta ecuación guía a un gran número de regímenes, dependiente de los valores relativos de las constantes de los términos no lineales. Aunque este modelo sufre de algunas carencias [38] sugiere la existencia de dos regímenes de fractura. Para *velocidades de grieta* tendientes a cero, la línea es capaz de liberarse de los obstáculos microestructurales. Esto es conocido como la transición de desanclaje en el problema de la línea atrapada [39]. En este caso, el índice de rugosidad  $\zeta_{\perp}$  perpendicular a la dirección de propagación de la grieta es igual a 0.5. Más generalmente, para una velocidad dada, hay un cruce en alguna escala de longitud  $\xi_{QS}$  de la conducta cuasiestática a la conducta dinámica. Para *escalas de longitud pequeñas* ( $r < \xi_{QS}$ ), el índice de rugosidad es igual a  $\zeta = 0.5$ , mientras que para *grandes escalas de longitud*, cuando  $r > \xi_{QS}$ ,  $\zeta = 0.75$ . La longitud de cruce  $\xi_{QS}$  decrece rápidamente con la velocidad de grieta, tendiendo a infinito cuando la velocidad de grieta tiende a cero. Debido a que la velocidad aumenta con el aumento del factor de intensidad de esfuerzos, se espera, dentro del marco de este modelo, que la longitud de cruce decrezca cuando se incrementa  $K_I$ .

Otros modelos interesantes son los establecidos por Roux y François [40] para la fractura de materiales plásticos en los que la superficie de fractura son superficies de mínima energía y el índice de rugosidad presenta un valor entre 0.4 y 0.5.

Vashista y Nakano [41] proveen interesantes simulaciones dinámicas moleculares con la existencia de dos regímenes con una longitud de cruce que decrece al aumentar las velocidades de la grieta.



# CAPÍTULO 5

## ALEACIONES ALUMINIO-SILICIO

### 5.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se abordan los aspectos generales de la solidificación de las aleaciones aluminio-silicio, objeto de estudio de esta investigación, esta transformación del estado líquido al sólido es determinante de las propiedades mecánicas que presenta la fundición.

Después de su solidificación, el material puede ser utilizado como fue solidificado, o se le puede efectuar algún tratamiento térmico, los cuales son dependientes de las estructuras formadas en la solidificación.

### 5.2 ALEACIONES ALUMINIO-SILICIO

Las aleaciones con silicio como elemento principal de aleación son las más importantes de las aleaciones fundidas de aluminio debido a la alta fluidez impartida por la presencia de grandes volúmenes del eutéctico Al-Si. Otras ventajas de esas fundiciones son la alta resistencia a la corrosión, buena soldabilidad y el reducido coeficiente de expansión térmica debido al silicio [42].

#### 5.2.1 SOLIDIFICACIÓN EN ALEACIONES ALUMINIO-SILICIO

Las aleaciones comerciales de aluminio-silicio están disponibles con composiciones hipoeutécticas, eutécticas y, menos comúnmente, se encuentran las hipereutécticas. El eutéctico de aluminio y silicio se forma con 12.6% de Si y solidifica a 577°C. Por lo que de acuerdo al contenido de silicio las aleaciones hipoeutécticas

contienen entre 5 y 10% de Si, las eutécticas poseen un contenido entre 11 y 13 % Si y las hipereutécticas poseen contenidos de silicio entre 14 y 20%, ver figura 5.1.

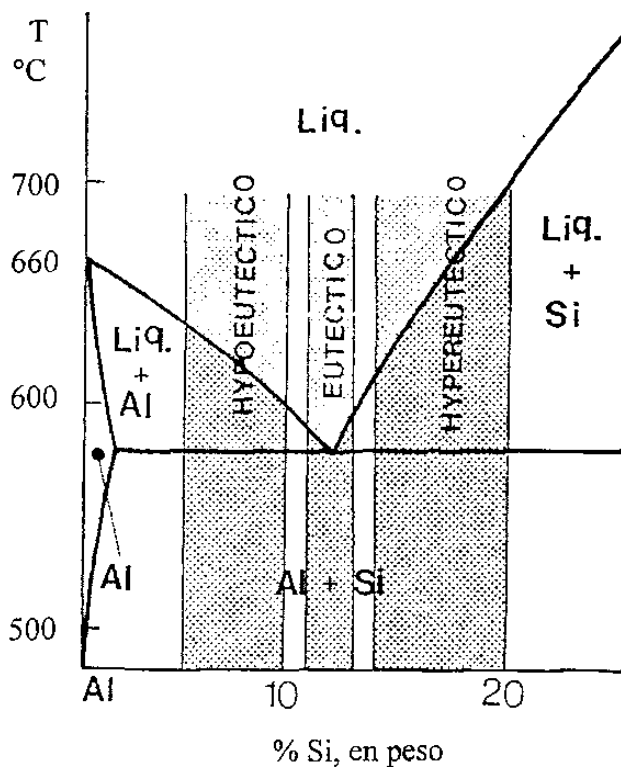


Figura 5.1.- Diagrama de equilibrio Al-Si [43].

Dependiendo de la pureza del material base, las aleaciones Al-Si pueden contener varias cantidades de impurezas como hierro, manganeso, cobre y zinc. A menudo el cobre y el magnesio son agregados para incrementar la resistencia de la fundición. Las impurezas y elementos aleantes entran parcialmente en solución sólida en la matriz y forman partículas intermetálicas durante el proceso de solidificación.

En las aleaciones hipoeutécticas como la aleación tipo A319 estudiada en este trabajo que contienen aproximadamente 7% de Si, ocurre la siguiente secuencia de precipitación de fases: formación de una red dendrítica de aluminio- $\alpha$ , reacción eutéctica aluminio-silicio y formación de otras fases eutécticas secundarias como  $Mg_2Si$  y  $Al_2Cu$ , que se observan debido a la presencia de aleantes, tales como magnesio y cobre [43].

## 5.2.2 COMPUESTOS INTERMETÁLICOS

En las aleaciones impuras aluminio-silicio, los compuestos intermetálicos más relevantes son las diferentes fases de hierro, debido a su efecto sobre las propiedades mecánicas. La formación del intermetálico  $Al_3FeSi$  (fase  $\beta$ ) es la más perjudicial en estas aleaciones, y es debido a su forma de agujas o placas alargadas, las cuales son duras y frágiles, tienen escasa adhesión con la matriz por lo que la resistencia a la fractura disminuye, la fase  $Al_3FeSi$  se forma a rapideces de solidificación comúnmente presentes en vaciados en arena y moldes permanentes. Cuando la cantidad de hierro sobrepasa el 0.7% en peso, las agujas o placas no se multiplican sino que crecen longitudinalmente y se vuelven más nocivas; sin embargo, esta fase  $\beta$  no deseada se puede eliminar y convertir en  $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ , llamada también fase  $\alpha$ , lo que se logra mediante la adición de manganeso a la aleación, esta fase  $\alpha$  tiene forma de *escritura china* y es menos nociva para las propiedades mecánicas [44], ver figura 5.2.

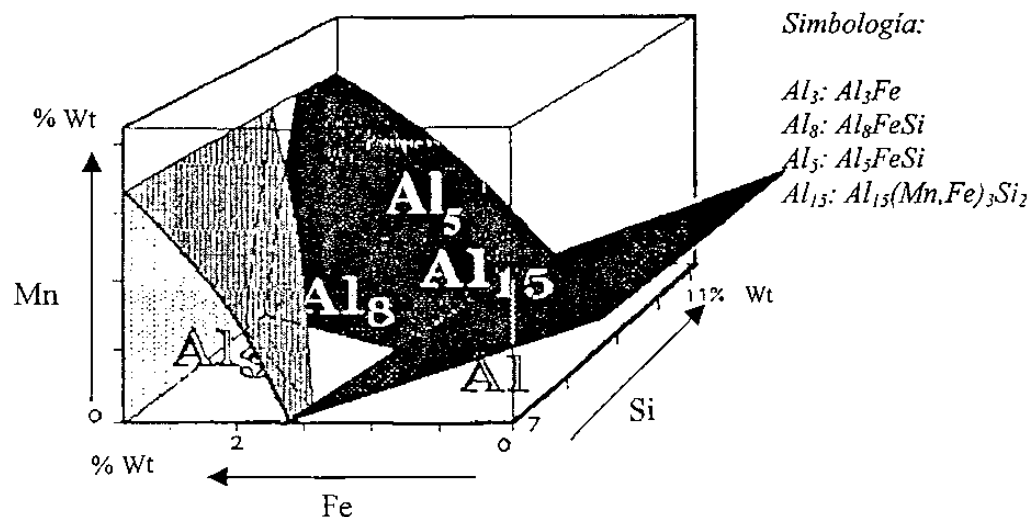


Figura 5.2.- Diagrama de fases Al-Si-Fe-Mn [45].

## 5.2.3 REFINAMIENTO DE GRANO

Las aleaciones de aluminio tienden a poseer un grano grande a causa de sobrecalentamiento, refusiones sucesivas, mantenimientos prolongados en estado líquido.

Este engrosamiento de grano disminuye las propiedades mecánicas de la aleación como la resistencia a la tensión, la resistencia a la fatiga y la tenacidad, aumentando la tendencia a la formación de grietas. También perjudica al aspecto de las piezas, sobre todo si son anodizadas posteriormente. Por lo tanto, se tiene la necesidad de efectuar un afinamiento del tamaño de grano. Este refinamiento es muy utilizado en el caso de moldeo en arena siendo menos necesario en el moldeo en coquilla y moldeo bajo presión que producen, de por sí, un grano fino, como consecuencia de un enfriamiento rápido debido a la naturaleza del molde sobre todo si los espesores son reducidos.

El refinamiento de grano, es casi obligatorio para las aleaciones Al-Si, pudiéndose llevar a cabo mediante métodos físicos o químicos. Dentro de los métodos físicos se encuentran la agitación o vibración mediante el cual se fragmentan las dendritas sólidas formando partes más pequeñas estos fragmentos se pueden dispersar dentro del metal que está aún solidificado, para posteriormente crecer como cristales sólidos independiente, ver figura 5.3 [46].

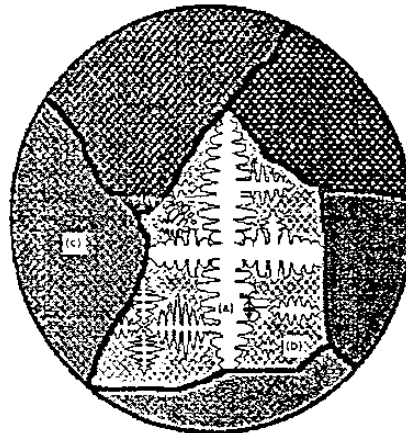


Figura 5.3.- Principales características microestructurales: (a) Espaciamiento dendrítico secundario; (b) Fase de silicio eutéctica; (c) Tamaño de grano [46].

Por medio de agentes químicos se aplican generalmente como fundentes constituidos por sales o por mezclas de sales, principalmente fluoruros simples o compuestos que reaccionan con el metal fundido liberando, según el caso, titanio, boro, sodio o por medio de aleaciones maestras Al-Ti-B o Al-Ti. Siendo el más común el uso de titanio en contenidos de alrededor de 0.25% en peso, lo cual promueve la precipitación de partículas de  $TiAl_3$  que se forman por una reacción peritética. Es a

partir de los compuestos de  $TiAl_3$  donde se inicia el crecimiento del sólido, que posteriormente se convierten en dendritas. El tamaño de grano se estima en una relación inversa al número de compuestos de  $TiAl_3$  existentes [44,47].

#### 5.2.4 MODIFICACIÓN DE ESTRUCTURA EUTÉCTICA

En las aleaciones aluminio-silicio hipoeutécticas sin modificar se forman cristales en forma de grandes placas en la fase eutéctica del silicio aluminio en la pieza fundida durante su solidificación, ver figura 5.4, estas partículas son frágiles, y reducen la resistencia y ductilidad de la pieza fundida, tienden a dificultar la circulación del metal fundido (alimentación) durante el proceso de solidificación.

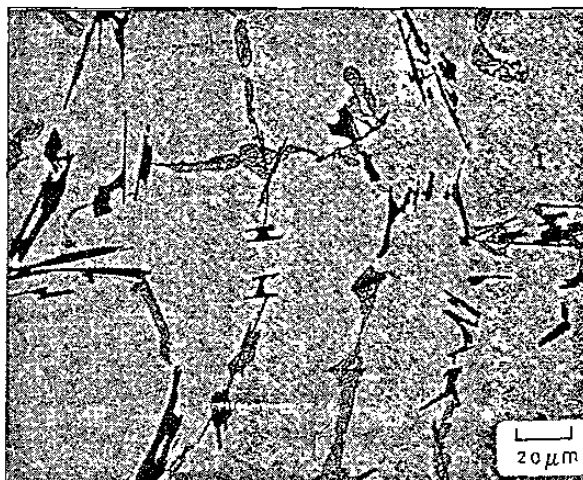


Figura 5.4.- Fase eutéctica sin modificar.

Si se emplea aluminio modificado se forma una mejor estructura en la cual la fase de silicio es de naturaleza fibrosa y se encuentra finamente dispersa en el material, ver figura 5.5, esta estructura proporciona mejores propiedades mecánicas especialmente ductilidad a la pieza. Durante el proceso de solidificación es posible modificar la estructura eutéctica agregando agentes químicos a la aleación o incrementando las velocidades de enfriamiento [44].

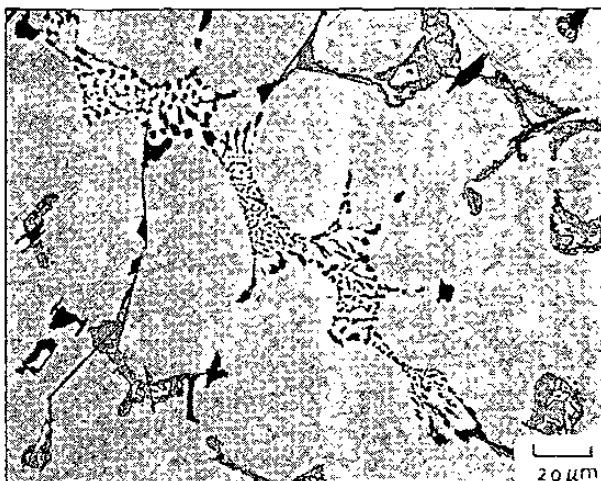


Figura 5.5.- Fase eutéctica modificada.

Actualmente se conocen los beneficios de la modificación química aunque el mecanismo total no se encuentra entendido. Las investigaciones más recientes [48] señalan que durante este mecanismo el crecimiento de la fase de silicio es afectado por impurezas de Na, Sr y algunas tierras raras; estos elementos originan una alta densidad de maclas (cristales especulares) durante el crecimiento de la fase de silicio, dando como resultado una red interconectada de fibras curvadas, dobladas o separadas que permiten una microestructura fina [46].

Las primeras investigaciones demostraron que el porcentaje de crecimiento y nucleación de la fase de silicio durante la solidificación de las aleaciones Al-Si podía quedar influido por la presencia de ciertos elementos, Pacz alrededor de 1930 encontró como pequeñas adiciones de metales alcalinos, especialmente sodio, a la aleación de aluminio-silicio en estado líquido cambiaban la naturaleza de la fase de silicio desde cristales como placas a cristales fibrosos, finamente dispersados cuando se solidificaba el metal [49].

Durante muchos años, el sodio fue el único medio disponible para la modificación de las aleaciones de aluminio-silicio. La mejora en las propiedades obtenida provocó un aumento notable de su utilización en estas aleaciones. Sin embargo el sodio es un metal muy reactivo. Puede reaccionar violentamente durante su adición a la aleación de aluminio-silicio fundido, por tanto, es difícil un control estricto del nivel de adición.

Los niveles residuales de sodio en el metal fundido debieran hallarse en los márgenes de 0.01 a 0.02% para que la modificación sea eficaz. Debido a la combustión violenta al añadir sodio metálico, las recuperaciones reales pueden ser tan bajas como el 20%, por tanto, deben añadirse cantidades relativamente grandes.

Debido a estas inconveniencias del sodio se ha encontrado que el modificar con estroncio es más práctico, y más aceptado en la industria de la fundición, debido a que retiene su eficacia de modificación durante períodos prolongados de mantenimiento del metal fundido, además de no requerir los cuidados especiales exigidos en la utilización y manejo del sodio. La modificación aportada por el estroncio tiende a mantenerse en fusiones repetidas por lo que al estroncio se le conoce habitualmente como modificador “permanente”.

Puede conseguirse la modificación completa de una aleación fundida con un nivel de estroncio residual en el rango de 0.01 a 0.015%, y algunas pruebas han demostrado que se consigue la modificación completa con tan poco como 0.005%.

Existen pruebas de que el estroncio estimula la formación de partículas más finas de los compuestos intermetálicos ricos en hierro en lugar de las partículas relativamente grandes de la fase silicio-aluminio-hierro observadas normalmente en las aleaciones de aluminio-silicio fundidas con alto contenido de hierro.

# CAPÍTULO 6

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

### 6.1 INTRODUCCIÓN

En esta investigación se efectuó un estudio y caracterización de las superficies de fractura de un material de uso ingenieril por medio del exponente de Hurst ( $\zeta$ ) y de la longitud de correlación ( $\xi$ ) con el propósito de examinar la hipótesis de que en un material dendrítico las mayores heterogeneidades presentes se encuentran relacionadas a la longitud de correlación de la superficie de fractura, para probar lo anterior se buscó como punto de partida un material que cumpliera con los siguientes requisitos:

- Una microestructura dendrítica, la cual se considera como la mayor heterogeneidad del material a estudiar; y
- Un marcado contraste entre fases.

El material que satisfacía los requisitos establecidos fue la aleación dendrítica aluminio-silicio tipo A319, la cual posee una amplia demanda en la industria automotriz.

Una vez que se determinó el material a utilizar se procedió a elaborar la metodología experimental para generar resultados que permitieran evaluar la hipótesis establecida, esta metodología consistió en el maquinado de probetas para la realización de ensayos de fractura por impacto y por tensión. Además, se realizaron preparaciones metalográficas para la caracterización de las heterogeneidades de la aleación empleando un microscopio electrónico de barrido, para la identificación de las fases mediante comparación morfológica, auxiliándose de espectrometría de rayos X en dispersión de energía. Una vez identificadas las heterogeneidades de la aleación, se utilizó un microscopio óptico acoplado a un analizador de imágenes para evaluar el tamaño de las fases presentes; dicha caracterización consistió en determinar la fracción de área, diámetro de Feret y factor de forma de cada fase presente en diversos planos digitalizados aleatoriamente de las muestras metalográficas. Obtenidas las superficies de



fractura se procedió al análisis de fractura para lo cual se recurrió al microscopio electrónico de barrido (MEB) para la digitalización de imágenes de las superficies de fractura; haciendo uso de esta herramienta (MEB) junto con microscopía de fuerza atómica (MFA) y perfilometría, se obtuvieron perfiles de fractura en diferentes escalas de longitud de observación (desde nanómetros hasta un centímetro). De la información topográfica recopilada, representada por los perfiles de fractura, se llevó a cabo el análisis de autoafinidad por medio del método de banda de ancho variable ó  $Z_{max}$  para la determinación del exponente de rugosidad ( $\zeta$ ) y de la longitud de correlación ( $\xi$ ). Con los resultados generados de la caracterización microestructural y los de autoafinidad fue posible la evaluación de la hipótesis establecida.

## 6.2 MATERIAL UTILIZADO

Las muestras empleadas en la experimentación fueron extraídas de piezas de aluminio-silicio vaciado tipo A319, su composición química se presenta en la tabla 6.1, la cual fue obtenida mediante la técnica de espectrometría de rayos X en dispersión de energía.

Tabla 6.1.- Composiciones químicas de las muestras a investigar.

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

### 6.3 ENSAYO DE TENSIÓN Y ENSAYO DE IMPACTO.

Como medio para la obtención de las superficies de fractura se realizaron ensayos de tensión los cuales fueron llevados hasta la fractura en una máquina universal de pruebas mecánicas servohidráulica con capacidad de carga máxima de 8 000 Kg, también se realizaron ensayos de impacto.

#### 6.3.1 Preparación de las probetas.

Las probetas para los ensayos de impacto, norma ASTM E-23, y para los ensayos de tensión se maquinaron siguiendo las dimensiones mostradas en la figura 6.1 y 6.2 respectivamente.

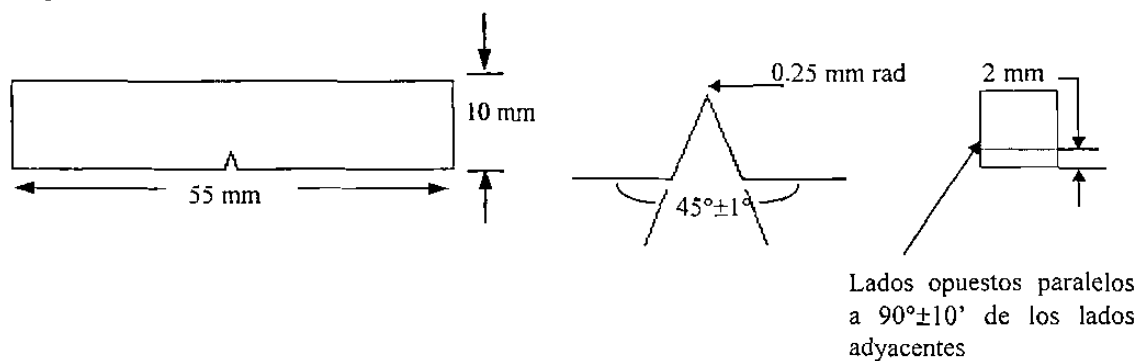


Figura 6.1.- Geometría de las probetas maquinadas para ensayos de impacto.

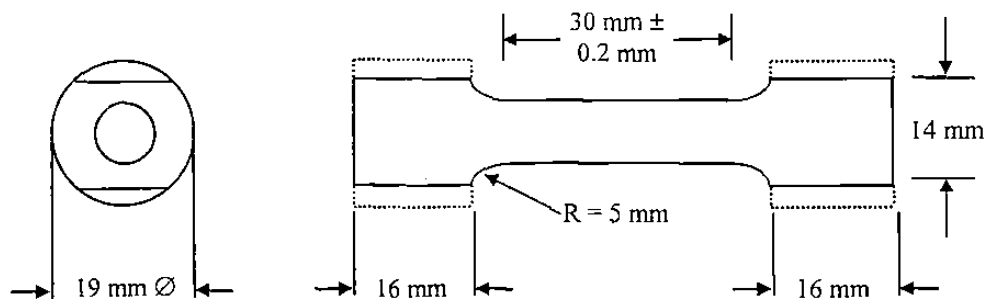


Figura 6.2.- Geometría de las probetas maquinadas para ensayos a tensión.

## 6.4 PREPARACIÓN METALOGRÁFICA

Para la observación metalográfica se siguieron las técnicas indicadas por la norma ASTM E-3 en cuanto a preparación de la muestra (corte, montaje y pulido), finalizando dicha preparación con un pulido final a partir de suspensión de diamante de 0.25  $\mu\text{m}$  en paños de rayón, obteniendo superficies metalográficas con acabado espejo. Las muestras se obtuvieron por cortes longitudinales y transversales de las probetas a ensayar por tensión e impacto.

## 6.5 DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE LAS HETEROGENEIDADES DEL MATERIAL POR MEDIO DE MICROSCOPIA ÓPTICA Y DE ANÁLISIS DE IMÁGENES

Para la identificación de cada fase de la aleación aluminio-silicio se utilizó un microscopio electrónico de barrido marca Leo modelo Leica S440, en el cual se trabajó a magnificaciones de 3500x con un voltaje de operación de 25 KV, y a una distancia de trabajo de 25 mm, esta identificación se efectuó mediante comparación morfológica apoyada con la técnica de espectrometría de rayos X en dispersión de energía del MEB. Una vez que se tenía plenamente identificada cada fase se procedió a su caracterización mediante microscopía óptica y análisis de imágenes.

Las observaciones de la microestructura se efectuaron en un microscopio óptico marca Nikon Epiphot-TME con platina invertida motorizada, equipado con cuatro lentes objetivos que permiten obtener magnificaciones de 50, 100, 200 y 400X. El microscopio se encuentra conectado a un equipo de análisis de imágenes Leica modelo Quantimet Q520+, el cual capta la imagen obtenida del microscopio por medio de una cámara de video tipo CCD (Charged Coupled Device) digitalizándola (512 x 480 pixeles) a 256 tonos de grises. El equipo permite la realización de mediciones que son reproducibles a  $\pm 1$  pixel (picture element).

Para la digitalización de las imágenes de la microestructura se buscaron zonas en las muestras que presentaran las mejores condiciones de pulido libre de rayaduras,

buscando siempre incluir todas las diversas fases presentes en la microestructura. Una vez elegidas las zonas se digitalizaron las imágenes a 100x, esta magnificación resultó adecuada para diferenciar las diversas fases presentes.

Después de digitalizar las imágenes se procedió a calcular el diámetro de Feret, fracción de área y factor de forma de los granos (revelados con el reactivo de Keller durante 8 minutos), los brazos dendríticos primarios, los brazos dendríticos secundarios, el espaciamiento dendrítico secundario y las otras fases presentes, ver figura 6.3.

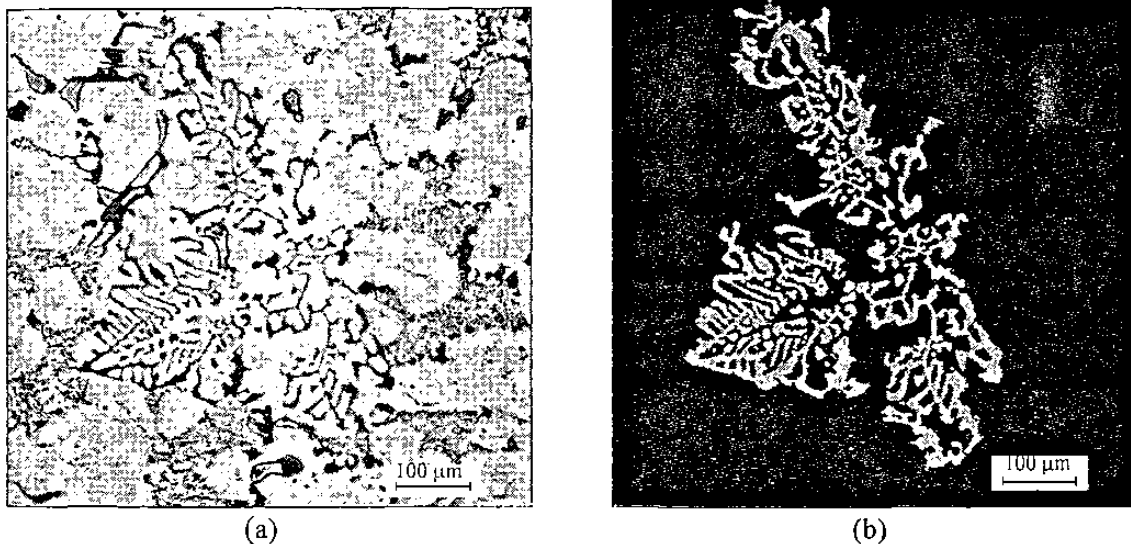


Figura 6.3.- Imagen típica a 100 X, (a) Imagen de 256 tonos de gris de 512 x 480 píxeles (b) Detección de la fase  $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ , imagen binaria de 512 x 512 píxeles.

## 6.6 FRACTOGRAFÍA

Paralelamente a la caracterización microestructural de la aleación se procedió al estudio de las superficies de fractura a través del microscopio electrónico de barrido, este estudio se llevó a cabo sin ninguna preparación especial de las muestras fracturadas, las condiciones en las cuales se trabajó el microscopio fueron de un voltaje de operación de 25 KV y una distancia de trabajo de 25 mm bajo la técnica de electrones secundarios, se emplearon magnificaciones de imágenes a 100, 200, 400, 1 000, 2 000, 4 000, 8 000 y 10 000X las cuales se digitalizaron en imágenes grises de 256 tonos (1024 x 480 píxeles).

## 6.7 MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA

Para la adquisición de los perfiles topográficos de la superficie de fractura en escalas de longitudes de observación pequeña, específicamente en escalas submicrométricas, se utilizó la técnica del microscopio de fuerza atómica. El equipo utilizado fue un microscopio marca Park Scientific modelo AutoProbe CP, operado en modo de contacto en aire; el scanner utilizado para la realización de los barridos fue de  $10 \times 10 \mu\text{m}$  de área de barrido, el cual cuenta con resolución atómica en movimientos relativos a los ejes coordenados x-y.

En la realización de los barridos no se requirió de alguna preparación especial de la muestra únicamente se cortaron las probetas fracturadas en tamaños de  $0.01 \times 0.01 \times 0.01 \text{ m}$  de ancho, largo y espesor. Las trayectorias de los barridos de las muestras fueron de izquierda a derecha en dirección paralela al frente de avance de grieta (perpendicular a la dirección de propagación de grieta) empleando un cantilever tipo microlever APML-06AU-50.

Se obtuvieron diversas imágenes en tres dimensiones con tamaños de barridos de  $1 \times 1 \mu\text{m}$  hasta  $10 \times 10 \mu\text{m}$ , ver figura 6.4, digitalizadas en 512 por 512 píxeles en 256 tonos de grises, estas imágenes se construyen con la señal proveniente del movimiento del scanner que reproduce la topografía de la superficie reaccionando a los picos y valles que presenta la muestra. Las partes más brillantes y claras de las imágenes corresponden a las partes más altas de las muestras (ver figura 6.5), cada imagen digitalizada corresponde a una matriz discreta de datos de altura. De esta matriz de datos se extrajeron diversos perfiles de cada imagen, figura 6.6, representativos de la topografía de la muestra, obteniendo una resolución lateral de  $20 \text{ \AA}$  aproximadamente al obtener imágenes de 512 por 512 píxeles en barridos de  $1 \times 1 \mu\text{m}$  [50]. Una vez que se tenían los datos de los perfiles de las muestras se almacenaron en disco para su posterior análisis de autoafinidad.

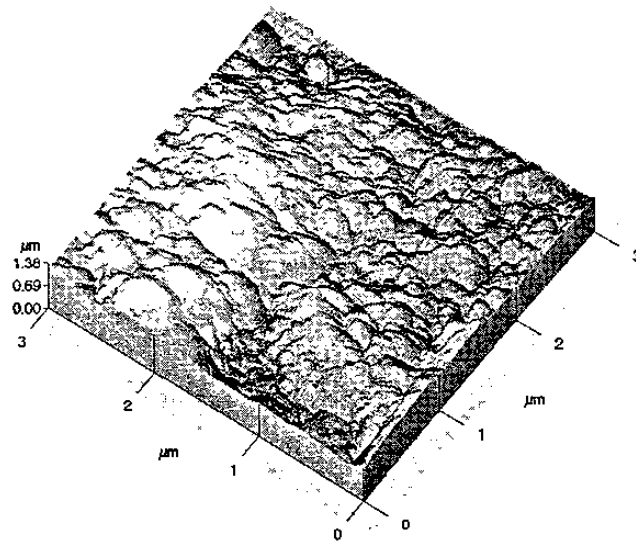


Figura 6.4.- Imagen típica en tres dimensiones de MFA de 3 x 3 μm sobre la superficie de fractura.

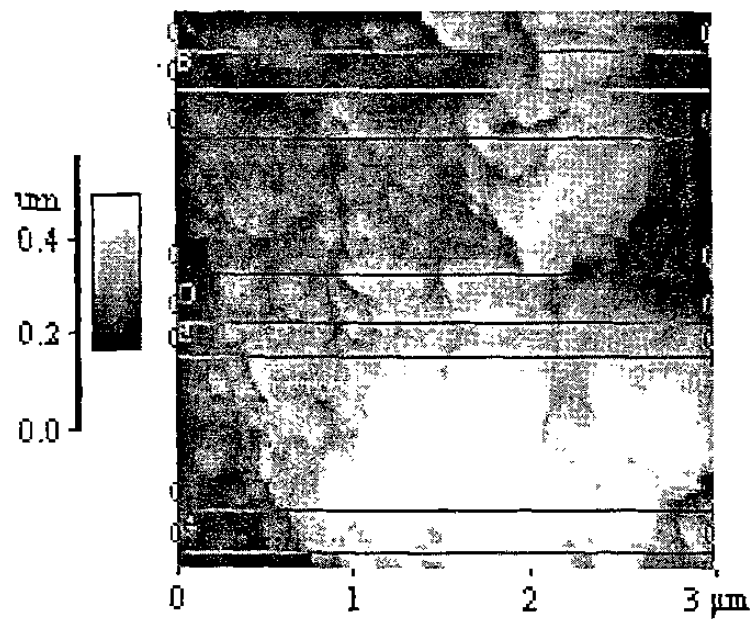


Figura 6.5.- Imagen típica en dos dimensiones de MFA de 3 x 3 μm, las partes más claras representan las partes más altas de la muestra.

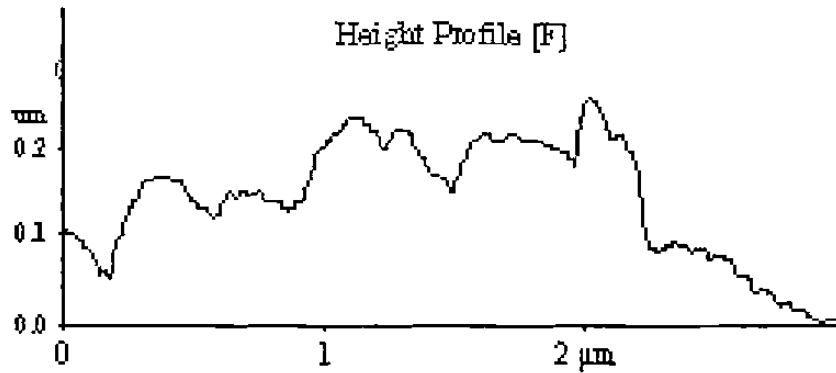


Figura 6.6.- Gráfico representativo de un perfil típico recopilado por MFA.

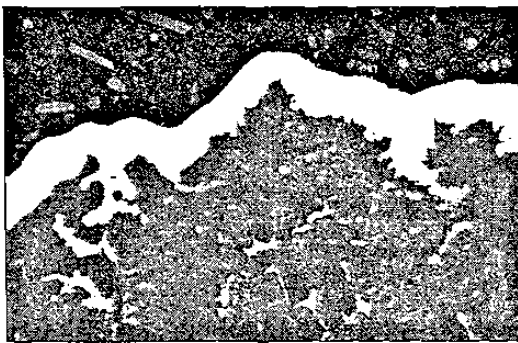
## 6.8 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO Y ANÁLISIS DE IMÁGENES.

Para la adquisición de datos topográficos en longitudes de escala micrométrica-milimétrica se utilizó un microscopio electrónico de barrido usando electrones retrodispersados, los cuales permiten la distinción entre elementos con diferente número atómico. Gracias a una técnica de recubrimiento electrolítico de níquel aplicada en las superficies de fractura (previamente cortadas a  $0.01 \times 0.01 \times 0.01$  m) se obtuvieron altos contrastes de intensidad de tonos de la imagen adquirida. Para la aplicación del recubrimiento se siguió un procedimiento que consistió básicamente en 3 pasos [51]:

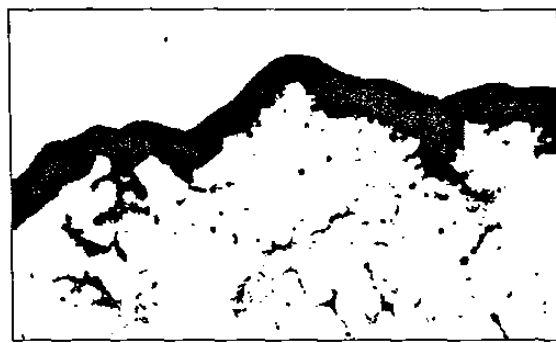
- 1) Limpieza y pasivado de la aleación.- En este paso las muestras de fractura fueron introducidas en una solución de 40 g/l de NaOH y 10 g/l de  $\text{KMnO}_4$  durante 5 minutos, al finalizar este tiempo se les enjuagó con agua destilada.
- 2) Depositación de cinc.- Las piezas pasivadas se introdujeron en una solución de 500 g/l de NaOH y 100 g/l de ZnO durante 3 minutos, para después ser enjuagadas en agua caliente ( $T \approx 100^\circ\text{C}$ ) como resultado de este paso se consiguió un recubrimiento con espesor promedio de  $1\mu\text{m}$  que sirve como interfase entre la aleación y el recubrimiento de níquel.
- 3) Depositación de níquel.- Las piezas recubiertas con zinc se introdujeron en un baño de sulfamato de níquel con una intensidad de corriente aplicada a la solución de  $3 \text{ A/dm}^2$  obteniendo una rapidez de deposición de  $35 \mu\text{m/h}$ . El recubrimiento obtenido tenía un espesor aproximadamente igual a  $30 \mu\text{m}$ .

Este procedimiento arrojó resultados satisfactorios, ya que se logró una buena adherencia entre aleación-níquel, se tuvieron espesores de recubrimientos de buen tamaño  $\approx 30 \mu\text{m}$ , junto con excelentes contrastes de fases; concluido el proceso de los recubrimientos se llevó a cabo un proceso de corte de las piezas en forma perpendicular a la dirección de avance de la grieta. El objetivo de este paso fue la obtención de perfiles de fractura. Este procedimiento se ejecutó con una cortadora marca Struers modelo minitom con discos de alúmina. Concluido el corte, se prosiguió a montar las piezas en resina epóxica, con la finalidad de darles un proceso de pulido. Enseguida, las muestras fueron introducidas al MEB obteniendo imágenes digitalizadas, de  $512 \times 480$  pixeles, del perfil de la fractura hasta magnificaciones de  $2\ 000 \times$  con resolución lateral de  $0.06$  micrómetros en tamaño de imágenes de  $62.5 \mu\text{m}$  por  $62.5 \mu\text{m}$ .

Una vez obtenidas las imágenes por medio del MEB, se procedió a efectuar la detección del perfil de fractura por medio del analizador de imágenes, ver figuras 6.7 y 6.8, obteniendo perfiles de  $512$  pixeles de longitud. También se construyeron perfiles extensos mediante la unión de imágenes de campos adyacentes ligeramente traslapados obteniendo perfiles de una longitud aproximada a  $3.7$  mm con una cantidad de  $3070$  datos puntuales al utilizar las imágenes de  $100\times$ , ver figura 6.9. Una vez que se tenían los datos de los perfiles de las muestras se almacenaron en disco para su posterior análisis de autoafinidad.



(a)



(b)



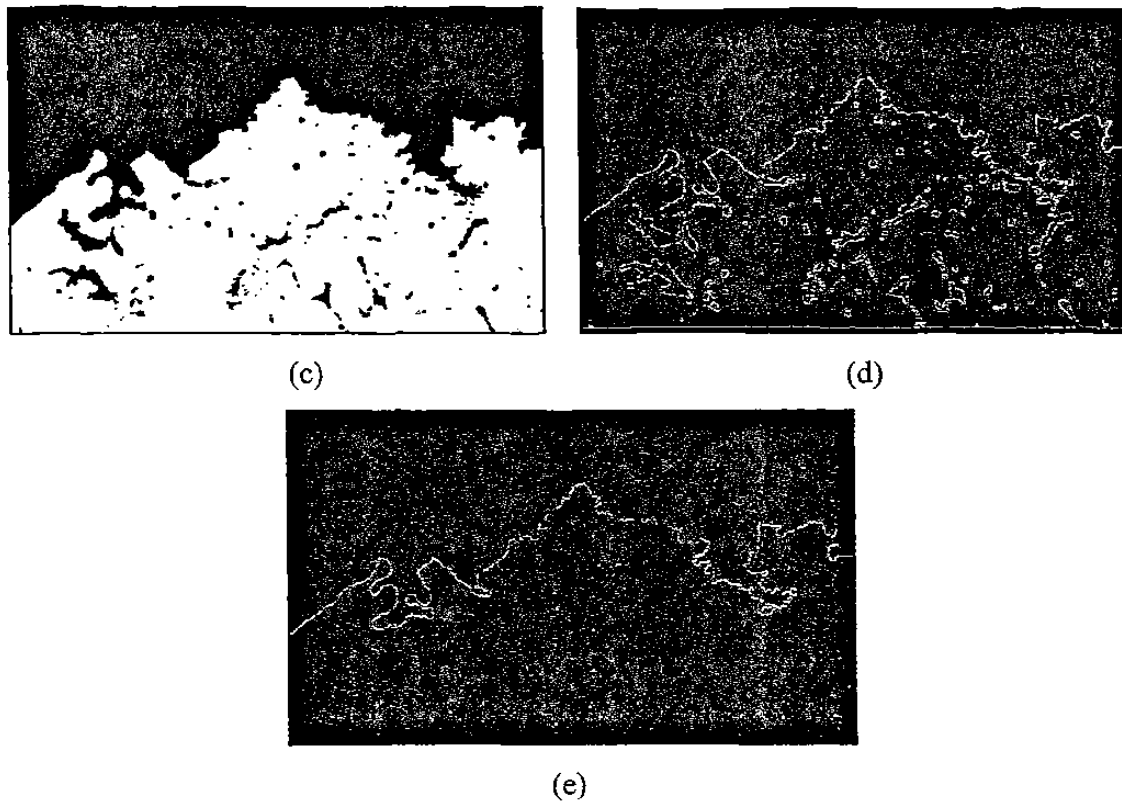


Figura 6.7.- Secuencia de detección del perfil de fractura: (a) *Imagen gris* de 256 niveles de grises obtenida por MEB a 100X, (b) Detección del recubrimiento mediante el nivel más débil del tono de gris, *imagen binaria*, (c) Aislamiento del área de la aleación aluminio-silicio, (d) Detección del contorno de las fases presentes en la imagen (c), (e) Aislamiento del perfil de fractura eliminando las fases indeseables.

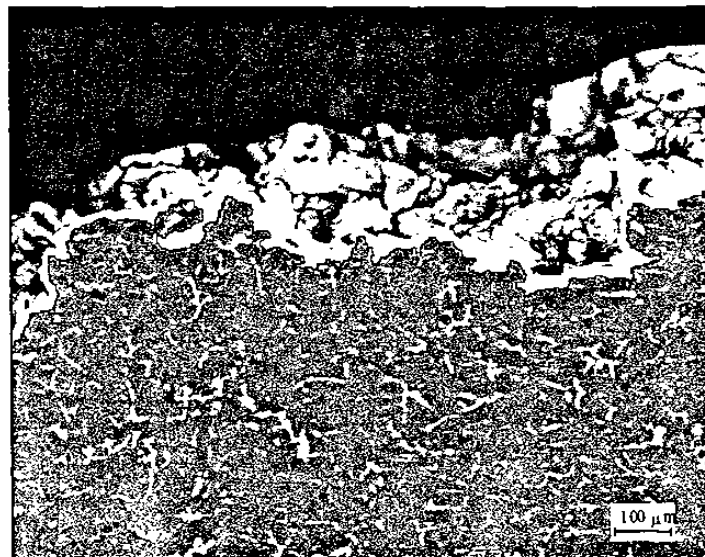


Figura 6.8.- Imagen obtenida a una magnificación de 100 X a la cual se le superpuso su perfil detectado de 512 datos puntuales.

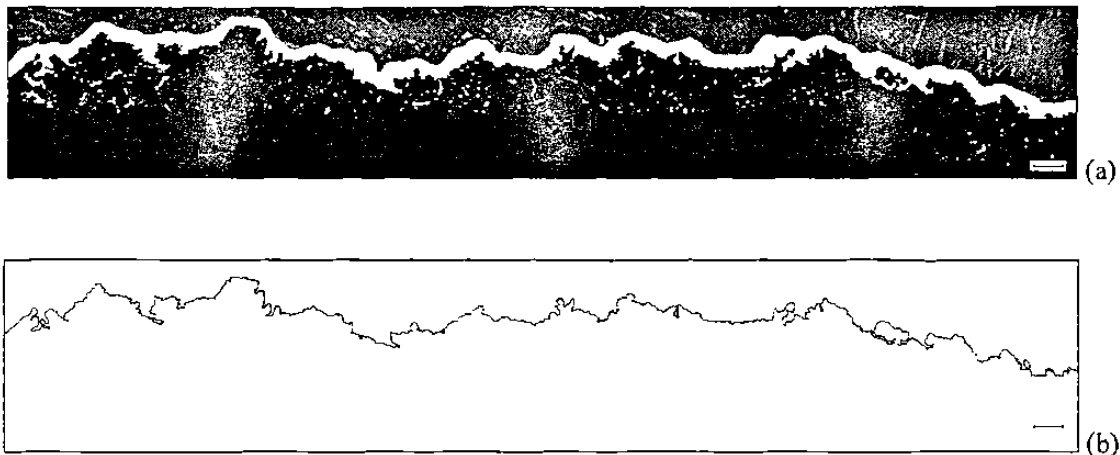


Figura 6.9.- Composición típica de perfiles secuenciales consistente en 3070 datos puntuales, magnificación 100X, escala 100  $\mu\text{m}$ . En (a) se muestra la imagen final consistente de 6 planos secuenciales, solo como referencia, en (b) se muestra el perfil final obtenido por la unión de los datos detectados con el analizador de imágenes.

## 6.9 PERFILOMETRÍA

La adquisición de datos topográficos en la escala de longitud desde milímetros hasta centímetros, fue efectuada mediante un equipo de perfilometría (Form Taylor Hobson Series 2), el cual posee una aguja modelo 112/2009 con un radio de punta de 2  $\mu\text{m}$  del tipo cónico. Para la adquisición de datos se efectuaron barridos en dirección perpendicular al avance de la grieta para el caso de las probetas fracturadas en impacto, para las probetas fracturadas en tensión se efectuaron los barridos en direcciones aleatorias; los datos se recopilieron por medio del software FTSS V6.30 el cual permite el almacenamiento y transformación de los datos provenientes de la señal eléctrica sin filtrar (señal originada por medio de un transductor al transformar el desplazamiento mecánico de la punta o aguja adherida al cantilever en señal eléctrica, ver figura 6.10) en datos discretos de altura, obteniendo como máxima resolución lateral 0.25 micrómetros en barridos  $\approx 1$  cm con 28841 datos puntuales. Una vez que se tenían los datos de los perfiles de las muestras se almacenaron en disco para su posterior análisis de autoafinidad.

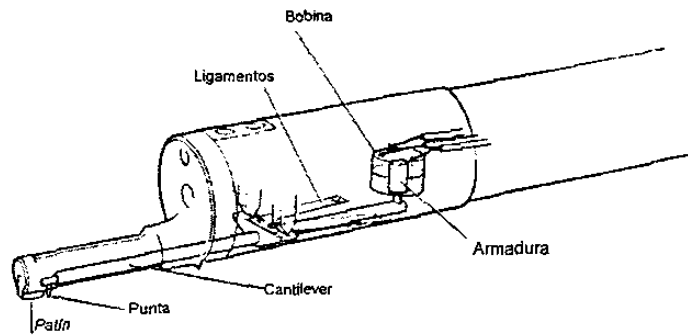


Figura 6.10.- Esquema del dispositivo utilizado en el rugosímetro para la recopilación topográfica.

## 6.10 MEDICIÓN DEL EXPONENTE DE RUGOSIDAD Y DE LA LONGITUD DE CORRELACIÓN

Para la determinación del exponente de rugosidad así como de la longitud de correlación, se siguió el procedimiento descrito a continuación:

Los perfiles de fractura obtenidos mediante las diversas técnicas experimentales MEB, MFA y perfilometría en unidades de micrómetros (tanto para el espaciamiento entre puntos muestrales de longitud en el eje X como para los datos de altura en el eje Y) se alimentaron en un programa diseñado para eliminar las tendencias presentes en cualquier superficie denominadas *ondulación* y *error de forma*, estos conceptos inherentes a cualquier superficie se encuentran ligados a la *rugosidad* formando la *textura superficial*, ver figura 6.11 [52].

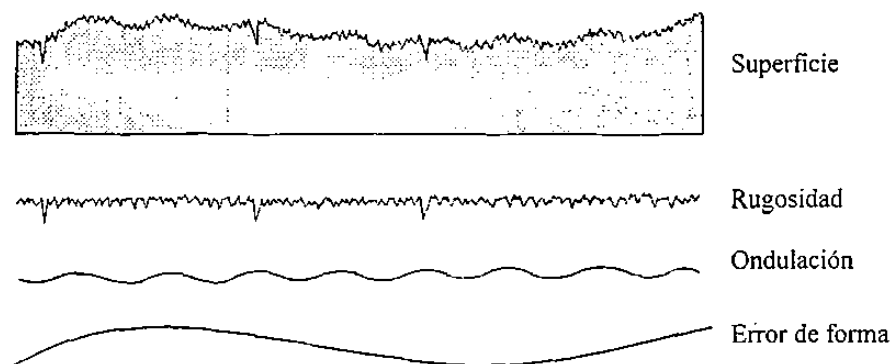


Figura 6.11.- Representación del perfil superficial en el cual se muestran los efectos combinados de rugosidad, ondulación y error de forma.

Esta *ondulación y error de forma* son eliminados mediante la sustracción de una línea de ajuste que se formula estadísticamente mediante el método de mínimos cuadrados obteniendo como resultado el perfil corregido sin tendencia, ver figura 6.12.

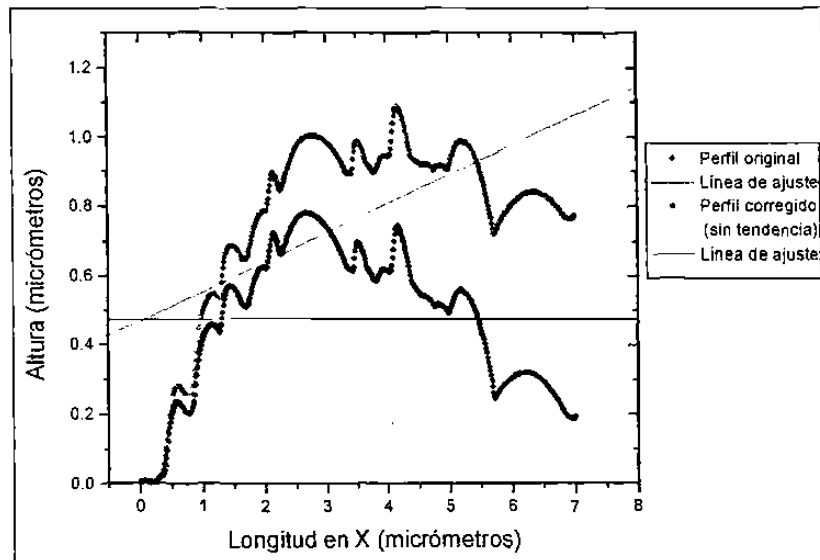


Figura 6.12.- Gráfico que representa la sustracción de la línea de tendencia del perfil original.

Para la determinación de los parámetros autoafines se utilizó el método de banda de ancho variable, el cual ha sido probado en la determinación de mediciones autoafines resultando en un error (= exponente de entrada - exponente de salida)  $\leq \pm 0.05$  en perfiles con más de 1,000 datos [18]. Además de esta evaluación efectuada por Schmittbuhl y colaboradores, éste método ha sido aplicado en numerosas ocasiones por investigadores como Feder, Bouchaud, Daguiet entre otros proveyéndolos de resultados confiables en mediciones autoafines [10,53,54].

Establecido el método de caracterización autoafin,  $Z_{max}$  o banda de ancho variable, se implementó en programa al cual se alimentan los perfiles de fractura ya sin *ondulaciones y errores de forma* obteniendo el *tamaño de ventana*  $v/s Z_{max}$ . Estos resultados se introducen en un gráfico logarítmico obteniendo una dispersión de puntos que siguen un comportamiento lineal, al determinar la pendiente se obtiene el exponente de Hurst  $\zeta$  mediante

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

La longitud de correlación se establece en el límite superior del comportamiento autoafín que presentan los puntos muestrales provenientes del perfilómetro, los cuales representan los barridos más largos realizados (centímetros), ver figura 6.13.

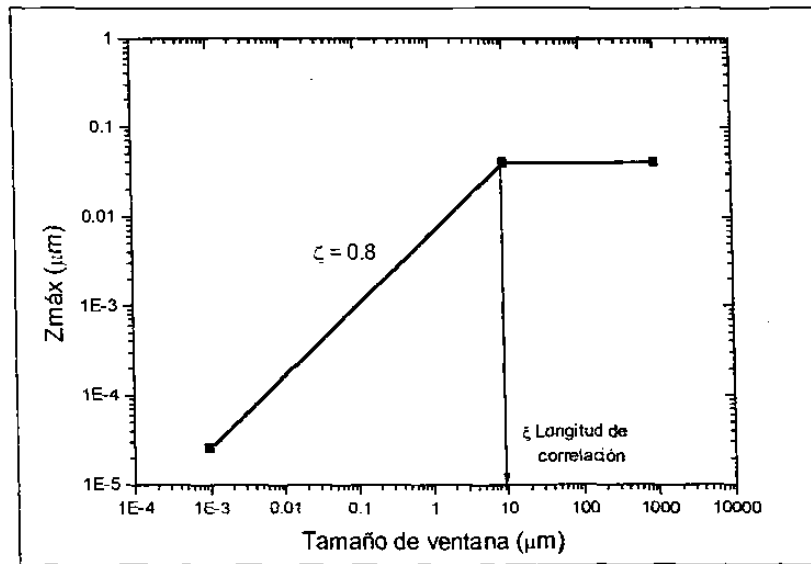


Figura 6.13.- Gráfico típico de salida obtenida al representar todos los datos de los perfiles (MFA, MEB Y perfilometría).

# CAPÍTULO 7

## RESULTADOS

### 7.1 MICROESTRUCTURA E IMÁGENES DIGITALIZADAS

La figura 7.1 muestra la microestructura típica de la aleación Aluminio-Silicio modificada y refinada de las muestras usadas en las probetas de impacto y tensión. De la microestructura fue posible distinguir 6 fases presentes, de las cuales 5 de ellas se ilustran en la imagen proveniente del microscopio óptico a 100X, éstas son las fases aluminio alfa, silicio, eutéctico,  $Al_2Cu$ ,  $Al_3FeSi$  y  $Al_{15}(MnFe)_3Si_2$ , así mismo se presentan los espectros de rayos X en dispersión de energía característicos de las distintas fases (figura 7.2 a, b, c, d y e). En la figura 7.3 se presenta una imagen típica de la microestructura, en la que se muestra la forma de medición de las diferentes estructuras.

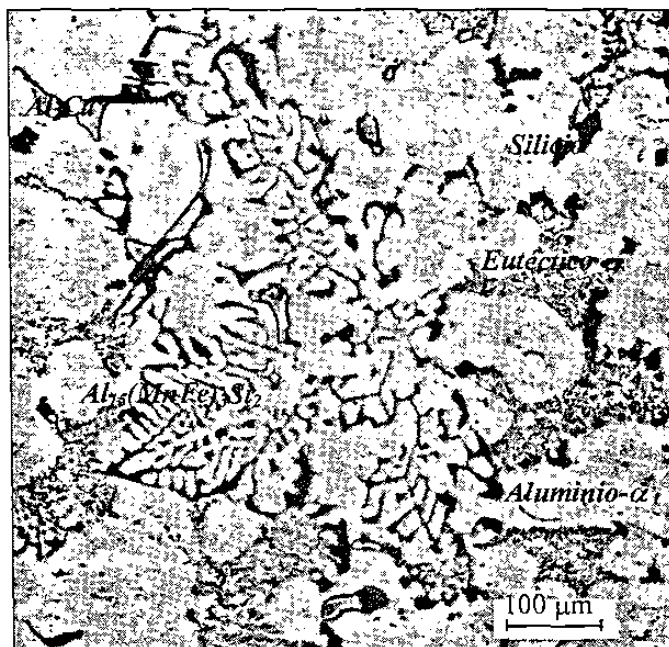


Figura 7.1.- Microestructura típica de las muestras de la aleación Aluminio-Silicio.

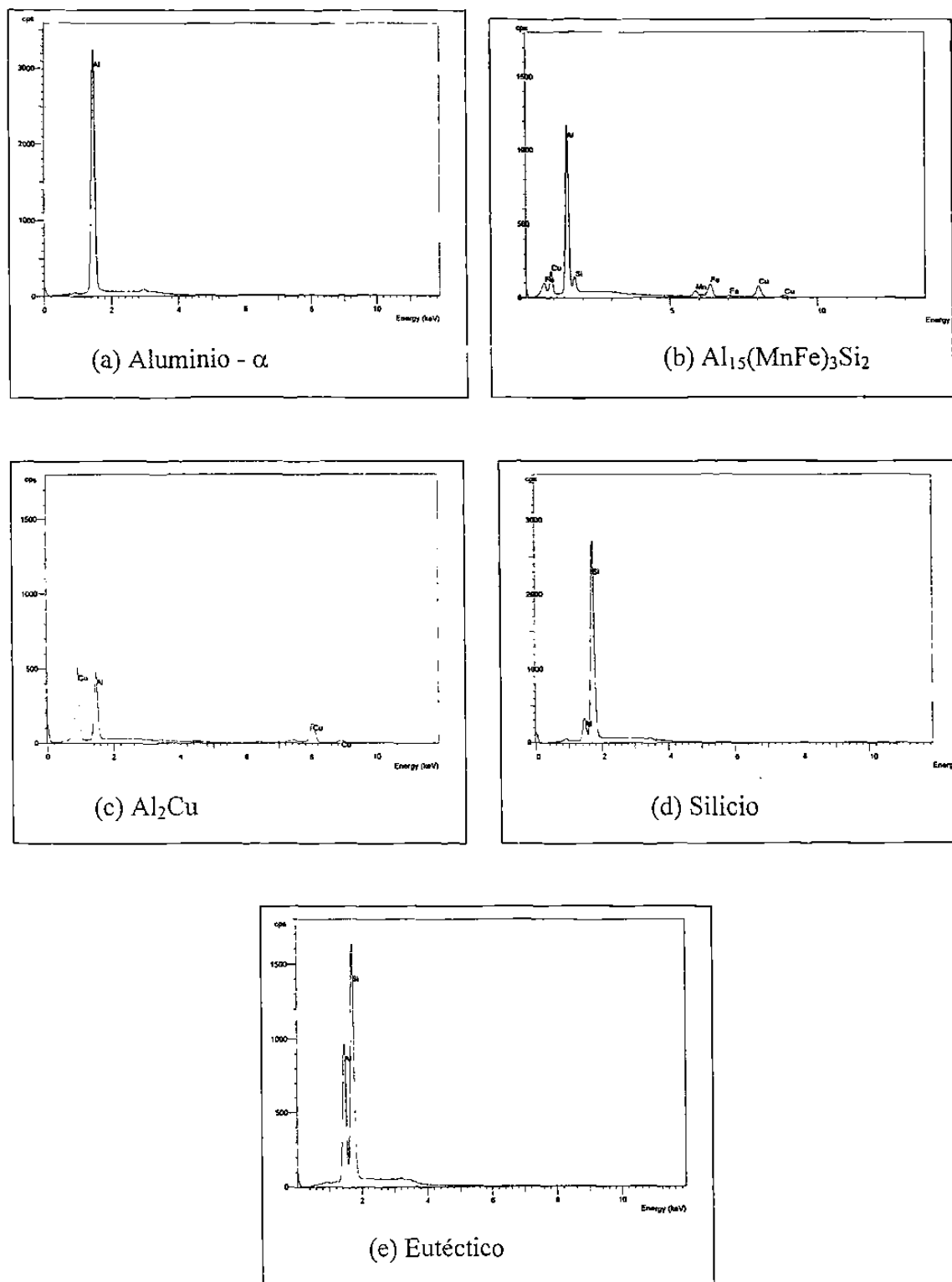


Figura 7.2.- Espectros de R-X en dispersión de energía característicos de las fases de la aleación Aluminio-Silicio: (a) Aluminio- $\alpha$ , (b)  $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$ , (c)  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , (d) Silicio y (e) eutético {aluminio-silicio}.

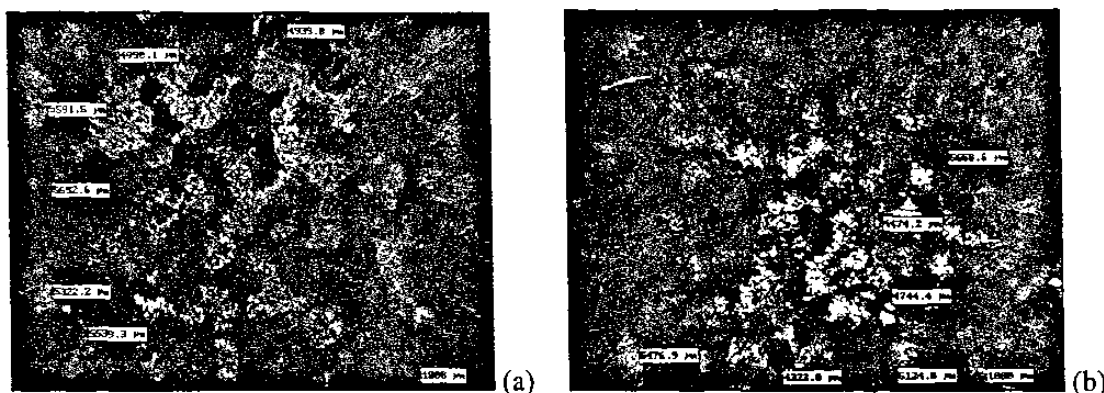


Figura 7.3.- Microestructura típicas de las muestras analizadas. (a) Microestructura granular de las muestras fracturadas en el ensayo de tensión, (b) Microestructura granular de las muestras fracturadas en el ensayo de impacto.

## 7.2 MEDICIÓN DE LA MICROESTRUCTURA

En la tabla 7.1 se muestran los resultados de las mediciones de fracción de área, diámetro de Feret<sup>1</sup> y factor de forma<sup>2</sup> de cada fase presente en 5 planos diferentes captados a 100 X en el microscopio óptico, así mismo se muestra en la tabla 7.2 las mediciones de espaciamiento secundario dendrítico, la longitud de brazos primarios de la fase aluminio alfa y el tamaño de grano.

Tabla 7.1.- Resultados de las mediciones de fracción de área, diámetro de Feret y factor de forma de cada fase presente en la aleación Aluminio-Silicio.

	Fracción de área	Diámetro De Feret (μm)	Factor de forma
Estructura Eutéctica	0.091	73.3	5.0
Silicio	0.027	20.0	3.2
Aluminio-α	0.787	11.2	2.0
Estructura Al <sub>15</sub> (MnFe) <sub>3</sub> Si <sub>2</sub>	0.088	23.3	4.2
Estructura Al <sub>2</sub> Cu	0.005	33.9	2.3
Estructura Al <sub>5</sub> FeSi	0.002	43.3	8.4

<sup>1</sup> El diámetro de Feret de un objeto es la longitud máxima entre dos rectas tangentes paralelas.

<sup>2</sup> El factor de forma es un parámetro euclidiano, que se utiliza para poder comparar diferentes objetos. Se encuentra dado por  $ff = p^2 / (4\pi A)$  siendo  $p$  el perímetro y  $A$  el área del objeto en cuestión.



Tabla 7.2.- Resultados de las mediciones de la longitud de los brazos primarios y del espaciamiento dendrítico secundario en la fase aluminio alfa, así como del tamaño de grano.

	Ensayadas por tensión	Ensayadas por impacto
Longitud de los brazos primarios ( $\mu\text{m}$ )	220.9	313.9
Espaciamiento dendrítico secundario ( $\mu\text{m}$ )	31.3	51.6
Tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ )	364.1	445.8

### 7.3 FRACTOGRAFÍA

En las muestras fracturadas mediante el ensayo de impacto, ver la figura típica 7.4 a, se presentó una fractura tipo granular (*fractura por clivaje*), esto se puede observar en la imagen ya que se presenta una alta reflectividad y brillantez junto a una carencia de huecos (*fractura por corte*) este modo de propagación ocurrió a través de los granos. En la parte externa de la superficie de fractura se presentó la tendencia a la formación de labios de corte (*fractura por corte*) en un grado pequeño estableciéndose con esto que se presenta una fractura mixta [55].

En las muestras fracturadas por tensión, ver figura típica 7.4 b, se presentó un modo de fractura dúctil de coalescencia de microhuecos, los cuales presentan una forma esférica señal del esfuerzo tensil axisimétrico [56].

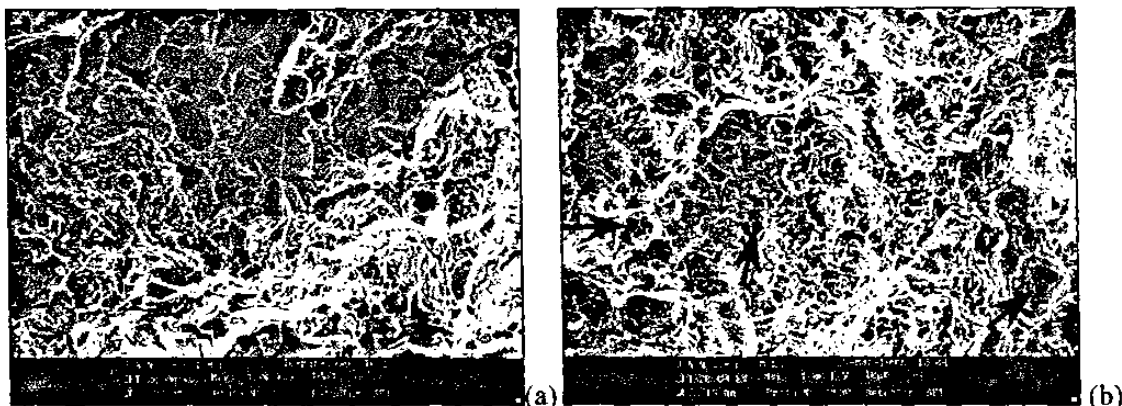


Figura 7.4.- Imágenes típicas de las superficies de fractura de los ensayos de impacto (a) y de las superficies de fractura por tensión (b) obtenidas mediante MEB en electrones secundarios a 1000X. En (a) se presenta un modo de fractura mixta y en (b) se presenta una fractura dúctil indicada por los diversos microhuecos presentes en toda la muestra.

## 7.4 ANÁLISIS DE AUTOAFINIDAD

Como punto de partida del análisis autoafín se efectuó un análisis de las imágenes obtenidas mediante MFA y MEB, en las que es posible observar una conducta que exhibe un cierto grado de similitud al variar la escala de medición de las imágenes, esta conducta se presenta tanto en las superficies fracturadas por impacto, como en aquellas provenientes de los ensayos de tensión, ver figuras típicas 7.5 y 7.6.

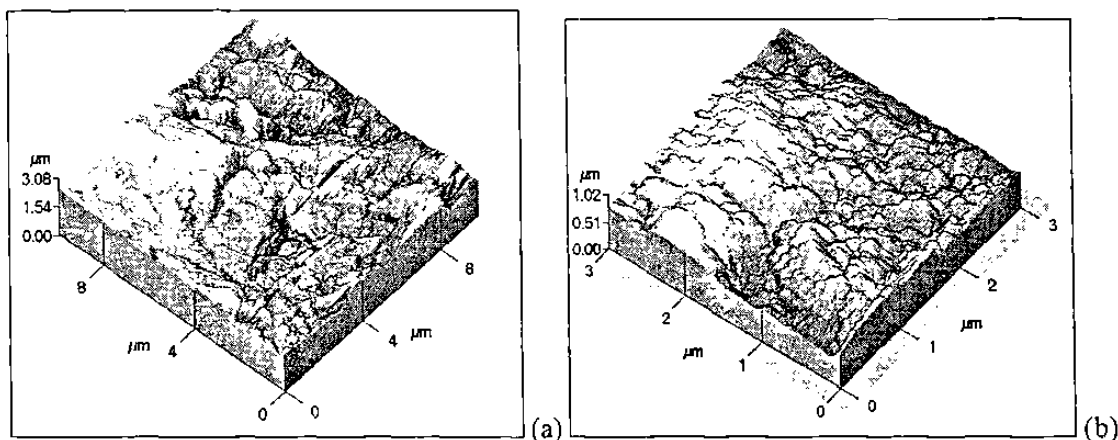


Figura 7.5.- Imágenes típicas MFA de la superficie de fractura Charpy, en las que se puede observar un grado de similitud al variar la escala de medición. En (a) el tamaño de barrido es de  $10 \times 10 \mu\text{m}$ , en (b) el tamaño de barrido es de  $3 \times 3 \mu\text{m}$ .

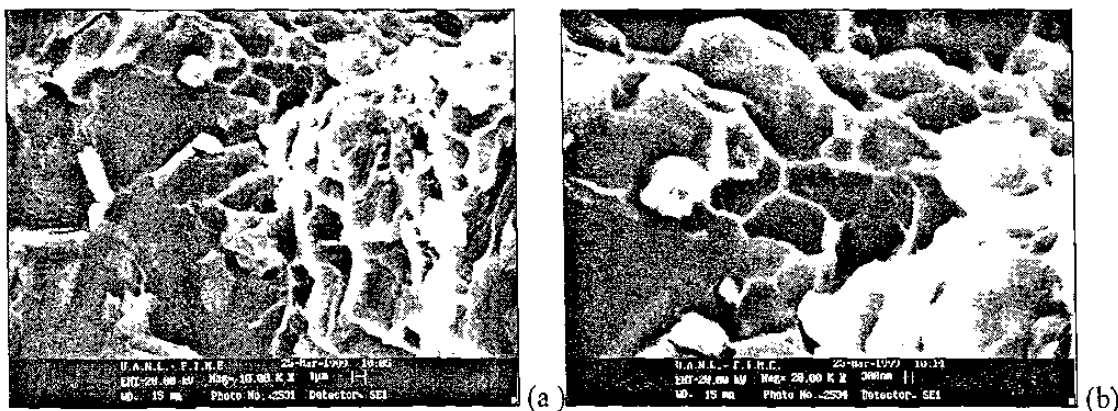


Figura 7.6.- Imágenes típicas MEB de la superficie de fractura por tensión. En (a) la magnificación de la imagen es de 10 KX y en (b) se presenta una imagen a 20KX. En estas imágenes se puede observar un grado de similitud de la parte derecha de la figura (a) con la imagen completa de (b) al variar la magnificación de 10KX a 20KX.

Establecida la conducta de similitud morfológica de las superficies se procedió a efectuar el análisis estadístico de autoafinidad lo que permitió aseverar que estas superficies cumplen con una conducta de autosimilitud anisotrópica.

En las gráficas de las figuras 7.7 y 7.8 se muestran los resultados del análisis de autoafinidad para las muestras de fractura de impacto y de tensión. Los resultados de autoafinidad de los datos provenientes de MFA, MEB y de rugosimetría resultaron cuantitativamente compatibles y permitieron la construcción de una curva única para cada caso, superficies de fractura por tensión y por impacto, sobre cerca de 7 décadas de escalas de longitud. La construcción de estas gráficas se lleva a cabo sobre la base del comportamiento característico que presentan los objetos autoafines –fractales anisotrópicos- en el que su momento de orden infinito de la distribución de alturas, calculado sobre un tamaño  $r$ , es proporcional a una ley de la potencia donde el exponente de esta ley es el denominado exponente de rugosidad  $\zeta$ , ver sección 2.3.1.

$$Z_{max}(r) = \left( \text{Max}\{z(r)\}_{x \leq x+r} - \text{Min}\{z(r)\}_{x \leq x+r} \right)_x \propto r^\zeta$$

El graficar logarítmicamente  $Z_{max}$  versus  $r$  permite observar el dominio del régimen autoafín hasta una longitud superior límite, denominada longitud de correlación  $\xi$ . Se observa en las gráficas que el valor de longitud de correlación es del orden de 456  $\mu\text{m}$  para las superficies obtenidas de las pruebas de impacto, mientras que en el caso de las superficies de fractura de tensión, se presenta un valor de longitud de correlación de 372  $\mu\text{m}$ , estos valores son del orden del tamaño de las mayores estructuras del material. En ambos casos se encuentra que el comportamiento de las superficies se ajusta a una ley de potencia donde el exponente característico del régimen autoafín  $\zeta$  presenta un valor del orden de  $\zeta = 0.8 \pm 0.01$ , este resultado es consistente con el reportado por otros investigadores para superficies de fractura obtenidas mediante condiciones similares de propagación de grieta [2-3,12,19-24,29-30,34,54].

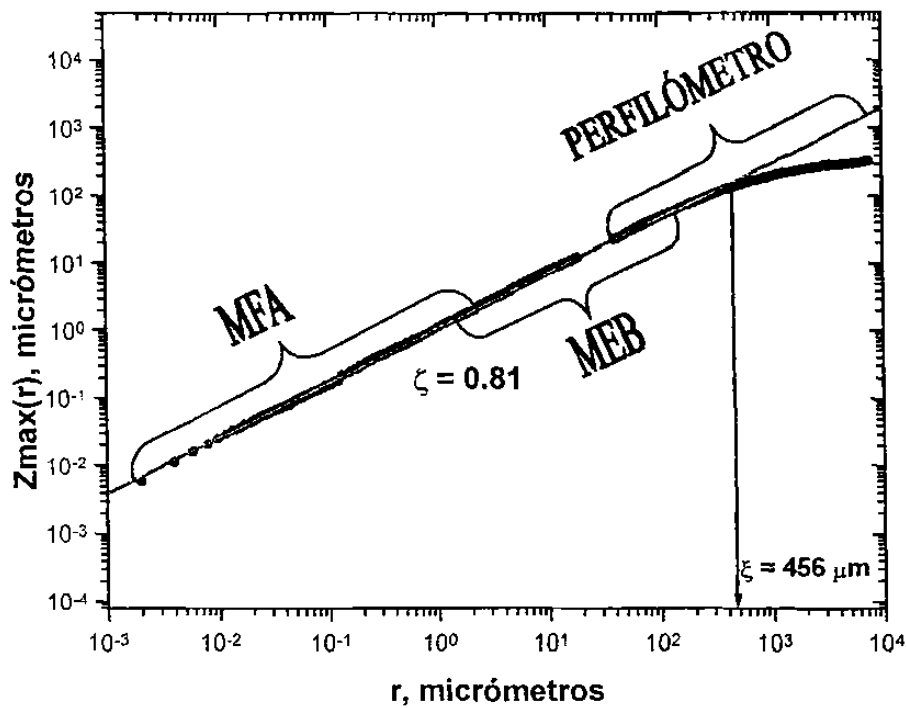


Figura 7.7.- Curva autoafín para las muestras de la aleación Aluminio-Silicio fracturadas por ensayos de impacto. Los puntos experimentales se ajustan correctamente a una función  $Z_{max} \propto r^{0.81}$ .

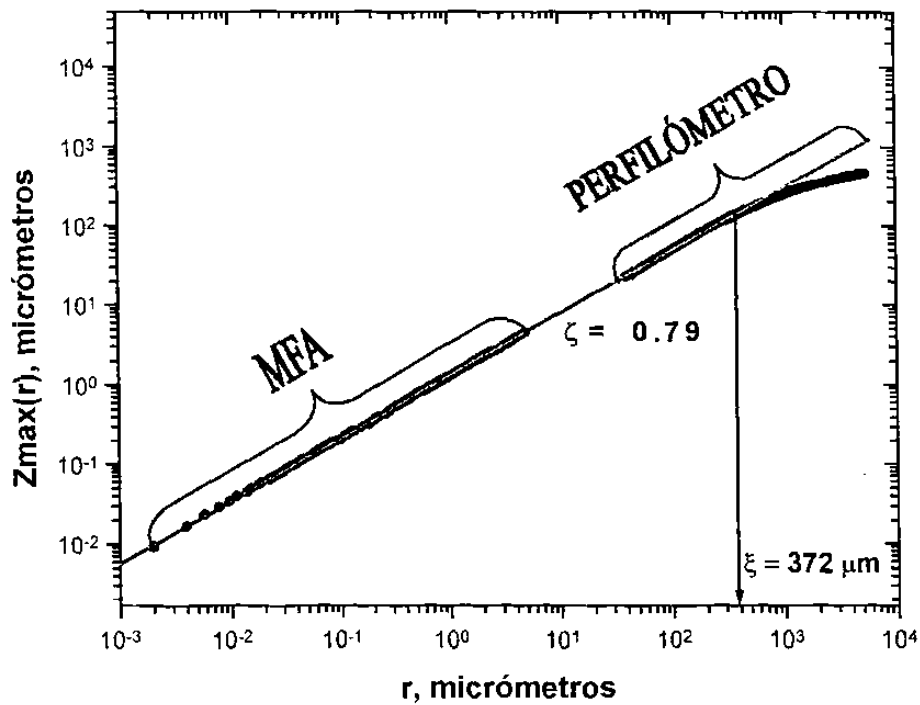


Figura 7.8.- Curva autoafín para las muestras de la aleación Aluminio-Silicio fracturadas por ensayos de tensión. Los puntos experimentales se ajustan correctamente a una función  $Z_{max} \propto r^{0.79}$ .

# CAPÍTULO 8

## ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### 8.1 MICROESTRUCTURA DE LA ALEACIÓN ALUMINIO-SILICIO

En la microestructura de la aleación aluminio-silicio se distinguieron seis fases: aluminio alfa, silicio, eutéctico,  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{Al}_3\text{FeSi}$  y  $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$ , así como defectos de porosidad y rechupes. Para propósitos de este trabajo la atención se centró en la caracterización de las diferentes fases encontradas junto con las estructuras dendríticas y granulares. Dentro de la caracterización microestructural se encontró que el tamaño característico de los granos, representado por el tamaño de grano medido mediante el método de intersección de líneas [57], presenta un valor del orden de  $445 \mu\text{m}$  en las muestras ensayadas por impacto y en las muestras ensayadas por tensión se presenta un tamaño de grano del orden de  $364 \mu\text{m}$ , siendo estas las heterogeneidades de *mayor* tamaño dentro del material investigado. La diferencia en el tamaño de grano de las muestras inspeccionadas puede deberse a la cantidad de titanio porcentual presente en las mismas, ya que como se reportó en la sección 6.2 el contenido de este elemento es mayor en las piezas ensayadas por tensión que en las ensayadas por impacto (0.181 y 0.154 % en peso respectivamente) lo cual promueve la precipitación del compuesto  $\text{TiAl}_3$  que sirve como núcleo del crecimiento dendrítico, así al ser mayor la cantidad de núcleos se promueve un crecimiento en el número de dendritas lo que ocasiona un tamaño de grano más fino debido a la interacción de las mismas dendritas que impiden un crecimiento mayor del grano.

## 8.2 AUTOAFINIDAD

Del estudio autoafín efectuado mediante la examinación de las imágenes MEB y MFA de las superficies de fractura generadas mediante pruebas de impacto y de tensión fue posible observar un cierto grado de similitud al aumentar la resolución de las imágenes, esto indicaría que las superficies de fractura presentan rasgos de fractalidad anisotrópica o autoafinidad.

Esta conducta autoafín se confirmó y cuantificó al efectuar análisis estadístico mediante el cálculo del momento de orden infinito  $Z_{max}$  sobre la distribución de las alturas de las superficies de fractura recopiladas por MEB, MFA y perfilometría. Al graficar logarítmicamente los resultados del análisis estadístico,  $Z_{max}$  versus tamaño de ventana, se logró la construcción de una curva única con las curvas provenientes de MEB, MFA y perfilometría, sobre cerca de siete décadas de escala de longitud, probando que los resultados de estas tres herramientas resultan ser cuantitativamente compatibles, la conducta seguida por las superficies se ajustó a un régimen lineal *dinámico* con pendiente de  $\zeta = 0.8 \pm 0.01$  lo que establece el carácter autoafín para estos objetos naturales. Sin embargo a pesar de probarse la compatibilidad de los resultados de las tres diferentes técnicas no fue posible en el caso de los resultados en tensión abarcar la escala de longitud intermedia debido a que no pudieron ser observadas las piezas fracturadas en MEB ya que presentaron un adherimiento no satisfactorio del recubrimiento de níquel, a pesar de eso se establece de acuerdo a la gráfica 7.8 que no hay cambio de la rugosidad con la escala.

El valor obtenido para la pendiente, exponente de rugosidad, en las dos curvas únicas de tensión y de impacto se encuentra que es del orden de magnitud del establecido por otros investigadores sobre fracturas estudiadas en condiciones similares de propagación de grieta.

Así mismo, de las curvas únicas se establece que la longitud límite del carácter autoafín –longitud de correlación– presenta valores de 372  $\mu\text{m}$  y 456  $\mu\text{m}$  para las muestras fracturadas por tensión y por impacto. Estos valores son similares al tamaño de grano en estas muestras, tensión e impacto respectivamente, lo que lleva a pensar que la longitud de correlación se encuentra ligada directamente con el tamaño

de las heterogeneidades del material estudiado las que impiden que el comportamiento autoafín se observe sobre mayores longitudes ya que estas heterogeneidades al interactuar con el frente de grieta hacen que la superficie que se genera presente un carácter de planicidad. Este pensamiento intuitivo se confirma al cotejar el valor máximo del diámetro de Feret de las heterogeneidades contra la longitud de correlación, concluyendo que el valor de las heterogeneidades de mayor tamaño, tamaño de grano, corresponde a la longitud de límite del comportamiento autoafín.

# CAPÍTULO 9

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 9.1 CONCLUSIONES

- Las superficies de fractura presentan un carácter fractal anisotrópico que puede ser caracterizado apropiadamente mediante el método de banda de ancho variable.
- El uso de técnicas experimentales en fractografía estadística apoyadas con MFA, MEB y perfilometría permiten obtener resultados cuantitativamente compatibles de caracterización autoafín.
- El valor del exponente de rugosidad o de Hurst  $\zeta$  utilizado para la caracterización de superficies de fractura obtenidas mediante pruebas en las que la grieta se propaga a velocidades altas como en los ensayos de impacto y de tensión resultó en un valor de  $\zeta = 0.80 \pm 0.01$  lo que está de acuerdo con resultados obtenidos por otros investigadores como Daguier, Bouchaud y Maloy.
- Para las superficies de fractura caracterizadas en esta investigación mediante análisis autoafín se determinó por *primera vez* en estudios similares un valor de longitud de correlación que se extiende sobre cerca de siete décadas de escala de longitud desde  $1 \times 10^{-3} \mu\text{m}$  hasta  $1 \times 10^4 \mu\text{m}$ .
- El valor límite del dominio autoafín, denominado longitud de correlación, se encuentra que corresponde al tamaño de las *mayores* heterogeneidades del material fracturado, en el caso de esta investigación es correspondiente al tamaño de grano. Con este resultado se determina una relación entre los parámetros autoafines y la microestructura.
- El método de análisis autoafín aplicado a superficies de fractura es adecuado para llevar a cabo la caracterización de estos objetos anisotrópicos naturales debido a que es independiente de factores de escala.



## 9.2 RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS FUTUROS

El análisis estadístico de autoafinidad presenta una gran variedad de aplicaciones. A continuación se presentan algunas recomendaciones para continuar esta línea de investigación.

- Continuación del análisis autoafín en superficies de fractura provenientes de ensayos en los que la grieta se propague a velocidades lentas como durante la fatiga.
- Caracterización por microscopía de tunelamiento y de fuerza atómica de las superficies fracturadas de materiales diversos para confirmar la existencia del régimen universal con valor de 0.5 del exponente de rugosidad en escalas de longitud pequeñas -submicrométricas-.
- Establecimiento del exponente de rugosidad en dirección paralela a la dirección de propagación de la grieta debido a que el plano de fractura es anisotrópico.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Mandelbrot B. B., Passoja D. E., and Paullay A. J., Fractal Character of Fracture Surfaces of Metals, *Nature* 308, pp. 721-722, 1984.
2. Bouchaud E., Lapasset G., and Planès J., *Europhys. Lett.* 13 73, 1990.
3. Hinojosa M., Bouchaud E., and Nghiem B., Long Distance Roughness of Fracture Surfaces in Heterogeneous Materials, *Materials Research Society Symposium Proceedings Vol. 539*, pp. 203-208, 1999.
4. Mandelbrot B. B., *Fractals: Form, Chance, and Dimension*, W.H. Freeman and Co. San Francisco, 1977.
5. Mu Z. Q. and Lung C. W., *J. Phys. D: Appl. Phys.* 21 848, 1988.
6. Dauskardt R. H., Haubensak F. and Ritchie R. O., *Acta Metall. Mater.* 38 143, 1990.
7. Mecholsky J. J., Passoja D. E., and Feinberg-Ringel K. S., *J. Am. Ceram. Soc.* 72 60, 1989.
8. Richardson L. F., *Weather Prediction by Numerical Process*, Cambridge University Press, 1922.
9. Mandelbrot B. B., How Long is the Coast of Britain? Statistical Self-Similarity and Fractional Dimension. *Science*, Vol. 156, No. 3775, p. 636, May 1967.
10. Feder Jens, *Fractals*, Plenum Press, New York and London, pp. 15, pp. 14, pp. 165, pp. 176, 1988.
11. Barnsley Michael F., *Fractals Everywhere Second Edition*, Academic Press Professional, pp. 199, 1993.
12. Daguier Pascal, Effets D' Echelle Dans La Rupture Des Matériaux Hétérogènes, *These de Doctorat de l'Université Paris 6*, pp. 11-13, Novembre 1997.
13. Meakin P., *Phys. Rep.* 235, 189, 1993.
14. Newmann W. L., and Turcotte D. L., *Geophys. J. Int.* 100, 433, 1990.
15. Srinivasan Seeram, Russ J.C, and Scattergood R. O., Fractal Analysis of Erosion Surfaces, *Jornal of Materiales Research (MRS)* 5 (11), pp. 2616-2619, 1990.
16. Mandelbrot B. B., and Van Ness J. W., Fractional Brownian Motions, fractional noises and applications, *SIAM Rev.* 10, pp. 422-437, 1968.
17. Brown R., On the Existence of Active Molecules in Organic and Inorganic Bodies, *Phil. Mag.* 4, pp. 162-173, 1828.
18. Schmittbuhl Jean and Vilotte Jean-Pierre, Reliability of Self-Affine Measurements, *Physical Review E* Vol. 51, No. 1, January 1995.
19. Bouchaud Elisabeth, Scaling Properties of Cracks, *J. Phys.: Condens. Matter* 9, pp. 4319-4344, 1997.
20. Maloy K. J., Hansen A., Hinrichsen E. L. And Roux S., *Phys. Rev. Lett.* 68 213, 1992.
21. Lemaire E., Ould Mohamed Abdelhaye Y., Laure J., Benoit R., Levitz P. An Van Damme H., *Fractals* 1 968, 1993.
22. Schmittbulh J., Gentier S., and Roux S., *Geophys. Res. Lett.* 20 8, 1993.  
Schmittbulh J., Gentier S., and Roux S., *Geophys. Res. Lett.* 20 639, 1993.
23. Schmittbulh J., Roux S., and Berthaud Y., *Europhys. Lett.* 28 585, 1994.
24. Bouchaud E., Lapasset G., Plànes J., and Navéos S., *Phys. Rev. B.* 45 2917, 1993.

25. Milman V. Y., Blumenfeld R., Stelmashenko N. A., and Ball R. C., *Phys. Rev. Lett.* 71 204, 1993.
26. Milman V. Y., Stelmashenko N. A., and Blumenfeld R., *Prog. Mater. Sci.* 38 425, 1994.
27. McAnulty P., Meisel L. V., and Cote P. J., *Phys. Rev. A* 46, 3523, 1992.
28. Bouchaud E., Navéos S., From quasi-static to rapid fracture, *J. Phys. I France*, 5, pp. 547-554, 1995.
29. Daguier Pascal, Henaux Stéphane, Bouchaud Elisabeth and Creuzet Francois, Quantitative Analysis of a Fracture Surface by Atomic Force Microscopy, *Physical Review E*. Vol. 53, No. 6, 1996.
30. Reyes Melo M. E., Autoafinidad de Superficies de Fracturas en Materiales Poliméricos, Tesis de Maestría de la Universidad Autónoma de Nuevo León, 1999.
31. Griffith A. A., *Philos. Trans. R. Soc. London*, vol. 221A, 1920, pp. 163-198; *First Int. Congr. Appl. Mech.*, Delft, p. 55, 1924; this paper has been reprinted with annotations in *Trans. Am. Soc. Met.*, vol. 61, pp. 871-906, 1968.
32. Inglis C. E., *Trans. Inst. Nav. Archit.*, vol. 55, pt. I, pp. 219-230, 1913.
33. Orowan E., *Fatigue and Fracture of Metals*, Symposium at Massachusetts Institute of Technology, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1952.
34. Bouchaud J. P., Bouchaud E., Lapasset G., and Planès J., *Phys. Rev. Lett.* 71 2240, 1993. Bouchaud E., Bouchaud J.-P., Lapasset G., and Planès J., *Fractals* 1, 1051 1993.
35. Ertas D., and Kardar M., *Phys. Rev. Lett.* 69 929, 1992.
36. Ertas D., and Kardar M., *Phys. Rev. E* 48 1227, 1993.
37. Ertas D., and Kardar M., *Phys. Rev. Lett.* 73 1703, 1994.
38. Gao H., and Rice J. R., *J. Appl. Mech.* 56 828, 1989.
39. Narayan O., and Fisher D. S., *Phys. Rev. B* 48, 7030, 1993.
40. Roux S. and François, *Scr. Metall.* 25, 1092, 1991.
41. Nakano A., Kalia R., and Vashista P., *Phys. Rev. Lett.* 75, 3138, 1995.
42. Polmear, I. J., *Light Alloys*, Edward arnold, 1981.
43. Bäckerud L., Król E., and Tamminen J., *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys*, Volume 1: Wrought Alloys, 1986.
44. Cano Rodriguez S., *Análisis Térmico y Microestructural de una Aleación Al-Si Tipo A319*, Tesis de Maestría de la Universidad Autónoma de Nuevo León, 1996.
45. Bäckerud L., Chai G., and Tamminen J., *Solidification Characteristics of Aluminum Alloys*, Volume 2: Foundry Alloys, 1990.
46. Velasco Santes E., *Estudios Microestructurales de una Aleación Al-Si Tipo A319*, Tesis de Doctorado de la Universidad Autónoma de Nuevo León, 1997.
47. Gruzleski J. E., Closset B. M., *The Treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys*. American Foundrymen's Society, Inc. 1990.
48. Lu S. y Hellawell A., *The Mechanism of Silicon Modification in Aluminum-Silicon Alloys: Impurity Induced Twinning*, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 18, pp. 1721-1733, 1987.
49. Pacz A., *Aluminum Alloy Casting and Process of Making the Same*, U.S. Patent 1,860,947, 1932.

50. López Cuellar E. L., Análisis Microestructural de Cerámicos Utilizando Microscopía de Fuerza Atómica, Tesis de Maestría de la Universidad Autónoma de Nuevo León, 1998.
51. Garza Méndez F., Tesis de Licenciatura de la Universidad Autónoma de Nuevo León, 1999.
52. Dagnall M. A. H., Exploring Surface Texture, Taylor Hobson Limited, 1986.
53. Bouchaud E. And Navéos S., J. Phys. I, 5, Brèves Communications 547, 1995.
54. Daguier P., Bouchaud E. And Lapasset G., Roughness of a Crack Front Pinned by Microstructural Obstacles, Europhys. Lett., 31, pp 367, 1995.
55. Dieter George Ellwood, Mechanical Metallurgy SI Metric Edition, McGraw Hill, pp. 471-475, 1988.
56. Hertzberg, R. W., Fracture Surface Micromorphology in Engineering Solids, Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals, ASTM STP 948, J. E. Masters and J. J. Au, Eds, pp. 5-36, 1987.
57. Vander Voort, G. F., Grain Size Measurement, Practical Applications of Quantitative Metallography, ASTM STP 839, J. L. McCall and J. H. Steele, Jr., Eds, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, pp. 85-131, 1984.

# ANEXOS

## PUBLICACIONES

### Lista de publicaciones:

1. J. Aldaco, F. J. Garza, M. Hinojosa, Long Distance Fracture Surface Roughness on a Dendritic Aluminum Alloy, a ser publicado en MRS Symposium Proceedings Vol. 578 "Multiscale Phenomena in Materials – Experiments and Modeling. Materials Research Society, Pittsburgh, Pennsylvania, programado para publicación en verano del 2000.
2. F. J. Garza Méndez, J. Aldaco y M. Hinojosa, Técnicas Experimentales en Fractografía Estadística, Memorias del Seminario del Aluminio Prácticas y Técnicas de Transformación, Sociedad Mexicana de Fundidores, A.C. Región Norte, pp. 73-78 (1999).

## LONG DISTANCE FRACTURE SURFACE ROUGHNESS ON A DENDRITIC ALUMINUM ALLOY.

**J. Aldaco, F.J. Garza, M. Hinojosa**

*Universidad Autónoma de Nuevo León, A.P. 149-F, S. Nicolás de los Garza, 66451 México.*

*hinojosa@gama.fime.uanl.mx*

### ABSTRACT

The long distance roughness of the fracture surface of a dendritic aluminum alloy is studied over a wide range of length scales. Self-affinity analysis was performed over samples broken in Charpy impact tests. Simultaneous use of Atomic Force Microscopy, SEM and stylus profilometry allowed us to cover a wide spectrum of length scales, spanning over seven decades, from a few nanometers up to one centimeter. The roughness exponent and correlation length were obtained using the variable bandwidth method. For the roughness exponent, a value of 0.8 was obtained, corresponding to the reported universal exponent. Correlation length was found to correspond well to the characteristic length of the largest heterogeneities in the complex microstructure. Our results provide information that can help to improve our understanding of the role of microstructural parameters on crack propagation mechanisms.

### INTRODUCTION

It is now accepted that the fracture surfaces of heterogeneous materials are self-affine objects. Mandelbrot [1] was the first to attempt to correlate the roughness of the fracture surface of steel with its macroscopic mechanical properties. He claimed that there exists a direct correlation between the fracture toughness of the material and the roughness exponent of its fracture surface. Since then, the self-affinity analysis of fracture surfaces has been performed on a variety of materials. The use of sophisticated statistical methods [2] along with the recording of topographical data by means of STM, AFM, SEM, optical microscopy and stylus profilometry allowed us to characterize the self-affinity of the fracture surface through the determination of its roughness exponents and correlation length.

The results of many workers [3] suggest that fracture surfaces exhibit two characteristic roughness exponents. Surfaces generated by cracks propagating at high enough speeds tend to exhibit the so-called 'universal' exponent  $\zeta = 0.8$  [4]. For low propagation rates, such as those obtained in fatigue tests, a smaller roughness exponent,  $\zeta = 0.5$ , is observed. In some cases the two exponents can be detected in the same fracture surface [5,6], at the smaller length scales, typically in the nanometer range, the  $\zeta = 0.5$  exponent might be detected, with the universal exponent existing in the micrometer-millimeter range, both exponents separated at a characteristic cut-off length. For rapid kinetic conditions, the 0.8 exponent has been observed even for the smaller length scales. In any case, the role of microstructure and its relations with the self-affinity parameters are not well understood.

It seems that neither of the two roughness exponents is directly related to the microstructure. Attempts have been made to correlate the cut-off length to the size of microstructural features in some materials [7]. Fracture surfaces are self-affine for length scales up to a characteristic value called the correlation length,  $\xi$ , beyond which the surface can be considered as a flat Euclidean object. The crack front can be imagined as a line advancing through the microstructural obstacles. It seems evident that the interactions of the crack front with the largest heterogeneities should determine the correlation length. Hinojosa [8] reported the long distance roughness of the fracture surface of a nickel superalloy, he found that the correlation length is of the order of the grain size. The results of Reyes [9] have also suggested that this correlation length corresponds to the size of the spherulites in partially crystalline polymers.

In this work we report the self-affinity analysis of the impact fracture surface of a dendritic aluminum alloy. Topographic data were recorded using AFM, SEM and stylus profilometry, a total of seven decades of length scales were covered using these techniques. The microstructure of the material is specially interesting, there are several different phases with varying sizes, the largest heterogeneities are the primary dendritic arms and the grain size, which are of the same order. We were mainly interested in finding out which of the characteristic lengths is associated with the correlation length.

## EXPERIMENT

The material used in this work was an Al-Si 319-type alloy in the refined and modified condition. This alloy is employed in the automotive industry and is produced by casting. The chemical composition of the material is as follows (% wt): Si: 7.147, Cu:3.261, Fe:0.612, Zn:0.664, Mn:0.374, Ni:0.041, Ti:0.154, Mg:0.313, Sr:0.014, Al: balance. Grain refining treatment is normally accomplished with titanium additions and modification of the eutectic phase is obtained with small Sr additions. The typical microstructure is dendritic and a number of different phases are present. Figure 1 shows the six phases present in the complex microstructure: alpha phase (aluminum rich solid solution), silicon, eutectic phase,  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{Al}_3\text{FeSi}$  and  $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$ . There is also a grain structure, not shown in Figure 1. This grain structure was analyzed on an etched specimen using Keller's reagent. The largest heterogeneities were identified as the grain size with a value of  $446\ \mu\text{m}$ , and the primary dendritic arm length with an average value of  $314\ \mu\text{m}$ . The sizes of the other phases were much smaller, less than  $40\ \mu\text{m}$ .

Charpy impact specimens were machined according to ASTM standard E23 then broken to obtain the desired fracture surfaces. Fractographic observations were made by using the SEM and the AFM. Figure 2a shows a typical fracture surface as observed by SEM. A mixed intergranular and transgranular mode of propagation with evidence of some plastic deformations is observed. Figure 2b shows an AFM 3D image of this fracture surface.

Topographic data used in the self-affinity analysis were obtained by three different techniques: AFM, SEM and stylus profilometry. In each case, height profiles were obtained in a direction perpendicular to the crack propagation direction, i.e. parallel to the crack front.

In order to cover large length scales in the millimeter range, a stylus profiler was used to record profiles of a maximum length of around one centimeter. The best height resolution obtained was 0.25 microns and the tip radius was  $2\ \mu\text{m}$ . A typical profile consists of more than 10,000 points. SEM profiles were obtained in order to cover the scales at the micrometer level. The fracture surface was nickel plated then sectioned and polished in a plane perpendicular to the direction of crack propagation. SEM images in the BSE mode were recorded at different magnifications, from 100X up to 2000X. The profiles were extracted by image analysis, the excellent contrast between the aluminum and nickel in the BSE mode facilitated this task. The best resolution obtained in the 1024-point profiles was 0.06 microns/point. Figure 3 shows an example of the profiles obtained with the SEM technique.

AFM observations in the contact mode allowed the highest resolution profiles to be recorded and covered the nanometer length scales. Scan sizes ranging from 0.5 to 10 microns were obtained. Profiles obtained had a minimum distance between points of around one nanometer.

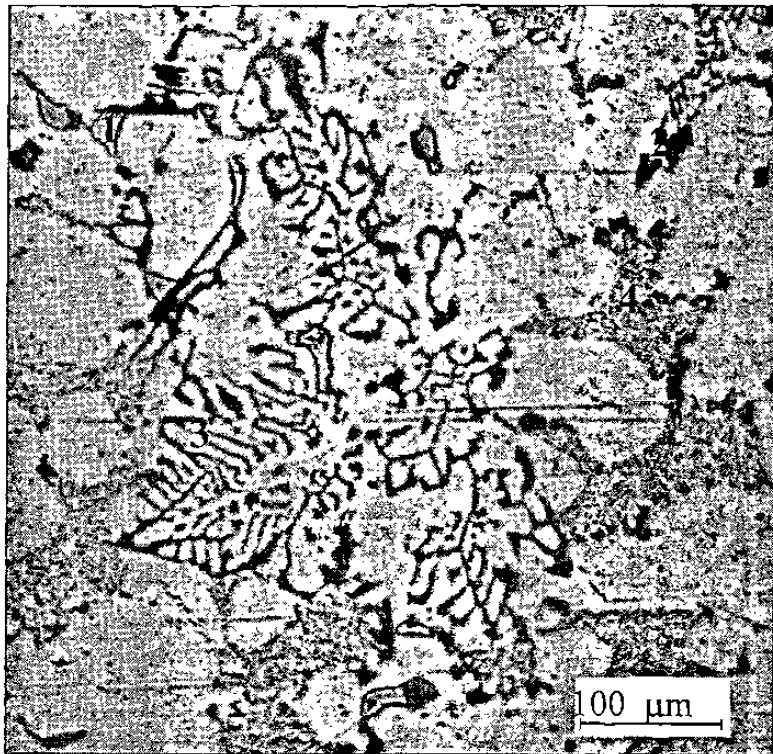
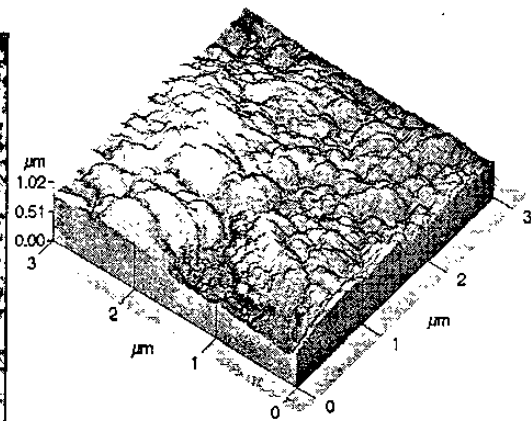
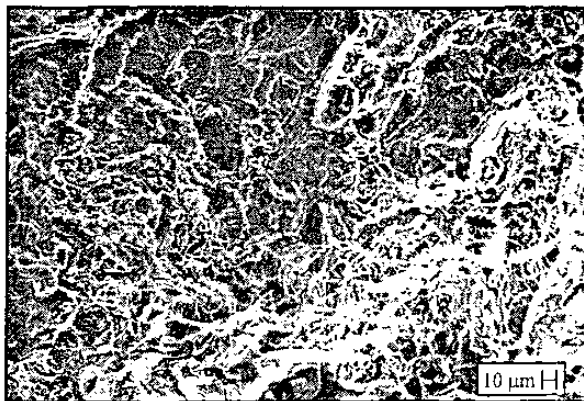
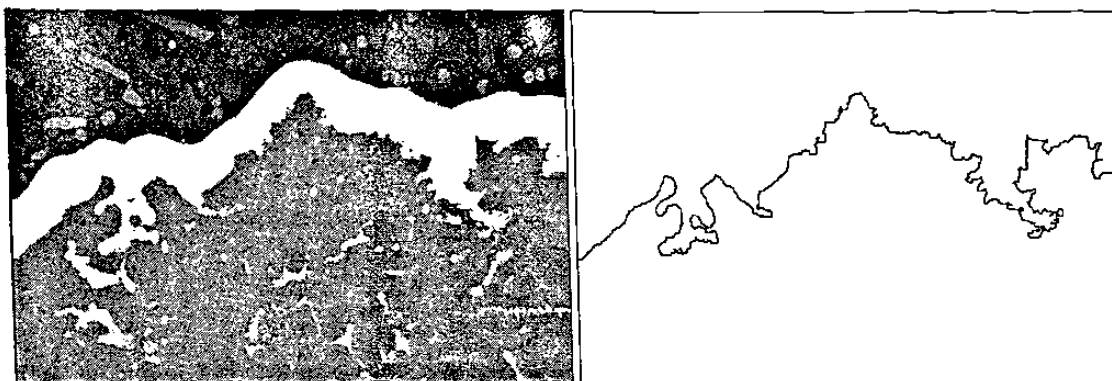


Figure 1: Microstructure of the Al-Si alloy in the as-polished condition. The different phases are the alpha matrix,  $Al_2Cu$  (1), Silicon (2),  $Al_{13}(MnFe)_3Si$  (3) and the eutectic phase (4).



a) b)  
Figure 2: Typical fracture surface observed by SEM (2a) and AFM (2b).





a) b)  
 Figure 3: Typical SEM image of the fracture profile, (a). The respective profile extracted by image analysis is shown in (b).

Self-affinity analysis was performed using the variable bandwidth method. In this method we calculated the quantity :

$$Z_{max}(r) = \langle \max\{z(r')\}_{x-r \leq x' \leq x+r} - \min\{z(r')\}_{x-r \leq x' \leq x+r} \rangle_x \propto r^\zeta$$

Where  $r$  is the width of the window.  $Z_{max}(r)$  is the difference between the maximum and the minimum heights  $z$  within this window, averaged over all possible origins  $x$  of the window. For the profilometry data, ten different profiles were averaged. For the SEM profiles, we averaged ten profiles for each magnification. In the case of the AFM profiles ten profiles were averaged for each scan size.

## RESULTS

Figure 4 shows the results of the self-affinity analysis. A single averaged curve was obtained joining together the curves obtained from the different techniques. The AFM and SEM curves overlap in the region of  $0.1 \mu\text{m}$  and give a continuous curve, thus showing a complete quantitative compatibility in agreement with the previous results of Daguier [7] and Hinojosa [8]. There is a small gap between the SEM and the profilometer curves but the tendency is clearly the same. The very existence of this gap manifests the inability of the SEM technique to cover the upper region of the self-affine regime for this case, thus showing the advantage of using profilometry data to cover the largest length scales necessary to observe the limit of the regime and the determination of the correlation length. As we can see, the expected universal exponent  $\zeta = 0.81$  is observed in the entire regime which spans over more than five decades. The correlation length is observed at a value of  $\xi = 456 \mu\text{m}$ .

The maximum length of the profilometer profiles were around 1 cm and the largest heterogeneities have a maximum characteristic length of less than  $500 \mu\text{m}$ . This guarantees that the self-affinity analysis will permit accurate determination of the correlation length if it is of order of the largest heterogeneities. This is true in the current case, as is clearly seen in figure 4. From this result we can safely say that the correlation length corresponds to the characteristic length of the largest heterogeneities, which are the grains and the dendrites with sizes of values  $314$  and  $446 \mu\text{m}$ , respectively. For the microstructure analyzed one can speculate that there exists a competition between the grain size and the primary dendritic arm length, the crack front advancing with characteristic step sizes which correspond to either of this features. Above this correlation limit the crack front "sees" nothing and thus the fracture surface can be regarded as flat for length scales larger than this value. Our results are in agreement with those reported by Hinojosa [8] for a nickel alloy, in which he found, figure 5, that the correlation length was of the order of the grain size in samples with a difference of one order of magnitude in grain size. Reyes [9], studying the fracture surface of a semicrystalline polymer has reported results that suggest that the correlation length is of the order of the spherulite diameter. Many doubts remain regarding the correlation between the

microstructure and the self-affinity parameters, but these results should help to improve our understanding of the fracture process.

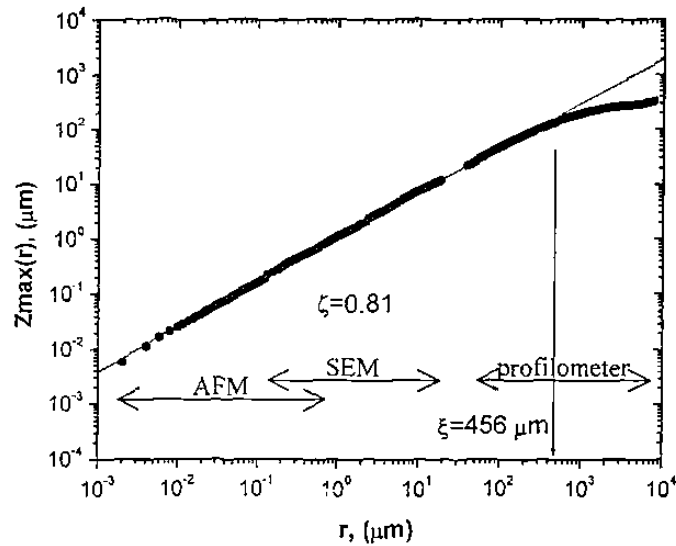


Figure 4: Self-affinity curve spanning over seven decades of length scales, the correlation length and the roughness exponent are shown.

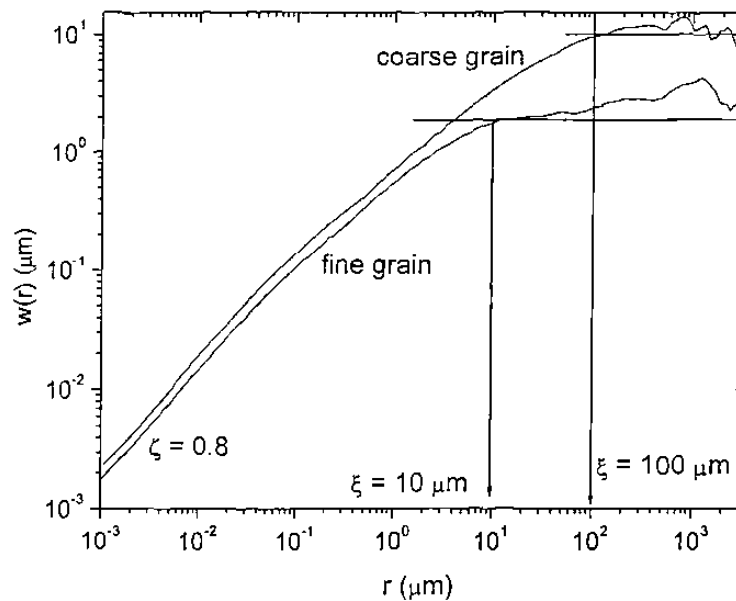


Figure 5: In nickel alloys the correlation length is of the order of the grain size [8].

## CONCLUSIONS

The simultaneous use of AFM, SEM and stylus profilometry allowed us to perform self-affinity analysis of a fracture surface over seven decades of length scales, from the nanometer to one centimeter of length scale. The three techniques are shown to be quantitatively compatible. The entire self-affinity regime was studied together with its upper limit, this correlation length is of the order of the characteristic length of the largest heterogeneities, which are the grain size and the primary dendritic arm length of the Al-Si dendritic alloy. The universal exponent of 0.8 was recovered over the entire regime, in agreement with the results previously obtained for similar kinetic propagation conditions in a variety of materials.

## ACKNOWLEDGMENTS

This work was supported by CONACYT and the PAICYT program of the University of Nuevo León. The authors gratefully acknowledge the invaluable help of E. Velasco, N. Cárdenas, L. Cruz and O. Garza .

## REFERENCES

1. B.B. Mandelbrot, D.E. Passoja and A.J. Paullay, "Fractal Character of Fracture Surfaces of Metals", *Nature*, **308**, pp 721-722 (1984).
2. J. Schmittbuhl, J.P. Vilotte. S. Roux, "Reliability of self-affine measurements", *Phys. Rev. E*, **51** 131 (1995).
3. See the review article "Scaling Properties of Cracks", E. Bouchaud, *J. Phys.:Condens. Matter* **9** (1997) 4319-4344 and the abundant references therein.
4. E. Bouchaud, G. Lapasset and J. Planés, *Europhys Lett.* , **13**, pp 73 (1990).
5. P. Daguer, B. Nghiem, E. Bouchaud and F. Creuzet, "Pinning and Depinning of Crack Fronts in Heterogeneous Materials", *Phys. Rev Lett.* , **78**, pp 1062 (1997).
6. P. Daguer, S. Hénaux, E. Bouchaud, and F. Creuzet, "Quantitative Analysis of a Fracture Surface by Atomic Force Microscopy", *Phys. Rev. E*, **53**, 5637 (1996).
7. P. Daguer, Ph. D. thesis, Université Paris 6 (in french), November 1997.
8. M. Hinojosa, E. Bouchaud and B. Nghiem. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, Volume 539, Materials Research Society, Warrendale Pennsylvania, pp. 203-208, 1999.
9. Edgar Reyes, *Master Thesis*, University of Nuevo Leon, Mexico (in spanish). 1999.

## TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN FRACTOGRAFÍA ESTADÍSTICA

Francisco Javier Garza Méndez, Jorge Aldaco Castañeda y Moisés Hinojosa Rivera,  
 Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León,  
 A.P. 76 suc "F" Cd. Universitaria, San Nicolás de los Garza, N.L., C.P. 66450, México.  
 E-mail: [oraz1976@hotmail.com](mailto:oraz1976@hotmail.com), [hinojosa@gama.fime.uanl.mx](mailto:hinojosa@gama.fime.uanl.mx)

### RESUMEN

Al pasar de los años, la metalurgia y su forma de tratar diversos problemas ha evolucionado, apoyándose en ciencias como las matemáticas, física y química. En la década de 1970 el polaco Benoit Mandelbrot reunió un conjunto de conocimientos y ordeno algunas ideas del siglo pasado, creando la geometría fractal. A partir del surgimiento de ésta, se han abordado con gran éxito algunos problemas con los que se enfrentaban las diferentes ciencias. La caracterización de superficies y la fractografía no fueron la excepción. En este trabajo se presentan diferentes técnicas de fractografía estadística experimental aplicadas a una aleación automotriz aluminio-silicio del tipo A 319. Esta aleación es especialmente atractiva por la diversidad de fases presentes en su microestructura y por ser dendrítica. A partir de los datos obtenidos experimentalmente se logran determinar parámetros como el exponente de rugosidad y los posibles regímenes de autoafinidad. Se muestran los resultados del desarrollo de un recubrimiento electrofítico de níquel sobre la superficie de fractura de la aleación. Este recubrimiento permite la obtención del perfil de fractura mediante técnicas de análisis de imágenes. Se describe además el algoritmo que permite aislar el perfil digitalizado de la fractura. Se realiza la observación fractográfica mediante microscopía de fuerza atómica (MFA). También, se hace uso de la materialografía cuantitativa como una herramienta para la fractografía estadística. El uso conjunto de éstas técnicas permite realizar el análisis estadístico de autoafinidad de la superficies de fractura en un amplio intervalo de longitudes magnificaciones, resoluciones y longitudes de escala.

### INTRODUCCIÓN

De acuerdo al historiador metalúrgico Cyril Stanley Smith, las superficies de fractura han sido analizadas de alguna forma desde la edad de bronce<sup>1</sup>. La primera descripción escrita de la apariencia de una superficie de fractura fue hecha en 1540 por Venecio Biringuccio en *De la Pirotechnia*<sup>2</sup>, él relacionó la apariencia de una superficie de fractura con la calidad de un proceso metalúrgico de bronce. Sin embargo, el término fractografía (del latín *fractus* = fractura y del griego *graphos* = descripción) no fue acuñado sino hasta 1944 por Carl A. Zapffe<sup>3</sup>, en una publicación de la entonces American Society for Metals (ASM), en esta publicación se describe el uso de lentes para detallar la superficie de una fractura sobre granos individuales. Con el desarrollo del microscopio electrónico de barrido (MEB) y el microscopio electrónico de transmisión (MET) fueron propuestos nuevos modelos<sup>4</sup> sobre la mecánica de la fractura, gracias a las altas magnificaciones alcanzadas se pudieron observar elementos como microgrietas.

A principios de la década de 1970 el polaco Benoit Mandelbrot reunió un conjunto de conocimientos e ideas de filósofos del siglo pasado como Von Koch, Hausdorff y Besicovitch, creando la geometría fractal. Esta nueva rama de las matemáticas permite describir satisfactoriamente morfologías creadas por la naturaleza y fenómenos dinámicos no lineales<sup>5</sup> como son las superficies de fractura y su mecanismo de propagación respectivamente. En 1984, Mandelbrot efectuó por primera vez una caracterización fractal de una superficie de fractura realizando sus experimentos en acero<sup>5</sup>.

Los entes matemáticos conocidos como fractales poseen la propiedad de autosimilitud, es decir, una parte del objeto es congruente con el objeto mismo sin importar el nivel de magnificación<sup>6</sup>. Los objetos naturales creados por la naturaleza poseen autosimilitud estadística llamada autoafinidad. En este trabajo se presentan herramientas para la fractografía estadística experimental, las técnicas empleadas proporcionand datos de alta precisión los cuales permiten elucidar los posibles regímenes de autoafinidad de la superficie de fractura de una aleación automotriz Al-Si tipo A 319. Para cubrir una amplia gama de magnificaciones se utilizaron diversas técnicas como rugosimetría, microscopía electrónica de barrido (MEB), análisis de imágenes y microscopía de fuerza atómica (MFA). En paralelo a estas técnicas se desarrolló un recubrimiento electrofítico de níquel sobre la superficie de fractura, este recubrimiento

permite preservar el estado original de la fractura además de proporcionar una imagen de excelente contraste mediante la técnica de electrones retrodispersados en MEB, se describe el algoritmo de análisis de imágenes para extraer el perfil de la fractura de esta imagen. También se aplica el análisis de imágenes para realizar mediciones de materialografía cuantitativa que permiten conocer los tamaños característicos de los distintos elementos microestructurales de esta aleación, los datos recolectados permiten explorar una posible relación entre las longitudes características de la aleación y los regímenes de autoafinidad.

## RECUBRIMIENTO ELECTROLÍTICO DE NÍQUEL

El proceso del recubrimiento consta de tres fases:

1. Protección de la superficie de fractura. Debido a que el aluminio es un metal anfotérico, es imperioso protegerlo contra todo ataque químico. Para llegar a esto es necesario un medio fuertemente oxidante que conduzca al metal hasta su estado pasivo. La solución utilizada es la siguiente:

NaOH	40g/l
KmNO <sub>4</sub>	10g/l

La pieza se introduce en esta solución por un periodo de 3 a 5 min, al final se enjuaga la pieza en agua destilada y posteriormente se reenjuaga en una solución de ácido nítrico al 10% (HNO<sub>3</sub> 10%).

2. Predepósito de cinc. Este depósito forma una capa muy delgada, de menos de 1µm de espesor, la cual sirve de liga entre el aluminio y el níquel. Este es un predepósito por desplazamiento químico donde el aluminio juega el papel de reductor, la solución empleada fue la siguiente:

NaOH	500g/l
ZnO	100g/l

El espécimen se mantiene en esta solución por un periodo de 1 a 3 min. a temperatura ambiente. Una vez concluido el depósito se enjuaga la pieza en agua caliente ( $\approx 90^{\circ}\text{C}$ ) por uno o dos segundos, inmediatamente después se introduce en agua destilada hasta el último paso.

3. Depósito de níquel, este se obtiene de un baño de sulfamatos, se usó un ánodo de acero inoxidable, la rapidez de depositación es de aproximadamente 30µm/hr, la composición química de la solución, así como las condiciones óptimas encontradas se muestran en la Tabla I.

Tabla I

Sulfamato de níquel	350g/l
Cloruro de níquel	3.5g/l
Ácido bórico	40g/l
PH:	4.5
°T:	45°C
I:	3A/dm <sup>2</sup>
Pot:	$\approx 4.8\text{V}$

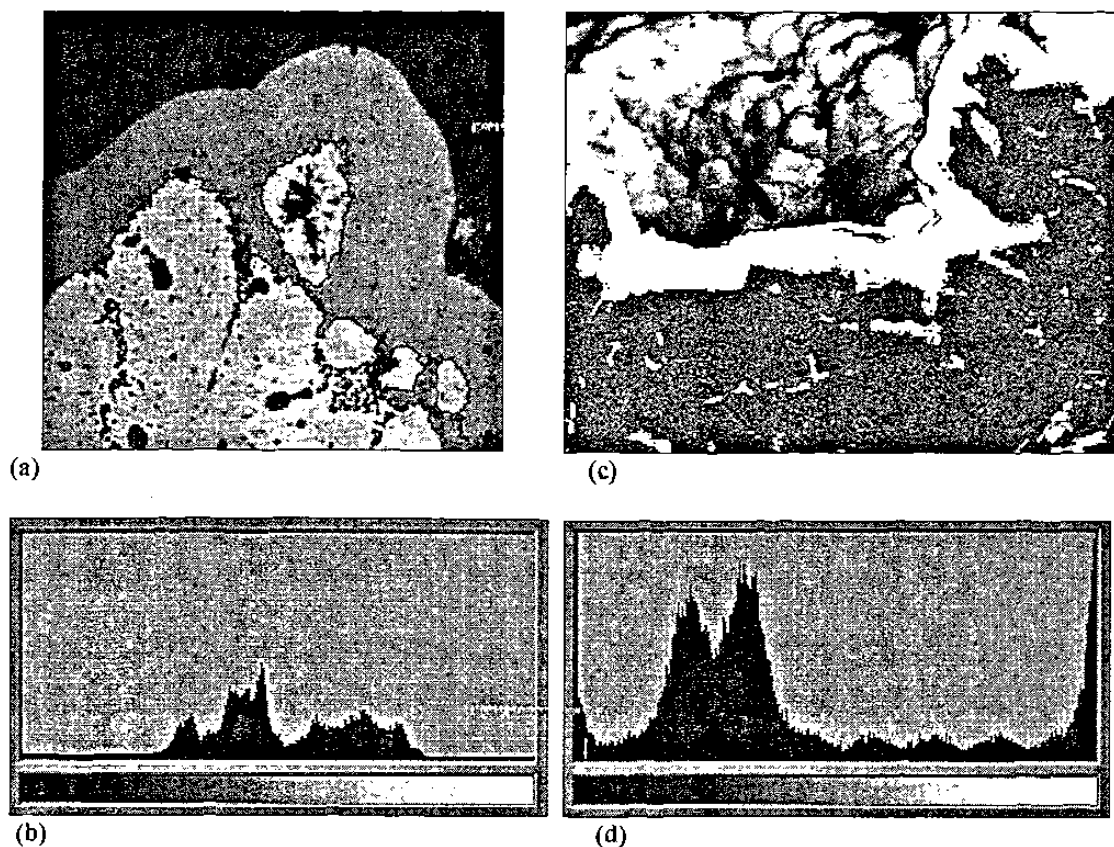


Fig 1, ver el texto.

En la figura 1(a) se observa una imagen de microscopía óptica que muestra el depósito obtenido, delineando perfectamente el perfil de la superficie de fractura. El recubrimiento mostró una adherencia excelente. El histograma de niveles de gris correspondiente a esta imagen se muestra en la figura 1(b), ilustrando el contraste poco definido de la imagen. La figura 1(c) muestra una imagen de MEB utilizando contraste por electrones retrodispersados. En esta imagen se aprecia un excelente contraste, con el metal base con apariencia oscura y el recubrimiento en tono claro. La figura 1(d) muestra el respectivo histograma de niveles de gris. El excelente contraste obtenido en las imágenes de electrones retrodispersados demostró ser apropiado para la extracción del perfil de la fractura mediante el algoritmo de análisis de imágenes que se desarrolló y se describe en la siguiente sección.

#### ANÁLISIS DE IMÁGENES Y METALOGRAFÍA CUANTITATIVA

El análisis de imágenes es una poderosa herramienta en ciencia de materiales y en la industria metalúrgica en general. En este trabajo se aplicó en dos importantes disciplinas de la ciencia de materiales, fractografía y metalografía cuantitativa. A continuación se describe el algoritmo de análisis de imágenes desarrollado especialmente para extraer el perfil de la fractura.

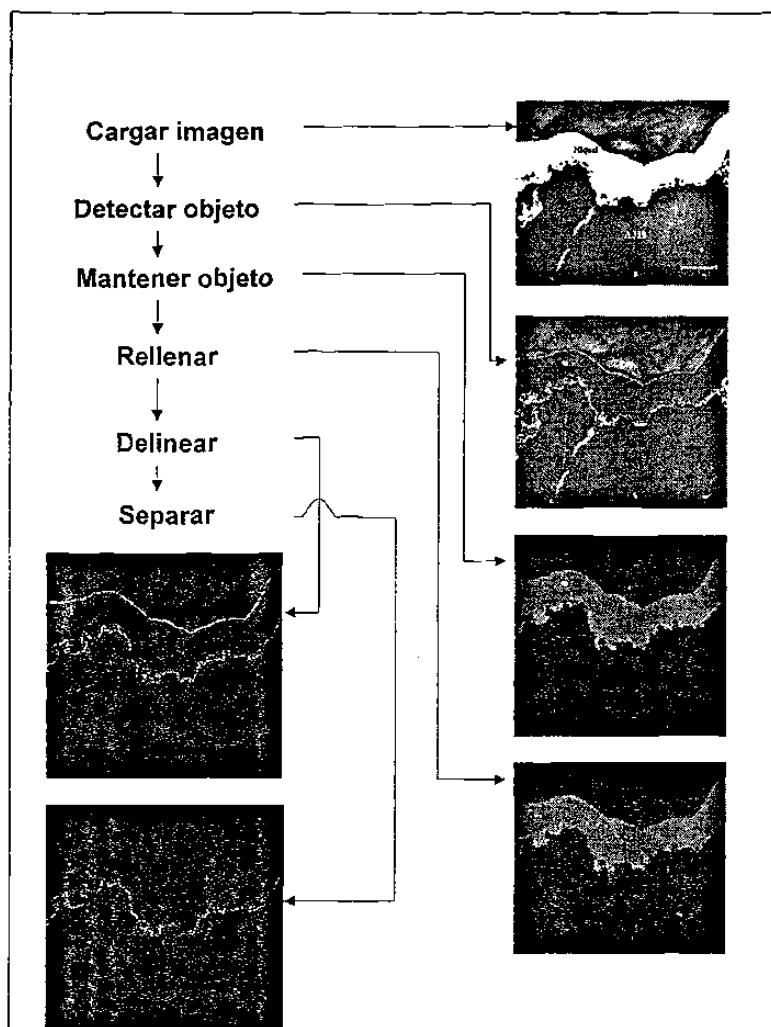


Fig. 2.- Esquema del algoritmo de análisis de imágenes desarrollado para extraer el perfil de la fractura a partir de la imagen de electrones retrodispersados.

Partiendo de la imagen gris (512 x 480 píxeles y 256 niveles de gris) de electrones retrodispersados, el algoritmo desarrollado, esquematizado en la figura 2, inicia con la detección de los píxeles correspondientes a la capa de recubrimiento, enseguida se procede a obtener una imagen binaria en la que solamente se conservan dichos píxeles detectados. La siguiente etapa de edición permite rellenar huecos para después proceder a la delineación de ambos bordes del recubrimiento, finalmente se aísla el borde correspondiente a la interfase aluminio-depósito con lo que se ha obtenido el perfil de la fractura. Este perfil es posteriormente transformado a un arreglo de datos (x, z). El archivo de datos obtenido puede entonces utilizarse para el análisis estadístico de autoafinidad de la superficie de fractura.

Para cuantificar parámetros microestructurales como longitud del brazo primario, espaciamiento interdendrítico, tamaño de grano, diámetro de Feret, etc., se utilizaron principios básicos de metalografía cuantitativa y análisis de imágenes. Se preparó metalográficamente el material con lijas grado 400, 600, 800, 1000, 1200, 2400 y 4000, posteriormente se efectuó el pulido final con suspensión de diamante de  $1\mu\text{m}$  y posteriormente  $0.25\mu\text{m}$ . La microestructura, figura 3, fue revelada mediante el reactivo Keller modificado.

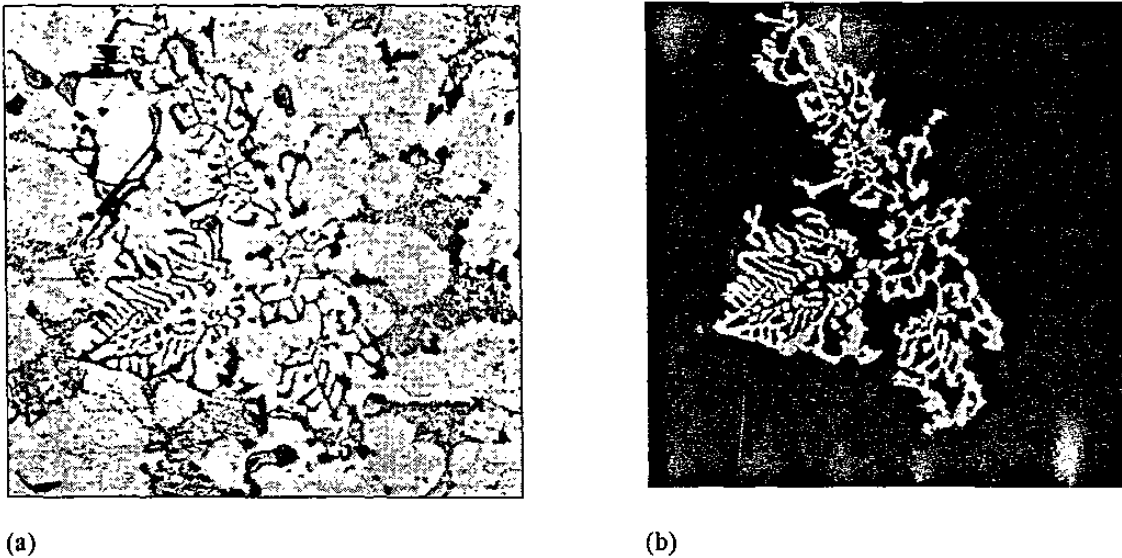


Figura 3. (a) Imagen digitalizada de la microestructura de la aleación Al-Si tipo A319. (b) Imagen binaria que resulta de procesar la imagen gris (a). Sobre las imágenes binarias se realizan las determinaciones cuantitativas de la microestructura.

#### MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA

Mediante la aplicación de MFA es posible obtener imágenes reales de alta magnificación y resolución nanométrica de las superficies. Esta técnica además de proporcionar imágenes tridimensionales sobre la topografía de las superficies, es un banco de datos muy rico y preciso que cubre escalas del orden de nanómetros. En la figura 4 se muestra una imagen tridimensional típica.

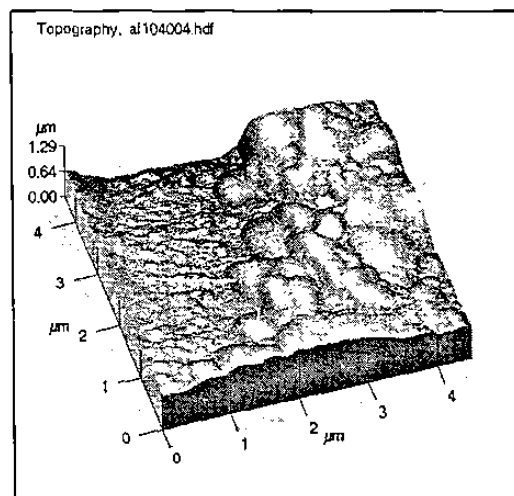


Figura 4. Topografía de la superficie de fractura, barrido de  $4.3 \times 4.3 \mu\text{m}$ . Imagen de microscopía de fuerza atómica.

#### CONCLUSIONES

Mediante las técnicas de fractografía estadística implementadas, se logró obtener una amplia gama de magnificaciones y resoluciones. El recubrimiento electrolítico de níquel deasrollado ofrece una alta adherencia, permitiendo además proteger el estado original de la superficie de fractura, además brinda un excelente contraste mediante la técnica de electrones retrodispersados en MEB. El algoritmo de análisis



de imágenes descrito permite obtener de manera rápida y sencilla el perfil de la fractura. La aplicación del análisis de imágenes a las mediciones de metalografía cuantitativa permite extraer datos altamente confiables y de manera rápida. La aplicación de la técnica de MFA permite obtener la topografía de la superficie de fractura, además, las imágenes obtenidas son un banco de datos preciso en escala nanométrica.

### **AGRADECIMIENTOS**

Agradecemos al CONACYT y a la FIME de la UANL por el apoyo brindado para esta investigación, así como a la Secretaría Académica de la UANL por el soporte financiero ofrecido mediante el proyecto PAICYT CA080-98. Nuestra gratitud se extiende a Nelly Cárdenas, Lorena Cruz, Omar Garza y Eulogio Velasco por su valiosa colaboración en esta investigación.

### **REFERENCIAS**

1. C.S. Smith, A "Story of Metallography", The university of Chicago Press, 1960, p 97-127.
2. V. Biringuccio, "De la Pirotechnia" 1540, Ver reimpresión por: American inmstitute of Mining and Metellurgical Engineers.
3. C.A. Zapffe and M. Clogg Jr. "Fractography- A New Tool for Metallurgical Research", 1944 ASM, Vol 34, p 71-107.
4. "The transmission electron Microscope and its Aplication to Fractography" ASM, 1974, p 54-66.
5. B.B. Mandelbrot, "The Fractal Geometry of Nature", W.H. Freeman and Co., Nwe York, 1982.
6. B.B Mandelbrot, D.E. Passoja y A.J. Paullay, Nature, 308, pp721-722 (1984)

# LISTA DE FIGURAS

FIGURA	DESCRIPCIÓN	PAG.
2.1	Curva de Von Koch para esta curva la dimensión fractal tiene un valor de 1.2628.	6
2.2	Gráfico de Richardson de líneas costeras [9].	7
2.3	Gráfico logaritmico del método de conteo de celda para la determinación de la dimensión fractal de la costa del sur de Noruega[10].	8
2.4	Gráfico representando la dimensión Hausdorff-Besicovitch en el fractal del triángulo Sierpinski [11].	9
2.5	El movimiento Browniano visto dentro de un plano [12].	11
2.6	Registro del movimiento Browniano [10].	11
2.7	Gráfico de la localización $B_H(t)$ contra el <i>tiempo</i> para una partícula en movimiento Browniano, con exponente de Hurst = $\frac{1}{2}$ , 0.7 y 0.9, respectivamente[10].	12
2.8	Gráfico representativo del método de banda de ancho variable.	16
2.9	Gráfico representativo del método de probabilidad de retorno.	16
3.1	Representación del procedimiento experimental realizado por Mandelbrot.	20
3.2	Energía de impacto contra el incremento en dimensión fractal de la superficie de fractura de acero Maraging.	20
4.1	Clasificación de la fractura, desde el punto de vista ingenieril.	26
4.2	Categoría de la fractura de acuerdo a la extensión de la zona plástica.	27
4.3	Modos de deformación de grieta.	28
4.4	Modelo de Griffith de fractura frágil.	29
4.5	Representación de una línea moviéndose a lo largo del eje y, dentro de un medio heterogéneo dejando detrás una superficie rugosa.	32
5.1	Diagrama de equilibrio Al-Si [43].	35
5.2	Diagrama de fases Al-Si-Fe-Mn [45].	36
5.3	Principales características microestructurales: (a) Espaciamiento dendrítico secundario; (b) Fase de silicio eutéctica; (c) Tamaño de grano [46].	37
5.4	Fase eutéctica sin modificar.	38
5.5	Fase eutéctica modificada.	39
6.1	Geometría de las probetas maquinadas para ensayos de impacto.	43
6.2	Geometría de las probetas maquinadas para ensayos a tensión.	43
6.3	Imagen típica a 100 X, (a) Imagen de 256 tonos de gris de 512 x 480 pixeles (b) Detección de la fase $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$ , imagen binaria de 512 x 512 pixeles.	45
6.4	Imagen típica en tres dimensiones de MFA de 3 x 3 $\mu m$ sobre la superficie de fractura.	47
6.5	Imagen típica en dos dimensiones de MFA de 3 x 3 $\mu m$ , las partes más claras representan las partes más altas de la muestra.	47

6.6	Gráfico representativo de un perfil típico recopilado por MFA..	48
6.7	Secuencia de detección del perfil de fractura: (a) <i>Imagen gris</i> de 256 niveles de grises obtenida por MEB a 100X, (b) Detección del recubrimiento mediante el nivel más débil del tono de gris, <i>imagen binaria</i> , (c) Aislamiento del área de la aleación Aluminio-Silicio, (d) Detección del contorno de las fases presentes en la imagen (c), (e) Aislamiento del perfil de fractura eliminando las fases indeseables.	50
6.8	Imagen tomada a una magnificación de 100 X a la cual se le sobrepuso su perfil detectado.	50
6.9	Composición típica de perfiles secuenciales consistente en 3070 datos puntuales, magnificación 100X, escala 100 $\mu\text{m}$ . En (a) se muestra la imagen final consistente de 6 planos secuenciales, solo como referencia, en (b) se muestra el perfil final obtenido por la unión de los datos detectados con el analizador de imágenes.	51
6.10	Esquema del dispositivo utilizado en el rugosímetro para la recopilación topográfica.	52
6.11	Representación del perfil superficial en el cual se muestran los efectos combinados de rugosidad, ondulación y error de forma.	52
6.12	Gráfico que representa la sustracción de la línea de tendencia del perfil original.	53
6.13	Gráfico típico de salida obtenida al representar todos los datos de los perfiles (MFA, MEB Y perfilometría).	54
7.1	Microestructura típica de las muestras de la aleación Aluminio-Silicio.	55
7.2	Espectros de R-X en dispersión de energía característicos de las fases de la aleación Aluminio-Silicio: (a) Aluminio- $\alpha$ , (b) $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$ , (c) $\text{Al}_2\text{Cu}$ , (d) Silicio y (e) eutéctico {aluminio-silicio}.	56
7.3	Microestructura típicas de las muestras analizadas. (a) Microestructura granular de las muestras fracturadas en el ensayo de tensión, (b) Microestructura granular de las muestras fracturadas en el ensayo de impacto.	57
7.4	Imágenes típicas de las superficies de fractura de los ensayos de impacto (a) y de las superficie de fractura por tensión (b) obtenidas mediante MEB en electrones secundarios a 1000X. En (a) se presenta un modo de fractura mixta y en (b) se presenta una fractura dúctil indicada por los diversos microhuecos presentes en toda la muestra.	58
7.5	Imágenes típicas MFA de la superficie de fractura Charpy, en las que se puede observar un grado de similitud al variar la escala de medición. En (a) el tamaño de barrido es de 10 x 10 $\mu\text{m}$ , en (b) el tamaño de barrido es de 3 x 3 $\mu\text{m}$ .	59

- 7.6 Imágenes típicas MEB de la superficie de fractura por tensión. En (a) la magnificación de la imagen es de 10 KX y en (b) se presenta una imagen a 20KX. En estas imágenes se puede observar un grado de similitud de la parte derecha de la figura (a) con la imagen completa de (b) al variar la magnificación de 10KX a 20KX. 59
- 7.7 Curva autoafín para las muestras de la aleación Aluminio-Silicio fracturadas por ensayos de impacto. Los puntos experimentales se ajustan correctamente a una función  $Z_{max} \propto r^{0.81}$ . 61
- 7.8 Curva autoafín para las muestras de la aleación Aluminio-Silicio fracturadas por ensayos de tensión. Los puntos experimentales se ajustan correctamente a una función  $Z_{max} \propto r^{0.79}$ . 61

# LISTA DE TABLAS

<b>TABLA</b>	<b>DESCRIPCIÓN</b>	<b>PAG.</b>
6.1	Composiciones químicas de las muestras a investigar.	42
7.1	Resultados de las mediciones de fracción de área, diámetro de Feret y factor de forma de cada fase presente en la aleación Aluminio-Silicio.	57
7.2	Resultados de las mediciones de la longitud de los brazos primarios y del espaciamiento secundario dendrítico en la fase aluminio alfa, así como del tamaño de grano.	58

# RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Jorge Adrián Aldaco Castañeda nace el 5 de marzo de 1976 en la Ciudad de Monterrey, Nuevo León. Es hijo del señor Aurelio Aldaco García y la señora Martha Elena Castañeda de Aldaco.

Cursa sus estudios de Licenciatura en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica por la Universidad Autónoma de Nuevo León obteniendo el grado de Ingeniero Mecánico Administrador en marzo de 1998.

En agosto de 1997 ingresa al programa de graduados de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica para realizar sus estudios de Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales.

