

CAPÍTULO 1 CONCEPTOS GENERALES DEL ALUMINIO

1.1 Propiedades Generales del Aluminio

Humphrey Davy (figura 1.1) fue el primero en dar a conocer al Aluminio, se habla de los primeros años del siglo XIX. La primera extracción de este metal se produjo gracias a la reducción con sodio fundido en los años de 1855 y 1890; ahora existen métodos mucho más modernos como lo es el electrolítico. En la actualidad este metal ocupa el segundo lugar mundial en lo que a su empleo se refiere (industria alimenticia, médica, aeronáutica, de la construcción, entre otras).

El principal mineral para la extracción del aluminio es la bauxita, la extracción de aluminio de este mineral se produce mediante un proceso químico como lo es la fusión electrolítica. Actualmente existe una gran diversidad de aleaciones de aluminio, que tienen un sinfín de aplicaciones desde la lámina más delgada utilizada para en la industria alimenticia hasta aplicaciones aeronáuticas, en la exploración espacial y en la electrónica.



Figura 1.1 Sir Humphrey Davy (1779-1829)

Cabe mencionar que la industria del aluminio se apoya en las actividades básicas de investigación y experimentación, las cuales abarcan una amplia gama de aplicaciones, tanto para ayudar en la producción del metal y sus aleaciones como para mantener su aplicación en casi todas las principales industrias.

La tabla I muestra un cronograma de los métodos empleados para la producción de aluminio. El costo de producción era elevado, por lo que combinado con la baja resistencia mecánica del aluminio puro, limitaba las aplicaciones del metal. Sin embargo la invención del proceso electrolítico para la reducción del óxido de aluminio, abrió la gran posibilidad de reducir los costos.

Tabla I Cronograma de la Historia de la obtención y producción del aluminio [1]

| Año | Investigador y país | Proceso | Producto |
|------|---------------------------------------|--|--|
| 1807 | Sir Humphrey Davy (Gran Bretaña) | Electrólisis de la mezcla fundida de potasa y alúmina | Sin éxito |
| 1825 | Hans Christian Oersted (Dinamarca) | Calentamiento conjunto de cloruro de aluminio y una amalgama de potasio | Amalgama de aluminio-Trozo pequeño de metal blanco |
| 1825 | Fogh (Francia) | Una repetición del proceso anterior | Aluminio en forma cristalina compacta |
| 1827 | Friedrich Wöhler (Alemania) | Calentamiento de potasio metálico y del cloruro de aluminio | Unos cuantos granos de metal como polvo gris |
| 1845 | Friedrich Wöhler (Alemania) | Reducción del cloruro de aluminio con vapor de potasio | Glóbulos metálicos de aluminio |
| 1854 | Henri Sainte Claire Deville (Francia) | Primer proceso comercial. Reducción del cloruro doble de sodio y aluminio con sodio metálico, preparado por separado por la reducción del carbonato de sodio con carbón vegetal. | Aluminio al 97-97.3% |
| 1856 | A. Monnier (E.U.A.) | Reducción por sodio en Nueva Jersey | Aluminio |
| 1857 | Deville y P. Morin (Francia) | Planta a escala normal en Nanterre, mediante reducción por sodio | Aluminio |
| 1858 | W. Gerhard (Gran Bretaña) | Planta en Londres para la reducción por sodio del cloruro de aluminio | Aluminio |
| 1858 | Hermanos Tissier (Francia) | Planta en Rouen para la reducción por sodio del cloruro de aluminio | Aluminio |

| | | | |
|---------|--|--|------------------------|
| 1860 | H. Merle & Co. (Francia) | Planta en Salindres para la reducción por sodio | Aluminio |
| 1860 | Bell Bros. (Gran Bretaña) | Planta en Co. Durham para la reducción por sodio | Aluminio |
| 1863 | Wirz & Co. (Alemania) | Primera planta de reducción de aluminio en Alemania | Aluminio |
| 1867-77 | J.F. Webster (Gran Bretaña) | Planta cerca de Birmingham para la reducción por sodio, seguida en 1866-9 por una planta más grande que usaba sodio barato obtenido por el proceso Castner | Aluminio al 99 % |
| 1884 | Col. Frismuth (E.U.A.) | Planta en Filadelfia que empleaba el proceso de reducción por sodio | Aluminio |
| 1886 | Paul Louis Toussaint Héroult (Francia) | Electrólisis de una mezcla fundida de alúmina en criolita | Aluminio |
| 1887 | Paul Louis Toussaint Héroult (Francia) | Primera planta en operación en Neuhausen sobre el Rin por la predecesora de la Swiss Company (actualmente, Aluminium Industrie A.G., AIAG) | Aleaciones de aluminio |
| 1888 | Charles Martin Hall (Estados Unidos) | Pittsburgh Reduction Company que utilizaba el proceso Hall en los E.U.A. En 1907, la compañía cambió su nombre por el de Aluminium Company of America, ALCOA | Aluminio |
| 1888 | J.F. Webster (Gran Bretaña) | El sodio barato producido por el proceso Castner fue usado por Webster | Aluminio |
| 1889 | Paul Louis Toussaint Héroult (Francia) | Establecimiento de la planta AIAG | Aluminio |
| 1896 | Proceso Héroult (Francia) | Primera planta de reducción en la Gran Bretaña que empleaba la energía hidroeléctrica en Escocia (British Aluminium Co.) | Aluminio |

Han pasado ya más de 100 años desde que el francés Paul Louis Héroult y el americano Charles Martin Hall (figura 1.2) describieran, en sus patentes básicas de 1886, el proceso electrolítico que hoy día aún se utiliza. Cabe mencionar que estas dos personas no se conocían a la hora de descubrir ésto, lo cual condujo a demandas legales, para completar aun más las coincidencias, ambos tenían la misma edad, 22 años y fallecieron el mismo año, en 1914.



La industria del aluminio tuvo un gran crecimiento durante los períodos de las dos Guerras Mundiales; ésto seguido de un abatimiento en las ventas. Después de la Segunda Guerra Mundial se hizo frente al nuevo desafío de levantar de nuevo la industria aluminera, para esto se recurrió al uso de nuevas aleaciones, mejorando la calidad y su productividad en las plantas. Se recurrió entonces, al reciclado del fuselaje de aviones destruidos u obsoletos, al mismo tiempo se incrementó la demanda del material laminado para la manufactura de utensilios domésticos.

Las propiedades físicas del aluminio puro se muestran en la tabla II.

Tabla II Propiedades Físicas del aluminio puro [1,2]

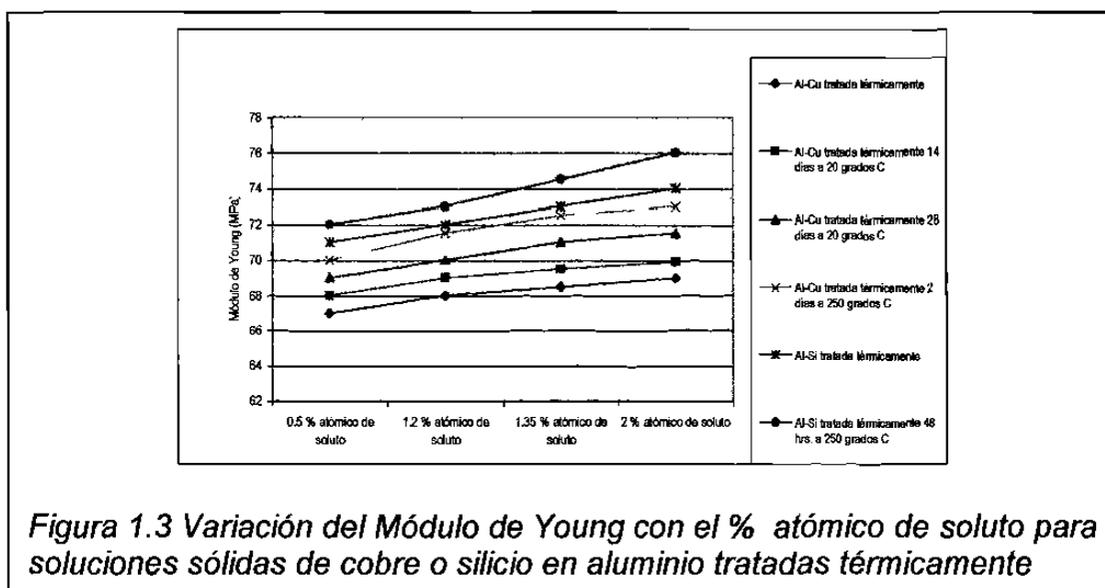
| Propiedad | Valor |
|--|------------------------------------|
| Número Atómico | 13 |
| Peso Atómico | 26.99 |
| Radio Atómico a 25°C | 0.14288 nm |
| Isótopos | Ninguno |
| Valencia | 3 |
| Color – luz reflejada | Blanco plateado |
| Estructura cristalina | Cúbica Centrada en las Caras (FCC) |
| Constante reticular a 25°C | 0.40414 nm |
| Distancia interatómica mínima | 0.28577 nm |
| Plano de deslizamiento | (111) |
| Densidad a 20°C | 2.699 g/cm ³ |
| Del sólido a 660°C | 2.55 g/cm ³ |
| Del líquido justo por encima de la temperatura de fusión (660°C) | 2.38 g/cm ³ |
| Calor de combustión | 200 Kcal por g-átomo (837,200 J) |
| Temperatura de fusión | 660.2 °C |
| Temperatura de ebullición | 2057 °C / 2480 °C |
| Conductividad eléctrica a 20 °C | 65.5 % de la IACS |
| Resistividad eléctrica a 20 °C | 2.69 μΩ/cm |

*IACS: International Annealed Copper Standard

1.2 Propiedades mecánicas

En cuanto a las propiedades elásticas del aluminio; el módulo de Young es bajo y es sensible a cambios pequeños debido a la cantidad de impurezas presentes. El valor del módulo de Young (E) para el aluminio al 99.997 % es de 64.5 MPa y para el aluminio al 99.950 % es de 69 MPa. Los valores utilizados para las aplicaciones comerciales son un poco más altos y el intervalo en que están estas aleaciones van desde 65 hasta 80 MPa. Esto se observa en la figura 1.3 [1].

El alargamiento elástico del aluminio y sus aleaciones bajo un esfuerzo determinado, es cerca de 3 veces más grande que el del acero. Esto implica una gran ventaja en el caso de las partes estructurales que requieren de una resistencia al impacto elevada en la zona elástica. En la tabla III se muestran las principales propiedades elásticas del aluminio.



Cabe mencionar que existen propiedades mecánicas que están estandarizadas según se puede revisar en el libro “Aluminium Standards & Data” editado por la Aluminium Association [2].

Tabla III Principales propiedades elásticas del aluminio [1]

| Propiedad elásticas | Valor |
|--------------------------------|-------------|
| Módulo de Young (E) | |
| Aluminio al 99.99 % de pureza | 64.5 MPa |
| Aluminio al 99. 95 % de pureza | 69 MPa |
| Módulo de Corte (G) | 17 MPa |
| Relación de Poisson | 0.32 - 0.36 |

1.2.1 Esfuerzo de prueba y resistencia a la tensión

Como en muchos de los metales no ferrosos, el aluminio y sus aleaciones no muestran un punto de cedencia bien definido. En la práctica, para las pruebas de control de calidad y para fines de diseño, se emplea un valor del esfuerzo de prueba tomado del 0.1 al 0.2 % de deformación plástica, como se observa en la figura 1.4

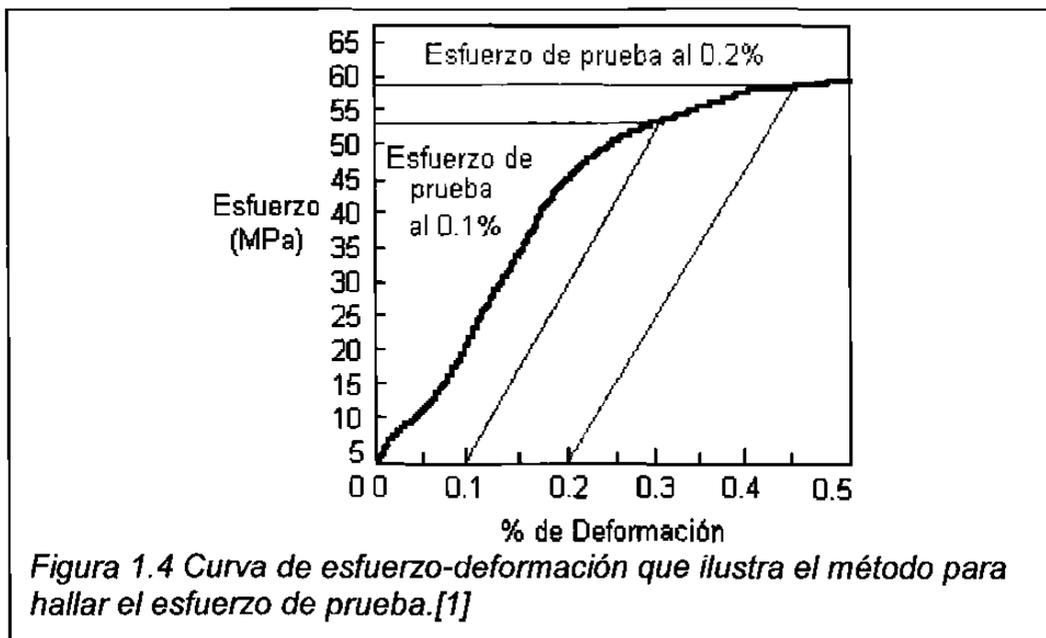


Figura 1.4 Curva de esfuerzo-deformación que ilustra el método para hallar el esfuerzo de prueba.[1]

La resistencia a la compresión del aluminio es ligeramente mayor que la resistencia a la tensión. Una de las formas para aumentar la resistencia de las diversas aleaciones de aluminio puede ser si se le trabaja en frío, lo cual reduciría la ductilidad. Como en otros casos de fundiciones metálicas puras, las propiedades de tensión dependen del proceso empleado; los vaciados en molde de arena poseen propiedades más bajas que las fundiciones metálicas que se han tratado térmicamente. El metal trabajado tanto en caliente como en frío posee una estructura granular más fina que el material vaciado y en la condición de recocido, el aluminio forjado posee un mejores propiedades que el vaciado. En la tabla IV se muestran algunas de las designaciones para los tratamientos térmicos para el caso de aleaciones forjadas de aluminio.

Tabla IV Designación de algunos de los Tratamientos Térmicos en aleaciones de aluminio forjadas

| Tratamiento Térmico | Designación o Nomenclatura |
|---|-----------------------------------|
| Temple | H14*, H16* y H18* |
| Endurecido por trabajo en frío | H1* |
| Endurecido por trabajo en frío y parcialmente recocido | H2* |
| Endurecido por trabajo en frío y estabilizado | H3* |
| Temple sin controlar el grado de endurecimiento por trabajo en frío | F |
| Recocido | O |

*La cifra indica el grado de endurecimiento por trabajo en frío.

La resistencia a la ruptura del aluminio al 99.8 % es de 110 MPa y para el aluminio al 99.0 %, el valor es de 150 MPa. La dureza del aluminio vaciado es de 28 en la escala Vickers y sube a 55 cuando se trata en frío a una reducción de un 80-90 % del espesor. No se conoce con precisión ninguna relación teórica entre los valores de la dureza y las propiedades mecánicas como por ejemplo el esfuerzo de prueba o el alargamiento pero, como una aproximación

empírica, los valores de la resistencia a la tensión expresados en MPa son cerca de 4 veces la dureza en la escala Vickers.

1.2.2 Normas del Aluminio y sus aleaciones

Las aleaciones de aluminio forjadas destinados para usos generales en la ingeniería, se especifican en las Normas Británicas (British Standards) 1470 a 1477, mientras que los señalados para usos más especializados se publican en una serie complementaria BS 4300. Los lingotes y los vaciados están comprendidos en la BS 1490. Otros países tienen sus respectivas normas, las cuales difieren por lo común de las del Instituto de Normas Británicas, pero trabajar con las de la Organización de Normas Internacionales (ISO), asegura que las normas nacionales principales queden dentro de las recomendaciones de la ISO.

Estas especificaciones, tanto nacionales como internacionales, están sujetas a revisiones y, si las circunstancias lo ameritan, se pueden modificar los límites de la composición o de las propiedades mecánicas. Por lo tanto, es necesario referirse a la última edición de las especificaciones para evitar la posibilidad de errores. En el Reino Unido se obtiene información acerca de las especificaciones de las aleaciones de aluminio en la Federación de Aluminio. La tabla V muestra varios valores comunes entre las distintas normas antes citadas.

Tabla V Valores comunes de propiedades mecánicas en aluminio entre las distintas normas [1,2]

| Forma | % Pureza | Revenido | 0.2% del Esfuerzo de prueba, MPa | Resistencia a la tensión, MPa | % Alargamiento |
|-----------------------|----------|---------------|----------------------------------|-------------------------------|----------------|
| Lámina delgada | 99.99 | Recocido | 16-49 (1-3) | 62-92 (4-6) | 20-50 |
| Lámina delgada | 99.99 | Laminado duro | 77-130 (5-8.5) | 115-154 (7.5-10) | 4-15 |
| Lámina delgada y Tira | 99.2 | Recocido | 31 (2) | 85 (5.5) | 33 |
| | | Semiduro | 100 (6.5) | 123 (8) | 9 |
| | | Laminado duro | 146 (9.5) | 154 (10) | 5 |
| Extrusiones | | | 39 (2.5) | 85(5.5) | 38 |

1.3 Tecnologías para la producción del Aluminio

Existe una serie de procesos de refinación electrolítica, para la eliminación de las impurezas presentes en el mineral, uno de estos procesos es el Bayer [1,2] ; que también se utiliza para la formación de lingotes que más tarde se emplearán para la producción de láminas como se describe a continuación.

1.3.1 Proceso de Laminación en Frío para láminas delgadas de Aluminio

El material utilizado en el presente trabajo es la aleación 1145 de aluminio, que se presenta en forma de láminas delgadas de aluminio. Este material se produce mediante el proceso de laminación en frío, el cual se describe a continuación.

Las aleaciones tratadas térmicamente, de acuerdo como sale del tren de laminación en caliente (figura 1.5), es por lo general bastante blando como para

ser laminado en frío sin necesidad de un recocido preliminar, como es el caso de la aleación de aluminio estudiada en esta investigación.

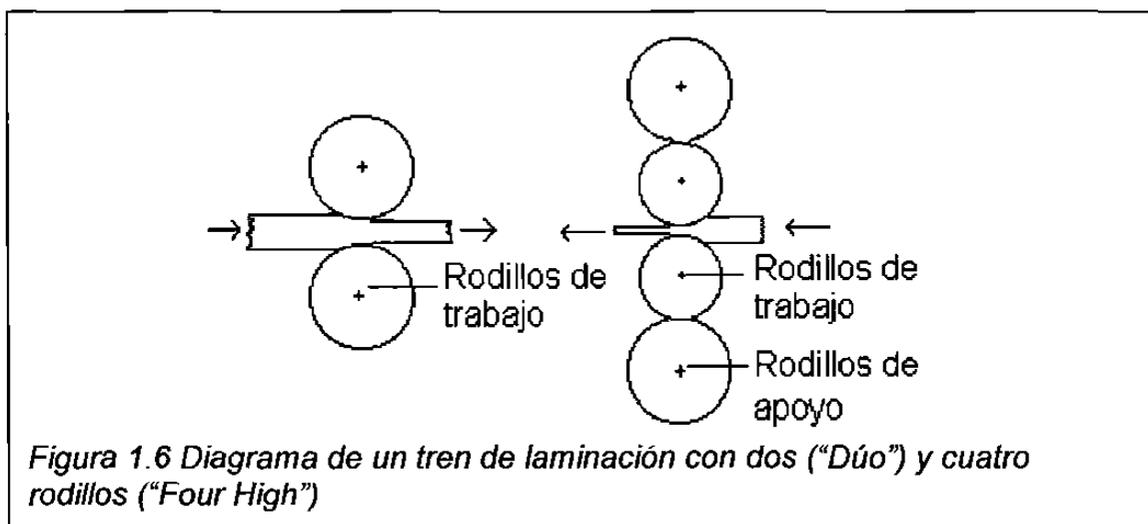


La laminación en frío puede efectuarse en castillos de laminación de configuración "cuarto o cuatro" (Four High) (figura 1.6) colocados ya sea en forma individual reversible o múltiple con los castillos de laminación en tándem. En el caso de material para calibres gruesos, la lámina rodada en caliente puede cortarse en tramos para laminarse en frío en un tren de laminación de hojas. La reducción obtenida durante la laminación en frío está sujeta a factores como el calibre del material inicial y el espesor final requerido, el tratamiento térmico, las propiedades metalúrgicas, el tamaño del grano, entre otros [3-5].

Para la mayoría de los productos, se introduce cuando menos un recocido dentro del programa de laminación.

Con el propósito de controlar el tamaño de grano se necesita tener en cuenta tanto las reducciones mínimas como las máximas antes del recocido; las cantidades varían dependiendo de la aleación que se esté trabajando.

Las láminas delgadas son un producto laminado en frío de sección rectangular y con un espesor menor a 0.2 mm. Los materiales que se utilizan para su producción son el aluminio de distintas purezas y aleaciones del tipo 1xxx y 3xxx, principalmente.



El material inicial para laminar es por lo general de 0.5 mm de espesor con el tratamiento térmico "O".

En los laminados de hojas y tiras, la reducción del espesor se efectúa al disminuir el espacio abierto entre los rodillos del trabajo. Para obtener una reducción en el espesor del tramo que se lamina, es preciso controlar los siguientes factores: acabado de la superficie del rodillo; para laminados

brillantes, reducir la fricción en el agarre del rodillo y permitir mayores reducciones; formulación del lubricante del rodillo. El perfil del producto laminado depende de la forma del material que entra y del control de las combas o coronas producidas por el calor a través del ancho de la cara del rodillo.

El pase final para el calibre menor de la lámina se efectúa laminando una capa doble. Para evitar soldar ambas capas, se mantienen separadas por medio de una película delgada de aceite. Cuando las capas se separan después de la laminación, las dos superficies que estaban en contacto con los rodillos brillan y las superficies interiores tienen un acabado mate.

Una gran proporción de las láminas producidas tienen un tratamiento térmico "O" del recocido, efectuado normalmente en hornos intermitentes. Para obtener un producto limpio, con la superficie libre de depósitos pegajosos de las fracciones del lubricante de laminación con temperatura de ebullición más elevada y sin indentaciones causadas por burbujas del lubricante vaporizado atrapado entre las vueltas del rollo, la tensión aplicada durante el enrollado para el recocido debe ser bastante floja para dejar que escapen dichos vapores, pero no tanto como para permitir un movimiento entre las vueltas.

CAPÍTULO 2 MECÁNICA DE LA FRACTURA Y CARÁCTER AUTOAFÍN DE LA PROPAGACIÓN DE GRIETAS

2.1 Introducción

En el presente capítulo se revisarán los conceptos fundamentales de fractografía, fractura y sus implicaciones, esto como un conocimiento previo para comprender la relevancia del estudio de la propagación de grietas y sus trayectorias, empleando el modo de carga I, en dos dimensiones; para después conocer el método de autoafinidad de ventanas de ancho variable ($Z_{\text{máx}}$) para el análisis de las trayectorias de las grietas.

2.2 Fractografía

La examinación microscópica de la superficie de fractura con el objetivo de obtener información cualitativa acerca de la naturaleza de la misma es llamada fractografía. Su origen etimológico se deriva del latín *fractus* que significa fractura y del griego *grafo* que significa descripción. El término fractografía se comenzó a utilizar en el año 1944.

La fractografía se lleva a cabo generalmente utilizando microscopia electrónica de barrido (MEB), aprovechando su gran profundidad de campo.

Generalmente en escala microscópica se observan tres tipos de fractura:

- 1) Clivaje
- 2) Cuasi-clivaje y
- 3) Coalescencia de cavidades.

La fractura de clivaje es un tipo de fractura frágil que ocurre a lo largo de los planos cristalográficos (figura 2.1). 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 de cuasi-clivaje se observa 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 (figura 2.2).



La coalescencia de cavidades se caracteriza por depresiones como copa que pueden ser equiaxiales, parabólicas o elípticas dependiendo del estado de esfuerzos a que esté sometida. 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 (figura 2.3).

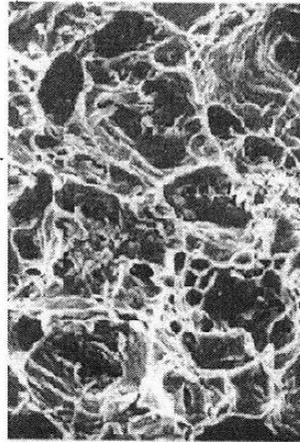


Figura 2.3 Figura que muestra la presencia de la coalescencia de cavidades

Más adelante se hablará sobre la topografía estadística autoafín; la cual es una herramienta que se vale de varios métodos para cuantificar la autoafinidad de las superficies analizadas, en la presente investigación se revisarán algunos de estos métodos.

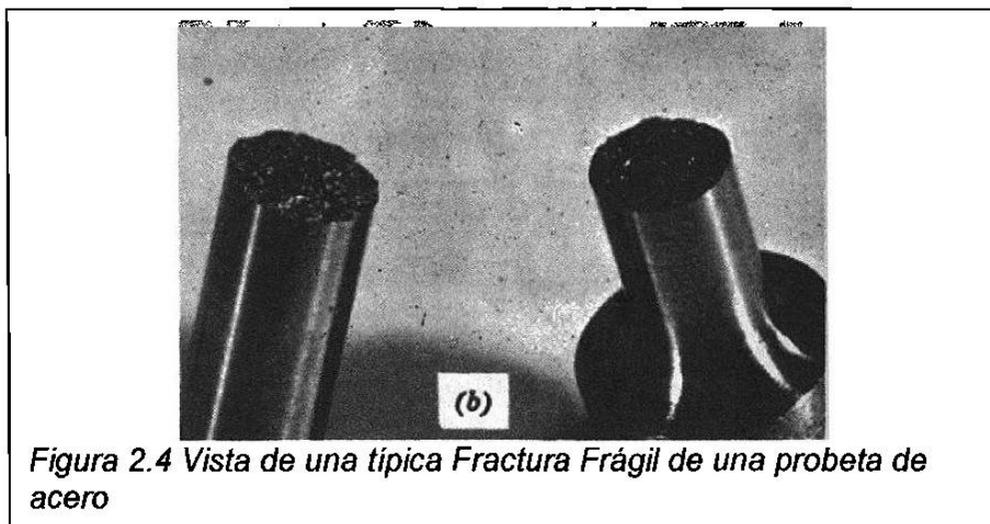
2.2.1 Tipos de fractura

Normalmente para tipificar la fractura se puede realizar evaluando las diferentes características de la misma, tales como: la deformación, el arreglo cristalográfico y por último la apariencia.

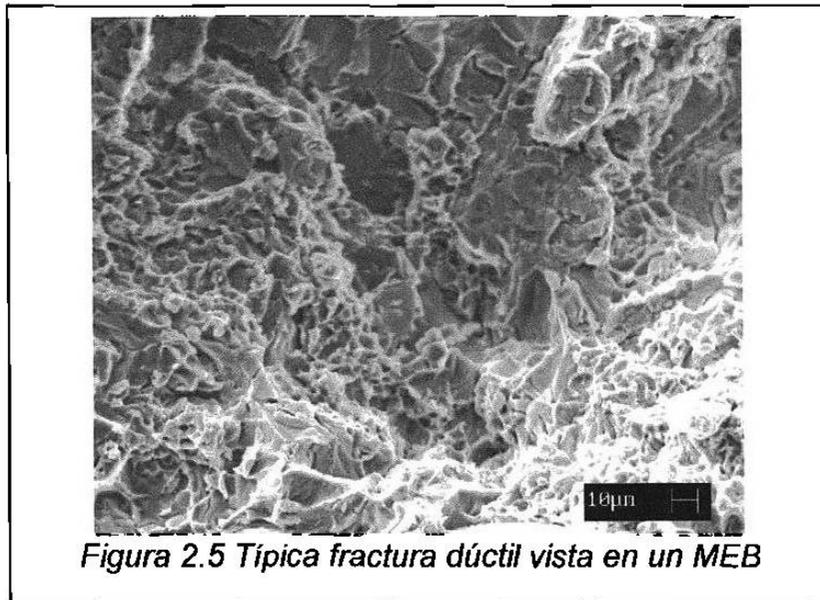
En cuanto a la deformación a la fractura, se conocen dos tipos de fractura dependiendo de la deformación plástica previa:

1° *Fractura Frágil*: es la que ocurre cuando la deformación en su mayor porcentaje es elástica, de forma tal que después de que se fractura la pieza, los fragmentos pueden volver a unirse sin mayor cambio significativo en la geometría de la misma, por ejemplo: cuando fracturamos un gis, un vidrio, etc. Además tiene una rápida propagación de grieta, la dirección de propagación de la grieta ocurre en forma perpendicular con respecto a la dirección tensil y la superficie de fractura tiene forma laminar.

Este tipo de fractura (figura 2.4) se presenta también en metales con baja ductilidad y tenacidad, aunque en algunos casos los normalmente dúctiles, fallan también de manera frágil cuando éstos se someten a grandes deformaciones súbitas, como en el ensayo de impacto.

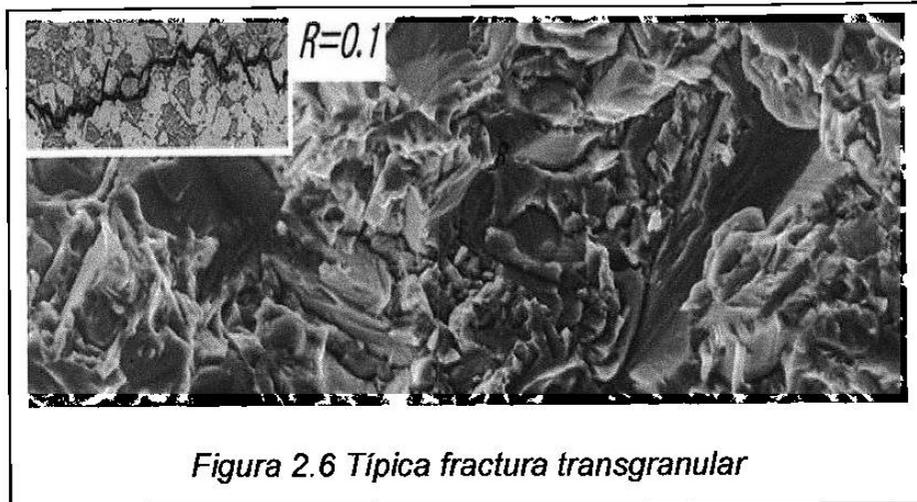


2°Fractura Dúctil : En la figura 2.5 se presenta un ejemplo de este tipo de fractura y básicamente es la que presenta un cuerpo después de ser sometido a una gran deformación plástica, tomando en cuenta que los esfuerzos en una región grande de la pieza, sobrepasaron el esfuerzo de cedencia o límite elástico. Este fenómeno se presenta de manera transgranular en los metales con buena ductilidad y tenacidad.

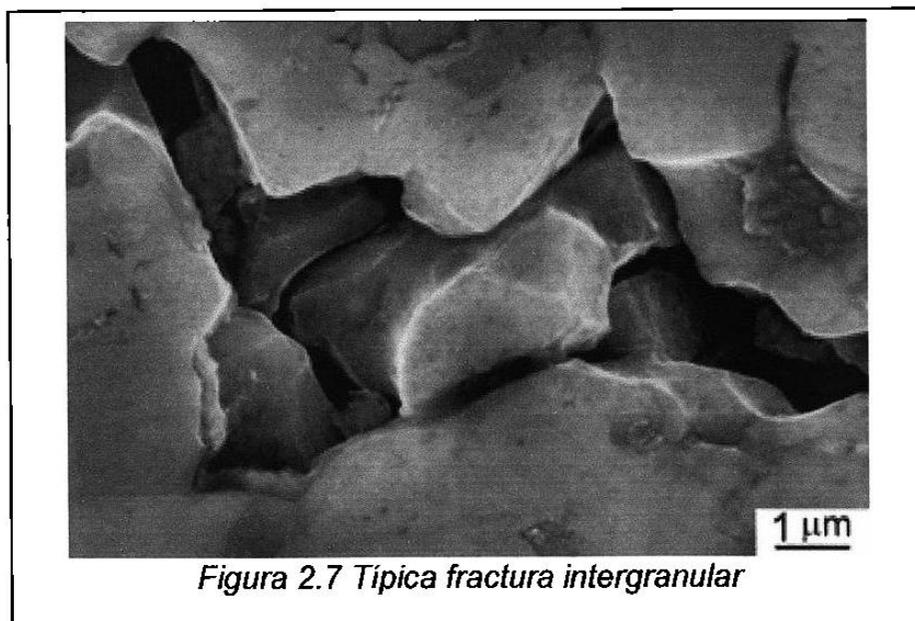


2.2.2 Tipos de propagación de grietas

Existen 3 tipos de propagación de grietas, los cuales pueden ser: *transgranular*, *intergranular* y *mixta*. La primera de ellas (*transgranular*) corresponde a la grieta que se propaga atravesando el interior de los granos. (figuras 2.5 y 2.6)



En cuanto a la propagación de grietas intergranulares corresponde a las grietas que se propagan siguiendo las fronteras de grano sin penetrar al interior (figura 2.7). Este tipo de fracturas, normalmente es el resultado del proceso de debilitamiento de las regiones donde se localizan las fronteras de grano.



Por último, se habla de propagación de grieta mixta cuando se presentan ambos tipos de propagación de manera simultánea.

2.3 Mecánica de la Fractura

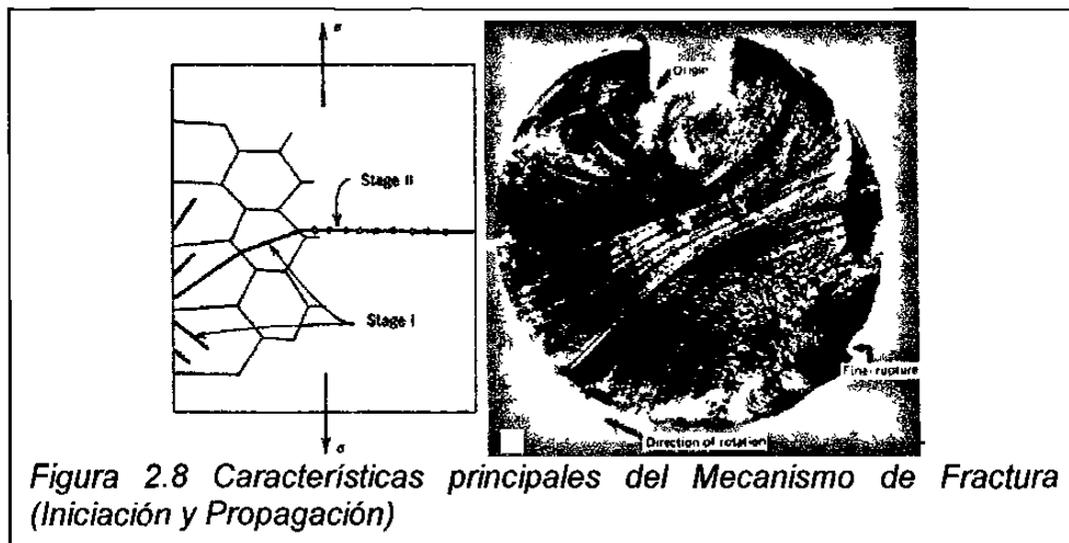
2.3.1 Introducción

Una definición de fractura es: “la separación de un componente sólido, debido a la acción de una o varias cargas externas; todo esto por medio de un proceso de formación de nuevas superficies, llamadas “superficies de fractura”. El proceso de fractura está formado principalmente por dos etapas: iniciación de grietas y propagación de las mismas [7].

Las propiedades mecánicas de los materiales son importantes para conocer el comportamiento que pueda presentar el material cuando se fractura, así como también las condiciones de carga y la geometría del cuerpo; puede ser necesario mantener o en algunos de los casos incrementar la carga después de la iniciación de grietas. En otros casos sólo bastará con llegar al punto de iniciación de grieta para que posteriormente, ésta se propague con la misma carga.

La fractura puede comenzar a partir de una grieta ya existente en el material; luego entonces la etapa de nucleación de grietas se elimina y el proceso se reduce únicamente a la propagación de la grieta. Para que el fenómeno de la fractura esté presente no se requiere que el esfuerzo de iniciación y propagación de grietas esté presente en la totalidad del volumen del cuerpo, en cambio si este esfuerzo de iniciación se alcanza en una pequeña zona del cuerpo la fractura se hará presente.

Una de las características de la fractura es que en la gran mayoría de los casos se presenta en forma inesperada (figura 2.8); debido a que ésta puede iniciarse en regiones donde no esperamos que este fenómeno se lleve a cabo. Todo esto trae como consecuencia resultados fatales en algunos de los casos, es por esto que la fractura es materia de investigación permanente. En este proyecto, se utilizará este fenómeno para explicar el comportamiento autoafín de la propagación de grietas en materiales metálicos no ferrosos; como lo es el caso de la lámina delgada de aluminio.



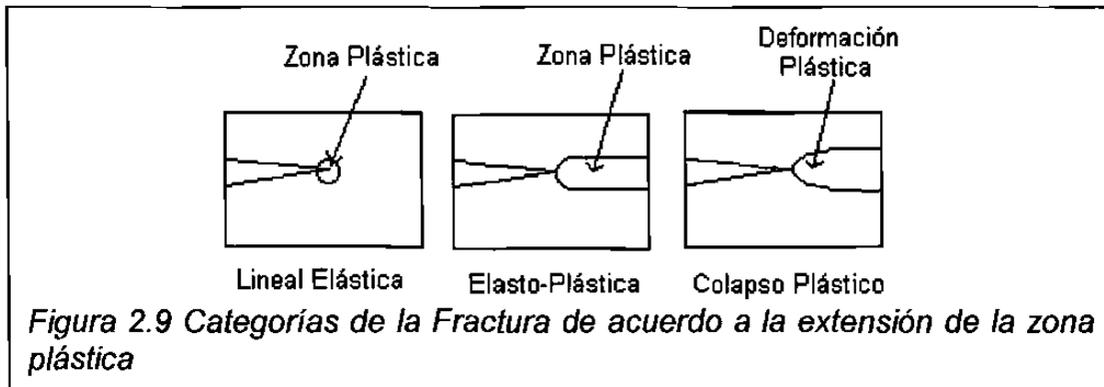
Cuando se habla de mecánica de la fractura nos referimos al tamaño y forma de las grietas y las fuerzas o cargas que provocan la forma y dimensiones bien definidas de la misma. Para todo esto requerimos del cálculo de la distribución de esfuerzos, deformaciones, desplazamientos ocurridos alrededor de la grieta, estableciendo, claro está, los balances de energía que se llevan a cabo a lo largo de la grieta. Para esto existen varias metodologías de análisis,

dependiendo de la extensión de la deformación plástica, (figura 2.9) debido a esto, se presentan varias categorías de la fractura, las cuales son:

1°Fractura Lineal Elástica: es aquella donde 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.

2°Fractura Elasto Plástica: Es aquella en donde 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.

3°Colapso plástico: es cuando la fractura es precedida por la deformación plástica generalizada.



2.3.2 Modos de carga

La mecánica de la fractura considera que el proceso de la misma se inicia con una grieta que se propaga hasta la separación final o la fragmentación total de la pieza. Ahora bien, si durante la propagación de la grieta, ésta puede

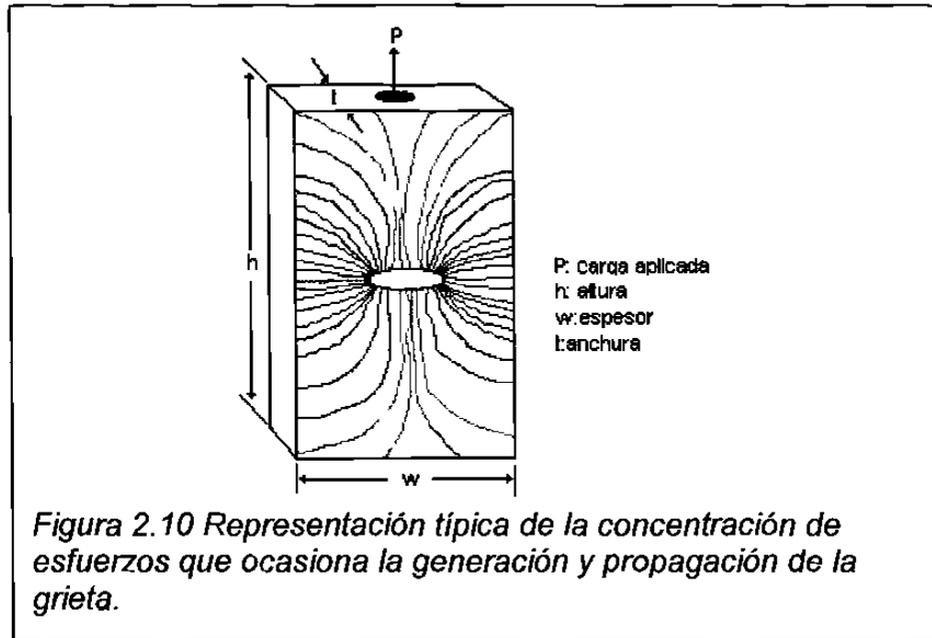
detenerse al disminuir o desaparecer los esfuerzos, podemos decir que la propagación es estable; por otro lado, si la grieta se propaga de manera rápida y autoacelerada, donde prácticamente es imposible detenerla, entonces la propagación es inestable.

Existe lo que se conoce como Mecánica de Fractura Lineal Elástica, la cual consiste en una aproximación de las condiciones de los esfuerzos más allá del límite elástico del material de los componentes estructurales y mecánicos.

Existe un parámetro que caracteriza a la fractura, éste es el factor de intensidad de esfuerzos (K), el cual describe la distribución de éstos alrededor de una imperfección del material (figura 2.10) y en su forma matemática se expresa:

$$K = Y \sigma (\pi a)^{1/2} \quad (\text{Ec. 1})$$

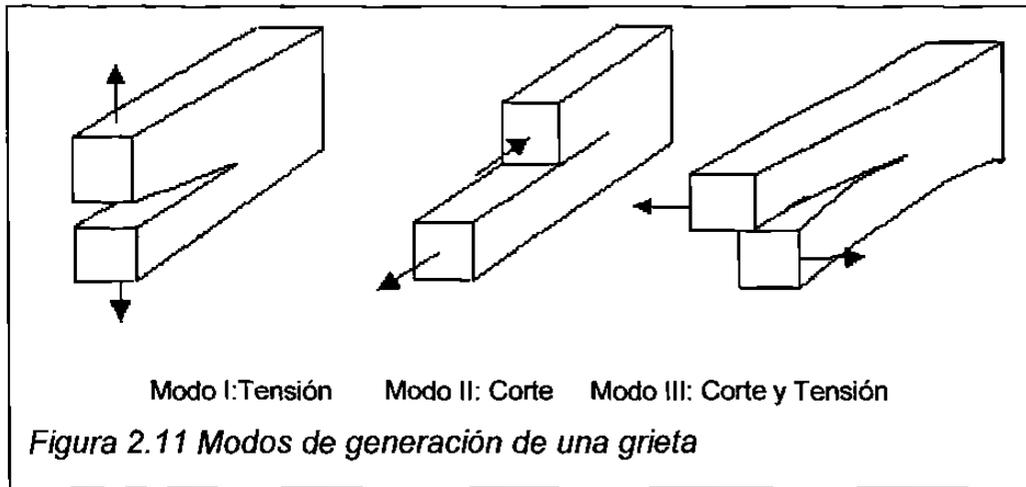
En donde "Y" es el parámetro que involucra la geometría de la grieta y del componente, "a" es la longitud de la grieta o imperfección y " σ " es una función que representa la magnitud del esfuerzo en el componente.



El factor de intensidad de esfuerzos (K), es un 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_c , ocurre entonces la fractura. La tenacidad a la fractura constituye una propiedad del material, medible por medio de pruebas de laboratorio.

Existen varios modos de aplicación de carga que pueden ser utilizados en relación a la grieta, (figura 2.11). El modo I ó modo de apertura de 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 ó 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. Por último el modo III o modo de corte paralelo, es para esfuerzos de corte aplicados paralelamente al borde principal de la grieta.



2.3.3 El modelo de Inglis y el criterio de Griffith

Griffith [7] propuso la primera teoría para explicar la gran discrepancia existente entre los esfuerzos de cohesión de los sólidos y su valor teórico de $\sim E/10$ donde E es igual al módulo de Young para el caso de tensión. Su postulado se basa en que los sólidos contienen muy pequeñas y finas grietas o fracturas no importando el cuidado que se haya tenido para producir dicho sólido.

El efecto de la concentración de esfuerzos en el inicio de las grietas provoca teóricamente un esfuerzo de cohesión que aparentemente puede ser igualado, tomando en cuenta que el esfuerzo medio (σ_m) es mayor al esfuerzo nominal. Cuando estas condiciones aparecen, la grieta comienza a propagarse y la superficie de fractura se incrementa; todo esto implica o demanda una entrada de energía con el objeto de incrementar energía superficial. Esto se debe a la energía de deformación elástica almacenada en el cuerpo al momento de

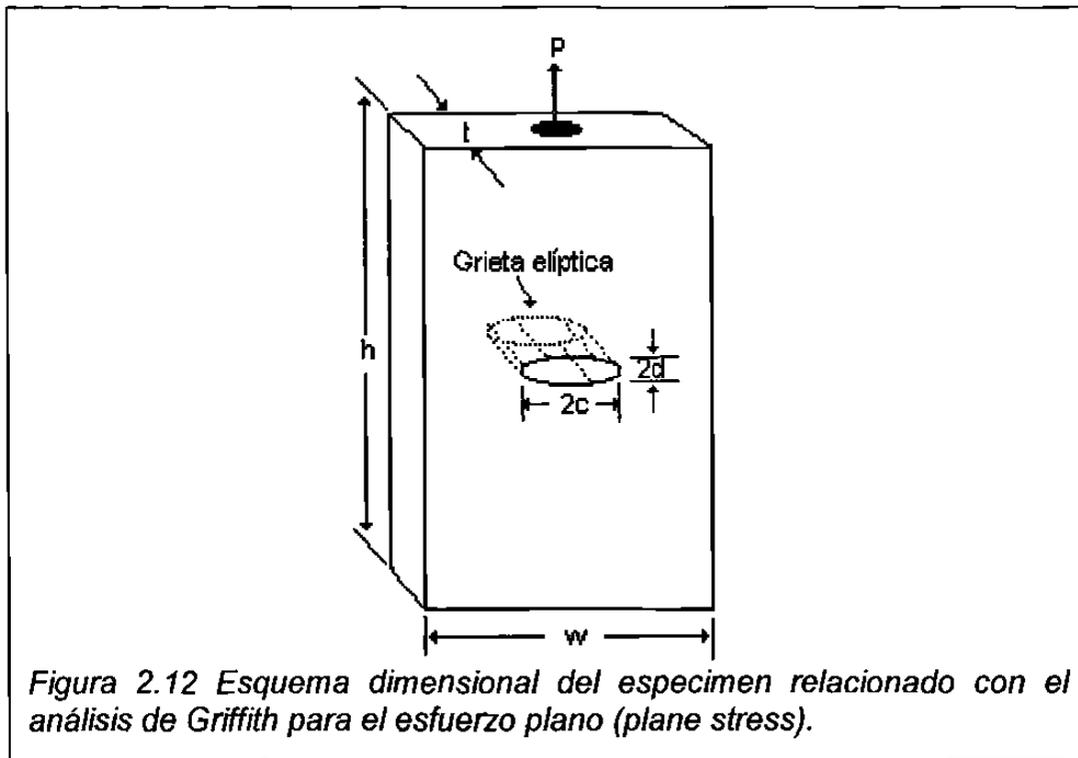
iniciarse la propagación de la grieta. En pocas palabras lo que el criterio de Griffith indica, es que la grieta se propagará cuando disminuya la energía de deformación elástica, a tal grado que se iguale a la energía necesaria para crear nuevas superficies de fractura relacionadas con la grieta.

Para determinar la energía de deformación elástica se necesita el conocimiento de la distribución de esfuerzos alrededor del punto inicial de la grieta. Griffith utilizó un desarrollo elaborado por Inglis, el cual considera la distribución de esfuerzos cercana al final del eje mayor de un hueco de forma elíptica, basándose en la teoría de la elasticidad [7].

En la figura 2.12 se muestra un espécimen utilizado para investigar el postulado que se menciona más adelante. Si el espesor “t” es muy pequeño comparado con las dimensiones de ancho “w” y de altura “h”, además de la carga aplicada “P”, se presenta la condición denominada esfuerzo plano (plane stress). Para cuando se presentan las condiciones donde $2c \gg 2d$ y $w \gg 2c$, basándose en el análisis de esfuerzos de Inglis, Griffith determinó que la energía superficial específica está relacionada con:

$$\sigma_c = (2E\gamma_s/\pi a)^{1/2} \quad (\text{Ec. 2})$$

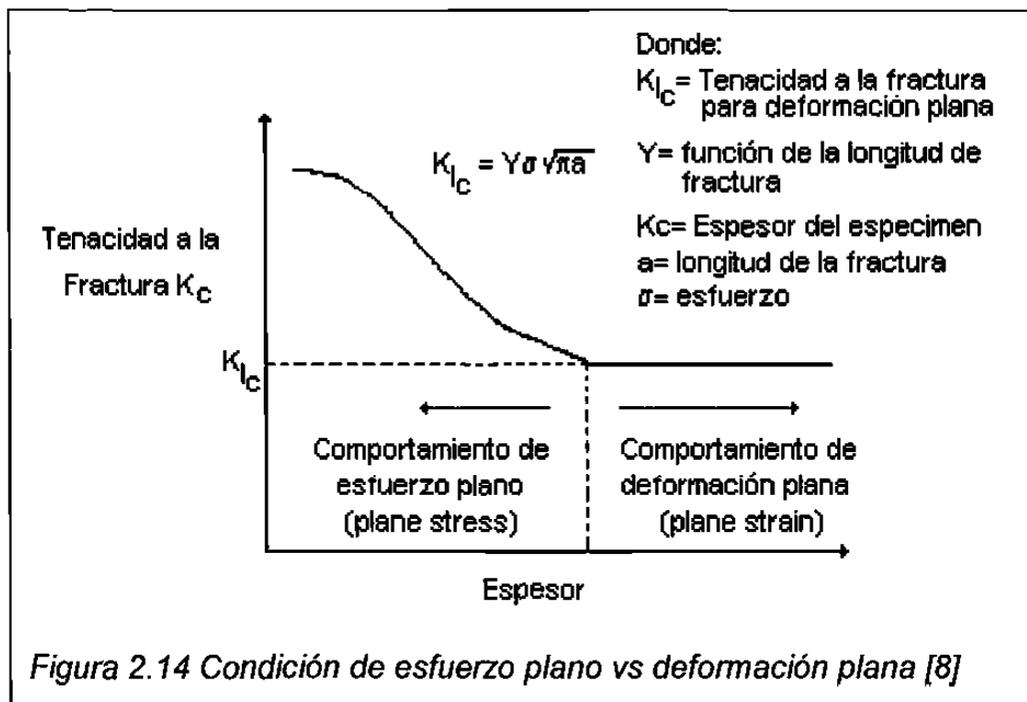
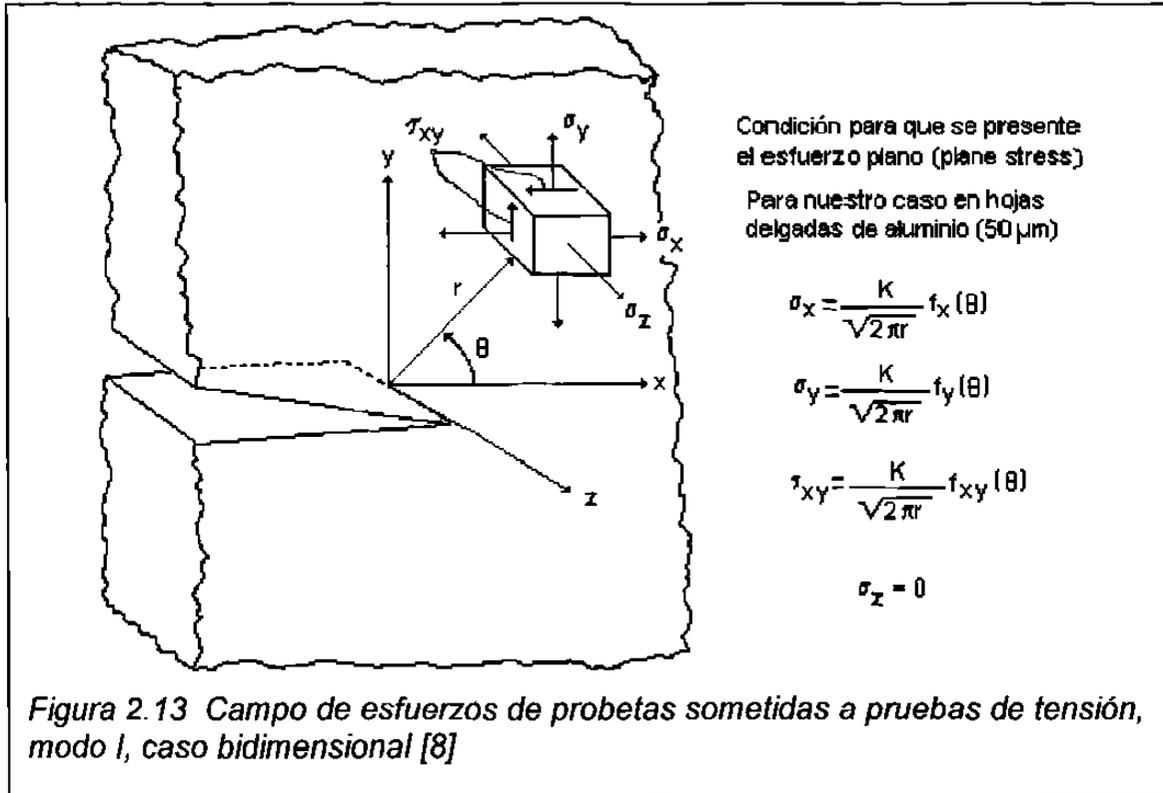
Donde: E: Módulo de Young, γ_s : Energía superficial específica y a: mitad de la longitud interna de la grieta.



2.3.4 Campo de esfuerzo, modo I, 2 dimensiones

En la figura 2.13 se muestra cómo es el campo de esfuerzos en probetas sometidas a pruebas de tensión en modo I. Como se puede observar el estado que guardan las probetas con un espesor delgado, como lo es este caso (lámina delgada de aluminio con espesor de $50 \mu\text{m}$) se rigen bajo las condiciones de esfuerzo plano (plane stress) donde la componente de esfuerzo en el eje "z" es igual a cero (deformación libre en "z") [8,9].

Ahora bien en la figura 2.14 se puede observar cómo es que cambia la tenacidad con respecto a las condiciones de esfuerzo plano (plane stress) y a la condición de deformación plana (plane strain).



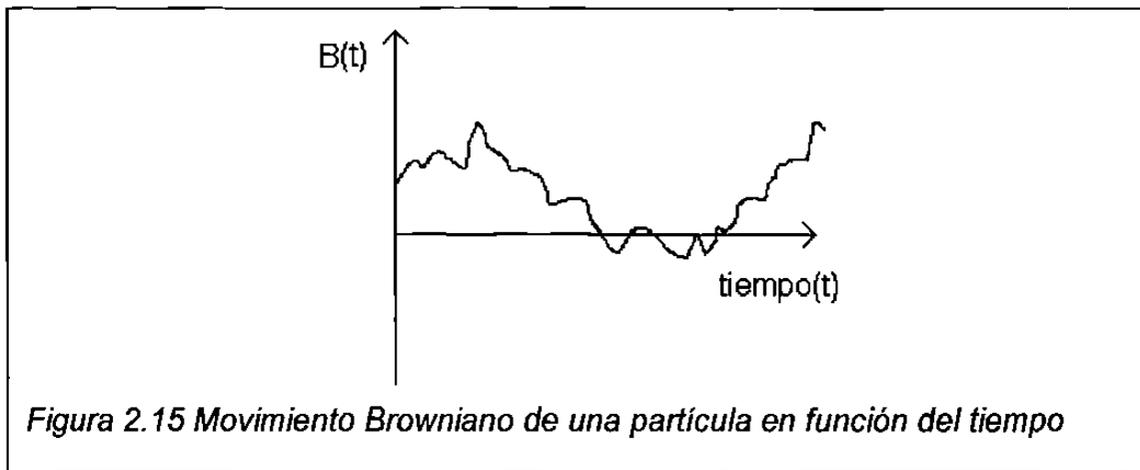
2.4 Carácter autoafín de las grietas y sus trayectorias

Para conocer el carácter que guardan las trayectorias seguidas por las grietas en necesario conocer conceptos fundamentales de autoafinidad, tales como autosimilitud, exponente de rugosidad, longitud de correlación, entre otros.

2.4.1 Autoafinidad

Para entender el concepto de autoafinidad, primero hay que conocer el significado de autosimilitud, que se puede aclarar, comparando el perfil obtenido al analizar la superficie de un componente de ingeniería, que es semejante en otra longitud u orden de escala, al perfil que sigue el relieve de una montaña. Ésta es una característica que poseen los objetos que tienen un escalamiento igual en todas direcciones, sin embargo los objetos localizados en el medio ambiente tienen un escalamiento desigual en diferentes direcciones [10,11,12], a estos objetos se les llama autoafines, es decir, que presentan autosimilitud estadística. Se puede decir que Robert Brown fue el científico que en el siglo XIX, comenzó a delinear lo que hoy en día conocemos como "Autoafinidad"; reportando lo que se conoce como movimiento Browniano. Más tarde, en el año de 1905 Einstein elaboró la teoría del movimiento Browniano y además estableció que dicho movimiento es independiente del tamaño de la partícula. El movimiento Browniano de una partícula puede observarse en el microscopio óptico, donde aparentemente consiste de pasos o trayectorias aleatoriamente organizadas. Luego entonces, el desplazamiento de la partícula en un intervalo de tiempo, es totalmente independiente del desplazamiento de la misma partícula en un distinto intervalo de tiempo, sólo no existe independencia entre

la posición de la partícula $X(r)$ y el tiempo (t) . Cuando incrementamos la resolución de instrumento óptico y también la resolución en la escala del tiempo, observaremos que la huella que deja la partícula en cuestión, es semejante a la primera observación, un camino con trayectoria aleatoria. En la figura 2.15 se muestra un gráfico de una función $B(t)$ (algunos autores utilizan $Z(t)$), que representa a la posición de una partícula en movimiento Browniano, como una función del tiempo (t) .



Ahora bien, debido a que el tiempo (t) y la posición de la partícula $B(t)$ son dos cantidades físicas diferentes, su escalamiento deberá ser diferente. Por lo que la función $B(t)$ no es un conjunto autosimilar estricto, pero sí autoafín, tal y como lo muestra el escalamiento de la distribución de probabilidad del movimiento Browniano cuyo modelo, establecido por Mandelbrot [6] en 1985, es el siguiente:

$$\overline{B(rt)} = r^{1/2} \overline{B(t)} \quad (\text{Ec. 3})$$

En donde \overline{B} es la distribución de probabilidad de B . La ecuación 3 nos muestra que si el tiempo sufriera un escalamiento con un factor de r , luego entonces la

posición de la partícula B se escalará con un factor de $r^{1/2}$. El ejemplo más claro de esto es, como ya se mencionó, el movimiento fraccional Browniano, que se expresa de la siguiente forma: [13,14,15]

$$[\{B(t_1) - B(t_2)\}^2] = |t_1 - t_2|^{2\zeta} \quad (\text{Ec. 4})$$

Donde $\{B(t_1) - B(t_2)\}$ es un promedio temporal,

t_1 y t_2 es el tiempo y

ζ es un parámetro de autoafinidad llamado exponente de Hurst.

No se puede obtener de la misma manera la dimensión fractal de un objeto con características autoafines y otro con autosimilitud estricta. Voss en el año de 1985 estableció que dicha dimensión está relacionada con el parámetro ζ de la siguiente forma:

$$D = G + 1 - \zeta \quad (\text{Ec. 5})$$

Donde G es igual al número de argumentos de la función D. Para el caso anterior tenemos que la dimensión estará dada por la relación:

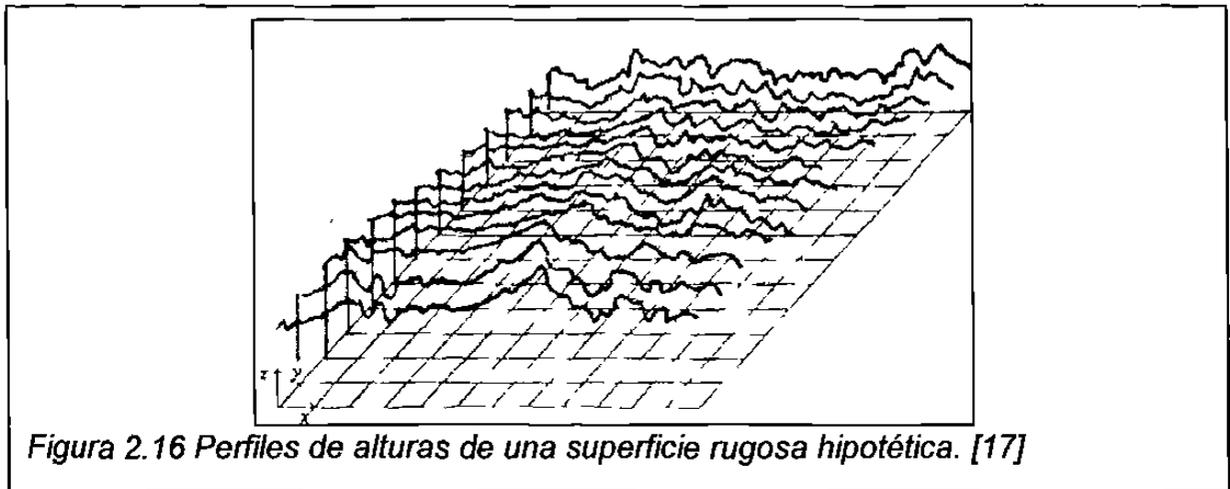
$$D = 2 - \zeta \quad (\text{Ec. 6})$$

Ahora bien, el movimiento fraccional Browniano se puede utilizar en el estudio de la rugosidad, ya que las superficies rugosas son autoafines y presentan un comportamiento de autosimilitud estadística equivalente al que presenta dicho movimiento. Luego entonces, una superficie rugosa debe cumplir con una transformación del tipo autoafín. Si consideramos los ejes coordenados del sistema cartesiano puede establecerse la siguiente relación: [16]

$$(x,y,z) \rightarrow (bx,by,b^\zeta z)$$

Donde z corresponde a la altura y (x,y) son las coordenadas correspondientes a un plano perpendicular a la dirección z .

A una superficie rugosa autoafín, se le puede observar como una serie de cambios en la altura con respecto a un plano de referencia, como se muestra en la figura 2.16, donde se distinguen algunos perfiles de alturas paralelos al eje x .



Al parámetro ζ se le conoce como exponente de rugosidad o exponente de Hurst, en honor a H.E. Hurst por sus relevantes estudios en series de tiempo que dieron pie a un nuevo método de análisis para datos aparentemente aleatorios, Hurst le llama "The rescaled range analysis" (R/S analysis) [18].

Para las superficies autoafines, en general, es necesario que la altura en un punto $r = (x^2 + y^2)^{1/2}$ sobre el plano (x,y) esté dada por la relación [19]:

$$h(r) = \left[\{z(r_0 + r) - z(r_0)\}^2 \right]_{r_0} = r^{2\zeta} \quad (\text{Ec. 7})$$

La magnitud de ζ se debe de localizar entre el 0 y el 1 y su relación con la dimensión fractal se establece en la ecuación 8.

$$D = 3 - \zeta \quad (\text{Ec. 8})$$

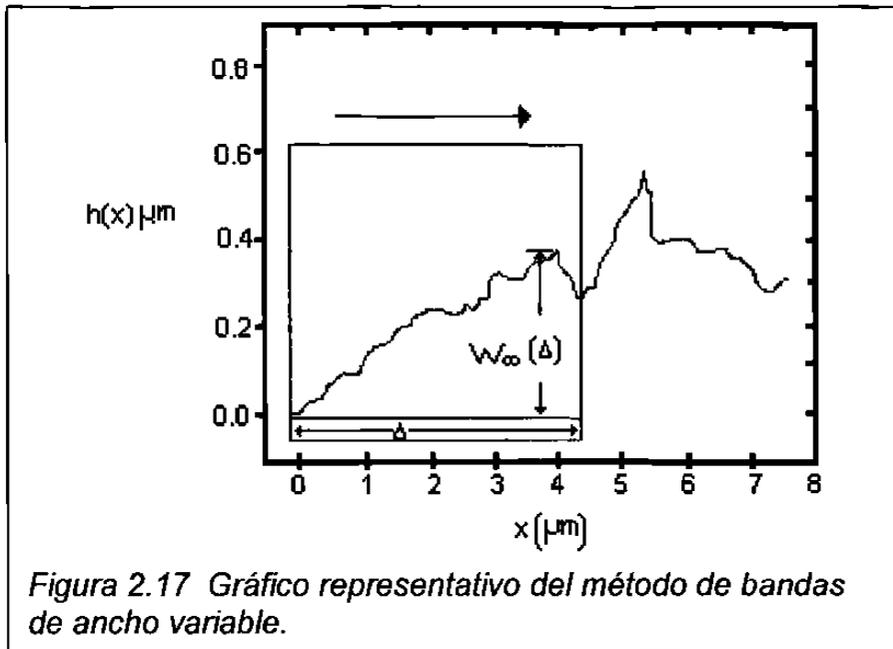
Para superficies totalmente lisas, el exponente de Hurst (ζ) debe de ser igual a 1, lo único que aparece es un ángulo de inclinación con respecto a un plano, pero cuando ζ decrece, su rugosidad va en aumento. Para ser más precisos, las superficies autoafines presentan tal comportamiento hasta una longitud de escala llamada longitud de correlación (ξ), para superficies planas su dimensión equivale a 2. Todo esto ha llevado a comprobar que las superficies derivadas de fenómenos naturales, tales como las erosionadas, son autoafines.

2.4.2 Método de banda de ancho variable

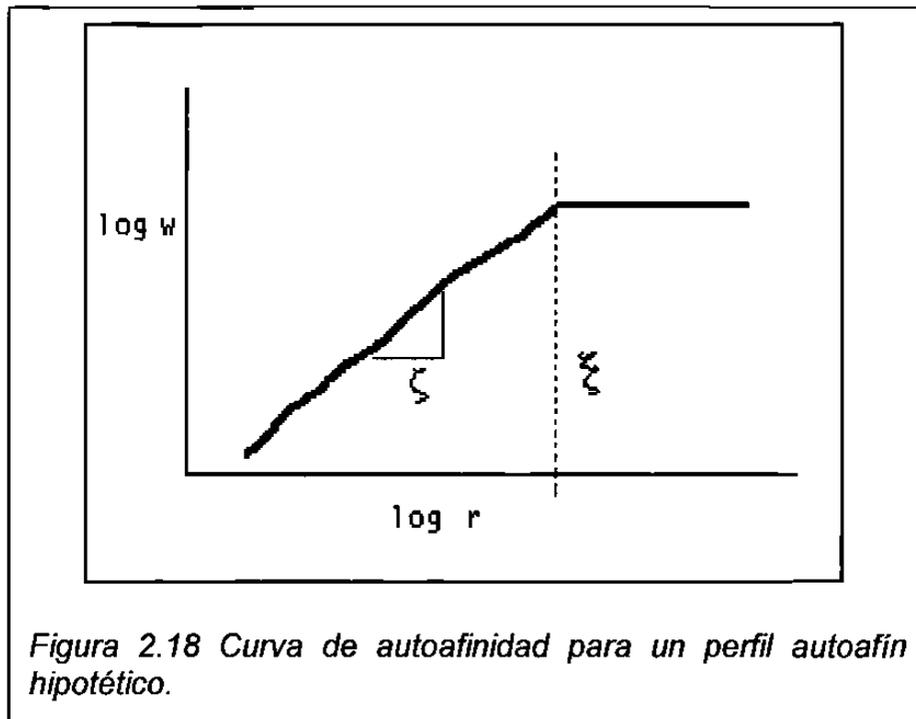
Este método utiliza un perfil de longitud L , el cual se divide en ventanas o bandas de ancho Δ , iniciando por la posición del punto inicial x_0 de la ventana, dentro de cada una se ejecutan dos momentos estadísticos correspondientes a la distribución de alturas, como lo son el momento de orden infinito w_∞ o $Z_{\text{máx}}$ que equivale a la diferencia entre la altura máxima, la altura mínima y el momento w_2 o desviación estándar, estas cantidades se calculan para cada tamaño de ventana Δ , la ventana se mueve para cada uno de los puntos del perfil hasta el punto $L - \Delta$, donde se procede a efectuar un promedio de w_∞ y de w_2 con respecto al número de ventanas empleadas. Estos promedios obtenidos para cada tamaño de ventana Δ se ajustan a leyes de potencia sobre Δ de la siguiente manera:

$$\{W_{\infty}\}_{x_0} \propto \Delta^{\zeta} \qquad \{W_2\}_{x_0} \propto \Delta^{\zeta} \qquad (\text{Ec. 9})$$

Cada ancho de ventana Δ varía desde un tamaño igual al límite de resolución entre puntos del perfil hasta un tamaño de ventana igual a L . En la figura 2.17 se muestra el procedimiento mencionado.

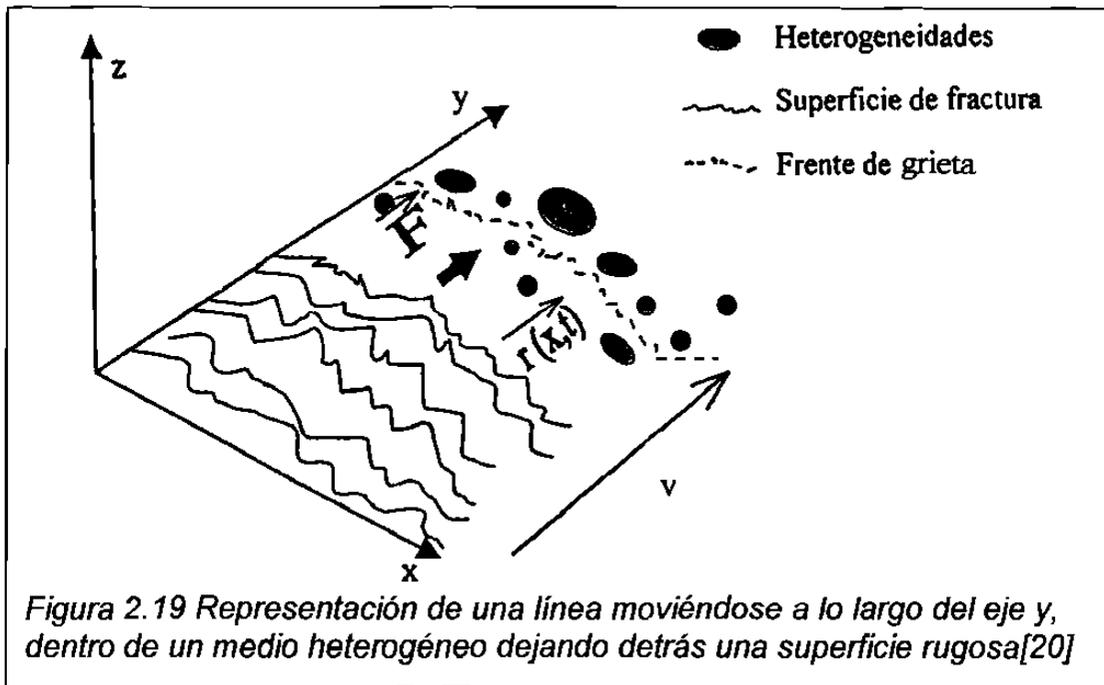


La figura 2.18 muestra una curva de autoafinidad para un perfil autoafín hipotético. En dicha figura se ilustra el exponente de rugosidad como la pendiente del gráfico logarítmico en la región que obedece la relación de potencia (ec. 9). Este regimen de autoafinidad tiene un límite superior llamado "longitud de correlación", (ξ). Para escalas de análisis mayores a la longitud de correlación el objeto ya no es autoafín. El exponente de rugosidad y la longitud de correlación son los dos parámetros que cuantifican la autoafinidad y que se emplearán en este trabajo.



2.4.3 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 separará el espécimen en dos piezas quebradas. La morfología de la línea en cada tiempo t , determina la morfología de la superficie de fractura final, como lo se observa en la figura 2.19.



El movimiento del frente de grieta se describe por una ecuación local no lineal de tipo Langevin [13,20,21], aplicada primero por Ertas y Kardar en un contexto muy diferente [22-24].

$$\rho \frac{d\vec{r}}{dt} = \delta_x^2 \vec{r} + f(\vec{x}, r(x,t)) + \vec{F} \quad (\text{Ec. 10})$$

donde ρ es el inverso de la movilidad, $f(\vec{x}, r)$ 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 [25] 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 se conoce como la transición de desanclaje en el problema de la línea atrapada [25]. En este caso, el índice de rugosidad ζ_{\perp} perpendicular a la dirección de propagación de la grieta es igual a 0.5. Para una velocidad dada, hay un cruce en alguna escala de longitud ξ_{QS} de la conducta cuasiestática a la conducta dinámica [25,26]. Para escalas de longitud pequeñas ($r < \xi_{QS}$), el índice de rugosidad es igual a $\zeta = 0.5$, mientras que para escalas grandes de longitud, cuando $r > \xi_{QS}$, $\zeta = 0.75$. La longitud de cruce ξ_{QS} decrece rápidamente con la velocidad de grieta, tendiendo a infinito cuando la velocidad de la 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 incrementa K_I .

Otros modelos interesantes son establecidos por Roux y François [27] para la fractura de materiales plásticos en los que la superficies de fractura son superficies de mínima energía y el índice de rugosidad presenta un valor entre 0.4 y 0.5.

Vashista y Nakano [28] proveen interesantes simulaciones dinámicas moleculares con la existencia de dos regímenes con una longitud de cruce que decrece al aumentar las velocidades de grieta.

2.4.4 Modelos Bidimensionales

Pascal Daguier, en su tesis doctoral, menciona que dentro de los principales modelos bidimensionales para el análisis de propagación de grietas en materiales con microestructura del orden heterogénea esta el modelo de “Fusibles Aleatorios” [29].

Con este tipo de modelo se puede dar una aproximación bastante cercana a lo que ocurre a lo largo del frente de grieta, ya que simula la estructura del material como una matriz, en donde de forma análoga, las uniones están representadas por enlaces parecidos a los de un circuito en serie. (figura 2.20) La ruptura o fractura se presenta como resultado por los miles de desórdenes que presenta la matriz.

También con este tipo de estudio se pueden observar propiedades interesantes como es el caso de la universalidad de la multifractalidad [29].

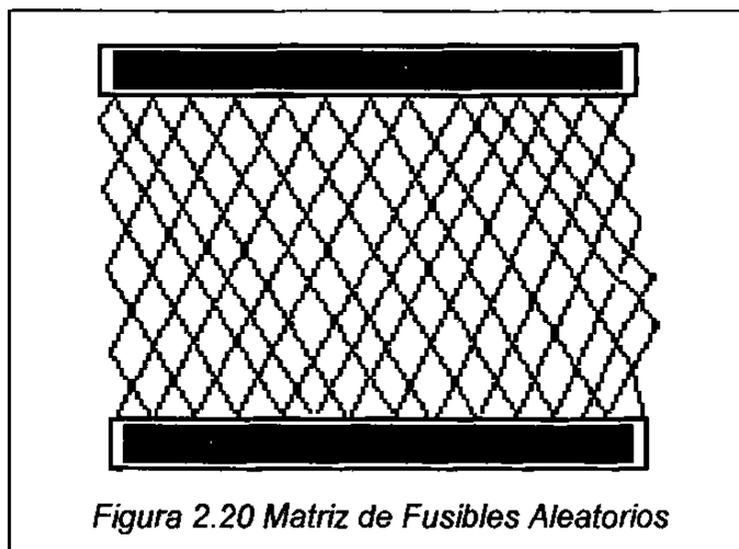


Figura 2.20 Matriz de Fusibles Aleatorios

Las líneas que unen a la matriz representan la intensidad de corriente i , que alcanzan un valor crítico i_c , cuando están ordenadas en forma transversal, de tal modo que se toma a i_c , como una variable como aleatoria. Inicialmente cada fusible transporta la misma corriente. Durante los procesos de iteración en donde se analiza la fractura macroscópicamente, nos dice Hansen [30] la morfología de la línea de fractura proveniente de diferentes tipos de desorden tiene un exponente de Hurst en dos dimensiones de: $\zeta^{2D} = 0.7 \pm 0.07$. Este exponente se aproxima bastante al obtenido en una "superficie" en 2D por el método de mínima energía, que es igual a $2/3$.

La dinámica molecular es una técnica que se considera como uno de los modelos que muestran el comportamiento de todo un sistema molecular, donde aparecen los movimientos de los átomos. La interacción entre éstos, induce al movimiento coordinado de las partículas; luego entonces, la dinámica molecular es apropiada para estudiar fenómenos que implican este grado de complejidad.

El principio de la dinámica molecular es calcular las "trayectorias" de un sistema de N partículas al igual que las interacciones entre éstas. Conociendo la posición, la masa y la velocidad de choque entre partículas en el instante de tiempo $t_0 = 0$, la interacción potencial entre el choque de las partículas, se puede calcular resolviendo un sistema de ecuaciones diferenciales (Newton) teniendo como variables las trayectorias de choque y el tiempo t . El potencial de interacción depende de la naturaleza del material que se va a simular.

2.4.5 Estado del Arte

En este punto cabe resaltar la aparición de distintos modelos de reciente creación que se derivaron de los estudios realizados por Benoit Mandelbrot [7] en el caso de la geometría de fractales, para caracterizar las superficies de fractura, tanto en 2D como en 3D.

Algunos de estos estudios experimentales [31] ofrecen la oportunidad de correlacionar las características morfológicas de las superficies de fractura con las propiedades mecánicas de los materiales, tales como la tenacidad.

También se ha estudiado el comportamiento de los fractales isotrópicos o auto-similares y los fractales anisotrópicos o auto-afines para predecir la propagación de grietas en los materiales [20,32,33].

Existen diferentes métodos para determinar el exponente de rugosidad en los materiales que presentan autosimilitud o autoafinidad. Algunos de éstos son:

- El Método de ventanas, que considera al perfil con una longitud L ;
- El Método de Espectros que analiza perfiles autoafines, calculándolos en base a un espectro de potencias.
- Otro más es el de Probabilidad de Retorno.

Es importante señalar que existe poco trabajo experimental y en general no se considera el posible efecto que tiene la microestructura del material, así como

tampoco la anisotropía del mismo, tanto en las propiedades mecánicas como en los parámetros de autoafinidad.

Es por esto que en los últimos años, se ha tratado de predecir el comportamiento que guarda el exponente de Hurst con respecto a la microestructura, así como con la longitud de correlación. En este trabajo se demostrará cómo influyen estos factores en los parámetros de autoafinidad y en las propiedades mecánicas.

CAPÍTULO 3

TÉCNICAS EXPERIMENTALES Y DE ANÁLISIS

En este capítulo se discutirán las técnicas experimentales más relevantes para el estudio, análisis y caracterización de las grietas y superficies de fractura; para esto se explicarán los principios de operación, resolución, modalidades, ventajas y desventajas, magnificaciones, limitantes y/o requerimientos, así como también su aplicación en la fractografía y fractometría.

3.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Esta técnica es sumamente importante para el análisis fractométrico de superficies y trayectoria de grietas, su principio de operación se basa en un haz de electrones, que incide con una alta energía dirigida a la muestra que se desea analizar. Para poder observar muestras no conductoras con este microscopio es necesario el recubrimiento de las mismas, con materiales como oro, plata, grafito o cobre.

Una de las ventajas del microscopio electrónico de barrido además de obtener una buena imagen, es que se puede analizar el relieve de su superficie, conocer la composición química, la microestructura y además detectar los principales defectos.

Las modalidades con las que cuenta un MEB para la obtención de imágenes son dos: la técnica de electrones retrodispersados y la técnica de electrones

secundarios que ayudan a obtener la topografía. En cuanto a la composición química de los materiales se tiene el espectrómetro que realiza un análisis semi-cuantitativo de los elementos.

Una de las características importantes de estas técnicas es que el haz de electrones emitido de la fuente debe de ser paralelo, el origen debe de ser coherente, además que la frecuencia, energía y longitud de onda de los electrones deben de ser constantes.

Ahora bien, entre más pequeño sea el filamento, el haz de electrones será más paralelo; en cambio entre mayor sea el diámetro del filamento, el haz de electrones emitidos será cada vez menos paralelo, por lo tanto habrá mayor dispersión y menor coherencia.

Los filamentos pueden estar fabricados de Hexaboruro de Lantano (LaB_6) ó de Tungsteno, los primeros tienen una mayor duración, teniendo una resolución de 3.5 nm, sólo que son demasiado costosos; en cambio los de Tungsteno son más económicos, teniendo una resolución de 4.5 nm pero con una período de vida menor.

La imagen que se observa en los monitores (figura 3.1) es digitalizada, con una dimensión de 1024 x 768 pixeles, ésta se forma gracias a la transformación que hace el tubo de rayos catódicos que se proyecta en pantalla por el mapeo de la

intensidad de la señal detectada como función de la posición del haz incidente de electrones.

La máxima resolución alcanzada por el MEB utilizando un detector de electrones secundarios es de 3.5 nanómetros. Ahora bien utilizando electrones retrodispersados se alcanza una resolución de 4 nanómetros. El orden de magnificación obtenida de una imagen, va desde 50x hasta 300,000x.



Figura 3.1 Microscopio Electrónico de Barrido LEICA S440

Existen tres lentes del tipo electromagnético y 2 condensadores, las lentes en la mayoría de los casos no tienen una simetría cilíndrica perfecta, provocando una distorsión del haz enfocado. Para evitar este tipo de problema se coloca un astigmatizador que se presenta en forma de una bobina cilíndrica, el cual es controlado con el mouse de la computadora conectada al MEB.

Hay dos parámetros importantes que se utilizan para obtener un buen análisis en un MEB; éstos son: la distancia de trabajo (Work Distance), de 1 a 120 mm y la profundidad de campo (Depth of Field). Si se tiene una buena profundidad de campo se pueden obtener excelentes imágenes topográficas; ahora bien en cuanto a la distancia de trabajo se recomienda de 1 a 25 mm entre la superficie de la muestra y el último lente del MEB. En la presente investigación se utilizó una distancia de trabajo de 25 mm para la obtención de las imágenes. Un esquema general de los componentes del MEB se observan en la figura 3.2.

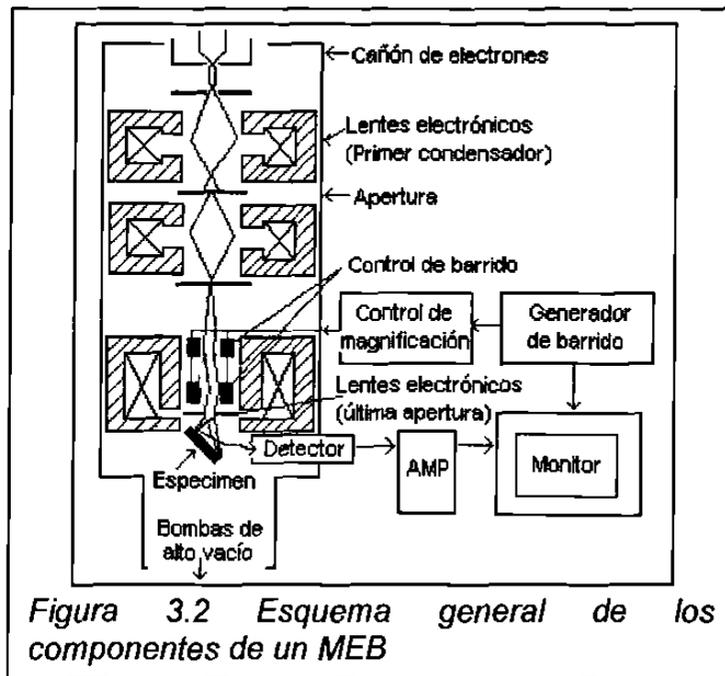


Figura 3.2 Esquema general de los componentes de un MEB

La cámara de vacío (figura 3.3) tiene las siguientes dimensiones 270 mm de ancho por 270 mm de altura por 250 mm de profundidad, la muestra que se coloca dentro de la cámara, se maneja en base a coordenadas cartesianas, para el eje "x" se puede recorrer 100 mm, para el eje "y" 100 mm y para el eje "z" 70 mm en total. También es posible rotar la muestra 360 grados de forma

continúa. La muestra debe tener como máximo un diámetro de 32 mm y el peso no debe exceder los 2 kg.

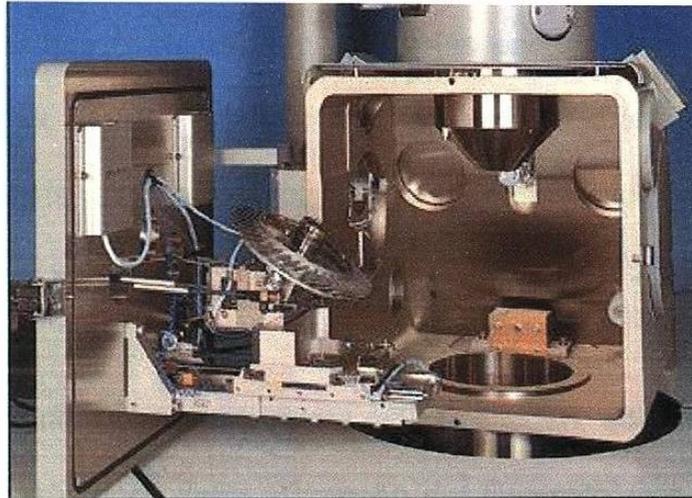


Figura 3.3 Cámara de Vacío del MEB LEICA S440

Las condiciones ideales para una excelente observación en un MEB son:

1° La fuente debe de ser lo más pequeño posible, la superficie debe de ser esférica y el haz de electrones coherente por lo que no habrá difracción; además la fuente de energía debe de ser constante. (figura 3.4)

2° El haz de electrones debe de ser lo más paralelo posible, tiene que estar al vacío (menos de 10^{-5} Torr).

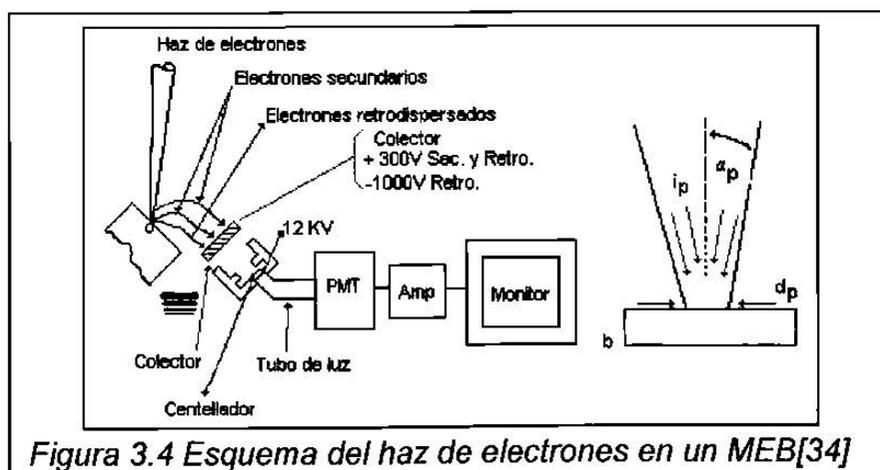


Figura 3.4 Esquema del haz de electrones en un MEB[34]

3°El lente debe de ser monocromático (frecuencia, energía y longitud de onda constantes) como esto no es posible se utiliza un lente cuya función será la de condensar. Tiene las aberraciones cromáticas, de difracción, entre otras, por lo que hay que tratar que éstas sean lo más bajas posibles; en el caso de la aberración cromática, hay que mantener constante el voltaje de aceleración.

4°Hay que disminuir la relación esférica de la superficie; ya que tiene que ser lo más esférico posible y para ello se mantiene la corriente constante.

El plano focal del lente objetivo es el que crea la imagen; además el diámetro del haz ($50 \mu\text{m}$ a $1000\times$)se debe al tamaño del filamento más la dispersión cromática debido a las aberraciones de los lentes. El plano focal del lente es aquel donde convergen todos los haces de electrones por medio del lente objetivo.

3.2 Microscopia Óptica

La microscopía óptica se remonta a 1,600 d.C. Es una herramienta fundamental para caracterizar la morfología de las microestructuras de los diversos materiales estudiados en la ciencia, ingeniería y medicina. En el área de la metalurgia, se pueden observar distintas metalografías que se pueden fotografiar utilizando los distintos contrastes con los que cuenta el microscopio óptico, gracias a los cuales se diferencian claramente las distintas fases.

En la figura 3.5 se presenta un microscopio de tambor fabricado durante el siglo XIX, fue construido exactamente cuando se estaban desarrollando los microscopios que se componían de más de 1 lente, los cuales comenzaron desde el siglo XVII, con el científico Jansen que creo un microscopio con 2 lentes, el cual aún es utilizado. Pero no podemos dejar de mencionar el trabajo que realizó Antony Van Leewenhoek (siglo XVII), el cual con sus estudios de microbiología le dió una aplicación al microscopio de 1 lente.

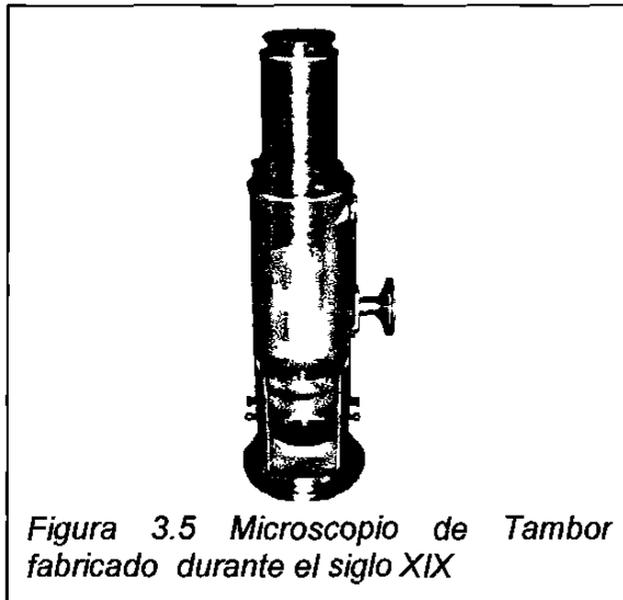
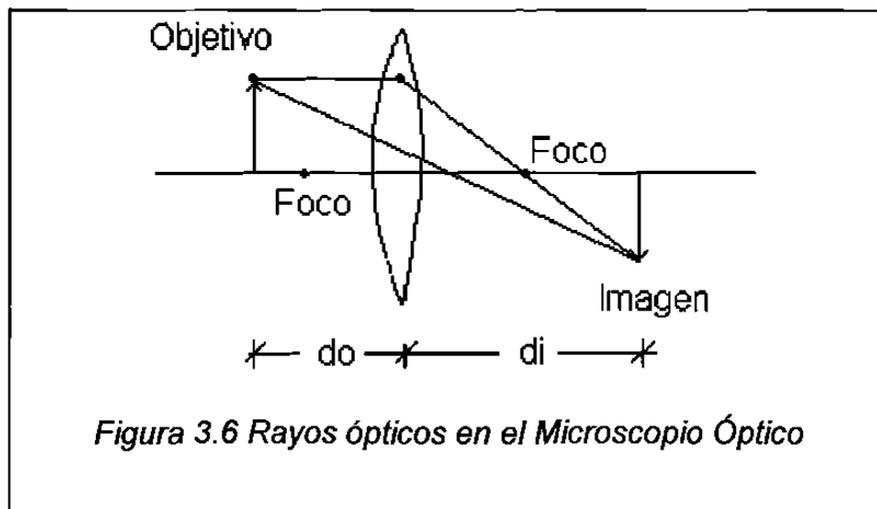


Figura 3.5 Microscopio de Tambor fabricado durante el siglo XIX

El microscopio de Leewenhoek es muy sencillo en su diseño y uso. Este instrumento contiene lentes sencillos montados en una placa metálica con tornillos movibles, lo que permite mover la muestra a analizar de un lugar a otro, además de darle el enfoque que requiere. Este tipo de lentes permite obtener una magnificación desde 70 a 270 veces.

Los lentes funcionan por el principio de refracción y están diseñados de tal forma que los rayos de luz que penetran cerca del centro de los lentes, sean refractados. Un rayo de luz paralelo pasa a través de lentes convexas que enfocan la luz a un lugar específico. La distancia del centro de los lentes al lugar donde va a ser refractada la luz, se le conoce como distancia focal (figura 3.6), la curvatura máxima de los lentes convexas, reduce la distancia focal. Una menor distancia focal nos produce una mayor magnificación en la imagen. Esto es, a mayor curvatura en la superficie de los lentes, se tendrá una menor longitud o distancia focal y una mayor magnificación de la imagen; a estos lentes se les denomina, lentes fuertes.



Esta herramienta ayuda a descubrir la anisotropía del material. Se hará énfasis en el microscopio óptico de reflexión, el cual se utilizó en la presente investigación.

Los fenómenos de difracción dependen del contraste, por lo que entre menor difracción negativa se tenga, habrá uno mejor. Se puede decir que la imagen obtenida es la suma de las ondas electromagnéticas.

Existe una ecuación que relaciona las distancias focales entre el objetivo y la imagen obtenida, ésta es la siguiente:

$$1/d_o + 1/d_i = 1/f \quad , \text{ donde } f: \text{ es la longitud focal del lente}$$

La magnificación, se puede definir como la razón del ángulo subtendido por la imagen hasta el ojo, hasta el ángulo que el objeto sostiene visto a 25 cm (entre el ojo y el lente).

La resolución de la imagen depende del fenómeno de la difracción. Entre mayor difracción negativa, habrá menor resolución. Por ejemplo en un medio húmedo hay mayor difracción de luz en los anteojos, por lo tanto hay menor resolución. También cabe resaltar, que entre mayor sea la apertura del lente, se podrá observar más.

Cuando se realiza una metalografía, es necesario pulir la muestra hasta dejarla con un acabado espejo, esto para evitar al máximo las aperturas (huecos en la muestra), evitando así la distorsión de la imagen. Cuando se tienen dos puntos muy cercanos uno del otro en una muestra, las distorsiones de la luz se superponen y no se pueden distinguir. Entonces si se disminuye la distancia focal, se aumentará la resolución. Para explicar esto existe una ecuación que denota este fenómeno:

$$S = \lambda / 2n \text{ sen } (\theta) ,$$

donde: λ representa a la longitud de onda (luz, rayos X, electrones)

n : índice de refracción de la media entre la muestra y el lente objetivo.

l : Mitad del ángulo subtendido por el lente objetivo.

Cuando λ sea lo más pequeño posible se tendrá una mejor resolución.

Si se coloca en el microscopio óptico (figura 3.7) una gota de aceite, entre el lente objetivo y la superficie de la muestra, se tendrá mayor índice de refracción. Una lente intercepta sólo una porción de la luz emitida desde el objetivo, lo cual hace perder parte de la imagen por lo tanto también información importante.



Figura 3.7 Microscopio Óptico Nikon Epiphot-TME con platina motorizada conectado al analizador de imágenes Leica modelo Quantimet Q250+

Una lente objetivo de mayor apertura numérica capta más luz y otorga una mejor resolución. La manipulación de las imágenes se puede hacer con la ayuda de la luz. Se habla de difracción máxima cuando se tiene un campo

brillante y difracción mínima cuando se tiene un campo oscuro. Si la luz es desviada de acuerdo a ciertas fases, entonces se tendrán imágenes de contraste de fase. El color negro absorbe toda la luz y el blanco refleja toda la luz.

El contraste en la imagen surge gracias a las diferencias en la composición, fases o la topografía de la superficie; es por eso que se atacan las muestras con reactivos químicos, después de darles un acabado espejo.

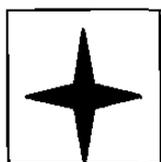
Las características que una imagen debe de tener son: la nitidez, brillantez y el contraste.

La brillantez tiene que ver con que el objeto refleje la mayor cantidad de luz que se le envía. Existen por tanto, diferentes grados de absorción, de los cuales depende el color y de la longitud de onda (λ). También hay un concepto conocido como polarización, el cual tiene que ver con el cambio del plano de polarización de la luz incidente. Hay otro concepto importante conocido como la fluorescencia, que es cuando la luz que incide es absorbida y parcialmente remitida a diferentes longitudes de onda (λ). Cabe mencionar que no todos los materiales poseen fluorescencia, el primer material que se descubrió con este fenómeno fue el fluor (Fl).

Se pueden usar varios dos campos (figura 3.8), uno es el brillante y el otro es el oscuro.

En un campo brillante (figura 3.8a): Toda el área es brillante; el contraste surge por diferentes grados de brillantez o diferentes puntos de la muestra.

Por otro lado en un campo oscuro (figura 3.8b): Toda el área es oscura; la luz es proyectada afuera del área observada, excepto en aquellas áreas donde la luz es dispersada del patrón óptico normal por la interacción con la muestra.



(a)



(b)

Figura 3.8 a) Fondo Brillante b) Fondo Oscuro

Existe también lo que se conoce como contraste por ataque químico; el cual produce diferencias en la superficie, que refleja éstas debido a la composición, fases o la estructura perfecta (a nivel atómico, dislocaciones, estructuras).

3.3 Estereoscopía

La estereoscopía es una herramienta cuya principal ventaja de abarcar es que se puede abarcar una mayor longitud de escala a diferencia de la microscopía óptica, esto ayudará a obtener inclusive la totalidad de las trayectorias de los perfiles de grieta que se quieran analizar (figura 3.9).

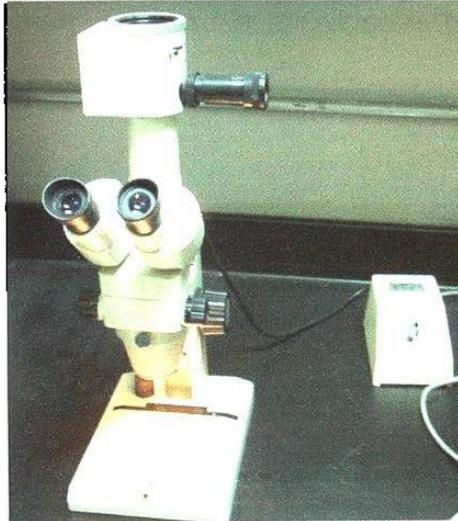


Figura 3.9 Estereoscopio con magnificaciones desde 1x hasta 63x

3.4 Análisis de Imágenes

El análisis de imágenes es la cuantificación y clasificación de imágenes y de objetos de interés. El procesamiento de imágenes es muy importante para lograr un buen análisis; las etapas para llegar a esto son: capturar la imagen, segmentación, detección del objetivo, medición y por último el análisis [35,36].

La captura de imágenes cubre la conversión de la imagen a una señal electrónica para el proceso de digitalización y almacenamiento de información. La imagen es capturada en dos dimensiones con la ayuda de luz visible, rayos "x", ultravioleta, infrarojos o cualquier otro tipo de radiación.

La imagen capturada se procesa y se divide en mallas cuadriculadas o rectangulares, mejor conocidas como píxeles, en un arreglo que va desde los

512 x 480 píxeles. Ahora bien, existen las tonalidades que van desde los 64 hasta los 256 niveles de gris.

La segmentación consiste en separar las regiones de interés para el análisis que se quiera realizar. El resultado de la segmentación es una imagen binaria, en donde cada píxel puede tener uno o dos estados, considerando el punto de interés o el propósito para el cual se requiera el análisis. La detección del objetivo incluye la proporción del número de píxeles con el cual cuenta la región de la imagen que se quiera analizar.

La medición abarca el análisis cuantitativo de la imagen. En esta etapa se definen muy bien las fronteras del objetivo. Por último el análisis, el cual una vez terminadas todas las mediciones pertinentes, se podrá entonces analizar los resultados para tomar una decisión ó clasificación acerca de la imagen.

3.5 Microscopía de Fuerza Atómica (MFA)

Esta herramienta es muy importante para el estudio y análisis de superficies de fractura, ya que se pueden cuantificar las alturas de los perfiles y armar una imagen superficial tridimensional de lo que se esté analizando.

A través del tiempo se han sugerido varios métodos para estudiar las superficies de los materiales. Éstos han sido: la microscopía óptica, la perfilometría desarrollada por Baker y Wright y por último la microscopía electrónica de barrido (MEB). En algunos de los métodos no es posible medir la

topografía real; por lo que deben utilizarse otras técnicas más avanzadas de análisis superficial.

La microscopía de fuerza atómica es una técnica para la caracterización de superficies creada en 1986 por G. Binnig, C. Quate y Ch. Gerber. Esta se fundamenta en la construcción de imágenes digitalizadas mediante la medición de las fuerzas repulsivas y atractivas que ocurren entre los átomos de una punta y los de la superficie de la muestra. La punta se encuentra localizada al final de un cantilever flexible (figura 3.10), de tal manera que al efectuar un barrido sobre la muestra, responde a los picos o valles ocasionando que el cantilever se flexione. Dichas flexiones se monitorean haciendo incidir una haz de láser justo en la parte superior de la punta, donde el haz es reflejado y se alinea hacia un fotodetector sensitivo de posición. Por otra parte la muestra se coloca sobre un escaner responsable de los desplazamientos que se suscitan debajo de la punta durante el barrido; al flexionarse el cantilever debido a la topografía de la muestra que esta siendo rastreada, la posición del punto del haz reflejado en el fotodetector indica cuanto se flexiona el cantilever. El scanner mueve la muestra hacia arriba o hacia abajo con el fin de mantener la flexión constante. Este movimiento del escaner coincide con la topografía de la superficie, la señal obtenida se digitaliza con el propósito de construir imágenes de la superficie [37,38].

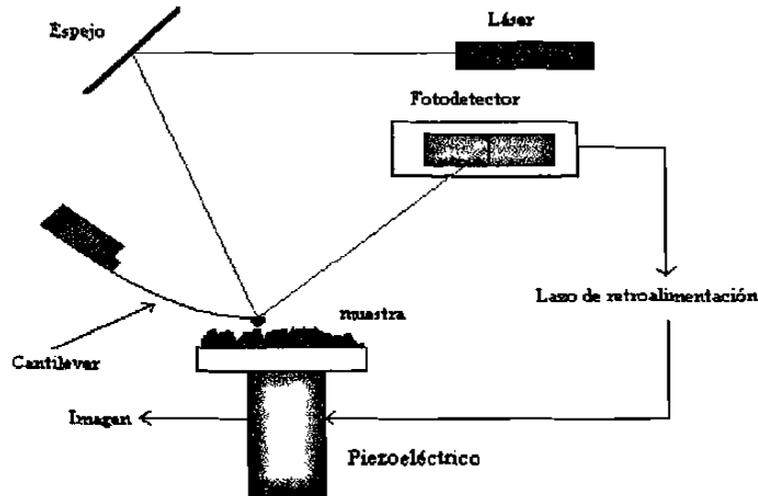


Figura 3.10 Funcionamiento de un Microscopio de Fuerza Atómica [37,38]

El microscopio de Fuerza Atómica (MFA) (figura 3.11) es un instrumento de reciente creación, el cual nos da una idea clara de la superficie de los materiales por analizar. Tiene semejanzas con el funcionamiento de los perfilómetros; sin embargo la resolución obtenida por el MFA es a niveles nanométricos y en tres dimensiones, revelando a detalle las características de las superficies analizadas.

Las modalidades que el MFA nos ofrece son: el modo de contacto (contact mode), fuerza lateral (lateral force), fuerza magnética (magnetic force), fuerza modulada (modulated force) y por último el de contacto intermitente (intermittent contact).

Al modo de contacto también se le conoce como modo repulsivo. La aguja está colocada sobre un cantilever, él cual hace un suave contacto físico con la

muestra analizada. El escaner se puede mover hasta $10\ \mu\text{m}$ en direcciones “x” o “y” haciendo que la aguja haga un barrido sobre la superficie.

Las fuerzas de contacto causan que el cantilever se doble acomodándose de acuerdo a los cambios topográficos.

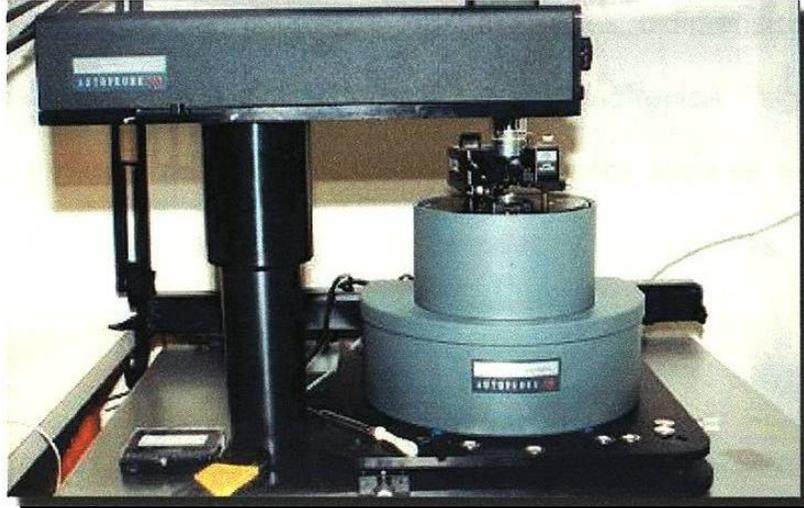


Figura 3.11 Microscopio de Fuerza Atómica