

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON
FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS
DIVISION DE ESTUDIOS SUPERIORES

11



ESCALAMIENTO EN LA FRACTURA DEL VIDRIO
REFORZADO MEDIANTE INTERCAMBIO IONICO

T E S I S
QUE CON OPCION AL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS
CON ESPECIALIDAD EN INGENIERIA CERAMICA

P R E S E N T A
FRANCISCO JAVIER GARZA MENDEZ

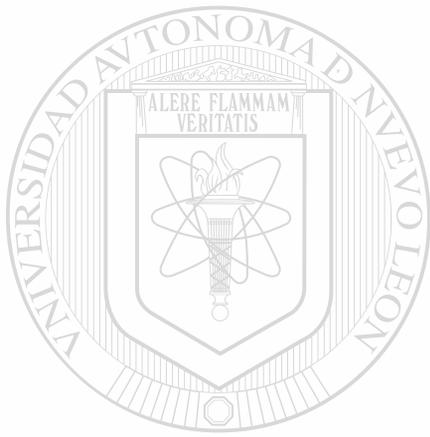
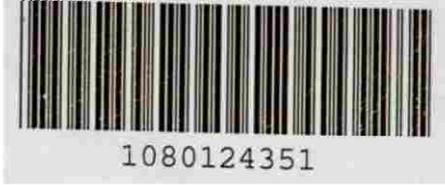
CENTRO DE INVESTIGACION Y DESARROLLO
DE MATERIALES CERAMICOS

MONTERREY, N. L., MEXICO

ENERO DE 2002

TM
TP785
.G3
2002
c.1





UANL

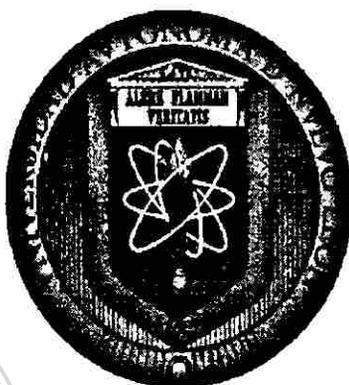
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DIVISIÓN DE ESTUDIOS SUPERIORES**



**ESCALAMIENTO EN LA FRACTURA DEL VIDRIO
REFORZADO MEDIANTE INTERCAMBIO IÓNICO**

TESIS

**QUE CON OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS CON
ESPECIALIDAD EN INGENIERÍA CERÁMICA**

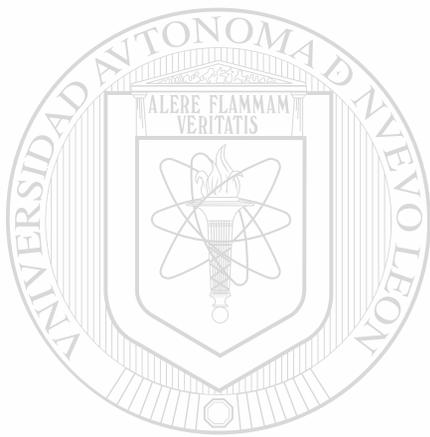
PRESENTA

FRANCISCO JAVIER GARZA MÉNDEZ

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO DE MATERIALES
CERÁMICOS**

MONTERREY, N.L., MÉXICO

ENERO DE 2002



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS
DIVISIÓN DE ESTUDIOS SUPERIORES**



**ESCALAMIENTO EN LA FRACTURA DEL VIDRIO
REFORZADO MEDIANTE INTERCAMBIO IÓNICO**

TESIS

**QUE CON OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS CON
ESPECIALIDAD EN INGENIERÍA CERÁMICA**

PRESENTA

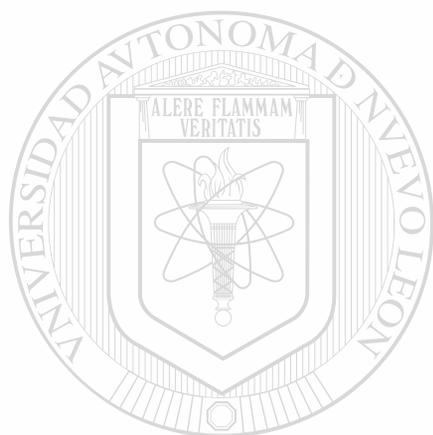
FRANCISCO JAVIER GARZA MÉNDEZ

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO DE MATERIALES
CERÁMICOS**

MONTERREY, N.L., MÉXICO

ENERO DE 2002

TM
FB785
.G3
2002



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS DIVISIÓN DE ESTUDIOS SUPERIORES

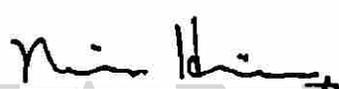
La tesis presentada por Francisco Javier Garza Méndez titulada:

Escalamiento en la Fractura del Vidrio Reforzado Mediante Intercambio Iónico

Ha sido aceptada como requisito parcial para obtener el grado de
Maestro en Ciencias con Especialidad en Ingeniería Cerámica.



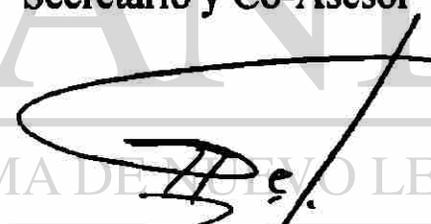
Dr. Eduardo M. Sánchez Cervantes
Presidente y Asesor



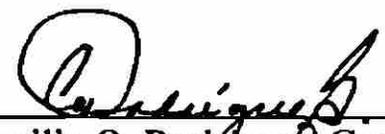
Dr. Moisés Hinojosa Rivera
Secretario y Co-Asesor



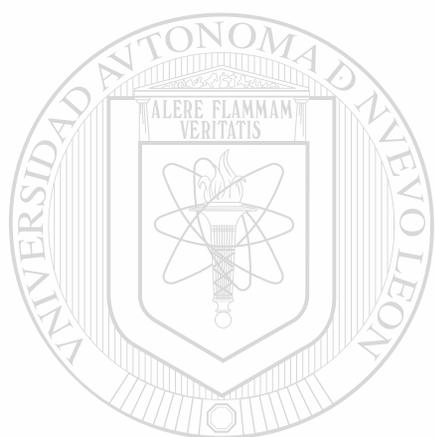
Dr. Osvaldo Flores Cedillo
Vocal



Dr. Guadalupe Alan Castillo
Rodríguez
Suplente



Dra. Cecilia O. Rodríguez González
Coordinadora de la Escuela de Graduados en Ciencias



A mis primeros maestros

Mis Padres

A la memoria de

Xavier Alejandro

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

AGRADECIMIENTOS

A Dios por todo

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico brindado para realizar mi maestría.

Al CIDEMAC, en especial al Dr. Azael Martínez y a la doctora Idalia Gómez por su apoyo incondicional en todo momento.

A todos mis compañeros del CIDEMAC por todos los buenos ratos que pasamos y por su amistad.

A mis amigos del Museo de Arte Contemporáneo de Mty. (MARCO) por todos los buenos ratos de cháchara y convivencia.

A los amigos con quienes he crecido: Gabriel Aguilera, Mauricio Ibarra, Karina Argüello y Magda Zapata.

A mi asesor, el Dr. Eduardo Sánchez por toda su paciencia, confianza y apoyo incondicional.

Gracias a mi maestro y amigo, el Dr. Moisés Hinojosa, por todos los consejos y por la asesoría en esta aventura.

A mis amigos del DIMAT de FIME.

Quiero agradecer especialmente al M.C. Jorge Aldaco por su valiosa ayuda con las figuras 3.11 y 4.10. Al ing. Leonardo Chávez por ayudarme a rastrear las zonas de fractura en el estereoscopio.

Quiero agradecer muy especialmente a mi maestro Alfredo Martínez de Wirphool™ de Monterrey por su brillante cátedra (tecnología del vidrio) y por haberme brindado el honor de escribir el prólogo de esta tesis.

A los doctores Alan Castillo y el Osvaldo Flores por sus precisas observaciones y sugerencias, muchas gracias por su valiosa y desinteresada ayuda.

A todos mis alumnos de Metalurgia Mecánica por su amistad.

Quiero agradecer en primer lugar a mi madre por su inconmensurable amor, gracias por enseñarme el amor al trabajo.

También en primer lugar a mi padre, desde mis primeras memorias el más grande apoyo y consejo.

A mi más grande amigo: mi hermano.

A mi novia por todo su cariño, paciencia y comprensión.

Por último a mis queridos genios que me acompañaron en las horas de redacción y edición: Nicolo Paganini y J. S. Bach.

PRÓLOGO

La cantidad de información que una superficie de fractura contiene, respecto a las causas que la originaron y respecto a su historia es algo que la capacidad observadora del hombre, ha ido extrayendo con el paso del tiempo. El vidrio es el material en el cual las características de estas superficies se hacen más evidentes y en dónde más allá del clásico patrón de fractura caracterizado por una zona de espejo, una zona difusa y una zona fibrosa, nuevas características se han observado y relaciones cuantitativas se han desarrollado. Todo ese esfuerzo, se traduce en técnicas y caracterizaciones, que se renuevan cada que la capacidad instrumental aumenta, como fue el caso del advenimiento del microscopio electrónico de barrido.

En este trabajo, se caracteriza la superficie de fractura de un vidrio calizo, templado químicamente mediante intercambio iónico, utilizando un microscopio de fuerza atómica, de lo que resulta la consolidación de una herramienta de análisis de las superficies de fractura, es decir, de una nueva técnica de análisis que aumentará la capacidad de observación y por consecuencia de reflexión y de especulación.

Un resultado más de este trabajo, es el avance en la prueba de la hipótesis de que la superficie de fractura del vidrio es un objeto fractal, es decir que el patrón que a simple vista observamos en la superficie de fractura, está formado por elementos que reproducen el patrón original. Para validar la hipótesis, se ha hecho necesario definir las características que aseguran que se trata de un objeto fractal, como el exponente de rugosidad y la longitud de correlación.

Como el autor lo declara en las conclusiones, aún hay mucho por hacer, dado que aunque se definen los parámetros antes mencionados, queda por explicar la causa de la longitud de correlación, que se ha planteado en este trabajo como asociada al campo de esfuerzos inducidos por los iones potasio al reemplazar a los iones sodio.

También se puede decir que este trabajo es una muestra del avance que el Doctorado de Materiales de la Universidad de Nuevo León ha tenido después de alrededor de quince años de trabajo en el área de tecnología de vidrio.

El trabajo con materiales frágiles y especialmente con el vidrio, lleva a la conclusión de que, en contrapeso con las excelentes propiedades que este material posee, como la transparencia, la estabilidad química, la trabajabilidad, etc., su talón de Aquiles es la fragilidad. De ahí que se aprecie cualquier esfuerzo por entender el fenómeno de fractura, con miras al reforzamiento del vidrio, de manera que su campo de aplicación se vea ampliado.

El interés económico del estudio de este fenómeno se menciona en este trabajo, además se hace un resumen del estado del arte en torno a la resistencia mecánica del vidrio y de su fractura. La reducción de costos, vía la reducción de peso de los artículos de vidrio, los aumentos de las velocidades de producción y los mayores esfuerzos a los que se somete el material, hacen que trabajos como el presente, sean de gran interés para la industria.

Alfredo Martínez Soto
Monterrey, Nuevo León, a 18 de Noviembre de 2001

ÍNDICE

Dedicatoria	<i>i</i>
Agradecimientos	<i>ii</i>
Prologo	<i>iii</i>
Resumen	1
Capítulo 1 Introducción	3
Capítulo 2 Resistencia mecánica del vidrio	6
2.1.- Introducción	6
2.2.- Definición	6
2.2.1.- Definición de Tamman	6
2.2.2.- Definición de acuerdo a Morey	6
2.2.3.- Definición de la ASTM	7
2.2.4.- Definición según Dietzel	7
2.3.- Estructura del vidrio	7
2.3.1.- Arreglo atómico	7
2.3.1.1.- Desorden	7
2.3.1.2.- Arreglo de corto alcance	8
2.3.1.3.- Arreglo de largo alcance	8
2.3.2.- La complejidad de la estructura vítrea	9
2.3.3.- Modelos de la estructura vítrea	10
2.3.3.1.- Modelo de Zachariazen	10
2.3.3.2.- Modelo de Lebedev	10
2.3.3.3.- Teoría de Huggins	11
2.3.3.4.- Teoría de Tilton	12
2.3.3.5.- Teoría de la red	12
2.4.- Materias primas en la fabricación del vidrio	13
2.5.- Temperatura de transición vítrea (T_g)	14
2.6.- Propiedades mecánicas del vidrio	15
2.6.1.- Resistencia mecánica del vidrio	16
2.6.2.- Resistencia mecánica real del vidrio	17
2.6.2.1.- Fragilidad del vidrio	19
2.6.3.- Métodos para mejorar la resistencia mecánica del vidrio	20
2.6.3.1.- Métodos superficiales	20
2.6.3.1.1.- Ataque químico y pulido por flama	20
2.6.3.2.- Templado físico	21
2.6.3.3.- Templado químico	21
Capítulo 3 La Fractura del Vidrio	23
3.1.- Introducción	23
3.2.- Definición de fractura	23
3.3.- Fractografía	23
3.4.- Marcas de fractura	24
3.4.1.- Zonas Especular, Difusa y Fibrosa	24
3.5.- Mecánica de fractura	25
3.5.1.- Introducción	25
3.5.2.- Modos de aplicación de cargas	25
3.5.3.- Concentración de esfuerzos	26
3.5.3.1.- Amplificador de esfuerzos	26
3.5.3.2.- Factor de concentración de esfuerzos	27

3.5.4.- Mecánica de fractura linealmente elástica	28
3.5.4.1.- Hipótesis de MFLE y tenacidad a la fractura	28
3.5.4.2.- Campo de esfuerzos en la vecindad de la punta de la grieta (Materiales Isotrópicos)	29
3.5.4.3.- Esfuerzo en la vecindad de la punta de la grieta	29
3.6.- Autoafinidad y superficies de fractura	30
3.6.1.- introducción	30
3.6.2.- Geometría fractal y geometría euclidiana	30
3.6.2.1.- Características de los fractales	31
3.6.2.2.- La longitud de la curva de von Koch	32
3.6.2.3.- La dimensión de la curva de von Koch	32
3.6.3.- Definición	33
3.6.4.- Dimensión de Hausdorff-Besicovitch	34
3.6.5.- Autosimilitud	35
3.6.6.- Objetos autoafines	35
3.7.- Métodos para determinar el exponente de rugosidad	37
3.8.- Estado del arte	39
3.9.- El problema del vidrio	41
CAPÍTULO 4 Desarrollo Experimental	42
4.1.-Introducción	42
4.2.- El material	42
4.3.- El tratamiento de intercambio iónico	44
4.4.- Ensayos de microdureza y mediciones mediante análisis de imágenes	45
4.5.- La fractura de las probetas	46
4.6.- Estudio fractográfico	46
4.7.- Estudio fractométrico	47
4.8.- Análisis autoafín	48
CAPÍTULO 5 Análisis y Discusión de Resultados	50
5.1.- Introducción	50
5.2.- El tratamiento de intercambio iónico	50
5.3.- Carácter autoafín de la propagación de grietas	51
5.4.- Estudio fractográfico	52
5.5.- Estudio fractométrico	53
5.6.- Análisis autoafín	56
5.7.- Comentarios finales y especulaciones	58
CAPÍTULO 6 Conclusiones y recomendaciones	61
6.1.- Conclusiones	61
6.2.- Recomendaciones	62
Referencias Bibliográficas	63
APÉNDICE A	67
APÉNDICE B	68
APÉNDICE C	71
Índice de Tablas	72
Índice de Figuras	73
Resumen Autobiográfico	76

RESUMEN

El presente trabajo está estructurado en tres partes. La primera parte (capítulos 2 y 3) consiste en un marco teórico el cual es la base para justificar los objetivos e hipótesis planteados en esta investigación. En esta parte del trabajo se presenta el estado del arte referente a la caracterización de superficies de fractura mediante topometría estadística. El concepto de autosimilitud se expone a partir de la curva de von Koch; mientras que, mediante el movimiento fraccional Browniano se discute el concepto de autoafinidad. En la segunda parte (capítulo 4) se describe el procedimiento experimental desarrollado en esta investigación. La tercera parte de este trabajo consiste en el análisis y discusión de los resultados así como de las conclusiones de los mismos (capítulos 5 y 6).

El propósito principal de este trabajo fue elucidar el efecto del reforzamiento mecánico del vidrio mediante intercambio iónico sobre los parámetros autoafines que cuantifican el carácter fractal de las superficies de fractura de este material. Lo anterior parte de la hipótesis que predice que el comportamiento colectivo de los defectos puntuales introducidos tiene una interacción con el o los frentes de propagación de grieta, lo cual resulta en alteraciones en el carácter autoafín de la superficie de fractura y, que se ve reflejado en el parámetro llamado longitud de correlación (ξ). Para alcanzar este cometido se siguieron las siguientes etapas:

- Realizar tratamiento de intercambio iónico sobre la superficie libre del vidrio.
- Evaluar el efecto del tratamiento de intercambio iónico sobre la resistencia a la propagación de grietas mediante ensayos de microdureza Vickers.
- Generar superficies de fractura mediante un ensayo de flexión en tres puntos.
- Realizar un análisis fractográfico tradicional empleando microscopía electrónica de barrido (MEB).
- Mediante microscopía de fuerza atómica (MFA) realizar un análisis topográfico de las diferentes zonas de la superficie de fractura.
- Llevar a cabo un análisis de autoafinidad sobre la superficie de fractura del vidrio con y sin tratamiento de intercambio iónico y comparar los parámetros autoafines de estas superficies.

El material empleado es vidrio sódico-cálcico en forma de laminillas. El tratamiento de intercambio iónico consistió en intercambiar ión K^+ (r.i.=0.133 nm) por ión Na^+ (r.i.=0.095 nm), esto se llevó a cabo introduciendo los especímenes en una sal fundida de

RESUMEN

potasio (KNO_3) a una temperatura de 400°C por un periodo de 24 hr. Los ensayos de microdureza se realizaron empleando un indentador piramidal de diamante y aplicando para ambos vidrios (con y sin tratamiento) una carga de 0.5 Kg. Empleando microscopía óptica apoyada en análisis de imágenes se analizaron las huellas características producidas por los ensayos de microdureza, concluyendo que el intercambio iónico mejora la resistencia a la propagación de grietas del vidrio al mismo tiempo que ocurre un incremento del 26% en la dureza superficial. Mediante microscopía de fuerza atómica (MFA) en la modalidad de contacto se obtuvieron imágenes de la topografía de la superficie de fractura, los datos topométricos de la superficie de fractura se extrajeron de estas imágenes. El análisis de autoafinidad realizado en ambos vidrios muestra que el exponente de rugosidad no es afectado por el intercambio iónico ($\zeta \sim 0.8$) para ambos vidrios; la longitud de correlación presenta un valor de $\xi > 100$ nm para el vidrio sin tratamiento y $\xi < 100$ nm para el vidrio con intercambio iónico, este análisis se realizó en la zona especular de la superficie de fractura en ambos vidrios. Para explicar el efecto del intercambio iónico sobre la resistencia a la propagación de grietas se introduce en este trabajo un nuevo modelo alternativo, éste se basa en la interacción entre el campo de esfuerzos presente en la punta de las microgrietas superficiales y aquel que resulta del efecto colectivo de los defectos puntuales introducidos mediante el tratamiento de intercambio iónico.

Los resultados obtenidos en esta investigación representan una alternativa de análisis cuantitativo de superficies de fractura en materiales vítreos y permite evaluar los efectos de otros tratamientos como el templado físico. Por lo anterior, es atractivo continuar con esta investigación evaluando superficies de fractura generadas a una velocidad de propagación de grieta controlada.

CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN

El vidrio ha representado desde los albores de la humanidad uno de los materiales más importantes, el hombre prehistórico haciendo uso de la obsidiana fabricó útiles herramientas y armas [1]. La obsidiana es un vidrio de origen volcánico que debido a su enfriamiento rápido experimenta un templado físico espontáneo, el cual le proporciona alta dureza y resistencia mecánica.

En México, específicamente en el estado de Nuevo León la industria del vidrio representa una de las más fructíferas, contribuyendo al desarrollo económico de la región. La industria regional además de fabricar diversos artículos que van desde vidrio plano a "cristal" de plomo, desarrolla tecnología y maquinaria para la industria del vidrio, la cual se exporta a diversos países [2]. Si bien el desarrollo tecnológico del vidrio es constante, existen aún muchas interrogantes en el campo científico, aspectos diversos como la estructura del vidrio y su fragilidad son aún desconocidos.

Por otra parte, la propuesta de Griffith [3] en la segunda década del siglo pasado englobada en el conocido criterio de Griffith, explica la fragilidad del vidrio, adjudicando ésta a defectos superficiales (microgrietas) los cuales actúan como concentradores de esfuerzos reduciendo la resistencia mecánica del vidrio. Gracias a esto se han desarrollado diferentes métodos para mejorar la resistencia mecánica del vidrio, tales como pulido por flama y por ataque químico, los cuales consisten en incrementar la resistencia mecánica reduciendo el número de defectos superficiales. Otros métodos tales como el templado físico y el templado químico consisten en la formación de una superficie a compresión, respecto al templado físico el trabajo desarrollado por E. Cárdenas en 1991 [4] representan la aplicación de conocimientos puramente científicos a la solución de problemas prácticos, en este caso la relación del templado físico de vidrio plano y su resistencia al rayado.

En lo que respecta a las superficies de fracturas y los mecanismos que la gobiernan es de gran relevancia su comprensión. Un estudio realizado por el departamento de comercio de los Estados Unidos demuestra que los gastos causados por los daños relacionados con fracturas le cuestan a la población aproximadamente el 4% del PIB. Cabe mencionar que el interés del hombre por comprender el fenómeno de fractura es remoto. La primera descripción escrita de una superficie de fractura data de

1540 en la aclamada obra del armamentista italiano Vanoccio Biringuccio (*La Pirotecnia*) [5]. Sin embargo no fue hasta 1944 que Carl A. Zapffe bautizó con el término fractografía (lat. *fractus*, gr. *grafo*) a la técnica de análisis cualitativo de superficies de fractura. A partir de las publicaciones de Zapffe la mayor parte de los estudios relacionados con fracturas se limitan a una mera descripción de la morfología de la superficie de fractura y su relación con diferentes tratamientos de origen físico o fisicoquímico, los cuales a su vez afectan parámetros tales como la tenacidad. Actualmente los especialistas en fractografía se apoyan en patrones preestablecidos conocidos como fractogramas.

En cuanto a la cuantificación de las superficies de fractura tradicionalmente se caracterizan cuantitativamente mediante parámetros dependientes del factor de escala tales como la rugosidad raíz media cuadrada (conocida por sus siglas en inglés RMS: *root mean square*) que representa el promedio de las desviaciones cuadráticas respecto a la altura media, esto es, la raíz cuadrada del segundo momento estadístico respecto a la

media y se representa como sigue: $Rms = \sqrt{\frac{1}{L} \int [y(x)]^2 dx}$

Con el advenimiento de la geometría fractal introducida por Mandelbrot en la década de 1970 [6] se abrió una nueva posibilidad para la caracterización de las superficies de fractura. En 1984 B. Mandelbrot [7] introdujo el método conocido como *slit island* para calcular la dimensión fractal de superficies de fractura en aceros, proponiendo que la dimensión fractal posee una relación directa con la tenacidad. La hipótesis de Mandelbrot generó un nuevo interés por el estudio de las superficies de fractura realizándose importantes aportaciones en este campo en la última década del siglo[®] pasado. En 1990 E. Bouchaud [8] concluye que la dimensión fractal no es la herramienta adecuada para describir las superficies de fractura, Bouchaud empleó análisis estadísticos refinados como la función de autocorrelación, la principal aportación de Bouchaud fue demostrar que la superficie de fractura es un objeto estadísticamente autosimilar y anisotrópico, es decir, es un objeto autoafín. De acuerdo a Bouchaud la descripción de las superficies de fractura se ajusta a una transformación afín de $d-1$ exponentes denominados exponentes de Hurst en el espacio d -dimensional (ζ). Bouchaud encontró para perfiles perpendiculares al frente de propagación de grieta un comportamiento universal de $\zeta \sim 0.8$ independiente de la tenacidad del material y para velocidades de propagación de grieta consideradas como rápidas y escalas de longitudes grandes -micrómetros a milímetros- El exponente de rugosidad está relacionado a la dimensión fractal mediante la siguiente relación: $D=1-\zeta$. Posteriormente en 1995

Schmitbul [9] empleando métodos como el de ventana de ancho variable corrobora los resultados de Bouchaud, Schmitbul realizó sus experimentos en perfiles sintéticos y de superficies con diferentes exponentes de autoafinidad [9], estos métodos estadísticos son independientes del factor de escala, lo cual permite concluir que el exponente de rugosidad (ζ) es una propiedad de la superficie. En 1999 [10] Hinojosa empleando los métodos implementados por Bouchaud encontró que el valor límite para el cual la superficie de fractura es considerada como un objeto autoafín, *i.e.*, la longitud de correlación (ξ) es igual en magnitud al tamaño característico de las mayores heterogeneidades presentes en la microestructura del material, Hinojosa realizó sus experimentos en una superaleación base níquel (N18) de uso aeroespacial. En 1999 E. Reyes corroboró el comportamiento universal del exponente de rugosidad en materiales plásticos [11,12]. En 2000 [13,14] Aldaco efectuó por primera vez un estudio de autoafinidad en el que se abarcan siete décadas de escalas de longitud, Aldaco empleó para su investigación una aleación dendrítica base Al-Si (A 319) de uso automotriz rica en heterogeneidades, encontrando que la longitud de correlación es del orden del tamaño de grano que es la mayor heterogeneidad presente en este material.

En base a lo anterior se concluye que aún se requiere de una comprensión profunda del fenómeno de fractura, este conocimiento aunado al desarrollo tecnológico permite un ahorro en la producción además del mejoramiento en la calidad de los productos, por ejemplo reduciendo de manera efectiva el espesor de los envases.

En el caso particular del vidrio sódico-cálcico éste presenta una longitud de correlación (ξ) característica aún cuando carece de microestructura. En esta investigación® se aborda específicamente el efecto del reforzamiento mecánico del vidrio sobre los parámetros fractales que caracterizan cuantitativamente las irregularidades de la superficie de fractura de este material. Otra aportación de este trabajo a la cultura del vidrio es la propuesta de un nuevo modelo que explica el reforzamiento causado por el templado químico, este modelo no se limita a una simple distribución de esfuerzos sobre el cuerpo, sino que toma en cuenta la interacción de los campos de esfuerzos presentes en la punta de las microgrietas (esfuerzo tensil) y aquel que resulta del efecto colectivo de los defectos puntuales introducidos mediante el templado químico.

CAPÍTULO 2

RESISTENCIA MECÁNICA DEL VIDRIO

2.1- Introducción

Las propiedades mecánicas de los materiales son función de las características propias de los átomos (o iones) que los constituyen; de los tipos de enlaces entre los mismos, de su estructura cristalina o amorfa y de la morfología de su microestructura.

Es importante notar que a pesar del enorme avance tecnológico que impera en la industria del vidrio, la naturaleza de su estructura y sus propiedades distan mucho de estar completamente comprendidas.

2.2- Definición

Los materiales vítreos por su rigidez se asemejan a los sólidos cristalinos; sin embargo, estructuralmente son más parecidos a los líquidos [15]. Por otra parte, la naturaleza química de los vidrios hace difícil definirlos de acuerdo a su composición. Ya que los vidrios de una composición química determinada atienden a diferentes aplicaciones tecnológicas, es imposible definirlos desde el punto de vista de sus aplicaciones. Si bien las definiciones del vidrio son incompletas en mayor o menor grado, es importante recurrir a las definiciones clásicas con el fin de inferir en sus características. Estas características no ayudan a obtener información de la estructura del vidrio; sin embargo, ayudan a definir fenotípicamente a éstos.

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

2.2.1- Definición de Tamman

Tamman definió a los vidrios como líquidos subenfriados. Con esta definición Tamman pretende hacer una comparación entre la rigidez del estado sólido cristalino y el estado rígido de los vidrios [1].

2.2.2- Definición de acuerdo a Morey

Un vidrio es una sustancia inorgánica en una condición análoga a la de su estado líquido que, como consecuencia de un cambio reversible en su viscosidad durante el enfriamiento, ha alcanzado un grado de viscosidad tan elevado como para poder considerarse rígida para efectos prácticos [16].

2.2.3- Definición de la ASTM

Un vidrio es un producto inorgánico fundido que se ha enfriado hasta un estado rígido sin experimentar cristalización [1].

Las definiciones de Morey y la ASTM, no justifican desde un punto de vista fisicoquímico el hecho de limitar a los vidrios a compuestos inorgánicos.

2.2.4-Definición según Dietzel

Dietzel propone el empleo del término vitroide que, comprende a los vidrios convencionales y a las sustancias orgánicas vítreas, definiendo así: Un vitroide es una sustancia compacta, físicamente uniforme que se encuentra en un estado amorfo (no cristalino y estructuralmente desordenado), que a temperaturas bajas se hace rígida y frágil y, a temperaturas elevadas reblandece.

Actualmente se puede presumir que la fusión no representa una tasa en la naturaleza del vidrio. Dislich empleando métodos de química suave obtuvo vidrios inorgánicos, mediante policondensación e hidrólisis de compuestos metalorgánicos Dislich consiguió vidrios de borosilicato [17]. Debido a la naturaleza del material empleado para esta investigación, en este trabajo se considera al vidrio de acuerdo a la definición de la ASTM y, como un compuesto inorgánico de óxidos.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

2.3- Estructura del vidrio

En esta sección se abordan algunas teorías referentes al arreglo estructural del vidrio.

2.3.1- Arreglo atómico

Existen básicamente tres tipos de arreglo u orden entre las unidades constitutivas (átomos, iones o partículas) en los materiales: Desorden, arreglo de corto alcance y arreglo de largo alcance.

2.3.1.1- Desorden

En los gases, los átomos no poseen orden alguno y estos llenan aleatoriamente el espacio en el cual están confinados.

2.3.1.2- Arreglo de corto alcance

En algunos materiales se presenta un arreglo atómico de corto alcance; esto es, éste se extiende solamente a los átomos vecinos más cercanos. Tomando como ejemplo la sílice (SiO_2) tenemos que el silicio posee una valencia 4 y comparte sus electrones con cuatro átomos de oxígeno, obteniendo un total de ocho electrones. Por otra parte, el oxígeno tiene una valencia de seis y comparte sus electrones con dos átomos de silicio, obteniendo un total de ocho electrones, ver figura 2.1.

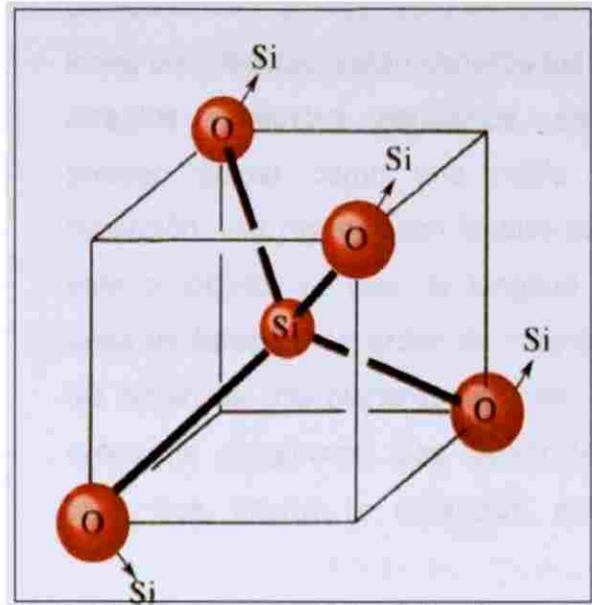


Figura 2.1, estructura tetraédrica de la sílice.

2.3.1.3- Arreglo de largo alcance

Los metales, y otros materiales como cerámicos e incluso algunos polímeros poseen estructura cristalina. En esta clase de estructura, el arreglo atómico es de largo alcance y se extiende a través de todo el material. Se denomina celda unitaria a la mínima subdivisión de la estructura cristalina que posee todas las características de la red cristalina. En la figura 2.2 a) y 2.2 b) se puede apreciar la diferencia entre el ordenamiento de corto y largo alcance para la sílice.

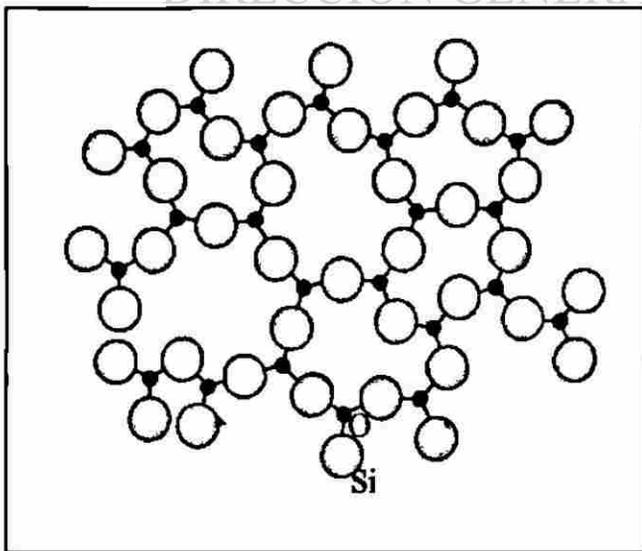


Figura 2.2 a). Red vítrea de la sílice (2D)

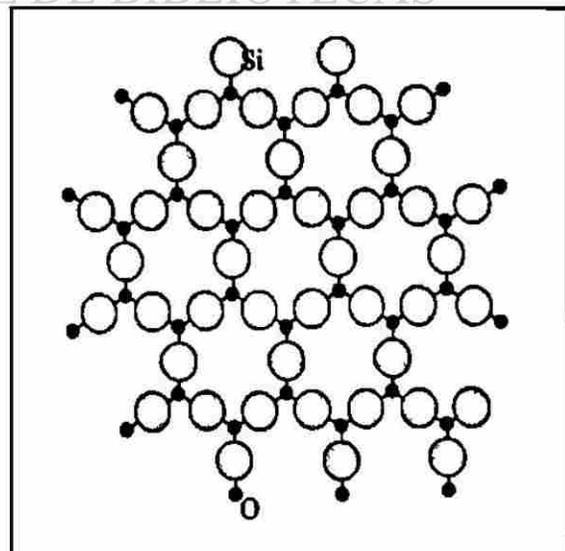


Figura 2.2 b) Red cristalina de la sílice (2D)

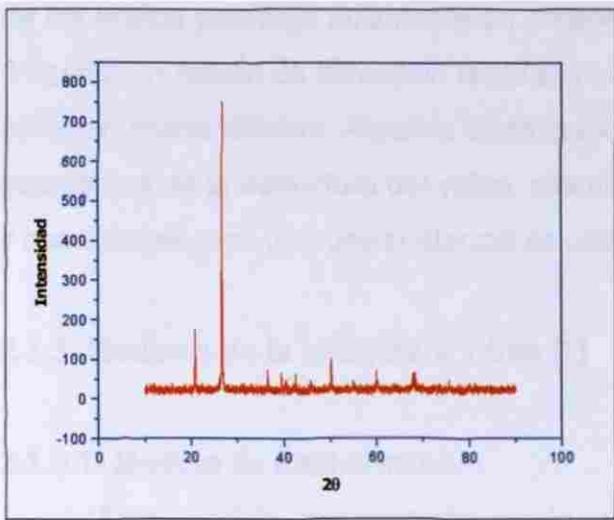


Figura 2.3. Patrón de difracción de rayos-X del cuarzo.

Gracias a que en los cristales sus unidades constitutivas; esto es, átomos, iones o moléculas, están constituidos en arreglos simétricos periódicos, estos pueden actuar como una rejilla de difracción. Los rayos-X son ideales para este propósito; ya que, la longitud de onda de éstos es del orden de magnitud las distancias interplanares, esto es, del orden de Angstroms. Las condiciones para que ocurra la difracción están

expresadas en la ley de Bragg (Ec. 2.1).

$$n\lambda = 2d \text{ sen } \theta \quad (\text{Ec. 2.1})$$

Donde: $n=1,2,3,\dots$, λ es longitud de onda, d es la distancia interplanar, θ es el ángulo de incidencia del haz. Mediante un difractómetro se obtienen los ángulos a los cuales ocurre la difracción para una determinada estructura cristalina, en la figura 2.3 se observa un patrón de difracción característico para el cuarzo.

2.3.2- La complejidad de la estructura vítrea

Como se ha visto, la caracterización de la estructura cristalina es relativamente fácil gracias a la técnica de difracción de rayos-X, esto es gracias al orden de largo alcance que se presenta en este tipo de estructuras. En los materiales vítreos no es una tarea sencilla definir y conocer el ordenamiento de los átomos; es decir, su estructura. Los materiales vítreos presentan un patrón de difracción cuyas líneas son solamente bandas difusas. Esto se debe a que la estructura

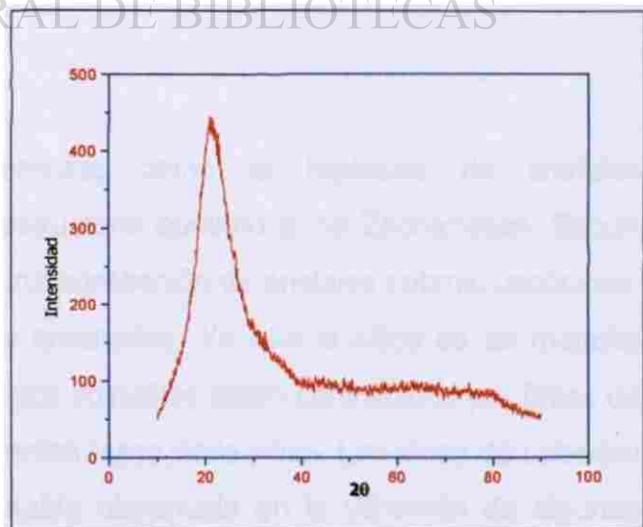


Figura 2.4. Patrón de difracción de rayos-X para sílice amorfa.

de los vidrios presenta solamente un ordenamiento de corto alcance. En la figura 2.4 se presenta un patrón de difracción realizado en sílice amorfa, en este difractograma sólo se aprecian líneas difusas. Algunos investigadores han tratado de esclarecer la distribución geométrica de la estructura del vidrio, mientras que, otros procuran establecer las causas y condiciones para que una sustancia se obtenga en estado vítreo.

2.3.3- Modelos de la estructura vítrea [1]

2.3.3.1- Modelo de Zachariasen

Este modelo es conocido en la jerga como el modelo del retículo al azar. Zachariasen parte de la base de que la rigidez mecánica de un vidrio resulta, dentro de un amplio intervalo de temperatura, muy semejante a la que presenta un sólido cristalino de la misma composición. Además, la diferencia en el contenido energético de una sustancia en estado cristalino es muy pequeña en comparación con la misma sustancia en estado vítreo. Esto hace suponer que en ambos casos la sustancia esté constituida de las mismas unidades estructurales y, las fuerzas de enlace entre los elementos constituyentes sean de muy parecida intensidad. Aunado a lo anterior, la aparición de bandas difusas en los diagramas de difracción de rayos-X obtenidas en vidrios conduce a la idea de un gran retículo distorsionado. Así concluye Zachariasen que la diferencia fundamental entre una sustancia en estado cristalino y en estado vítreo no radica en la forma de sus unidades periódicas de coordinación sino en la orientación de éstas. La figura 2.2 a) es la representación clásica del modelo de Zachariasen.

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

2.3.3.2- Modelo de Lebedev

El modelo de Lebedev es conocido como la hipótesis de cristales submicroscópicos y representa el modelo estructural opuesto al de Zachariasen. Según su autor, los vidrios están constituidos por una agregación de cristales submicroscópicos, unidos entre sí por zonas estructuralmente ordenadas. Ya que la sílice es un material alotrópico, en los vidrios simples de sílice estos cristalitos están constituidos por fases de cuarzo, cristobalita y tridimita, que son diferentes fases de la sílice. Las ideas de Lebedev se basaban en las discontinuidades que había observado en la variación de algunas propiedades en función de la temperatura. Lebedev encontró que el índice de refracción de un vidrio silicato experimenta un brusco cambio en el intervalo de 520-595°C; es decir,

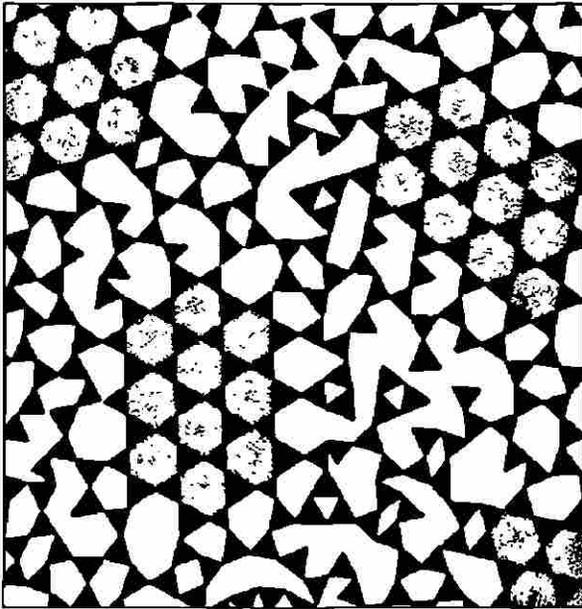


Figura 2.5. Modelo del retículo vítreo según Lebedev. Las zonas puntuadas pertenecen a ordenamiento cristalino, los triángulos negros representan tetraedros de SiO₄.

cerca del punto de inversión del cuarzo α - β , esto es 573°C. Este tipo de fenómeno fue atribuido a modificaciones estructurales en las fases cristalinas que según Lebedev constituirían los pequeños cristales dispersos, ver figura 2.5. Investigadores como Warren combatieron esta hipótesis mediante diversas objeciones. La más obvia de ellas se basa en el hecho de que la cristobalita experimenta un notable cambio de volumen entre 200 y 300°C, esto por efecto de la transformación α - β , los vidrios de sílice no presentan la

variación que se esperaría ocurra en caso de que estuvieran constituidos por cristales de cristobalita.

Existen modelos basados en teorías de formaciones de agrupamientos atómicos; por ejemplo, la teoría de los estructrones y la teoría de los vitrones.

2.3.3.3- Teoría de Huggins

Huggins desarrolló la teoría de los estructrones. Este investigador fundamentó su teoría sobre la base de que algunos vidrios presentan variación en sus propiedades; tales como densidad y volumen, en función de su composición química. Huggins interpreta este fenómeno como la existencia de agrupamientos atómicos determinados a los que denominó estructrones. Este autor define un estructrón como un agrupamiento en el que cierto número de átomos se rodea lo más estrechamente posible por átomos vecinos determinados en su especie y en su número.

Huggins propone para el vidrio de silicato sódico los siguientes ejemplos de estructrones que corresponden a las formulas: Si(4O), O(2Si), Na(6O), O(2Si, Na), O(Si, 3Na). El agrupamiento Si(4O) representa un tetraedro de silicio en coordinación con cuatro átomos de oxígeno y el O(2Si) corresponde a un átomo de oxígeno rodeado por dos átomos de silicio, de la misma manera en que existen en los vidrios de sílice pura. Al incorporar Na₂O

parte de estos estructrones se destruye para dar lugar a los otros tipos antes mencionados.

2.3.3.4- Teoría de Tilton

Tilton ideó el concepto de vitrón. Este investigador propone que los tetraedros elementales de $[\text{SiO}_4]$ se unen formando anillos pentagonales en los que los cinco átomos de silicio en los vértices de unión se encuentran en el mismo plano y formando ángulos de enlace Si-O-Si de aproximadamente 180° . Estos pentágonos se unen a su vez con otros cinco anillos pentagonales. A este agrupamiento Tilton lo llama vitrón, éste se ilustra en la figura 2.6. Cabe mencionar que este tipo de arreglo no puede formar estructura cristalina. Según

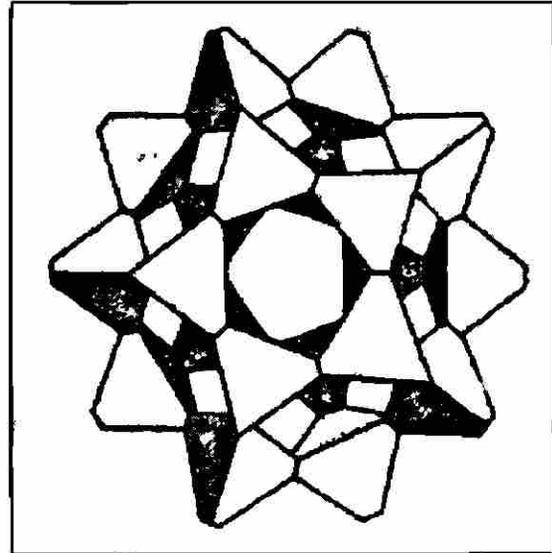


Figura 2.6. Representación de un vitrón según Tilton

los cálculos de Tilton, el tamaño de los huecos que existe entre los vitrones corresponde a los resultados obtenidos por difusión de gases nobles en sílice vítrea.

2.3.3.5- Teoría de la red

Zachariasen y Warren proponen las siguientes condiciones para la formación del vidrio:

1. Un óxido o compuesto tiende a formar vidrio cuando su unidad básica forma poliedros.
2. Dos poliedros cualesquiera no deben tener más de un vértice común.
3. Un anión (O^{2-} , S^{2-} , F^-) no debe ligarse a más de dos átomos centrales de un poliedro. Los aniones de de los vidrios simples forman entonces puentes entre los dos poliedros.
4. El número de esquinas de un poliedro debe ser menos de seis.
5. Al menos tres vertices de un poliedro deben estar ligadas a poliedros adjuntos.

Los cationes se dividen en tres grupos:

1. Formadores de vidrio (Si, B, P, Ge, As, Be, etc) $N_c = 3, 4$
2. Modificadores (Na, K, Ca, Ba, etc) $N_c = 6, 8$
3. Intermedios (Al, Mg, Zn, Pb, Nb, Ta, etc) $N_c = 4, 6$

2.4- Materias primas en la fabricación de vidrio

En el caso de vidrios convencionales, las materias primas se pueden clasificar según su función durante el proceso de fusión en cuatro grupos principales: 1) vitrificantes, 2) fundentes, 3) estabilizantes y 4) componentes secundarios. Los vitrificantes son los formadores del vidrio, éstos son la estructura del sistema. El SiO₂ es el más común y comercialmente más importante. Los fundentes son óxidos que reaccionan con la mezcla a relativamente bajas temperaturas, generalmente se emplean álcalis del grupo I; por ejemplo, sodio, potasio y litio. Los estabilizadores imparten al vidrio la resistencia química. Los más comunes son el CaO, MgO, BaO y PbO. Estos óxidos se agregan hasta un límite más allá del cual se deben agregar otros óxidos como por ejemplo Al₂O₃ y B₂O₃. Los componentes secundarios son aditivos que se agregan con el fin de colorear, decolorar, opacificar, etc. el vidrio, éstos no intervienen en la formación del vidrio. La mezcla para una carga de materia prima para la formación de vidrio consta comúnmente de cuatro a seis ingredientes masivos entre los que se encuentran: arena, caliza, dolomita, carbonato de sodio, bórax, ácido bórico, feldespatos y compuestos de plomo y bario. Además de las materias antes mencionadas, se suele emplear lo que se conoce como ingredientes menores. Para afinación: óxido arsenioso, nitrato de sodio, algunos sulfatos y cloruro de sodio. Como decolorantes se emplean: selenio, óxido de cobalto y dióxido de magnesio. En la tabla 2.1 se indica la composición química típica de algunos vidrios comerciales.

Tabla 2.1 [18]
Composición en % de óxidos de vidrios comerciales

	Vidrio sodocalcico	Vidrio Plomo	Vidrio Borosilicato	Sílica
SiO ₂	70-75	53-68	73-82	96
NaO	12-18	5-10	3-10	-
K ₂ O	0-1	1-10	0.4-1	-
CaO	5-14	0-6	0-1	-
PbO	-	15-40	0-10	-
B ₂ O ₃	-	-	5-20	3-4
Al ₂ O ₃	0.5-3	0-2	2-3	-
MgO	0-4	-	-	-

Tabla 2.2 [19]

% promedio		Mezcla de materias primas	
SiO ₂	72.19	Arena	1000Lb
Al ₂ O ₃	1.81	Soda Ash	363
Fe ₂ O ₃	0.12	Caliza	275
CaO	9.55	Feldespato	129
MgO	1.51	Barita	11
BaO	0.17	Salt Cake	7
Na ₂ O	13.96	Polvo azul	1-14 Oz.
K ₂ O	0.59	Globe #2	4-1/2Oz
SO ₃	0.16	Carbon	2-1/2Oz
Total	100.06	Arsenico	1-1/4Lb
		Total de mezcla	1785Lb
		Total de vidrio (1785*0.85)=	1517Lb de vidrio

Temperatura de transición vítrea (Tg)

Al enfriar rápidamente los vidrios son forzados a pasar de manera reversible del estado líquido (fundido) al estado rígido (congelado sin la aparición de una nueva fase en el sistema). La regla de las fases de Gibbs se expresa mediante la siguiente ecuación:

$$F - C = n + 2 \quad (\text{Ec. 2.2})$$

donde F es el número de fases, C es el número de componentes y n representa los grados de libertad.

Al aparecer una nueva fase en la transición sólido - líquido se disminuye un grado de libertad; por otro lado, para el estado vítreo ocurre una transición del estado rígido al de líquido subenfriado sin variar los grados de libertad. Se puede considerar a la transición vítrea como una pseudo transición de segundo orden.

Durante el enfriamiento lento de una especie fundida ocurre una disminución continua del volumen (segmento ABC figura 2.7).

Cuando el líquido alcanza la temperatura T_F éste se cristaliza, esto se ilustra en la figura 2.7 en el segmento B-C por una marcada contracción. Es entonces que la fase cristalina se encuentra en equilibrio y se sigue contrayendo en menor proporción que el fundido; ya que, posee un coeficiente de dilatación térmica menor.

Si el enfriamiento ocurre con mayor rapidez que la formación de cristales puede ocurrir que disminuya la temperatura hasta una magnitud menor a la T_F sin que se produzca cristalización obteniéndose un líquido subenfriado. La transición de líquido fundido a líquido subenfriado ocurre sin que haya una discontinuidad en la curva (ver figura 2.7 puntos A-B-E). Si aumenta el grado de subenfriamiento sin la aparición de cristales continúa la contracción de la

masa hasta que aparece un codo en la curva de enfriamiento indicado por E en la figura 2.7, éste coincide con un aumento en la viscosidad. Al intervalo de temperatura donde ocurre este cambio se le conoce como intervalo de transformación. Inmediatamente después de este intervalo el cuerpo se contrae de manera constante y la pendiente (EF en la figura 2.7) es prácticamente la misma que para el cristal. El cuerpo resultante no

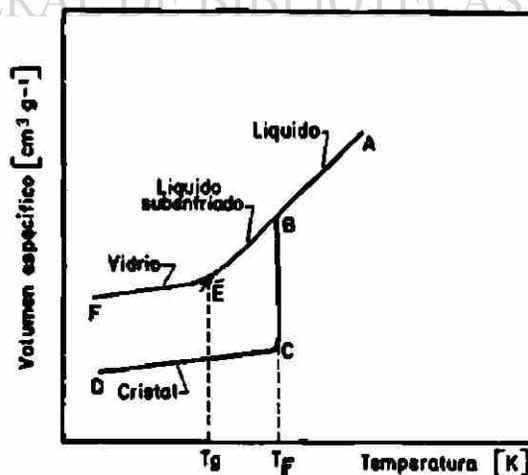


Figura 2.7. Temperatura Vs calor específico. [1]

posee estructura cristalina; sino que, está congelado en condiciones estructurales propias de una temperatura superior. La amplitud del intervalo de transformación depende de la velocidad con la que se llevó a cabo el enfriamiento.

Si bien es correcto hablar de un intervalo de transformación, es costumbre hacer referencia a una sola temperatura. Esta temperatura es conocida como la temperatura de transición vítrea T_g . La T_g se calcula como la intersección de las pendientes en la curva de densidad específica Vs temperatura (figura 2.7), esto también se puede verificar en gráficos con transformaciones de segundo orden como entropía S y entalpía H . Se acostumbra reportar la rapidez de enfriamiento a la cual se mide esta temperatura, la cual se encuentra en el intervalo de 5 a 20 °C/min. Por convención se habla de líquidos viscoelásticos cuando $T > T_g$ (cuerpos deformables) y de vidrios cuando $T < T_g$ (cuerpos rígidos y frágiles).

2.6- Propiedades mecánicas del vidrio

Si bien la dureza y, por lo tanto, la alta resistencia del vidrio al rayado lo emplaza en una condición de ventaja con respecto a otros materiales, su fragilidad y baja resistencia a la fractura es un menoscabo para diferentes aplicaciones de este material.

El vidrio es un material considerado como elástico y sólido Hookeano; es decir, cumple la ley de Hooke. Este científico enunció en 1678 su teoría en forma de un anagrama, tal como era costumbre en esa época: "ceiinossttuv". En latín significa "ut tensio sic vis", que traducido al español es: "como es el esfuerzo es la deformación"[19]. Esto se expresa en la ecuación 6.3, donde σ_{ij} es el esfuerzo de tensión, C_{ijkl} es el tensor de constantes elásticas (*Stiffnes*) y, ϵ_{kl} es la deformación.

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} \quad (\text{Ec. 2.3})$$

Los vidrios por debajo de T_g se comportan como sólidos elásticos ideales y cumplen la ley de Hooke.

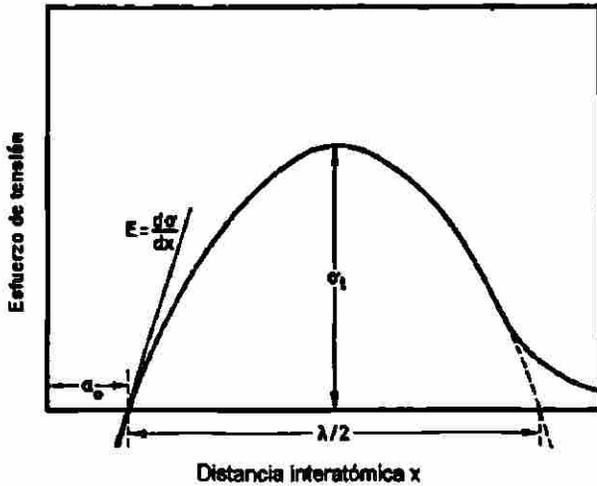


Figura 2.8. Esfuerzo de tensión en función de la separación interatómica. [20]

2.6.1- Resistencia mecánica teórica del vidrio

Sobre un cuerpo pueden actuar dos tipos de fuerzas: fuerzas de cuerpo (*body forces*) y fuerzas superficiales. Un ejemplo de las primeras es el peso, las fuerzas superficiales son producidas por cargas externas. El esfuerzo puede definirse como la resistencia interna del cuerpo a las fuerzas externas. Se puede concluir que la resistencia mecánica de los

materiales es la medida del esfuerzo que estos pueden soportar. Distintos autores se basan en un diagrama de esfuerzo de tensión como función de la distancia interatómica para estimar el valor teórico de la resistencia mecánica del vidrio (ver figura 2.8). Aplicando este modelo a la sílice (Si-O) y ajustando la curva a una función sinusoidal tenemos:

$$\sigma = \sigma_t \text{sen} \frac{2\pi x}{\lambda} \quad (\text{Ec. 2.4})$$

Donde σ_t es el esfuerzo de tensión máximo teórico requerido para producir separación de Si-O, $\lambda/2$ es el intervalo de variación de las fuerzas interatómicas y, a_0 es la distancia de equilibrio entre Si-O. Por otra parte, la tensión en función de la distancia varía de la siguiente manera (Ec. 2.5).

$$\frac{d\sigma}{dx} = \frac{2\pi\sigma_t}{\lambda} \cos \frac{2\pi x}{\lambda} \quad (\text{Ec. 2.5})$$

Cuando la distancia x se aproxima al valor de a_0 , entonces $\cos(2\pi x/\lambda)$ toma un valor muy próximo a 1, por lo tanto:

$$\frac{d\sigma}{dx} = \frac{2\pi}{\lambda} \sigma_t \quad (\text{Ec. 2.6})$$

Por otra parte, el módulo de Young es:

$$E = \frac{\sigma}{X/a_0} \quad (\text{Ec. 2.7})$$

Y considerando su valor constante:

$$\frac{d\sigma}{dx} = \frac{E}{a_0} \quad (\text{Ec. 2.8})$$

Igualando las ecuaciones 2.8 y 2.6 se tiene:

$$\sigma_i = \frac{E\lambda}{2\pi a_0} \quad (\text{Ec. 2.9})$$

Ahora suponiendo que la distancia de equilibrio sea $\lambda/2$ y para un valor de $E=7.2 \times 10^{10}$ N/m², se calcula para la sílice una resistencia teórica de $\sim 2.2 \times 10^{10}$ N/m². Para vidrios sódico-cálcicos se calcula una resistencia teórica de aproximadamente 7000 MPa [20].

2.6.2- Resistencia mecánica real del vidrio

Los valores de resistencia mecánica obtenidos experimentalmente en vidrios se hallan situados muy por debajo del valor teórico calculado[1], teóricamente estos valores son del orden de 7000 MPa, mientras que los valores experimentales se encuentran en el orden de 100 MPa [20]. La primera explicación a la discrepancia entre el valor teórico y los valores obtenidos sobre la resistencia mecánica de los vidrios fue postulada por Griffith en 1920 [3]. La mecánica del medio continuo establece que un material no debe poseer cavidades o huecos [21]; en tal caso, el esfuerzo es único a través de todo el material, de lo contrario, existen concentraciones de esfuerzos localizadas. Griffith propuso que en la superficie del vidrio existe un

conjunto de microgrietas las cuales actúan como concentradores de esfuerzos, esta concentración de esfuerzos es de suficiente magnitud para disminuir considerablemente la resistencia mecánica. Griffith estableció el siguiente criterio para la propagación de una grieta: *Una grieta se propagará cuando el decremento en la energía de deformación elástica es por lo menos igual a la energía requerida para crear una nueva grieta.* Griffith estimó el cambio en la energía que resulta cuando una grieta elíptica (ver figura 2.9) está contenida en una placa de longitud infinita (condición de deformación planar). Griffith calculó el decremento en la energía por unidad de

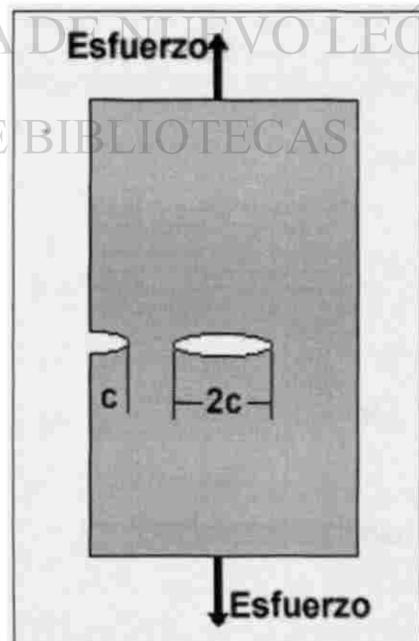


Figura 2.9. Modelo de Griffith de una placa conteniendo una grieta elíptica.

CAPÍTULO 2 RESISTENCIA MECÁNICA DEL VIDRIO

espesor de la placa debido a la presencia de la grieta basado en el al cálculo de distribución de esfuerzos realizado por Inglis [22] y encontró que este es igual a $\pi\sigma^2c^2/E$. El incremento en la energía por unidad de espesor debido a la presencia de dos nuevas superficies es igual a $2cx2\gamma_s$. Por lo tanto, el cambio en la energía potencial de la placa cuando contiene una grieta elíptica está descrito en la siguiente ecuación:

$$U - U_0 = 4c\gamma_s - \frac{\pi\sigma^2c^2}{E} \quad (\text{Ec. 2.10})$$

Donde U es la energía potencial por unidad de espesor cuando la grieta está contenida en la placa, U_0 es la energía potencial por unidad de espesor cuando no hay presencia de grieta en la placa, σ es el esfuerzo aplicado, c es la media longitud de la grieta, E es el módulo de Young y γ_s es la energía superficial. Conforme la grieta se propaga, la energía de deformación decrece pero se forman nuevas superficies. La grieta es estable cuando los componentes de la energía se balancean; de lo contrario, la grieta es inestable, *i.e.*, se propaga. Para obtener la condición de equilibrio se iguala a cero la primera derivada de la energía potencial con respecto a la longitud de la grieta; ya que, la energía potencial U_0 es la energía en ausencia de grieta, entonces la ecuación es la siguiente:

$$\frac{\partial U}{\partial a} = 4\gamma_s - \frac{2\pi\sigma^2c}{E} = 0 \quad (\text{Ec. 2.11})$$

O bien:

$$2\gamma_s = \frac{\pi\sigma^2c}{E} \quad (\text{Ec. 2.12})$$

Reordenando la ecuación 2.12 se tiene:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi c}} \quad (\text{Ec. 2.13})$$

Esfuerzo planar

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a(1-\nu^2)}} \quad (\text{Ec. 2.14})$$

Deformación planar

CAPÍTULO 2 RESISTENCIA MECÁNICA DEL VIDRIO

Las ecuación 2.13 y 2.14 sirven para calcular el esfuerzo tensil necesario σ_0 para propagar una grieta con morfología elíptica de longitud $2c$ en condiciones de esfuerzo planar y deformación planar respectivamente. ν es la razón de Poisson.

2.6.2.1- Fragilidad del vidrio

J. Sehgal *et al* [23] propusieron en 1995 un nuevo método para estimar la fragilidad del vidrio, este método se basa en un ensayo de microdureza. En la figura 2.10 a) se aprecia una micrografía característica de la huella de un indentador piramidal y las microgrietas generadas en el vidrio a causa de su fragilidad. Este método emplea parámetros como la longitud media de la grieta y la longitud media de la diagonal de la huella del indentador, ver figura 2.10 b).

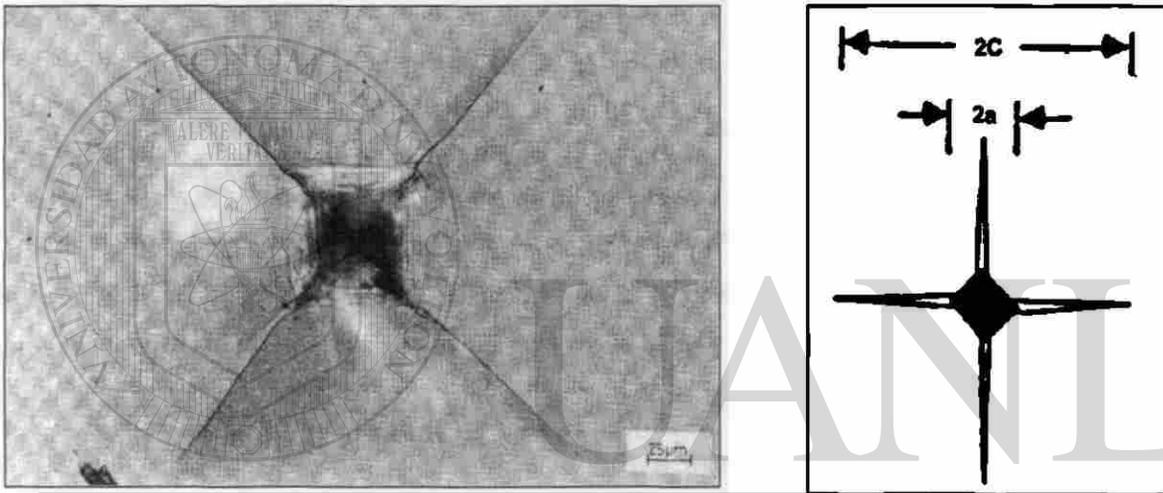


Figura 2.10 a). Micrografía característica de un ensayo de microdureza realizado en vidrio sódico-cálcico. b) Esquema de los parámetros medidos en el análisis de fragilidad [20]

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

En 1998, Sehgal [24], replanteo su método y propuso una ecuación para medir el "índice de fragilidad" (Ec. 2.15)

$$B = \gamma P^{-1/4} \left[\frac{C}{a} \right]^{3/2} \quad (\text{Ec. 2.15})$$

Donde B es índice de fragilidad en $\mu\text{m}^{-1/2}$, P es la carga aplicada en N , γ es una función del módulo de Young y la dureza Vickers: $\gamma = 31.3 \times 10^{-3} H^{3/4} / E^{1/2}$. La tabla 2.3 muestra el valores característicos de estos parámetros para vidrios sódico-cálcicos según Sehgal.

Tabla 2.3 [24]
Propiedades de vidrios del sistema Na₂O-CaO-SiO₂

Composición (%)			Propiedades		
Na ₂ O	CaO	SiO ₂	Dureza (GPa)	Módulo de Young (Gpa)	Índice de fragilidad B (μm ^{-1/2})
15	5	80	0.9	67	5.8
10	10	80	0.92	72	6.1
20	5	75	0.83	65	6.1
15	10	75	0.88	72	6.5
10	15	75	0.88	75	6.7
20	10	70	0.80	69	7.0

2.6.3- Métodos para mejorar la resistencia mecánica del vidrio

Estos métodos se clasifican en dos categorías generales: métodos superficiales y métodos volumétricos (*bulk methods*). Los métodos superficiales incrementan la resistencia mecánica del vidrio; mientras que, los métodos volumétricos incrementan la resistencia mecánica, la tenacidad y son empleados para evitar la falla catastrófica del vidrio. En este trabajo se emplea un método superficial conocido como templado químico, en las siguientes secciones se hace una breve revisión de los métodos superficiales haciendo especial énfasis en el templado químico o intercambio iónico.

2.6.3.1- Métodos superficiales

La fractura de los materiales frágiles inicia invariablemente en la superficie debido a la presencia de defectos (§ 2.6.2); por lo tanto, es posible mejorar la resistencia mecánica del vidrio removiendo o minimizando estos defectos o, situando a la superficie en un estado de compresión.

2.6.3.1.1- Ataque químico y pulido con flama

El método de ataque químico consiste en remover defectos superficiales mediante un ataque químico. En el caso de los vidrios sódico-cálcicos se suele emplear una solución de HF, se puede emplear otro ácido como H₂SO₄ para remover el agua formada por la reacción de ácido fluorhídrico con el vidrio.

CAPÍTULO 2 RESISTENCIA MECÁNICA DEL VIDRIO

Mediante pulido con flama se remueven los defectos superficiales calentando ligeramente la superficie. El incremento en resistencia obtenido por este método es transitorio debido a que el manejo de las piezas genera nuevos defectos.

2.6.3.2- Templado físico

Estos métodos consisten en formar una superficie sometida a esfuerzos de compresión. El esfuerzo tensil que causa la propagación de la microgrieta debe exceder el esfuerzo de compresión en la superficie, mientras esto no ocurra, la grieta no se puede propagar, gracias a esto se obtiene el incremento en la resistencia mecánica. Para impartir una resistencia óptima, la profundidad de la superficie a compresión debe ser mayor que el tamaño promedio de las microgrietas, *i.e.*, mayor a $50\mu\text{m}$.

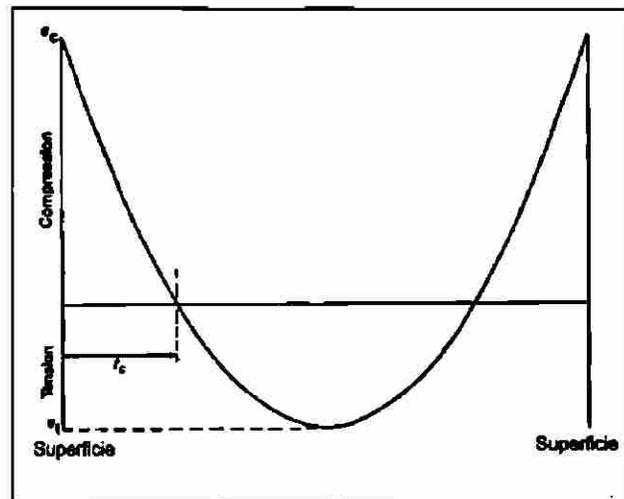


Figura 2.11. Distribución de esfuerzos obtenida mediante templado físico. [20]

El templado físico consiste en enfriar rápidamente la superficie del vidrio (desde una temperatura superior a T_g) hasta una temperatura menor a T_g . Esto se logra mediante aire frío comprimido. Una vez que la superficie se ha enfriado hasta una temperatura menor a T_g , ésta se comporta como un sólido rígido Hookeano; mientras que, el interior del cuerpo es una masa viscoelástica y, por lo tanto, se contrae generando un estado de esfuerzos aproximadamente parabólico (ver 2.11). El esfuerzo de compresión en la superficie es aproximadamente el doble del esfuerzo tensil en el interior. La principal limitante de este método es la geometría de las piezas a ser tratadas, estas deben poseer una forma relativamente sencilla, además de un espesor mayor a 2 mm.

2.6.3.3- Templado químico

El templado químico posee gran ventaja con respecto al templado físico; esto es, cualquier geometría puede ser empleada, además se pueden tratar secciones de espesores menores a 2mm, esto es debido a que el templado químico no emplea

gradientes de temperatura. El tratamiento térmico en el templado químico se lleva a cabo a temperaturas menores a T_g ; por lo tanto, los problemas relacionados con la deformación del cuerpo no se manifiestan en este proceso. El intercambio iónico consiste en sustituir en la superficie iones de radio iónico r_1 por iones de radio r_2 siendo $r_2 > r_1$. Este intercambio iónico tiende a expandir la estructura del vidrio, esta expansión se encuentra limitada por el interior del vidrio, consecuentemente, la superficie del vidrio se encuentra en un estado de compresión. El gradiente de esfuerzos típico de este tratamiento se muestra en la figura 2.12. En 1962 Kristler empleó este método en vidrios sódico-cálcicos tratados con nitrato de potasio [20]. El objetivo en este caso es cambiar iones Na^+ ($r=0.095$ nm) por iones de K^+ ($r=0.133$ nm). Ya que el intercambio iónico es un proceso de difusión de masa; esto es, es un proceso dependiente del tiempo y la temperatura, el tiempo requerido para lograr un espesor de superficie comprimida determinado está limitado por la temperatura. Si el intercambio iónico se lleva a cabo a temperaturas cercanas a T_g , los esfuerzos generados se relajan rápidamente o eliminados por el flujo viscoso del vidrio.

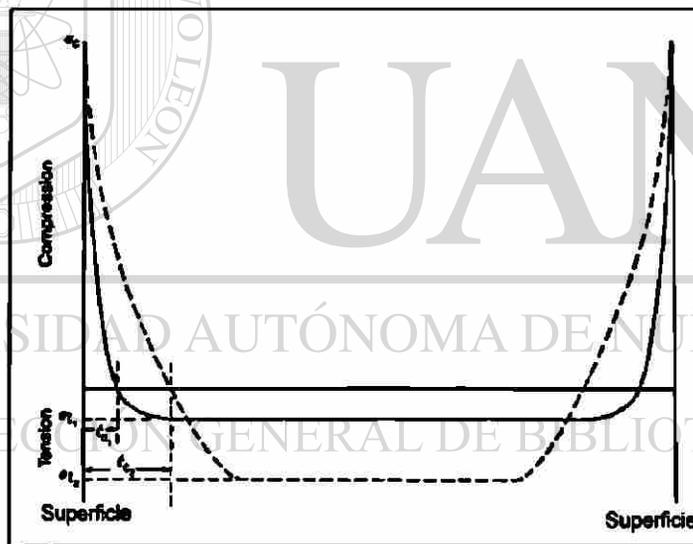


Figura 2.12. Distribución de esfuerzos obtenida mediante templado químico.[20]

CAPÍTULO 3

LA FRACTURA DEL VIDRIO

3.1.- Introducción

El estudio de la fractura es muy vasto e involucra diferentes disciplinas. Dependiendo de la escala a la cual se estudia la fractura, algunas de las diversas disciplinas involucradas son: ciencia de materiales, mecánica del medio continuo, física del estado sólido, física estadística, física de la materia condensada, teoría de elasticidad, dinámica no lineal, geometría fractal, fractografía y topometría entre otras. En este capítulo se introducen conceptos clásicos como fractografía y mecánica de fractura linealmente elástica. Además se presenta un panorama del estado actual referente al estudio de propagación de grietas, introduciendo conceptos tales como el exponente de rugosidad (ζ) y longitud de correlación (ξ), estos conceptos permiten comprender mejor los objetivos e hipótesis planteados y defendidos en esta investigación.

3.2.- Definición de fractura

Se llama fractura a la separación o fragmentación de un cuerpo en dos o más partes bajo la acción de esfuerzos [25], esto mediante la creación de nuevas superficies, las superficies de fractura.

3.3.- Fractografía

Si bien la primera descripción escrita de una fractura data de 1540 en la aclamada obra *De la Pirotecnia* del italiano Vannoccio Biringuccio [5], no fue sino hasta 1944 que Carl A. Zapffe acuñó el término fractografía [26] (*lat. fractus* fractura y *gr. grafo*, descripción), la fractografía es la examinación microscópica y mesoscópica de la superficie de fractura con el objeto de elucidar cualitativamente el posible origen de la misma. Si bien la mayor parte de los estudios que emplean fractografía son meramente descriptivos, no se debe desestimar la información obtenida mediante esta técnica. La fractografía puede usarse para coleccionar información relacionada con el proceso de fractura, por ejemplo: orígenes de la fractura, determinación de la dirección de propagación, secuencia de la propagación de las grietas, el estado de esfuerzos al momento de la falla (tensión, torsión, etc.), interacción del frente de propagación con

diferentes heterogeneidades como inclusiones y granos, etc. Debido a estas razones, la fractografía es una potente herramienta empleada por los peritos en análisis de fallas.

Cabe mencionar que la fractografía se apoya en diversas técnicas, es decir, las observaciones pueden ser realizadas a simple vista, con lupa, estereoscopio, microscopio óptico, microscopio electrónico de barrido (MEB) y de transmisión (MET). En este trabajo se empleó la técnica de MEB para realizar el estudio fractográfico.

3.4.- Marcas de fractura

En los materiales cristalinos dúctiles y que poseen microestructura claramente definida se presentan diferentes tipos de fractura, e.g.; intergranular, transgranular, dúctil, frágil por clivaje, etc, los cuales dependen a su vez del tipo de propagación de grieta. Los materiales vítreos o amorfos y frágiles tales como los vidrios inorgánicos y los cerámicos fallan por tensión (§ 2.6.2) Las superficies de fractura de estos materiales muestran una ausencia de deformación plástica aparente, esto demuestra cualitativamente que la única manera en la que estos materiales liberan los esfuerzos de tensión es mediante la fractura.

3.4.1 Zonas especular, difusa y fibrosa

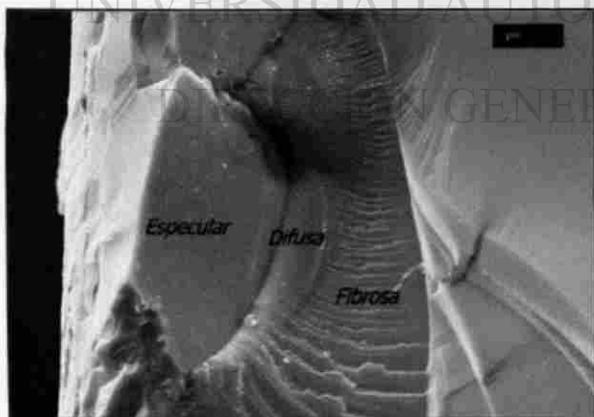


Figura 3.1. Fractura característica de los materiales frágiles.

Los materiales frágiles como el vidrio presentan una de las superficies de fractura más características. En la figura 3.1 se muestra una micrografía característica de esta superficie. La superficie cercana al origen es muy lisa y refleja la luz visible como un espejo, esto se debe a que el tamaño característico de las particularidades geométricas en esta superficie es menor

a la longitud de onda de la luz, por lo tanto esta región es conocida como especular (espejo). Conforme la velocidad de propagación se acerca a la máxima permitida por el material el frente de propagación único se separa en pequeños frentes de propagación a escala microscópica, este efecto se observa en la superficie en una zona que da una

aparición difusa [27]. El rompimiento microscópico del frente de propagación de grieta permite una mayor disipación de la energía elástica almacenada en el material, esto se debe a que se genera una mayor área superficial. Cuando la velocidad del frente de propagación de grieta alcanza el valor máximo, se genera en la superficie una ramificación del frente de propagación de grieta. Esta zona de la fractura presenta una apariencia de fibras, debido a esto se le conoce como zona fibrosa.

3.5.- Mecánica de fractura

3.5.1.- Introducción

Como se definió anteriormente, la fractura es la separación o fragmentación de un cuerpo en dos o más partes bajo la acción de esfuerzos, a esto cabe agregar que el proceso ocurre mediante la creación de nuevas superficies. Las principales causas de la fractura son: lenta aplicación de cargas externas, rápida aplicación de cargas externas (impacto), cargas cíclicas (fatiga) y deformación dependiente del tiempo (termofluencia). El proceso de fractura ocurre en tres pasos básicos: acumulación de daño, nucleación de grietas y por último la propagación de las mismas hasta que ocurre la falla. Por otra parte, el proceso de fractura y la morfología característica de las superficies de fractura están íntimamente relacionados a la composición química del material, las características propias de sus unidades constitutivas y el tipo de enlaces entre las mismas, así como su estructura cristalina o amorfa y la morfología de su microestructura. Adicionalmente, la velocidad de propagación de las grietas así como la temperatura y el modo de carga son factores importantes. En el presente trabajo se considera al vidrio un material amorfo isotrópico e idealmente elástico, además de lo anterior cabe mencionar que el material empleado en esta investigación no presenta microestructura.

3.5.2.- Modos de aplicación de cargas

Los modos de aplicación de cargas indican la forma en que una carga actúa sobre una grieta para causar la propagación de ésta, estos modos son básicamente tres. El modo I (ver fig, 3.2 a) o de apertura es aquel donde una fuerza causa un esfuerzo de tensión que actúa en dirección normal a las superficies de la grieta. En el modo II (fig. 3.2 b) o modo de corte, una fuerza causa un esfuerzo de corte que actúa en dirección paralela al borde

de la grieta. Por último se encuentra el modo III o de corte paralelo (ver fig 3.2 c), se refiere al esfuerzo de corte aplicado en dirección paralela al borde de la grieta.

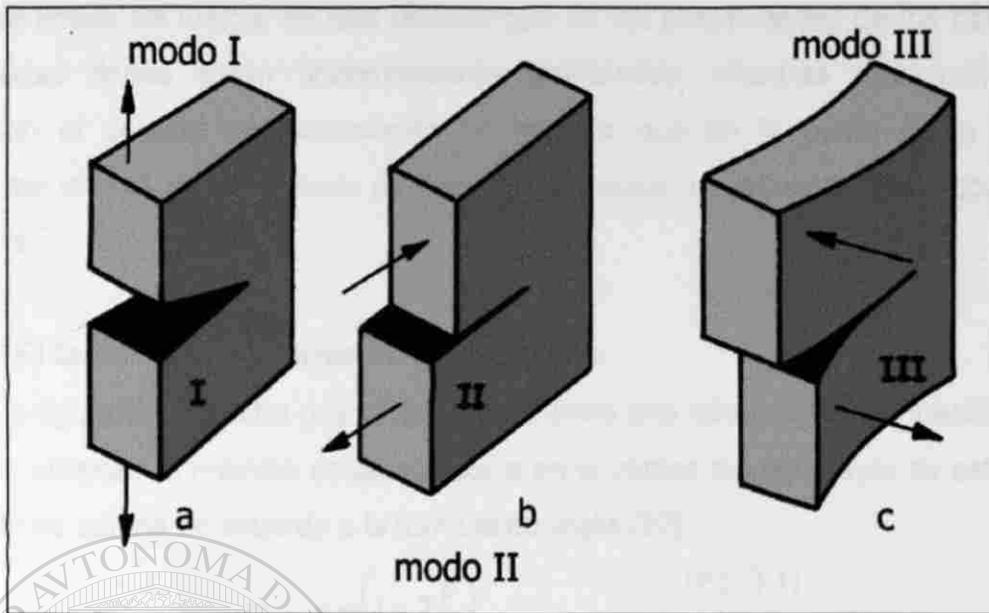


Figura 3.2. Los tres modos de aplicación de carga.

3.5.3.- Concentración de esfuerzos

En la sección anterior se mencionaron los tres tipos básicos de aplicación de carga que causan la propagación de las grietas. Cabe mencionar aquí que el vidrio falla en el modo I; es decir, el requisito fundamental para que se propague una grieta y ocurra la falla es que el esfuerzo de tensión en la punta de la grieta -que es donde existe unión del material- exceda las fuerzas cohesivas del material. Ya que es imposible medir los esfuerzos de tensión en la punta de la grieta, existe un criterio equivalente para estimar este valor (§ 2.6.2).

3.5.3.1.- Amplificador de esfuerzos

Griffith [22] propuso que en la superficie libre del vidrio existen microgrietas las cuales actúan como concentradores o amplificadores de esfuerzos reduciendo la resistencia mecánica del vidrio, por lo tanto, es importante conocer la distribución y magnitud de estos esfuerzos en la vecindad de estos defectos.

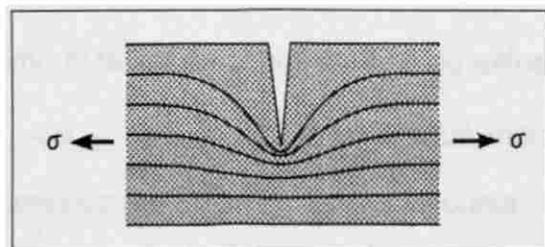


Fig. 3.3. Distribución de las líneas de fuerza en un elemento sometido a tensión (ver texto)

Considérese una lámina que posee una grieta como la mostrada en la figura 3.3. Ahora, suponiendo que la fuerza externa aplicada se transmite de lado a lado de la placa por medio de líneas de fuerza, es fácil deducir que en las proximidades de los bordes de la placa estas líneas están uniformemente distribuidas; mientras que, conforme se aproximan al defecto se distorsionan de manera que en la punta de la grieta se encuentran lo más cercanamente posible, lo cual causa una concentración localizada de esfuerzos.

3.5.3.2.- El factor de concentración de esfuerzos

La figura 3.4 muestra una placa que contiene una cavidad elíptica y está sometida a tensión uniaxial. El máximo esfuerzo ocurre en el vértice del eje mayor de esta cavidad y su valor se estima de acuerdo a la fórmula de Inglis [22].

$$\sigma_{max} = \sigma \left(1 + 2 \frac{a}{b} \right) \quad (\text{Ec. 3.1})$$

Donde $2a$ y $2b$ son el mayor y menor ejes de la elipse respectivamente y σ el esfuerzo de tensión en toda la placa (ver figura 3.4). Cabe mencionar que la obtención de la ecuación 3.1 no es tarea fácil, implica la solución de una ecuación biarmónica, la elección de una adecuada función de Airy para esfuerzos y variables complejas, la solución puede ser encontrada en la referencia [28].

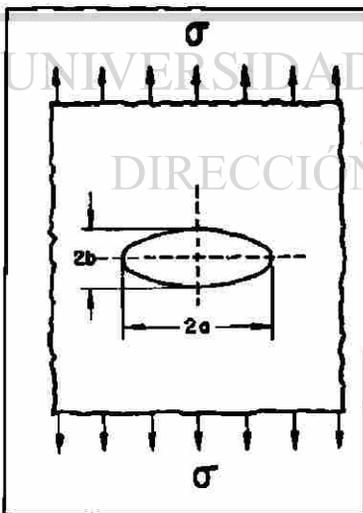


Fig. 3.4. Modelo de Griffith de una cavidad

En el caso de una elipse extremadamente alargada con radio de curvatura $\rho = b^2/a$ y para $\rho \ll a$ la ecuación 3.1 se reescribe como:

$$\sigma_{max} = \sigma \left(1 + 2 \sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (\text{Ec. 3.2})$$

Conforme $\rho \rightarrow 0$, $\sigma_{max} \rightarrow \infty$. Se define el término $2\sqrt{a/\rho}$ como el factor de concentración de esfuerzos K_t (i.e., $K_t = \sigma_{max}/\sigma$), K_t es un factor que indica el efecto geométrico de la grieta sobre la punta de la misma y depende de la forma y del tamaño de la grieta.

3.5.4.- Mecánica de fractura linealmente elástica (MFLE)

Cuando un material posee poca ductilidad, es decir, su capacidad de deformación plástica aparente es despreciable, ocurre que en éste las grietas se propagan de manera súbita con una ínfima deformación plástica del material a escala microscópica. En términos prácticos se define a la fragilidad como la inestabilidad del material bajo la aplicación de un esfuerzo que generalmente es menor al esfuerzo de cedencia [25]. La MFLE es una reciente herramienta que permite cuantificar la resistencia del material a la propagación de grietas.

3.5.4.1.- Hipótesis de MFLE y tenacidad a la fractura

La MFLE considera que la principal característica de un material frente al problema de la resistencia a la fractura es la tenacidad. Bajo ciertas circunstancias la propagación de una grieta es independiente del tamaño de la pieza y el factor de intensidad de esfuerzos K es el parámetro que puede ser empleado para estimar la tenacidad de un material, ésta se define como la energía que absorbe un material antes de fracturarse. La MFLE admite la existencia de estos defectos en los elementos estructurales y plantea la siguiente pregunta: Dado un cierto esfuerzo ¿cuál es el tamaño crítico de la falla (grieta) que el material puede tolerar sin que se fracture?

En la MFLE se asume que:

- 1.- Las grietas son defectos inherentes al material.
- 2.- Una grieta es una superficie libre o interna y plana presente en un campo de esfuerzos elástico.

En base a lo anterior, se calcula el esfuerzo en la punta como:

$$\sigma_{r,\theta} = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} f(\theta) \quad (\text{Ec. 3.3})$$

Donde r y θ son coordenadas polares, K es una constante llamada factor de concentración de esfuerzos o más propiamente factor de intensidad de esfuerzos (FIE) [28].

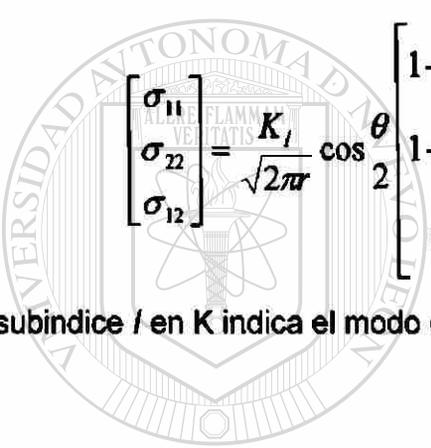
3.- La propagación de una fractura se predice en términos del esfuerzo tensil aplicado actuando en la punta de la grieta [29]. El estado de esfuerzos en la punta se caracteriza por el valor de K . Mediante teoría de elasticidad [30] se demuestra que

$K = \alpha\sigma\sqrt{\pi a}$, donde σ es el esfuerzo aplicado, a es $\frac{1}{2}$ de la longitud de la grieta y α es una constante que depende de la geometría del espécimen y el modo de carga, cuando se alcanza un valor crítico de K denotado por K_C ocurre la fractura del material, K_C se conoce como tenacidad a la fractura.

3.5.4.2.- Campo de esfuerzos en la vecindad de la punta de la grieta (materiales isotrópicos)

Para el caso bidimensional y el modo de carga I se presenta el siguiente estado de esfuerzos en la punta de la grieta:

$$\sigma_{13} = \sigma_{23} = 0, \sigma_{33} = 0 \text{ [esfuerzo planar]}, \sigma_{33} = \nu(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \text{ [deformación planar]}$$



$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{12} \end{bmatrix} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \begin{bmatrix} 1 - \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \\ 1 + \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \\ \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \end{bmatrix} \quad (\text{Ec. 3.4})$$

El subíndice I en K indica el modo de carga [28].

3.5.4.3.- Esfuerzos en la vecindad de la punta de la grieta

Para una placa infinita (esfuerzo planar), homogénea y elástica que contiene una grieta elíptica de longitud $2a$ (ver figura 3.5) y sujeta al modo de carga I, el esfuerzo en un punto (r, θ) cercano a la punta de la grieta ($r \ll a$) se encuentra descrito por la ecuación 3.4. Ignorando el subíndice de K , los componentes del esfuerzo en forma expandida están descritos por las ecuaciones 3.5.

$$\begin{aligned} \sigma_{11} &= \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_{22} &= \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \cos \theta \left(1 + \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right) \\ \sigma_{12} &= \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \cos \frac{\theta}{2} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2} \end{aligned} \quad (\text{Ec. 3.5})$$

$$\sigma_{33} = 0 \text{ (esfuerzo planar),}$$

$$\sigma_{33} = \nu(\sigma_{11} + \sigma_{22}) \text{ (deformación planar)}$$

Por último cabe recalcar el hecho de que la fractura en el vidrio ocurre debido a la propagación de las microgrietas presentes en la superficie, a su vez, éstas se propagan debido a esfuerzos tensiles, por lo tanto, el campo de esfuerzos en la punta de estos defectos se describe mediante las ecuaciones 3.5.

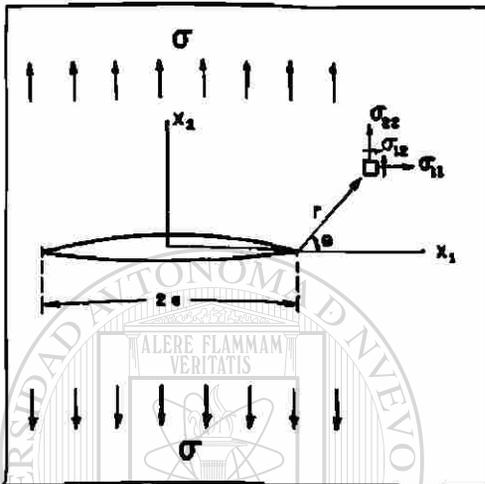


Fig. 3.5. Placa infinita, homogénea y elástica que contiene una grieta elíptica de longitud $2a$ sujeta a esfuerzo tensil

3.6.- Autoafinidad y superficies de fractura

3.6.1.-Introducción

Lewis Fry Richardson fue el primer científico en darse a la tarea en cuantificar un hecho ya conocido: *la longitud de una línea costera depende del tamaño de la regla para medirla* [31]. El polaco Benoit Mandelbrot llamó la atención a este hecho, proponiendo que las líneas costeras son superposiciones de objetos más pequeños similares a la costa entera, es decir, la costa es una curva

estadísticamente autosimilar y se caracteriza por un parámetro D con propiedades de dimensión [6], con este trabajo Mandelbrot sentó las bases de lo que el mismo llamaría más tarde geometría fractal [32], además demostró que el viejo concepto de figura aleatoria de dimensión fraccional posee aplicación práctica. La palabra fractal proviene del latín *fractus*, su correspondiente verbo *frangere* significa romper, por lo tanto fractal transmite la idea de un objeto irregular.

3.6.2.- Geometría fractal y geometría euclidiana

La geometría euclidiana es la herramienta matemática tradicional que se emplea para describir objetos creados por el hombre, *i.e.*, esferas, conos, octaedros, tetraedros, etc. [33], sin embargo, esta geometría no faculta describir objetos creados por la naturaleza, *e.g.*, nubes, ríos, líneas costeras, microestructuras, etc. [34]. La geometría fractal es la rama de las matemáticas que permite describir y estudiar morfologías antes vedadas al escrutinio científico [35]. En voz matemática, la geometría fractal describe y analiza subconjuntos de espacios métricos llamados fractales, éstos poseen cierto grado de

similitud y una dimensión generalmente fraccionaria [36]. Esta geometría ha encontrado diversas aplicaciones en disciplinas como cinematografía [37], comunicaciones, música, ecología, fisiología, economía [36], etc. En ciencia de materiales se ha aplicado a la descripción de características microestructurales [38], transformaciones de fases [39], crecimiento de cristales [40,41], etc.

3.6.2.1.- Características de los fractales

Para ilustrar las características de los fractales y su dimensión analizaremos la curva de Von Koch. A principios del siglo pasado (1904) el matemático sueco Helge von Koch dio a conocer este objeto [42] (ver figura 3.6 b). La construcción de esta curva inicia con una línea recta (*iniciador*), la cual es dividida en tres partes iguales. El tercio medio de la curva es retirado y sustituido por un triángulo equilátero sin su base (*generador*). Este procedimiento se repite de manera iterativa hasta el infinito (ver figura 3.6 a). Esta curva ilustra cualitativamente la manera en que los fractales semejan las formas de los objetos naturales, la figura 3.7 se construye al unir tres curvas de von Koch y es conocida como copo de nieve.

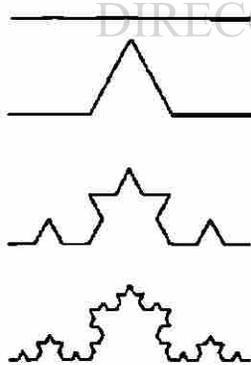


Fig 3.6 a) Proceso de iteración para formar la curva de von Koch

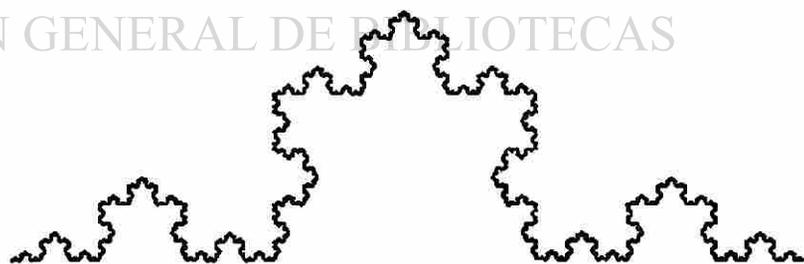


Figura 3.6 b) Curva de von Koch

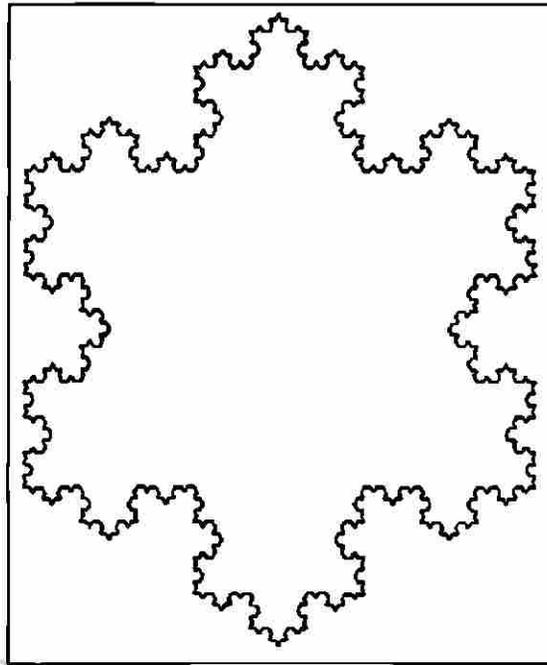


Fig. 3.7. Copo de nieve

3.6.2.2.- La longitud de la curva de von Koch

En cada iteración la curva de von Koch incrementa su longitud. Si la longitud del iniciador es unitaria, entonces se puede expresar la longitud L para cada iteración k como sigue:

$$L = (4/3)^k \quad (\text{Ec. 3.6})$$

Ahora, si $k \rightarrow \infty$, entonces $L = \infty$. En términos matemáticos, las curvas que poseen longitud finita son rectificables, de manera que la curva de von Koch al igual que otros fractales [32] y objetos como las líneas costeras [31] es: no rectificable.

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

3.6.2.3.- La dimensión de la curva de von Koch [42]

Un ejemplo clásico de la dimensión topológica (D_t) uno es la línea recta. Este objeto posee propiedades de autosimilitud, es decir que puede ser dividida en N partes reducidas por un factor $r=1/N$. Un cuadrado ($D_t=2$) puede ser dividido en N partes iguales mediante un factor $r=(1/N)^2$, por último, un cubo ($D_t=3$) puede ser dividido en N partes por un factor $r=(1/N)^3$. De este modo, para un objeto autosimilar, es decir, para un objeto cuyas N partes son una copia a escala del mismo reducidas por un factor r , se deduce que:

$$Nr^D = 1 \quad (\text{Ec. 3.7})$$

A partir de la ecuación 3.7 se puede definir la dimensión de autosimilitud como:

$$D = \frac{\log N}{\log\left(\frac{1}{r}\right)} \quad (\text{Ec. 3.8})$$

De esta manera se puede calcular la dimensión para la curva de von Koch: $D = (\log 4 / \log 3) = 1.2618\dots$, esta dimensión es fraccionaria y mayor que la dimensión topológica uno tradicionalmente empleada para describir líneas. La dimensión fractal es una medida que indica la eficiencia con la que un objeto llena el espacio en el cual está confinado y es de gran importancia en muchos procesos, por ejemplo, la eficiencia de un catalizador depende a su vez de la eficiencia con que éste llena el espacio sobre el medio en el cual está contenido [35]. La tabla 3.1 resume las principales diferencias entre las geometrías euclidiana y fractal.

Es importante distinguir entre conjunto fractal (fractal autosimilar) y un objeto fractal natural (fractal autoafin), un conjunto fractal es un ente matemático el cual es descrito mediante diferentes métodos matemáticos [32] y su principal característica es que es un objeto estrictamente autosimilar. En la naturaleza no existen fractales autosimilares, así como tampoco existen objetos euclidianos, es decir, las nubes no son esferas, las montañas no son triángulos y los granos presentes en las microestructuras no son tetracaidecaedros como tradicionalmente se describen [35,38]. Los objetos naturales son estadísticamente autosimilares, esto es, son autoafines. Para ilustrar mejor lo anterior se definen a continuación los conceptos de autosimilitud y autoafinidad.

Tabla 3.1, principales diferencias entre geometría euclidiana y fractal

Geometría	
Euclidiana	Fractal
*>2000 años	*~30 años de antigüedad
*Dimensiones enteras	*Dimensiones fraccionarias
*Adecuada para describir objetos hechos por el hombre	*Adecuada para describir objetos creados por la naturaleza
*Emplea fórmulas en su descripción	*Emplea algoritmos en su descripción
*Curvas rectificables	*Curvas no rectificables

3.6.3.- Definición

Actualmente no existe una definición plenamente satisfactoria de un fractal. B. Mandelbrot propone las siguientes definiciones:

- Un fractal por definición es un conjunto para el cual la dimensión de Hausdorff-Besicovitch es estrictamente mayor que la dimensión fractal.

- Un fractal es un objeto formado de partes similares al objeto total.

La primera definición excluye algunos objetos considerados como fractales, por ejemplo la línea recta. La segunda definición enfatiza principalmente la propiedad de autosimilitud.

3.6.4.- Dimensión de Hausdorff-Besicovitch [36]

¿Cómo medimos el tamaño de un conjunto en el espacio? Una simple manera es dividir el conjunto en subconjuntos de lado δ . Una curva puede ser medida contando el número de segmentos $N(\delta)$ de longitud δ necesarios para cubrir la curva (ver figura 3.8). Para una superficie se obtiene su tamaño contando el número de cuadros $N(\delta)$ de área δ^2 . Similarmente un volumen puede ser medido contando el número de cubos $N(\delta)$ de volumen δ^3 necesarios para cubrir el objeto en su totalidad.

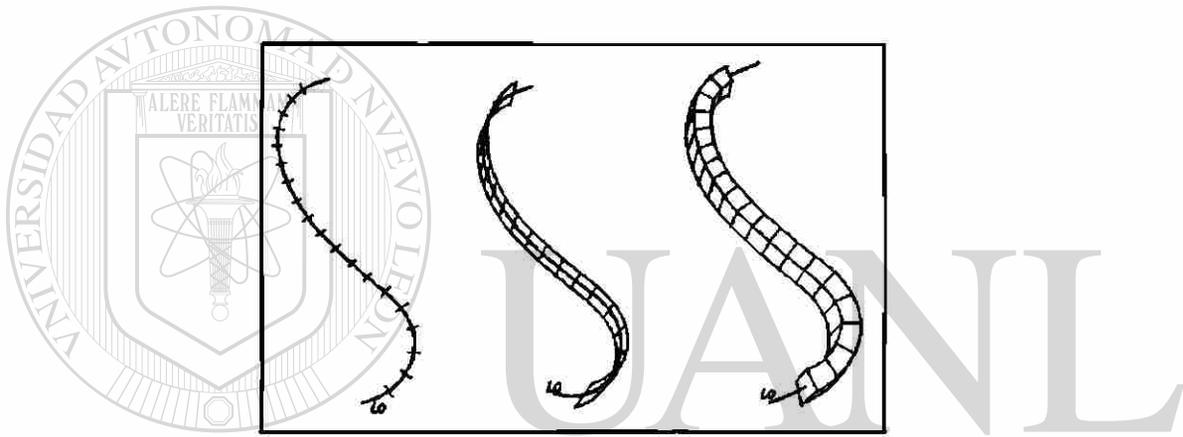


Fig. 3.8. Medición del tamaño de conjuntos: longitud, área y volumen.

Nótese que el exponente de δ es un parámetro que le da coherencia a la medición, esto se ilustra como sigue:

Para una curva
$$L = N(\delta)\delta \xrightarrow{\delta \rightarrow 0} L_0 \delta^0 \tag{Ec. 3.9}$$

Donde L_0 es la longitud de la curva ilustrada en la figura 3.8, en este caso $L=L_0$.

Para una superficie
$$A = N(\delta)\delta^2 \xrightarrow{\delta \rightarrow 0} L_0 \delta^1 \tag{Ec. 3.10}$$

Similarmente para un volumen:

$$V = N(\delta)\delta^3 \xrightarrow{\delta \rightarrow 0} L_0 \delta^2 \tag{Ec. 3.11}$$

La ecuación 3.9 es la única que expresa una coherencia en cuanto a medición, mientras que ¿cuántos segmentos de longitud δ^1 son necesarios para cubrir una superficie?, y ¿Cuántos cuadros de lado δ^2 son necesarios para cubrir el volumen? La dimensión de Hausdorff-Besicovitch, D_H , es el parámetro adecuado para realizar una medición,

extendiendo el concepto de medida, la D_H es la dimensión crítica para la cual la medida M_d de un conjunto cambia de cero a infinito y se expresa como sigue:

$$M_d = \sum \gamma(d) \delta^d = \gamma(d) N(\delta) \delta^d \xrightarrow{\delta \rightarrow 0} \begin{cases} 0, & d > D_H \\ \infty, & d < D_H \end{cases} \quad (\text{Ec. 3.12})$$

Donde $\gamma(d)$ es un factor geométrico, para cuadrados y cubos $\gamma(d)=1$, para círculos $\gamma(d)=\pi/4$ y para esferas $\gamma(d)=\pi/6$, d es la dimensión de los segmentos que cubren el objeto en cuestión. La ecuación 3.12 indica que se requiere un número infinito de segmentos de longitud δ^d para cubrir una superficie y un número infinito de cuadrados de área δ^2 para cubrir un volumen.

3.6.5.- Autosimilitud

La curva de von Koch es un ejemplo clásico de un fractal autosimilar, al amplificar un segmento de ésta observaremos siempre una copia a escala de la misma. Esta es la propiedad de autosimilitud y escalamiento en un sentido estricto, en el caso de los fractales autosimilares esta propiedad se encuentra inherente en el algoritmo de su construcción y, por lo tanto, los hace no diferenciables. En lenguaje matemático; los fractales autosimilares presentan una invariancia con respecto a una traslación y una dilatación global, es decir, al transformar un conjunto de puntos $X=(X_1, \dots, X_S)$ en el espacio S dimensional a un nuevo conjunto de puntos $X'=(rX_1, \dots, rX_S)$ con el mismo valor de escalamiento r para cada coordenada, se obtiene como resultado una imagen similar al conjunto entero, por lo tanto, la isotropía es una propiedad inherente en estos objetos.

3.6.6.- Objetos autoafines

Como se mencionó anteriormente, los fractales al igual que los objetos euclidianos no existen como tales en la naturaleza. Los objetos naturales presentan un escalamiento anisotrópico, *i.e.*, éste es desigual con respecto a la dirección, además es importante resaltar que no son invariantes con respecto a una dilatación global, a su vez, son estadísticamente invariantes, para un punto de un fractal autoafin (tomando la descripción de un objeto o fenómeno e incluyendo la dimensión del tiempo) la ley de transformación para éste es la siguiente: $X=(X_1, \dots, X_S, t) \rightarrow X'=(bX_1, bX_2, \dots, b^S X_S, t)$ donde b es cualquier

número real y ζ lo llamaremos por el momento el exponente de Hurst, en honor a Hurst y sus trabajos pioneros en series de tiempo al estudiar el lago Albert [36]. En esta ley de transformación se ilustra la anisotropía inherente en los fractales autoafines.

El movimiento fraccional Browniano (mfB) es un ejemplo útil para ilustrar la autoafinidad. El botánico escocés Robert Brown [43] en 1828 describió el movimiento accidentado (zigzag) de una solución de polen (*Listeria monocytogenes*) en agua (ver figura 3.9), las observaciones de Brown concluyen que el movimiento de las partículas de polen es independiente del tiempo, mientras que la posición de éstas sí es función del tiempo [43]. En 1905 A. Einstein concluyó que este movimiento es independiente del tamaño de partícula. Al trazar la posición de la partícula [36] $X(t)$ como función del tiempo (t) se obtiene un

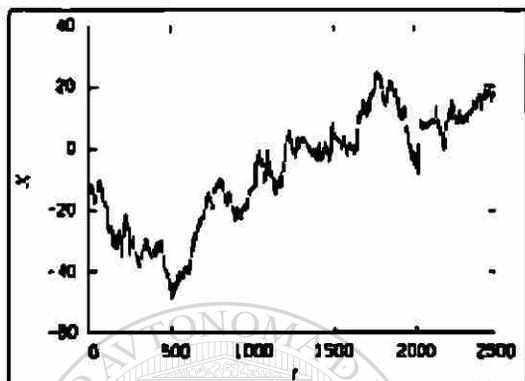


Fig. 3.10. Gráfico característico de un registro del movimiento Browniano [49]

gráfico conocido como registro del movimiento Browniano (ver figura 3.10). La ecuación 3.13 expresa una ley de potencia que relaciona estas dos cantidades físicas $-X(t)$ y (t) .

$$[X(t) - X(t_0)]^2 = 2D t - t_0^{2H} \quad (\text{Ec. 3.13})$$

Donde D es el coeficiente de difusividad y H el exponente de Hurst (ζ) que para el caso particular del movimiento Browniano posee un valor invariante de $1/2$. Mandelbrot y Van Ness introdujeron el concepto de movimiento fraccional Browniano como una generalización del movimiento Browniano [44]. Mandelbrot encontró que el exponente H varía a cualquier número real en el intervalo de $0 < H < 1$. Mandelbrot denota la anisotropía del mfB debido a que la posición de la partícula y el tiempo son dos cantidades físicas diferentes por lo tanto su escalamiento es diferente. No se puede

trazar la posición de la partícula [36] $X(t)$ como función del tiempo (t) se obtiene un gráfico conocido como registro del movimiento Browniano (ver figura 3.10). La ecuación 3.13 expresa una ley de potencia que relaciona estas dos cantidades físicas $-X(t)$ y (t) .

$$[X(t) - X(t_0)]^2 = 2D t - t_0^{2H} \quad (\text{Ec. 3.13})$$

Donde D es el coeficiente de difusividad y H el exponente de Hurst (ζ) que para el caso particular del movimiento Browniano posee un valor invariante de $1/2$. Mandelbrot y Van Ness introdujeron el concepto de movimiento fraccional Browniano como una generalización del movimiento Browniano [44]. Mandelbrot encontró que el exponente H varía a cualquier número real en el intervalo de $0 < H < 1$. Mandelbrot denota la anisotropía del mfB debido a que la posición de la partícula y el tiempo son dos cantidades físicas diferentes por lo tanto su escalamiento es diferente. No se puede

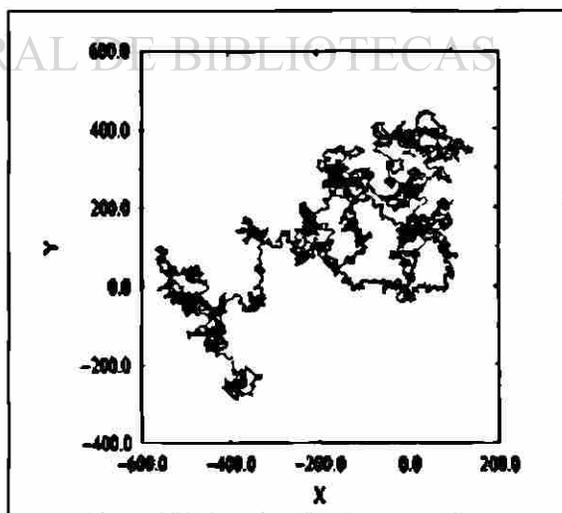


Fig. 3.9. Observación del mfB en un plano

calcular una única dimensión fractal para un objeto autoafin (fig. 3.10), sin embargo, Voss estableció en 1985 que el exponente de Hurst está relacionado con la dimensión fractal mediante $D=S-\zeta$ para el espacio S dimensional. En el caso del mFB se tiene $D=2-\zeta$.

Los perfiles de las superficies de fractura pueden ser analizados como series de tiempo, esto se ilustra en la figura 3.11 en donde se observa la construcción sintética de una superficie rugosa a partir de un determinado número de perfiles. Las superficies de fractura al ser objetos autoafines son descritas mediante la siguiente ley de transformación $(x, y, z) \rightarrow (bx, by, b^\zeta z)$

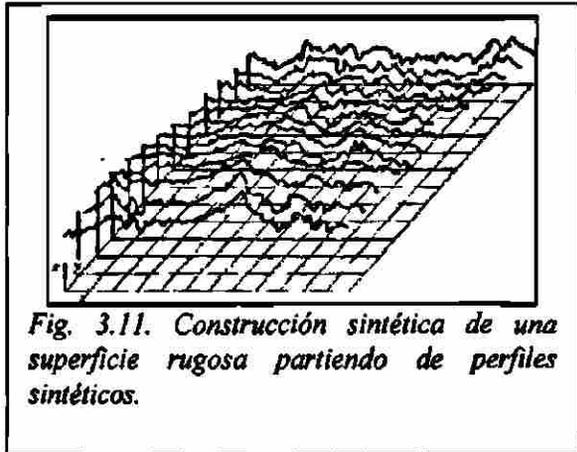


Fig. 3.11. Construcción sintética de una superficie rugosa partiendo de perfiles sintéticos.

donde z es la altura de la superficie a través del plano xy , ζ es el exponente de Hurst, denominado desde ahora exponente de rugosidad. La ecuación 3.14 [8] implica que la altura $h(r)$ en un punto $r = (x^2 + y^2)^{1/2}$ se determina por:

$$h(r) = \left(\frac{z(x+r) - z(x)}{r} \right)^2 \approx r^\zeta \quad (\text{Ec. 3.14})$$

En donde se tiene para el exponente de rugosidad un intervalo entre 0 y 1 y está relacionado a la dimensión fractal de acuerdo a $D=3-\zeta$.

3.7- Métodos para determinar el exponente de rugosidad [9]

El método empleado y descrito en esta investigación es el método de ventana de ancho variable. Este método emplea un perfil de longitud L el cual se divide en ventanas o bandas de ancho Δ , el análisis empieza en el primer punto de la ventana (X_0) y termina cuando la ventana es movida hasta el punto $L-\Delta$. Dentro de cada ventana se computan dos momentos estadísticos: el momento de segundo orden w_2 , o desviación estándar y el momento de orden infinito w_∞ o Z_{max} . Posteriormente se procede a calcular el promedio de estos momentos con respecto al número de ventanas. Estos promedios para cada ventana se ajustan a una ley de potencias sobre Δ de acuerdo:

$$\langle w_\infty \rangle \propto \Delta^\zeta \quad \langle w_2 \rangle \propto \Delta^\zeta \quad (\text{Ec. 3.15})$$

El procedimiento descrito se ejemplifica en la figura 3.11.

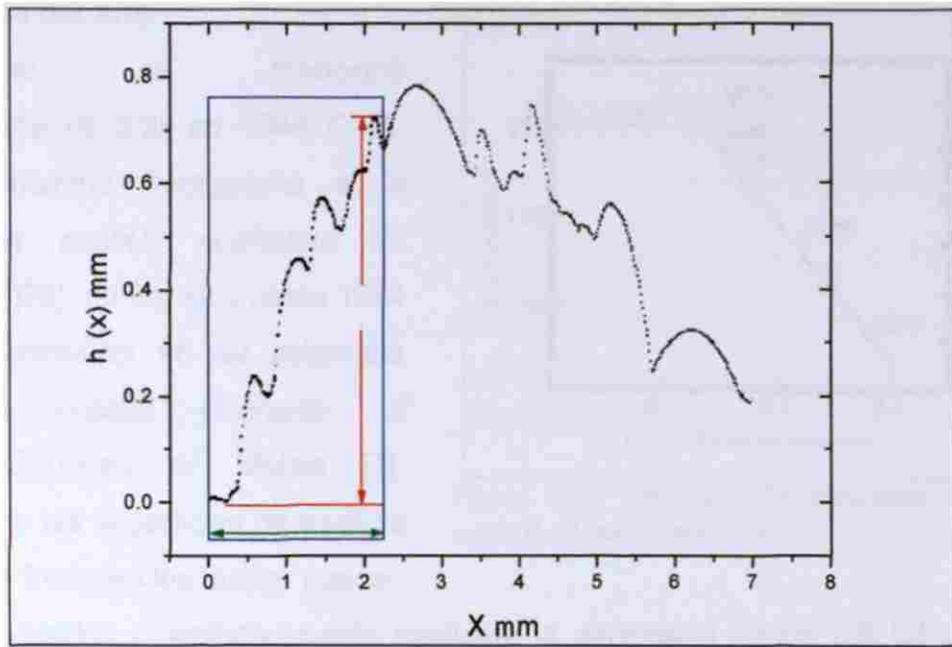


Figura 3.11. Algoritmo empleado en el método de ventana de ancho variable

Al graficar en una curva *log-log* el tamaño de ventana contra el parámetro $Z_{\text{máx}}$ se obtiene una curva de autoafinidad, en la figura 3.12 se ilustran los parámetros ζ y ξ .

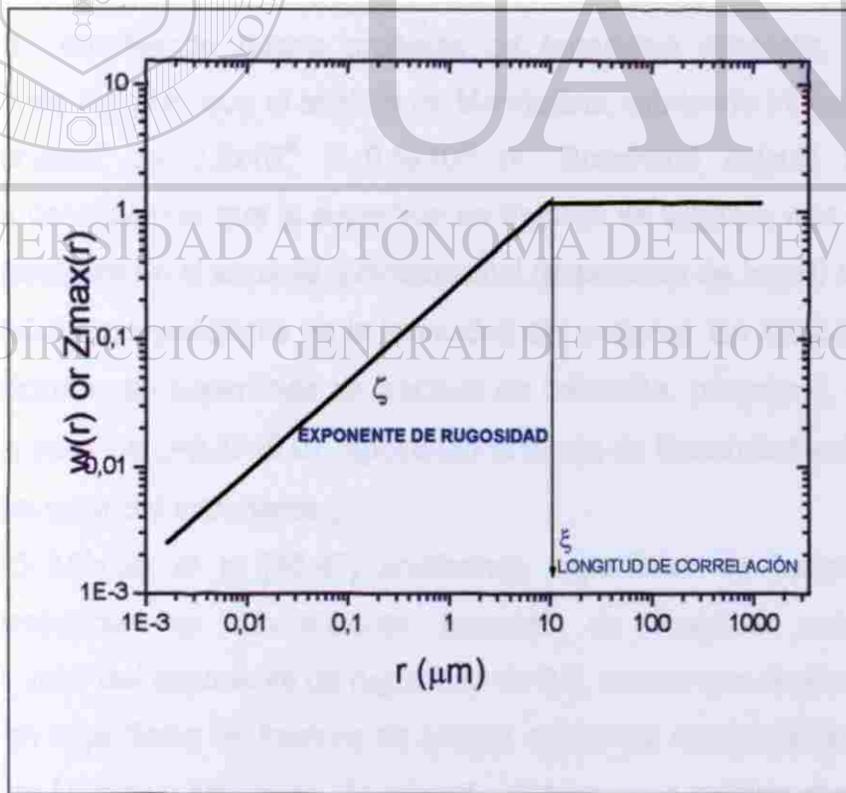


Figura 3.12, curva de autoafinidad ideal ilustrando los parámetros ζ y ξ

Más allá de la longitud de correlación se considera a la superficie como un objeto euclidiano.

3.8.- Estado del arte

Como se mencionó anteriormente (§ 3.3) en 1944 C. A. Zapffe denominó fractografía a la técnica de análisis cualitativo de superficies [26], no fue sino hasta 1984 que B. Mandelbrot en su aclamada publicación *Fractal Character of Fracture Surfaces of Metals* [7], propuso que las superficies de fractura son objetos fractales los cuales pueden

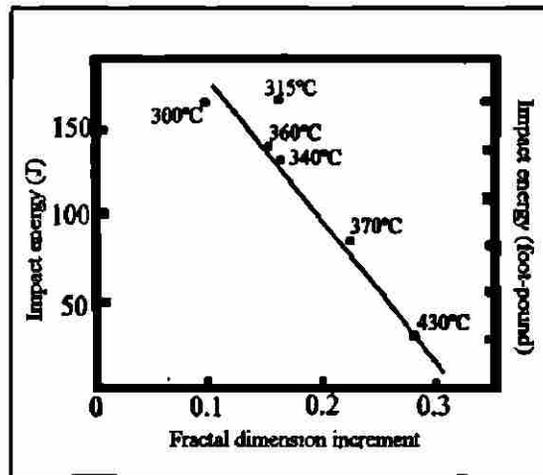


Figura 3.13. Tenacidad Vs dimensión fractal según B. Mandelbrot (ref. 34).

ser caracterizados cuantitativamente mediante la dimensión fractal (D) [7]. Mandelbrot enfatiza que la excepción es la superficie de fractura del vidrio. En esa publicación Mandelbrot introdujo un nuevo método para estimar la dimensión fractal (*slit island*), realizando sus experimentos en aceros *maraging* con diferente tratamiento térmico concluyendo que la dimensión fractal está íntimamente relacionada con la tenacidad (ver figura 3.13). En 1990 E. Bouchaud [8] efectuó mediciones en una aleación comercial de aluminio (7475), empleando cuatro probetas de tenacidad diferente, el análisis de Bouchaud fue más refinado que el análisis de Mandelbrot cubriendo inclusive el rango de escalas de longitud de 0.5×10^{-6} a 0.5×10^{-3} m. Bouchaud calculó la función de autocorrelación concluyendo que la superficie de fractura se ajusta a una transformación afin de $d-1$ exponentes en el espacio d -dimensional (exponente de Hurst) encontrando un valor de $\zeta=0.8 \pm 0.05$ independiente de la tenacidad del material. En 1992 Maloy *et al* [45] realizaron mediciones en superficies de fractura de baquelita, porcelana, grafito y acero encontrando un valor de $\zeta=0.87 \pm 0.07$, apoyando la teoría de Bouchaud sobre una posible universalidad del valor del exponente ζ .

En 1993 Milman *et al* [46,47] analizando superficies de tungsteno y grafito mediante microscopía de tunelamiento (escalas de longitud submicrométricas) encontraron un valor del exponente de rugosidad de 0.6, mismo que reportó un año antes McAnulty [48] en superficies de fractura de aceros obtenidas mediante fatiga. En base a los resultados de Milman y McAnulty, Bouchaud establece que existen dos regímenes de autoafinidad correspondientes a un valor del exponente de rugosidad de 0.5 y 0.8; para velocidades de propagación de grieta cuasi-estática y escalas de longitud consideradas pequeñas (<micrometros), y para velocidades de propagación de grietas rápidas y escalas

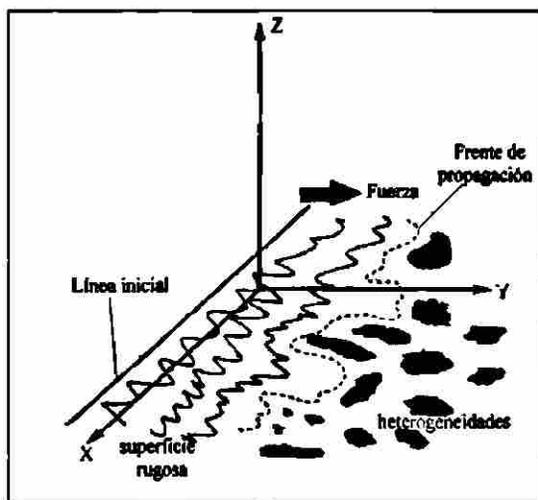


Figura 3.14. Frente de propagación de grieta interactuando con heterogeneidades.

de longitud grandes respectivamente. En 1996 Pascal Daguer [49] analizando superficies de fractura en una aleación base Ti_3Al mediante MEB y MFA corrobora la existencia de dos regímenes de autoafinidad, uno de $\zeta=0.5$ en escalas de 1 nm hasta $1\mu m$ y $\zeta=0.8$ de $1\mu m$ hasta 1 mm. En 1997 Bouchaud propone una relación entre el factor de intensidad de esfuerzos K y los parámetros autoafines [50]. Ahora, si el exponente de rugosidad es independiente del

material surge una nueva pregunta: ¿cuál es el papel que desempeña la microestructura sobre los parámetros de autoafinidad? En 1999 M. Hinojosa [10] estudió superficies de fractura en una superaleación base níquel (N 18) empleando MEB y MFA, obteniendo un valor del exponente de rugosidad de 0.8 y una longitud de correlación del orden del tamaño de grano. Hinojosa estudió seis décadas de escala de longitud. Una interpretación física de la longitud de correlación se explica mediante el modelo de líneas (ver fig. 3.14).

En este modelo se propone que el frente de grieta se propaga a través de un material que contiene heterogeneidades. Estas heterogeneidades interactúan con el frente de grieta afectando directamente la morfología éste. Nakano *et al* [51] estudiaron la morfología de fracturas en un vidrio de sílice poroso encontrando una longitud de correlación correspondiente al tamaño de poro y un exponente de rugosidad de 0.87 ± 0.02 . Mediante técnicas de simulación de dinámica molecular Omelchenco [52] analizó perfiles de superficies de fractura de grafito obteniendo un valor del exponente de rugosidad de 0.41 ± 0.05 . Empleando la técnica de fusibles aleatorios Hansen [53] estudió la morfología de diferentes perfiles obteniendo valores del exponente de rugosidad de 0.7 ± 0.07 (2D). Esta técnica consiste en una analogía a un circuito de resistencias eléctricas (ver figura 3.15), al simular la aplicación de carga sobre el cuerpo los fusibles más débiles (enlaces) alcanzan un valor crítico y se separan. En 1999 E. Reyes [11,12] reporta un exponente de rugosidad de 0.8 en materiales plásticos. En el mismo año J. Aldaco [13,14] realiza el

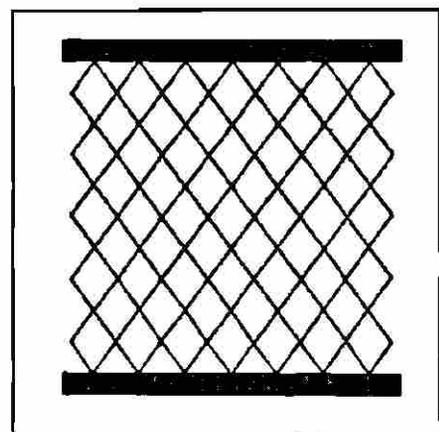


Figura 3.15. Modelo de fusibles aleatorios en 2D.

En 1999 E. Reyes [11,12] reporta un exponente de rugosidad de 0.8 en materiales plásticos. En el mismo año J. Aldaco [13,14] realiza el

primer estudio de rugosidad a larga distancia cubriendo siete escalas de longitud, Aldaco analizó una aleación dendrítica comercial de Al-Si de uso automotriz (A 319) rica en heterogeneidades microestructurales, empleando técnicas experimentales tales como perfilometría, MEB, MFA y análisis de imágenes [14], Aldaco reportó una longitud de correlación del orden de magnitud del brazo primario de las dendritas. En 2000 X. Guerrero [54] realizó un análisis de autoafinidad bidimensional en el perfil de fractura de foil de aluminio (*plane stress*), reportando un exponente de rugosidad de 0.6. En 2000 Hinojosa y Aldaco [55] reportan un estudio de autoafinidad en vidrio ópalo, encontrando un valor del exponente de rugosidad $\zeta \sim 0.8$ y una longitud de correlación $\xi \sim 0.25 \mu\text{m}$, que es el tamaño característico de las partículas opacificantes presentes en la matriz vítrea.

3.9.- El problema del vidrio

El análisis autoafín de la superficie de fractura del vidrio sódico-cálcico presenta una longitud de correlación aún cuando éste carece de microestructura. En este trabajo se defiende la hipótesis que afirma que esta longitud está relacionada con los campos de esfuerzos presentes en dicho material. Para corroborar esta hipótesis se propuso afectar el estado de esfuerzos del material mediante la técnica de reforzamiento de intercambio iónico.

CAPÍTULO 4

DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1.- Introducción

En esta investigación se llevó a cabo reforzamiento mecánico de vidrio comercial mediante la técnica de intercambio iónico. Además del estudio fractográfico se realizó un análisis de autoafinidad en las superficies de fractura del vidrio con y sin tratamiento, este análisis se realizó empleando el método estadístico de ventana de ancho variable, esto con el propósito de elucidar el papel del efecto colectivo de los defectos puntuales introducidos por el tratamiento de intercambio iónico sobre los parámetros de autoafinidad (ζ y ξ). Para analizar lo anterior se seleccionó un material con las siguientes características:

- Un material libre de impurezas
- Composición química comercial
- Uniformidad en las dimensiones de los especímenes
- Una temperatura de transición vítrea mayor a 400°C

El material utilizado es el vidrio sódico-cálcico empleado como portaobjetos (*slides*), este material es ampliamente usado en laboratorios industriales y de investigación científica. Una vez seleccionado el material se procedió al desarrollo de la metodología experimental que se describe a continuación.

4.2.- El material



Figura 4.1, imagen de un portaobjetos

El material empleado en esta investigación es vidrio sodico-cálcico en forma de laminillas rectangulares (ver figura 4.1), las dimensiones de los especímenes son las siguientes: 25x75 mm y un espesor de 1 mm. Para conocer la composición química se empleó la técnica de fluorescencia de rayos-X. Se uso un espectrómetro de rayos-X Rigaku™ modelo Rix-3100. La

tabla 4.1 muestra el análisis elemental del vidrio así como la composición en base a los

CAPÍTULO 4 DESARROLLO EXPERIMENTAL

óxidos. Mediante el análisis de fluorescencia se corroboró la naturaleza del vidrio, es decir éste es sódico-cálcico. En la figura 4.2 se observa el diagrama de fases ternario $\text{SiO}_2\text{-Na}_2\text{O-CaO}$, la zona sombreada ilustra la región a la cual pertenece este vidrio.

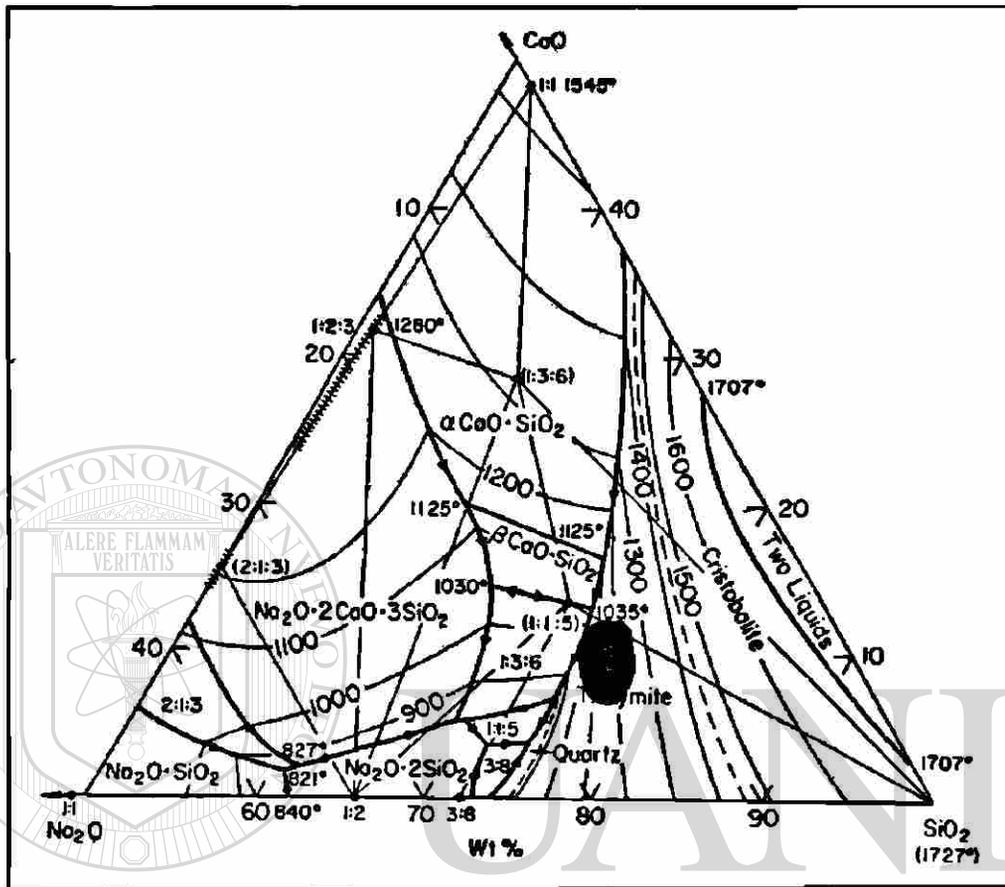


Figura 4.2, diagrama de fases ternario del sistema $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2\text{-CaO}$

Tabla 4.1, composición química del vidrio (análisis elemental y base óxidos)

Elemento	%masa	óxido	%masa
O	43.4	SiO_2	74.7
Si	37.2	Na_2O	13.0
Na	10.0	CaO	5.45
Ca	4.32	MgO	3.71
Mg	2.36	Al_2O_3	1.11
C	1.42	K_2O	0.312
Al	0.622	SO_3	0.199
K	0.286	Fe_2O_3	0.117
Fe	0.0920	TiO_2	0.037
Trazas (P, S, Ti, Cl, Mn, Ni, Zn)	0.3	SrO	0.0163
Total	100	P_2O_5	0.0102
		C	1.28
		Trazas (MnO , NiO , ZnO , ZrO_2)	0.06
		Total	100

4.3.- El tratamiento de intercambio iónico

El tratamiento de intercambio iónico, comúnmente conocido en la industria del vidrio como templado químico es una técnica de reforzamiento mecánico de vidrio la cual consiste en intercambiar iones de radio iónico r_1 por iones de radio iónico r_2 , siendo $r_1 > r_2$. Al introducir estos defectos puntuales en la superficie se generan esfuerzos de compresión cuyos campos interactúan con los campos de esfuerzos tensiles presentes en la

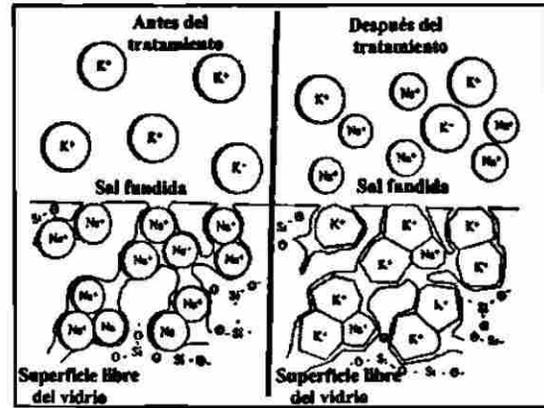
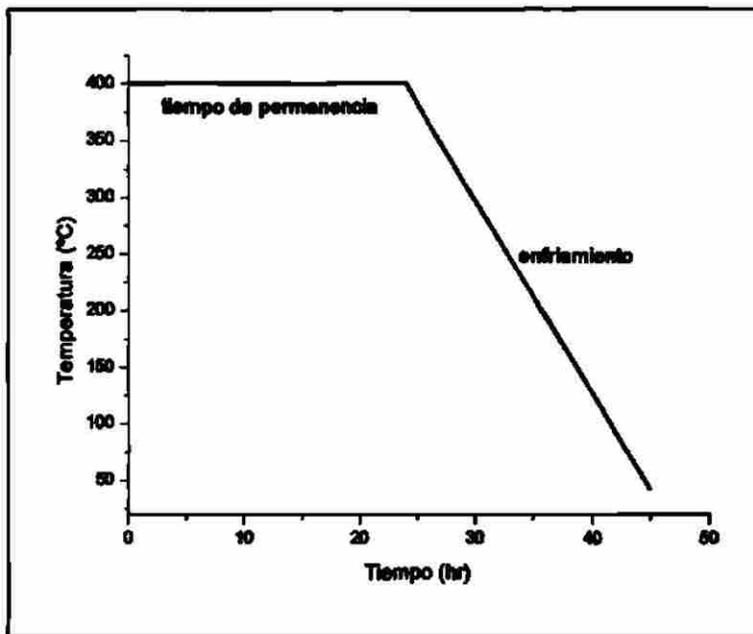


Figura 4.3, esquema del mecanismo de intercambio iónico.

punta de las microgrietas superficiales. De esta manera se incrementa la resistencia a la propagación de las grietas y por lo tanto ocurre el reforzamiento mecánico del vidrio. En esta investigación se intercambió ion potasio K⁺ (r.i.=0.133 nm) por ion Na⁺ (r.i.=0.095 nm), esto produce una diferencia de 0.038 nm, estudios previos [20] sugieren que el espesor de penetración logrado fluctúa entre los 20 y 30 μm. En la figura 4.3 se observa el esquema del mecanismo de intercambio iónico, las esferas grandes ilustran los iones de potasio, mientras que las esferas pequeñas indican los iones de sodio. Experimentalmente los especímenes se introducen en una sal fundida de potasio (nitrato de potasio KNO₃) a una temperatura de 400°C durante 24 hr. Las figuras 4.4a-4.4c ilustran este proceso. Se empleó un horno tipo mufla CARBOLITE modelo CWF 1200 con controlador digital programable. Una vez transcurrido el tiempo de permanencia del tratamiento de intercambio iónico los especímenes son retirados de la sal y enfriados a una rapidez promedio de 17°C/hr para evitar el choque térmico, la figura 4.5 ilustra la curva térmica total del tratamiento.



Figura 4.4 a), sal de potasio en el recipiente. Figura 4.4 b) una vez fundida la sal se embebe el espécimen. Figura 4.4 c), inicio del tratamiento



4.4.- Ensayos de microdureza y mediciones mediante análisis de imágenes



Figura 4.6, ensayo de microdureza Vickers

Para verificar el efecto del intercambio iónico sobre la resistencia a la propagación de grietas se llevaron a cabo mediciones de microdureza tipo Vickers de acuerdo a la norma ASTM E92-72, este ensayo es aplicable a todo tipo de materiales [56] y es una herramienta empleada por algunos investigadores para estimar la "fragilidad" del vidrio [24]. Este ensayo consiste en

aplicar una carga P durante un tiempo t sobre la superficie del material mediante un indentador piramidal de diamante (ver figura 4.6). En esta investigación se empleó un microdurómetro *Shimadzu*TM modelo 4498 con enfoque óptico y temporizador integrado. Para ambos vidrios con y sin tratamiento se aplicó una carga de 0.5 Kg durante 15 segundos. La aplicación de la carga produce una huella en la superficie, para calcular la dureza Vickers (HV) se miden primero las longitudes características de la huella, calculando el promedio de las diagonales de la huella (d), una vez obtenido este valor, se estima la microdureza HV mediante la siguiente ecuación:

$$HV = \frac{1854.4P}{d} \quad (\text{Ec. 4.1})$$

Donde P es la carga y d es la diagonal promedio.

CAPÍTULO 4 DESARROLLO EXPERIMENTAL

Las longitudes características producidas por el ensayo de microdureza se midieron empleando microscopía óptica apoyada en análisis de imágenes, esto es, se efectuó la digitalización, procesamiento y análisis cuantitativo de imágenes de las superficies indentadas. Se usó un microscopio óptico marca *Nikon™* modelo Ephihot-TME con platina invertida motorizada y equipado con cinco lentes objetivos de 50, 100, 200, 400 y 1000X [57]. Este equipo está conectado a un analizador de imágenes marca *Leica™* modelo Quantimed 520+ [58], la imagen del microscopio se captura mediante una cámara de video blanco y negro tipo CCD (*Charged Coupled Device*) y se transfiere al analizador de imágenes. Un convertidor analógico-digital digitaliza la imagen a un arreglo de 512x480 píxeles con 256 niveles discretos de gris, *i.e.*, se asigna el cero al negro absoluto y el 255 al blanco. Una vez digitalizadas las imágenes se almacenan en disco duro para realizar posteriormente las mediciones, con objeto de distinguir mejor los detalles de las imágenes se ejecutó un procesamiento de ecuilibración y aumento de contraste.

4.5.- La fractura de las probetas

La superficies de fractura en ambos vidrios (con y sin tratamiento) fueron generadas en condiciones heurísticas de laboratorio semejando un ensayo de flexión en tres puntos. El primer paso consiste en generar una muesca en la superficie libre del vidrio (ver figura 4.7 a), a continuación se somete a flexión la probeta hasta que esta se fractura según ilustra la figura 4.8 b), posteriormente se procede a realizar el estudio fractográfico y fractométrico sobre estas superficies.



Figura 4.7 a) Generación de la muesca

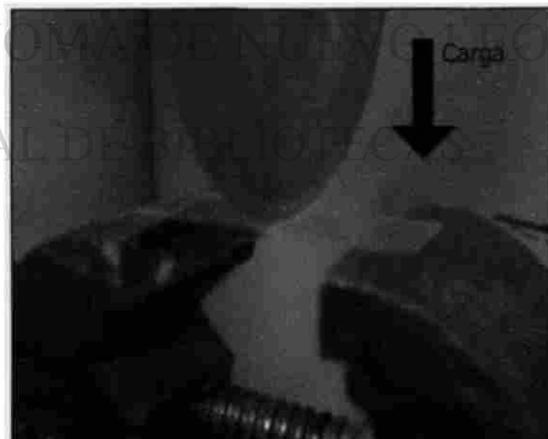


Figura 4.7 b) Ensayo de flexión

4.6.- Estudio fractográfico

Además del estudio autoafín se realizó la caracterización fractográfica tradicional, ésta se llevó a cabo empleando la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB) Debido a que las muestras no son conductoras fue necesario realizar una preparación previa, ésta

que las muestras no son conductoras fue necesario realizar una preparación previa, ésta consiste en recubrir las superficies de fractura con una aleación Au-Pd mediante depósito por vaporización en alto vacío. Una vez recubiertas las muestras éstas fueron observadas en un MEB marca *LEICA* modelo S440. Se operó con un voltaje en el filamento de 20.0 keV y un detector de electrones secundarios. Las observaciones se realizaron a lo largo de toda la superficie de fractura, seleccionando las zonas características de la fractura del vidrio, *i.e.*, especular, difusa y fibrosa.

4.7.- Estudio fractométrico

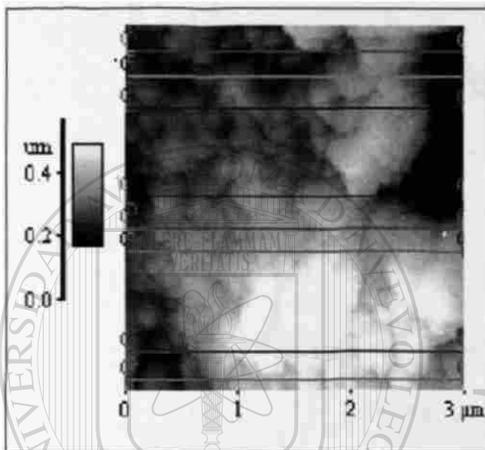


Figura 4.8. Vista superior de una imagen 3D obtenida en MFA, el indicador del lado izquierdo muestra la relación de alturas y tonos

El estudio fractométrico consiste en la extracción de los datos numéricos de la topografía de la superficie de fractura, esto es, la extracción de perfiles de alturas. Para esto se empleó la técnica de microscopía de fuerza atómica la cual ha sido probada con éxito en la caracterización de vidrio [59], se utilizó un microscopio marca *Park Scientific* modelo Auto Probe CP, el cual opera al aire y posee resolución atómica en los ejes x-y. En este caso se empleó un escáner con

capacidad máxima de barrido de 10x10 μm , las condiciones de barrido son las siguientes: modo de contacto, una fuerza de 9 nN y una frecuencia promedio de 1 Hz. Mediante esta técnica se obtuvieron imágenes 3D, es decir se observó la topografía de la superficie de fractura, en

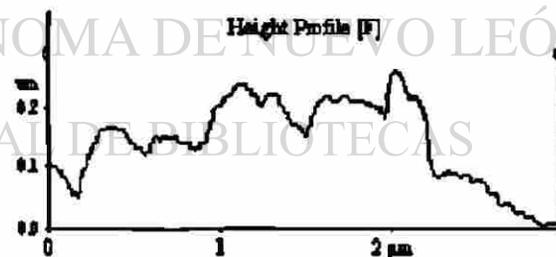


Figura 4.9. Perfil de alturas extraído de una imagen de MFA

la figura 4.8 se observa la vista superior de una imagen de MFA, las partes más brillantes corresponden a los picos o crestas mientras que las más oscuras pertenecen a los valles, según el indicador del lado izquierdo de la figura. Estas imágenes son formadas a partir de perfiles de alturas obtenidos por el barrido de la punta del microscopio sobre la superficie, más detalles en el apéndice A. En este caso las imágenes están formadas por 512 perfiles constituidos a su vez por 512 puntos, es decir son un banco de datos de 512x512 píxeles. Una vez extraídos los perfiles se almacenan los datos de cada uno de

CAPÍTULO 4 DESARROLLO EXPERIMENTAL

éstos para su posterior análisis estadístico. La figura 4.9 ilustra el ejemplo de un perfil de alturas extraído a partir de una imagen de MFA.

4.8.- Análisis autoafin

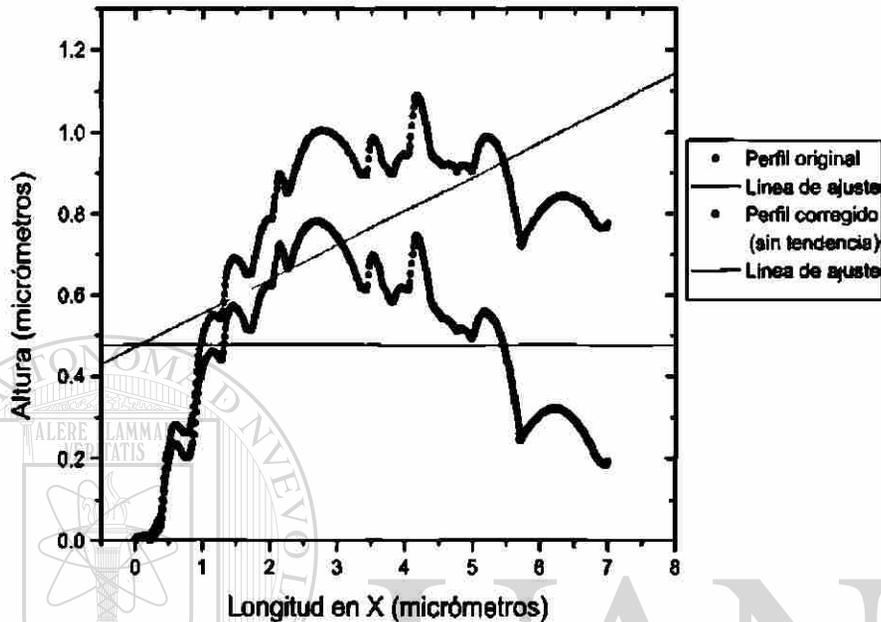


Figura 4.10, eliminación de la tendencia de un perfil de alturas.

Una vez obtenido el perfil de alturas y antes de ser analizado estadísticamente debe ser tratado matemáticamente. En términos matemáticos el tratamiento del perfil consiste en lo que se denomina "aplanar" el perfil. Para aplanar el perfil se elimina la tendencia de éste, para lograr lo anterior se extrae una línea recta del perfil, esta línea se calcula estadísticamente mediante el método de mínimos cuadrados, posteriormente se elimina la pendiente de esta línea y el resultado es un perfil sin tendencia, la figura 4.10 ilustra este proceso, en donde la curva en color gris y su correspondiente línea recta pertenecen a un perfil con tendencia mientras que, el perfil en color negro corresponde a un perfil aplanado sobre el cual se realiza el análisis autoafin, este análisis se realizó mediante el método de ventana de ancho variable el cual ha sido probado con éxito por Schmitbul [9] y otros científicos [8,10-14, 45-55] Experimentalmente el análisis se llevó a cabo alimentando los datos del perfil a un programa* que calcula el momento estadístico de orden infinito (Z_{max}) para cada tamaño de ventana, los datos de salida de este programa se introducen en un gráfico tipo log-log como el mostrado en la figura 4.11, en esta figura se aprecian los parámetros autoafines ζ y ξ . En este trabajo el análisis autoafin se realizó en la zona especular de la superficie de fractura.

* Programa desarrollado en Turbo Pascal (FIME-UANL)

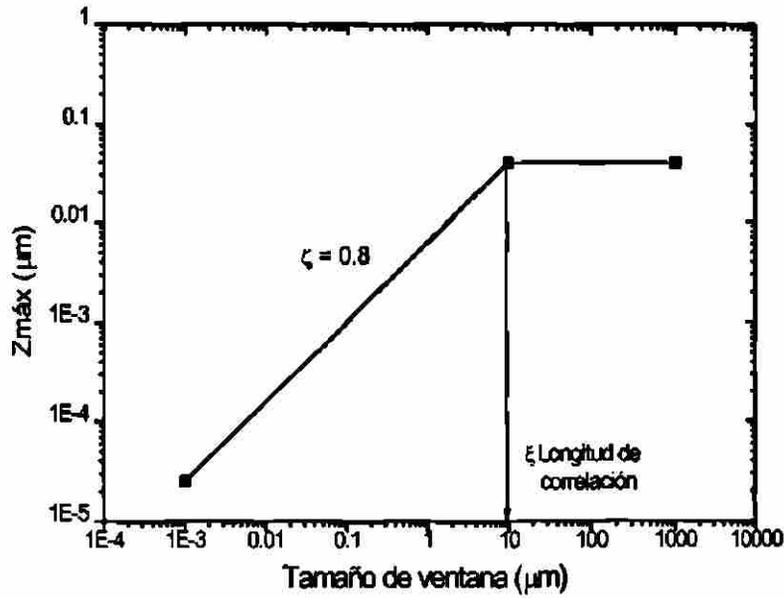
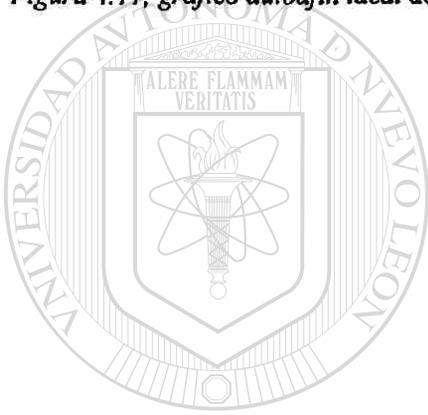


Figura 4.11, gráfico autoafín ideal de una superficie de fractura, se aprecian los parámetros ζ y ξ .



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

CAPÍTULO 5

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1.- Introducción

Los resultados obtenidos y analizados en este trabajo proveen nueva información referente a la naturaleza autoafín de las superficies de fractura del vidrio y los campos de esfuerzos presentes en materiales carentes de microestructura como lo es el material empleado en esta investigación. Nuestros resultados concuerdan además con las predicciones de diferentes científicos [10-14,] referentes a la descripción cuantitativa del fenómeno de fractura y posibilitan una mejor comprensión del efecto del tratamiento de intercambio iónico sobre la resistencia a la propagación de grietas y sobre los parámetros autoafines asociados a dicho fenómeno.

5.2.- El tratamiento de intercambio iónico

El tratamiento de intercambio iónico aplicado parece proveer al material de una mayor resistencia a la propagación de grietas, esto se logró corroborar mediante los ensayos de microdureza realizados en vidrio con y sin tratamiento de intercambio iónico. La figura 5.1 muestra la huella de indentación característica en el vidrio, esta imagen fue obtenida mediante microscopía óptica y corresponde al vidrio sin tratamiento, se aprecian microgrietas en los vértices de la huella, esta imagen fue capturada después de un minuto de haber realizado la indentación. En la figura 5.2 se aprecia la huella de microdureza característica en el vidrio reforzado mediante intercambio iónico, se puede apreciar que no existen microgrietas en los vértices de la huella aún cuando esta imagen fue capturada después de treinta minutos de haber realizado la indentación.

El tratamiento de intercambio iónico no sólo incrementa la resistencia a la propagación de grietas, sino que también provee un aumento en la dureza superficial del material, la tabla 5.1 resume los resultados de la dureza Vickers estimada para el vidrio con y sin intercambio iónico. El hecho de haber obtenido un material con mayor dureza y mejor resistencia a la propagación de grietas es de gran interés ya que, tradicionalmente se asocia a los materiales duros una menor resistencia.

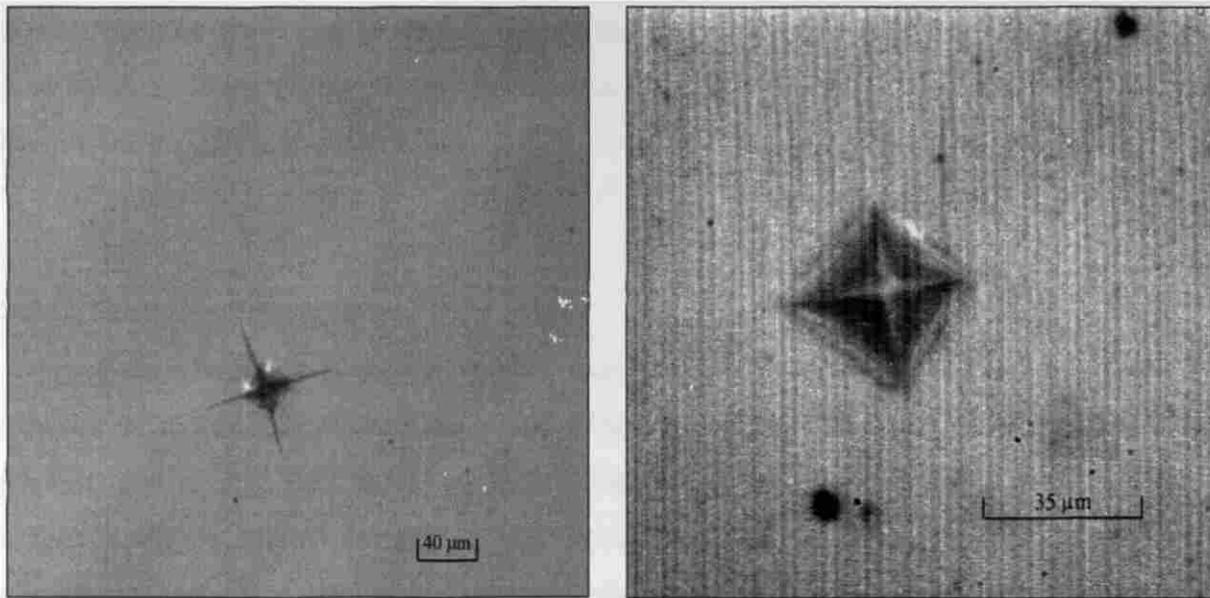


Figura 5.1. Huella característica de un ensayo de dureza Vickers en vidrio sin tratamiento de intercambio iónico, 100X. Ver texto.
Figura 5.2. Huella de dureza Vickers característica de vidrio con intercambio iónico, 400X. Ver texto.

Tabla 5.1, resultados de los ensayos de microdureza

Condición del material	Carga aplicada (Kg)	Diagonal promedio (µm)	Dureza Promedio (HV)
Sin tratamiento	0.5	40	579.5
Con intercambio iónico	0.5	35.7	727.5

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
 DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

5.3.- Carácter autoafín de la propagación de las grietas

Mediante microscopía de fuerza atómica se extrajeron imágenes de la topografía de la trayectoria que sigue la grieta al propagarse. En las imágenes características de estas trayectorias obtenidas mediante microscopía óptica se aprecia a éstas como objetos muy lisos (ver figura 5.1), conforme se aumenta la magnificación se aprecia que la grieta sigue una trayectoria aleatoria, La figura 5.3 corresponde a la topografía de una

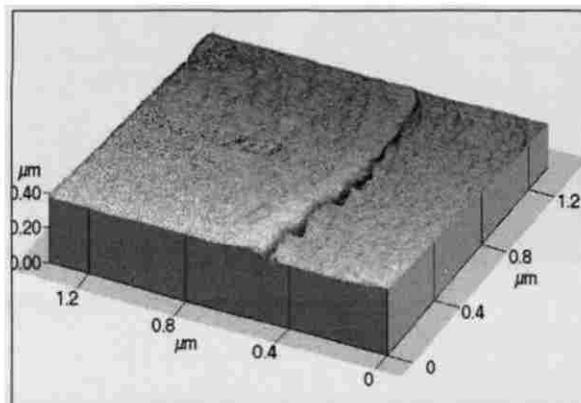


Figura 5.3. Topografía de una grieta generada en el vértice de una huella mediante un ensayo de microdureza Vickers en el vidrio sin tratamiento.

grieta presente en el vértice de una huella generada mediante un ensayo de microdureza (ver fig. 5.3), este resultado permite corroborar cualitativamente que la propagación de grietas posee carácter autafín [60].

5.4.- El estudio fractográfico

Este estudio se realizó de manera conjunta con el estudio fractométrico y permitió reportar la morfología "típica" de la superficie de fractura del vidrio. Esta superficie de fractura cuenta con tres zonas características denominadas especular, difusa y fibrosa respectivamente, esto debido a sus características ópticas y morfológicas, cabe mencionar que estas zonas se presentan en la superficie de diversos materiales como plásticos y gel [39].



Figura 5.4. Fractografía del vidrio sódico-cálcico, imagen capturada en MEB a 3 kX.

La figura 5.4 corresponde a la superficie de fractura característica del vidrio, esta imagen fue capturada en MEB mediante un detector de electrones secundarios a una distancia de trabajo de 25 mm y una diferencia de potencial de 20 kV en el filamento. En esta imagen el frente de propagación de grieta tiene una dirección de derecha a izquierda. El radio

aproximado de la zona especular es de $36.5 \mu\text{m}$. Aún siendo observada en MEB, la zona espejo parece plana, esto es debido a que el diámetro del haz de incidencia es mayor a las particularidades geométricas de esta superficie. Los frentes de grieta se propagan de la misma manera que los frentes de onda, *i.e.*, como una línea. Debido a esto se forman marcas (escalones) en la superficie de fractura, estas marcas son indicadores cualitativos de los cambios en dirección y velocidad del frente de grieta [61].

5.5.- Estudio fractométrico

El estudio fractométrico arrojó novedosos resultados referentes a la morfología de la superficie de fractura del vidrio. Las imágenes de la zona especular muestran que esta no es totalmente lisa o plana, sino que presenta un conjunto de picos y valles, este hecho es importante porque permite corroborar cualitativamente que esta superficie es un objeto autoafín y no euclidiano como anteriormente era considerado, por lo tanto se concluye que esta superficie presenta escalamiento. El hecho de que esta fractura sea considerada como especular es debido a que las diferentes particularidades geométricas presentes en ésta (picos y valles) son de un tamaño menor al de la longitud de onda de la luz que se encuentra en un intervalo de 400-700 nm (azul y rojo respectivamente), las protuberancias observadas en la zona especular de la superficie de fractura poseen un tamaño promedio de 100 nm y menor, por lo tanto esta superficie refleja perfectamente la luz visible. La figura 5.5 y 5.6 son topografías de la zona especular capturadas mediante MFA en la modalidad de contacto, el tamaño de barrido de estas imágenes es de $2 \times 2 \mu\text{m}$ y $1 \times 1 \mu\text{m}$ respectivamente, se pueden apreciar las diferentes protuberancias y su tamaño relativo.

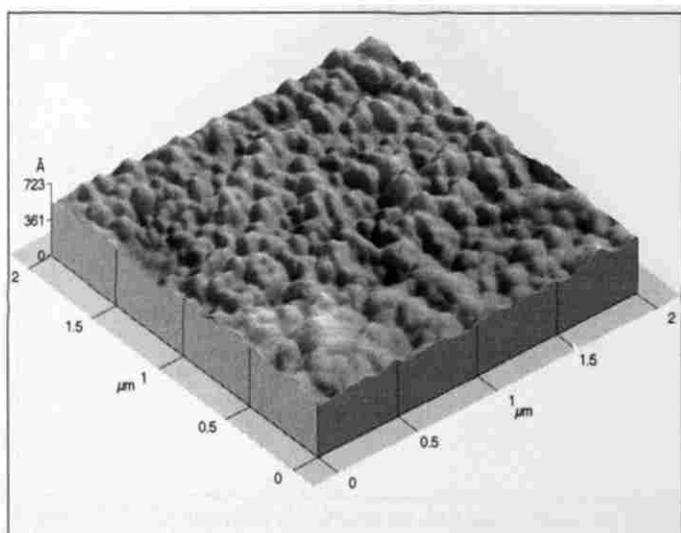


Figura 5.5. Topografía característica de la zona especular, barrido de $2 \times 2 \mu\text{m}$.

Se llevaron a cabo mediciones topométricas tradicionales calculando $R_a f(\text{área})$ y $R_{msf}(\text{longitud})$ donde R_a es el promedio aritmético de los valores absolutos de las alturas con respecto a una línea central en el perfil y R_{ms} es el parámetro conocido como rugosidad raíz media (root mean square) que es el

CAPÍTULO 5 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

segundo momento estadístico con respecto a la media o desviación estándar de la distribución de alturas. Los resultados de estas mediciones indican que estos parámetros no son adecuados en la descripción cuantitativa de superficies rugosas, esto se debe a que son función de la longitud del barrido y por lo tanto experimentan variaciones, mientras que el exponente de rugosidad (ζ) es independiente del tamaño de barrido. En la tabla 5.2 se presentan algunos resultados de estas mediciones.

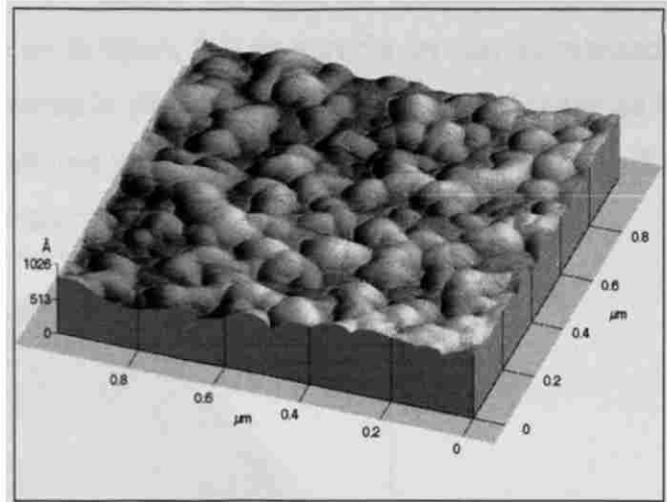


Figura 5.6. Topografía característica de la zona especular, barrido de $1 \times 1 \mu\text{m}$.

Tabla 5.2, mediciones topométricas típicas

$R_a f(\text{área})$		$R_{msf}(\text{longitud})$	
Ra (nm)	Área (μm^2)	Rms (μm)	Long (μm)
5.10	0.08108	0.49902	1
6.45	0.2008	0.39844	0.8
7.04	0.2671	0.24902	0.5
6.21	0.4226	0.02622	0.3

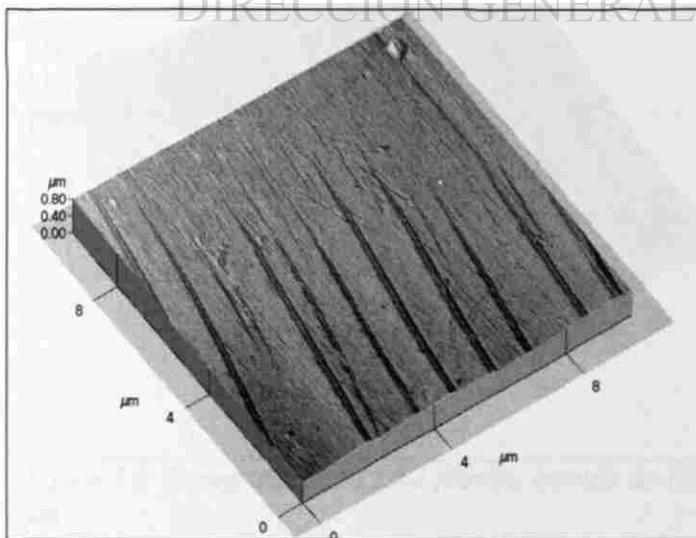


Figura 5.7. Topografía del inicio de la zona difusa, se aprecia una morfología similar a la de la zona fibrosa, barrido de $10 \times 10 \mu\text{m}$.

Las topografías obtenidas de la zona difusa muestran que ésta presenta la misma morfología de la zona fibrosa, es decir, se observan escalones característicos de dicha zona. De esta observación se deduce que existe una perturbación en la velocidad del frente de grieta anterior a la observada mediante la fractografía tradicional, esta morfología es además evidencia de

la autoafinidad inherente en esta superficie de fractura. La figura 5.7 muestra la topografía del inicio de la zona difusa, mientras que en la figura 5.8 se aprecia un barrido realizado sobre esta zona, en ambas figuras se observa la altura y separación características de la zona fibrosa. La figura 5.9 es una topografía de la zona fibrosa. Al comparar la figura 5.9 con las figuras 5.7 y 5.8 se aprecia que estas poseen similar morfología.

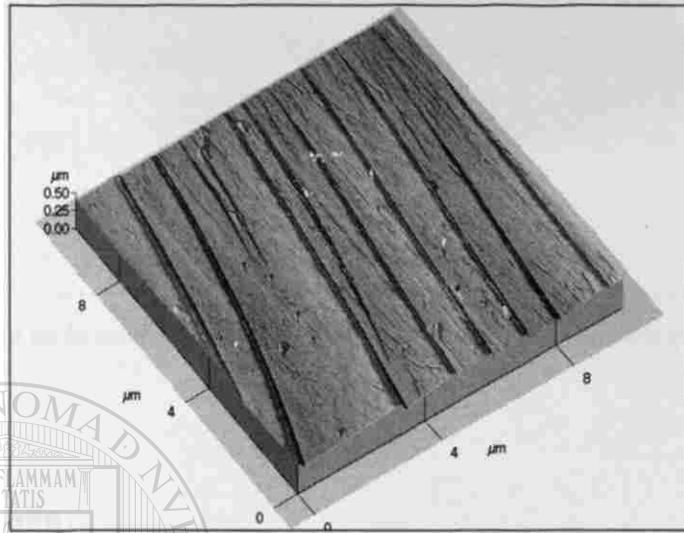


Figura 5.8, topografía de la zona difusa, barrido de 10x10 μm.

Al realizar barridos más pequeños sobre la superficie de las zonas difusa y fibrosa se encuentra nuevamente la morfología de la zona espejular, en la figura 5.10 la topografía de la zona difusa capturada mediante un barrido de 2x2 μm, se aprecia una morfología similar a la de la zona espejo en cuanto a los picos y valles presentes en ésta. Algunos

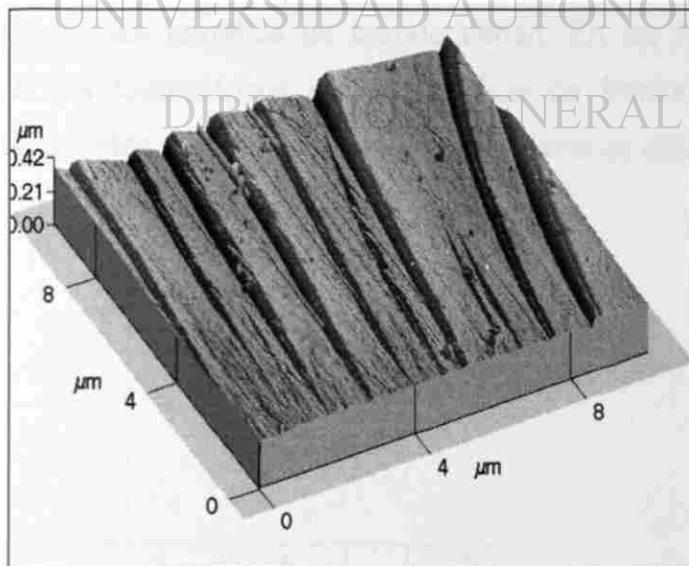


Figura 5.9. Topografía de la zona fibrosa, barrido de 10x10 μm.

autores analizan globalmente la superficie de fractura, inclusive insisten en la importancia del tamaño característico de la zona espejular y su relación con el estado de esfuerzos [51], en esta investigación se comprobó que localmente las tres zonas de la superficie de fractura presentan parámetros autoafines semejantes.

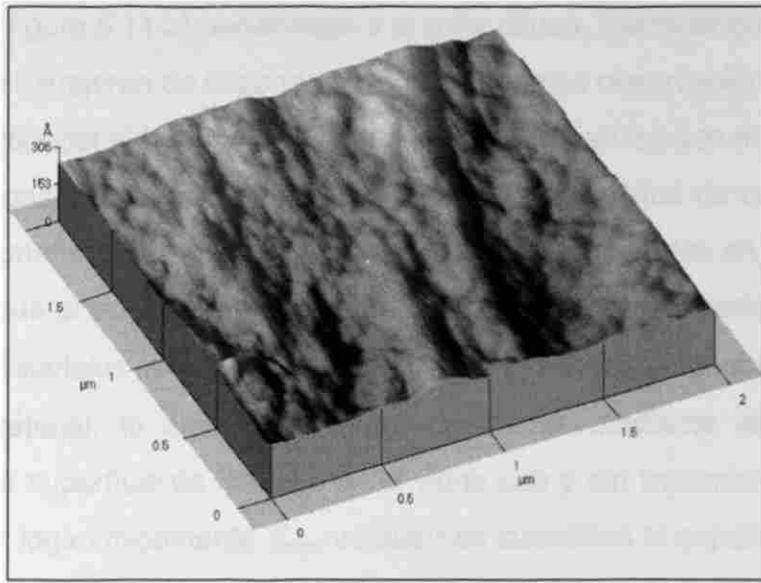


Figura 5.10. Topografía de la zona difusa, barrido de $2 \times 2 \mu\text{m}$, similarmente a la zona especular se aprecian picos y valles.

5.6.- Análisis autoafín

Una vez apreciada de manera cualitativa la conducta autoafín de la superficie de fractura en las diferentes topografías obtenidas se procedió a realizar el análisis estadístico de las mismas mediante el método de ventana de ancho variable, esto con el fin de elucidar el papel del intercambio iónico sobre los parámetros autoafines de la superficie de fractura, *i.e.*, exponente de rugosidad (ζ) y longitud de correlación (ξ). Cabe mencionar que los perfiles de la superficie de fractura extraídos a partir de las topografías son similares aún cuando los tamaños de barrido varían. En las figuras 5.11 a) y 5.11 b) se observan perfiles topométricos de la superficie de fractura, se puede apreciar que estos son semejantes aún cuando la longitud de éstos es diferente.

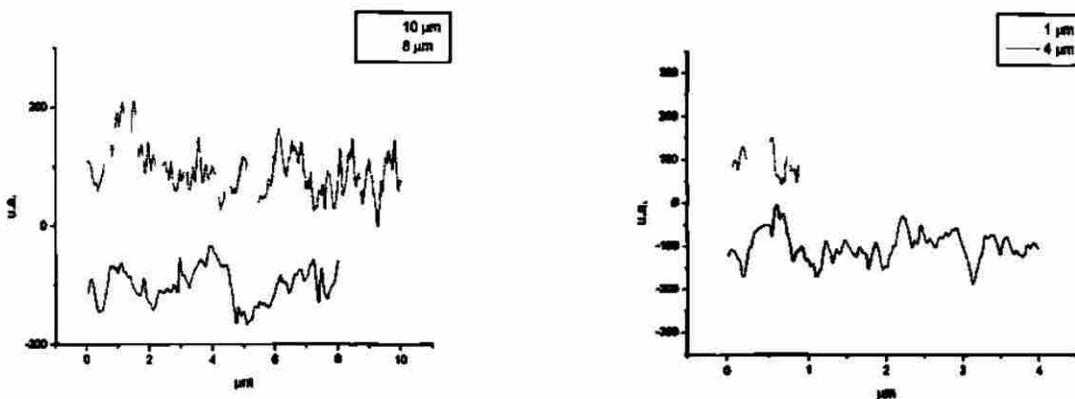


Figura 5.11 a). Perfiles de de la superficie de fractura, barridos de $10 \mu\text{m}$ y $8 \mu\text{m}$.

Figura 5.11 b). Perfiles de la superficie de fractura, barridos de $4 \mu\text{m}$ y $1 \mu\text{m}$.

Los perfiles de la figura 5.11 a) pertenecen a la zona difusa, mientras que los perfiles de la gráfica 5.11 b) se extrajeron de la zona especular. De estas observaciones es fácil deducir que se requiere conocer el tamaño de barrido, ya que los perfiles son muy semejantes.

En investigaciones precedentes se reporta que la longitud de correlación es igual en magnitud al tamaño de las mayores heterogeneidades presentes en la microestructura del material. Ya que el vidrio carece de microestructura, en esta investigación se propone que para estos materiales la longitud de correlación (ξ) está relacionada con el estado de esfuerzos del material, lo anterior se logró demostrar mediante el análisis autoafín realizado sobre la superficie de fractura en el vidrio con y sin tratamiento de intercambio iónico. Al graficar logarímicamente Z_{max} versus r se cuantificó el exponente de rugosidad (ζ) y el límite superior de la conducta autoafín, es decir, la longitud de correlación (ξ). Los resultados de este análisis demuestran que este tratamiento no afecta el valor del exponente de rugosidad, se obtuvo un valor $\zeta \sim 0.8$ para ambos vidrios, este comportamiento universal es reportado en diferentes materiales. Como se esperaba la longitud de correlación (ξ) presentó una variación en relación directa con el tratamiento de intercambio iónico. La figura 5.12 presenta una curva autoafín para vidrio sin tratamiento de intercambio iónico, mientras que la figura 5.13 presenta la curva característica de vidrio reforzado mediante intercambio iónico. El efecto colectivo de los defectos puntuales introducidos en el material debido al tratamiento de intercambio iónico alteró el estado de esfuerzos de compresión que interactúan con el campo de esfuerzos de tensión existente en la punta de las microgrietas superficiales del vidrio alterando entonces la longitud de correlación.

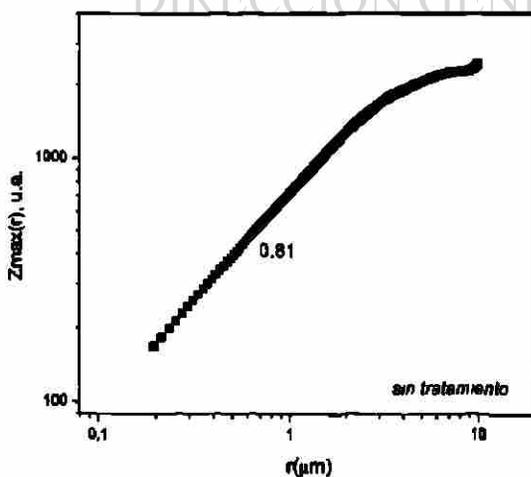


Figura 5.12. Curva de autoafinidad para el vidrio sin tratamiento. (Promedio de 41 perfiles)

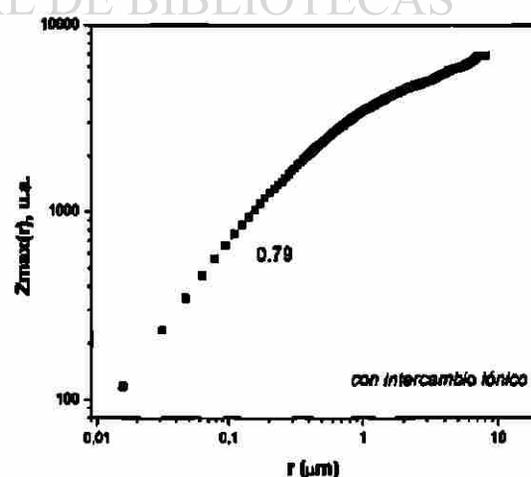


Figura 5.13. Curva de autoafinidad para el vidrio con intercambio iónico (Promedio de 41 perfiles)

CAPÍTULO 5 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Cada una de las curvas de las figuras 5.12 y 5.13 son curvas promedio de 41 perfiles de superficie de fractura. En la figura 5.14 se pueden comparar las curvas de autoafinidad para ambos vidrios, observándose una marcada diferencia en la longitud de correlación. Los resultados de este análisis concuerdan con los de otros investigadores referentes a la descripción cuantitativa del fenómeno de fractura en materiales heterogéneos [10-14,49-55].

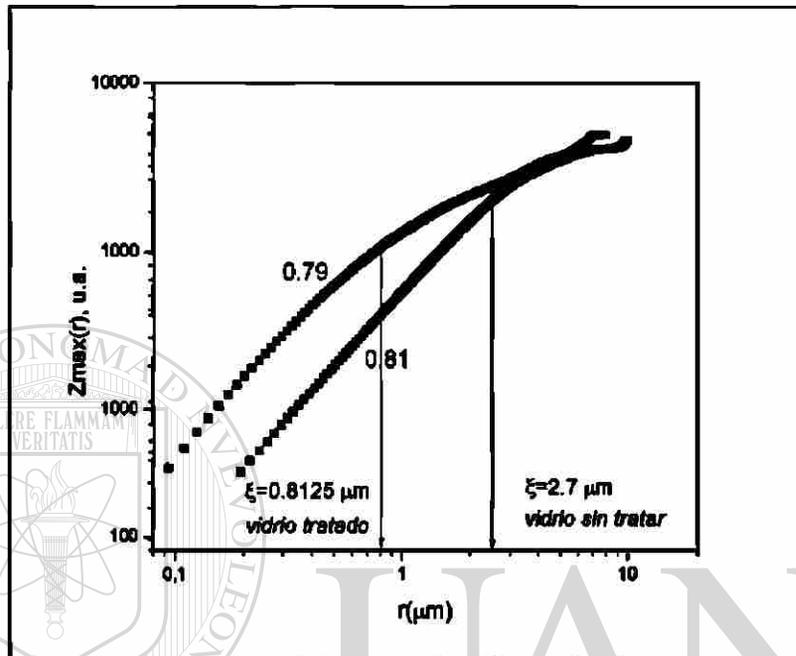


Figura 5.14, comparación de las curvas de autoafinidad de la superficie de fractura del vidrio con y sin tratamiento de intercambio iónico.

5.7.- Comentarios finales y especulaciones

Es importante resaltar que la introducción de los defectos puntuales en los materiales ha servido para muchos propósitos, en electroquímica del estado sólido por ejemplo se introducen defectos puntuales los cuales causan el aumento o carencia de electrones para mejorar las propiedades eléctricas en semiconductores, a este fenómeno se le llama dopaje [62]. En metalurgia se conoce como endurecimiento por solución sólida a la introducción de defectos puntuales, en este caso son átomos sustitucionales y/o intersticiales que entran en la red cristalina distorsionándola y generando una barrera para las dislocaciones, a su vez éstas son las causantes de la deformación en los metales. En ambos casos se han realizado múltiples estudios que toman en cuenta el efecto de los defectos puntuales. Para realizar el reforzamiento mecánico debido a la introducción de los defectos puntuales introducidos en el vidrio (sustitucionales) es necesario considerar el incremento en el esfuerzo necesario para que la grieta se propague. Un modelo común

es el ilustrado en la figura 2.12 (§ 2.6.3.3) donde se observa que existe una distribución global de esfuerzos a través de la sección transversal del material, si bien este modelo es muy recurrido no toma en cuenta el efecto de los defectos puntuales locales presentes en la superficie y que son los causantes de la fragilidad del vidrio, *i.e.*, microgrietas, sino solamente una superficie a compresión.

Como se ha discutido anteriormente, los resultados obtenidos en este trabajo indican que es el comportamiento colectivo de los defectos puntuales introducidos en la superficie del vidrio lo que determina los límites del régimen autoafín. Estos resultados en un futuro cercano sirven como base para un modelo fenomenológico de interacción entre el campo de esfuerzos presente en la punta de la microgrieta y aquel que resulta de los defectos puntuales, en este caso los iones K^+ introducidos durante el intercambio iónico.

Timoshenko y Goodier [63] demostraron que el esfuerzo en una placa (en condiciones de deformación planar) que contiene una particularidad circular de diámetro $2a$ y cargada axialmente según se ilustra en la figura 5.14 sobre el eje X_3 puede ser calculada como sigue:

$$\sigma_{\theta} = \frac{\sigma}{2} \left(1 - \frac{a^2}{r^2} \right) + \frac{\sigma}{2} \left(1 + 3 \frac{a^4}{r^4} \right) \cos 2\theta \quad (\text{Ec. 5.1})$$

La ecuación 5.1 representa el esfuerzo angular en función del diámetro a y la distancia r . Por otra parte, en la obra de B. R. Lawn y T. R. Wishaw [64] se muestra que para una placa que contiene una grieta elíptica (en condición de deformación planar) de radio de curvatura ρ , el esfuerzo máximo ocurre en la punta de la grieta, justo donde $\theta = \pi/2$ y $r = a$.

En este caso:

$$\sigma_{\theta} = 3\sigma \quad (\text{Ec. 5.2})$$

Ahora, considerando que las grietas en los materiales frágiles se propagan por esfuerzos de tensión y además:

1. En comparación con el tamaño de una grieta, se puede analizar localmente el espécimen como un estado de deformación planar.
2. El efecto de cada uno de los defectos puntuales genera un esfuerzo local como el descrito por Timoshenko y Goodier (ecuación 5.1).

Por lo tanto, el modelo deberá considerar la interacción de la distribución estadística de los campos de esfuerzos causados por la introducción de los iones de potasio en el vidrio, además, la superficie de fractura sintética resultante deberá coincidir con los parámetros autoafines reportados en este trabajo.

CAPÍTULO 5 ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

La figura 5.14 ilustra una placa que contiene una grieta elíptica interactuando con el campo de esfuerzos local que resulta del intercambio iónico, la cual es sometida a tensión sobre el eje X_3 .

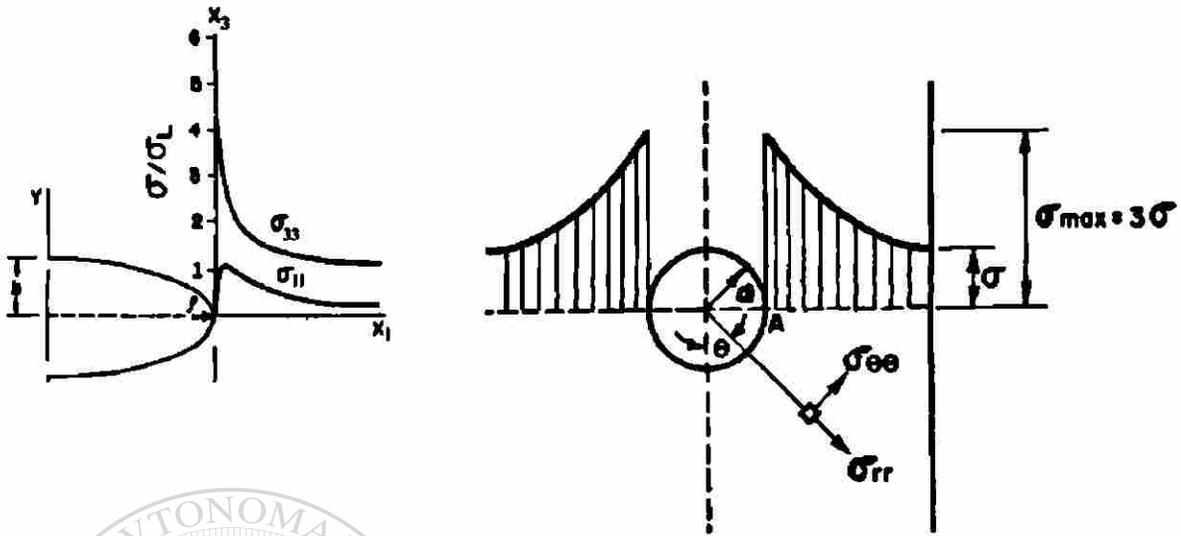


Figura 5.14, placa sometida a esfuerzo de tensión en el eje X_3 (ver texto)



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

CAPÍTULO 6

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

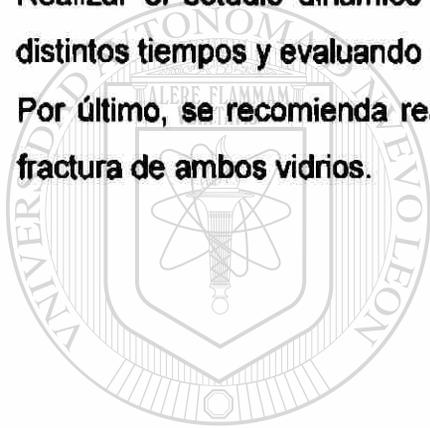
6.1.- Conclusiones

- Los ensayos de microdureza revelan un efectivo reforzamiento del vidrio, esto debido a que aumenta la resistencia a la propagación de grietas superficiales, es interesante notar que además se produjo un aumento en la dureza superficial.
- El estudio topográfico permitió corroborar la presencia de las tres zonas características de la superficie de fractura del vidrio en el material empleado en esta investigación.
- Las imágenes 3D de la topografía de la superficie de fractura en la zona especular muestran que esta no es completamente lisa, sino que, las particularidades geométricas presentes en esta son menores a la longitud de onda de la luz, por ello reflejan tan bien a ésta.
- Las topografías de la zona difusa y fibrosa también son evidencia de la autosimilitud estadística presente en la superficie de fractura del material.
- El análisis de autoafinidad realizado sobre las superficies de fractura en ambos vidrios -con y sin intercambio iónico- arrojan un valor de $\zeta \sim 0.8$, reportado como un comportamiento universal para altas velocidades de propagación de grietas en diferentes tipos de materiales.
- La técnica de análisis empleada en este trabajo consolida una herramienta de análisis para describir la fractura en otros procesos de reforzamiento de vidrio, como son el templado físico y el pulido por flama.
- El modelo propuesto en este trabajo sobre la interacción entre los campos de esfuerzos en la punta de la grieta y el causado por el intercambio iónico representa una nueva alternativa para explicar el reforzamiento inducido por este tratamiento.

6.2.- Recomendaciones

En base a los resultados obtenidos en este trabajo se propone para la continuidad del presente trabajo:

- Realizar un estudio de autoafinidad controlando la velocidad de propagación de la grieta y evaluando los efectos de ésta en los parámetros ζ y ξ .
- Llevar a acabo un estudio fotoelástico para ambos vidrios, con y sin tratamiento y evaluando las propiedades mecánicas en ambos materiales.
- Elaborar un modelo computacional y fenomenológico que reproduzca el escalamiento observado, este modelo debe combinar el método de elementos finitos con métodos que consideren detalles de la estructura a nivel atómico, e.g. Dinámica Molecular.
- Realizar el estudio dinámico de la propagación de grietas registrando las trazas a distintos tiempos y evaluando sus parámetros autoafines.
- Por último, se recomienda realizar un estudio de emisión acústica en el proceso de fractura de ambos vidrios.



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ***El Vidrio***, segunda edición. José María Fernández Navarro, Editorial Traviña, 1991, pp 47-76.
2. ***Historia Parcial de Vitro***. Enrique Canales, CIENCIA-UANL Vol. 3, No. 4 pp. 385 (2000).
3. ***The Phenomenon of Rupture and Flow in Solids***. A. A. Griffith. Phil. Trans. Royal Society, London, A 221, pp. 163-198, (1920).
4. ***Vidrio Templado: Teoría y Solución de un Problema Práctico*** (Tesis de Maestría FIME-UANL). Eduardo Cárdenas Alemán, (1991)
5. ***De la Pirotecnia***. Vannoccio Biringuccio. Se consultó la siguiente versión: ***The Pirotecnia of Vannoccio Biringuccio – The Classic Sixteenth Century Treatis on Metals and Metallurgy- Translated and Edited By Cyril Stanley Smith and Martha Teach Gnudi***. Dover Publications Inc. (1958), pp. 210.
6. ***Fractals: Form, Chance and Dimension***. B. B. Mandelbrot, W.H. Freeman and Co. San Francisco (1977).
7. ***Fractal Character of Fracture Surfaces Metals***. Mandelbrot B.B., Passoja D.E. and Paullau A.J., Nature 308 (1984), pp. 721-722.
8. Bouchaud E., Lapasset G. and Planès J., Europhys. Lett. 13 (1990), pp. 73.
9. ***Reliability of Self-affine measurements***. Jean Schmittbul and Jean Pierre Vilotte. Physical Rev. Vol. 51, Num. 1, pp 131-144.
10. ***Long Distance Roughness of Fracture Surfaces in Heterogeneous Materials***.[®] Hinojosa M., Bouchaud E., and Nghiem B., MRS Symp. Proc. Vol. 539, (1999), pp. 203-208.
11. Edgar Reyes Melo, Tesis M.C., Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica U.A.N.L., (1999).
12. ***Self-Affine Measurements on the Fracture Surface of Plastic Materials By Afm***. E. Reyes, C. Guerrero, V. González, and M. Hinojosa. Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 578, (2000), pp. 357-361.
13. Jorge Aldaco Castañeda, Tesis M.C., Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica U.A.N.L., (2000).
14. ***Long Distance Surface Roughness of Fracture Surfaces on a Dendritic Alluminium Alloy***. J. Aldaco, F.J. Garza, and M. Hinojosa, MRS Symp. Proc. Vol. , (1999), Vol. 578, pp. 351-356.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

15. ***Super Coiled Liquids and Glasses***. Walter Kob, Cond-mat 1999, pp 1.
16. ***Nonlinear Viscous Flow in Glass Forming***. Joseph H. Simmons and Catherin J. Simmons, Ceramic Bulletin Vol. 68 No. 1, pp. 1049.
17. ***Darstellung von Merkomponentengläsern ohne Durchlaufen der Schmelzphase***. Dislich H., Glasstechn. Ver. 44 pp 1-18 (1971).
18. ***Estructura de Sólidos Amorfos***. Martín Edgar Reyes Melo, Moisés Hinojosa Rivera. Ingenierías Vol. III No. 9 pp. 7-14 (2000).
19. ***Glass and Batch Composition***. Leo E. Stadler, pp 2-10.
20. ***Review Methods for Improving the Mechanical Properties of Oxide Glasses***. I.W. Donald. Journal of Materials Science 24 (1989) pp. 4177.
21. ***Continuum Mechanics***. George E. Mase. Shaum's Outlines (2000), 1st edition: 1970 McGraw Hill Shaums Series.
22. ***Stress in a Plate Due to the Presence of Cracks and Sharp Corners***. C. E. Inglis. Proc. Inst. Naval Arch., V. 55. pp. 219-241 (1913).
23. ***Brittleness of Glasses by Indentation***. J Sehgal, Y. Nakao, H. Takahashi, S. Ito, Journal of Materials Science Letters 14 (1995), pp 167-169.
24. ***A New Brittleness Glass in the Soda-Lime-Silica Glass Family***. J Sehgal, S. Ito, J. Am. Ceram. Soc. 81 (1998), pp 2485-2488.
25. ***Mechanical Metallurgy, Principles and Applications***. Marc André Meyers and Krishan Kumar Chawla. Prentice Hall. pp. 25 (1984).
26. ***Fractography- A new Tool for Metallurgical Research***, C. A. Zapffe and M. Clogg Jr., ASM (1944) Vol. 34, pp. 71-107.
27. ***Descriptive Fractography***, James R. Varner, ASM Ceramics Materials Handbook Vol. 4 (1991) pp. 635-644.
28. ***Fundamentals of Fracture Mechanics***. J. F. Knott. Butterworths London (1973) pp. 51.
29. ***Mechanical Metallurgy***. George E. Dieter. Mc Graw Hill Series in Materials Science and Engineering, pp. 246 (1986).
30. ***Elasticidad 3ª Edición***. Luis Ortiz Berrocal, Mc Graw Hill Interamericana de España, S.A.U. (1998).
31. ***How Long is the Coast of Britain? Statistical Self-Similarity and Fractional Dimension***. Benoît Mandelbrot, Science Vol. 156 (1967) pp. 636-638.
32. ***Fractals Everywhere***. Michel Barnsley, Academic Press Inc. (1988), pp. 2-40.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

33. ***Calculus for the Life Science***. DeSapio. Freeman Publishing Company, (1970), pp 1-17.
34. ***Fractals, Fracta, Fractal. Fractales de Laberintos y Espejos***. Vicente Talanquer, Fondo de Cultura Económica-CONACYT (1986) pp 3-10.
35. ***The Fractal Geometry Of Nature***. Mandelbrot B.B., W.H. Freeman and Co. New York 1982.
36. ***Fractals***. Jens Feder, Plenum Press N.Y. 1990, pp. 149-162.
37. ***Space Odissey***. Director: Stanley Kubrick, Protagonista: Keir Dullea (1968).
38. ***Aplicación de Geometría de Fractales a la Descripción de Microestructuras Metálicas***. Moisés Hinojosa Rivera, Tesis Doctoral FIME-UANL, (1996)
39. ***Pulsatile Instability In Rapid Directional Solidifications: Strongly-Nonlinear Analysis***. G. J. Merchant, R. J. Braun, K. Brattkus and S. H. Davis, SIAM Journal of Applied Mathematics (1992), pp. 1279-1302.
40. ***Thermal Effects in Rapid Directional Solidification: Weakly-Nonlinear Analysis of Oscillatory Instabilities***. D. A. Huntley and S. H. Davis, Journal of Crystal Growth Vol. 132 (1993), pp. 141-165.
41. ***Nonlinear Long-Wave Morphological Instabilities In Directional Solidification System***. Jin-Yuan Hsieh and Chi-Chuan Hwang, Journal of Crystal Growth Vol. 132 (1993), pp. 447-456.
42. ***Sur un Courbe Continue Sans Tangente, Obtenue par une Construction Géométrique Élémentaire***. H. von Koch, Arkiv för Matematik 1 (1904), pp. 681-704.
43. ***On the Existence of Active Molecules in Organic and Inorganic Bodies***. Brown R. Phil Mag. 4, pp. 162-173 (1928).
44. ***Fractional Brownian Motions, Fractional Noises and Applications***, Mandelbrot B. B., and Van Ness J. W., SIAM Rev. 10, 1968, pp. 422-437.
45. Maloy K. J. Hansen A., Hinrichsen E. L. And Roux S., Phys. Rev. Lett. 68, pp213 (1992).
46. Milman V. Y., Blumenfeld R., Stelmashenko N. A. and Ball R. C., Phys. Rev. Lett. 71, pp 204. (1993).
47. Milman V. Y., Blumenfeld R., Stelmashenko N. A. and Blumenfeld R., Prog. Mater. Sci. 38, pp 415, (1994).
48. McAnulty P., Meisel L. V. and Cote P., Journal of Physics Rev. A 46, pp 3523, (1992).
49. ***Effets D'échelle Dans la Rupture de Materiaux Hétérogénese*** (Tesis Doctoral L'Université de Paris). Pascal Daguier. Paris 6 (1997).

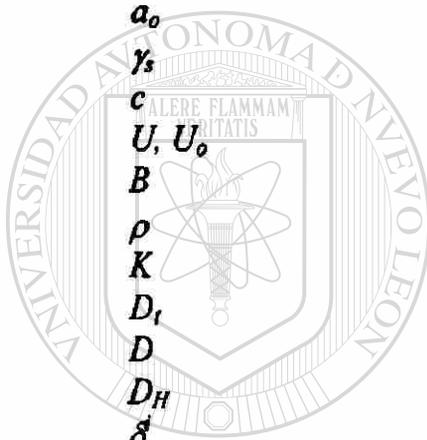
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

50. **Fracture Surfaces: Apparent Roughness, Relevant Length Scales and Fracture Toughness.** E. Bouchaud, J. P. Bouchaud. *Physical Review B*. Vol. 50, Num. 23, pp 50-54. (1994).
51. **Growth of pore Interfaces and Roughness of Fracture Surfaces in Porous Silica: Million Particle Molecular Dynamics Simulations.** A. Nako, R. K. Kalia and P. Vashista, *Phys. Rev. Lett.*, 73, pp 2336-2339. (1994).
52. **Crack Growth Propagation and Fracture in Graphite Sheet: A Molecular Dynamics Study on Parallel Computers.** A. Omeltchenko, J. Yu, R.K. Kalia and P. Vasista, *Phys. Rev. Lett.*, 78, pp 2148-2151 (1997).
53. A. Hansen, E.L. Hinrichsen and S. Roux, *Phys. Rev. Lett.*, 66, pp 2476 (1991).
54. Xavier Guerrero Dib, Tesis M.C., Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica U.A.N.L., (2001).
55. **Microstructure and Fracture Correlation Length.** M. Hinojosa, J. Aldaco, U. Ortiz and J. A. González. *Euromath 2000 Vol. 2 (Advances in Mechanical Behavior, Plasticity and Damage)* pp. 1469-1474 (2000).
56. **The Science and Engineering of Materials 3rd Ed.** Donald R. Askeland. PWS Publishing Co. 1996.
57. **Inverted Microscope Epiphot-Tme Instruction.** Nikon Co., Tokio (1988).
58. **Quantiment 520+ Operators Manual.** Leica Cambridge Ltd. Cambridge (1990).
59. **Ten Years of Atomic Force Microscopy in Glass Research.** Hervé Arribart and Daniel Abriou, *Ceramics-Silikéty* 44 (2000), pp. 121-128.
60. **2D and 3D Self-Affine Crack Propagation on Aluminum Alloys,** M. Hinojosa, E.I. Morales, X. Guerrero, J. Aldaco and U. Ortiz. ICF 1005910R. Hawaii (2001).
61. **Quantitative Fracture Surface Analysis,** Terry A. Michalske. *ASM Engineering Materials Handbook Vol. 4 (Ceramic and Glasses)*, pp. 652-662 (1987).
62. **Physical Properties of Crystals, Their Representation by Tensors and Matrices.** J. F. Nye. Oxford Science Publications. pp. 195-212 (1985).
63. **Theory of Elasticity, 3rd Ed.** S. P. Timoshenko and J. N. Goodier. Mc Graw Hill International Editions (Engineering and Mechanics Series), pp. 35-144 (1970).
64. **Mechanical Metallurgy, Principles and Applications.** Marc André Meyers and Krishan Kumar Chawla. Prentice Hall. pp. 134 (1984).

APÉNDICE A

Simbología

ζ	<i>Exponente de rugosidad</i>
ξ	<i>Longitud de correlación</i>
R_{ms}	<i>Rugosidad raíz media cuadrada</i>
T_g	<i>Temperatura de transición vítrea</i>
F_f	<i>Temperatura de fusión</i>
σ	<i>Esfuerzo de tensión</i>
σ_{ij}	<i>Tensor de esfuerzos</i>
ϵ_{kl}	<i>Tensor de deformación (strain)</i>
C_{ijkl}	<i>Tensor de constantes elásticas (Stiffnes)</i>
$\lambda/2$	<i>Distancia interatómica de separación</i>
a_0	<i>Distancia interatómica de equilibrio</i>
γ_s	<i>Energía superficial</i>
c	<i>Longitud media de la grieta</i>
U, U_0	<i>Energía potencial por unidad de espesor</i>
B	<i>Índice de fragilidad</i>
ρ	<i>Radio de curvatura</i>
K	<i>Factor de intensidad de esfuerzos</i>
D_1	<i>Dimensión topológica</i>
D	<i>Dimensión fractal</i>
D_H	<i>Dimensión de Hausdorff-Besicovitch</i>
δ^i	<i>Segmentos de dimensión i</i>
X	<i>Coordenada de un punto</i>
X'	<i>Transformación de X</i>
w_∞	<i>Momento estadístico de orden infinito (Z_{max})</i>
w_1	<i>Segundo momento estadístico con respecto a la media</i>



APÉNDICE B

Microscopía de Fuerza Atómica

A continuación se describe brevemente la técnica de microscopía de fuerza atómica (MFA), la cual fue ampliamente empleada en esta investigación.

1.1.- Principio de operación del MFA

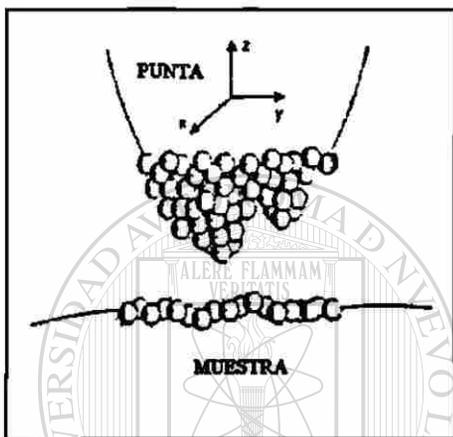


Figura B-1, esquema de una punta del MFA, las esferas representan átomos.

Este microscopio sondea la superficie de una muestra con una punta muy fina cuya longitud es de un par de micrones y, su diámetro es menor de 100 Å. Dicha punta está emplazada en el cabo libre de un cantilever cuya longitud es del intervalo de 100 a 200 μm , en la figura B-1 se aprecia un esquema de dicha punta

El nombre del microscopio proviene del principio mismo de su funcionamiento. Existe una fuerza asociada a la punta y la superficie de la muestra,

esta fuerza es conocida como fuerza interatómica o de *Van der Waals*, la figura B-2 muestra un gráfico conocido como curva de *Condon-Morse*, en éste se aprecia la fuerza interatómica como función de la distancia de separación.



Figura B-2. Curva de fuerza interatómica Vs separación.

APÉNDICE B

1.2.- Operación del MFA

Un láser guiado mediante un espejo se dirige hacia el extremo del cantilever justo donde está la punta. Ya que el escáner y por lo tanto la muestra, están en movimiento, la fuerza entre la muestra y la punta causa una deflexión en el cantilever, entonces el láser reflejado por el cantilever es dirigido a diferentes alturas. Un detector capta la señal del haz reflejado y por último, un procesador conectado al detector y al escáner transforma las alturas y los barridos en perfiles topográficos, al unir los perfiles se forma una imagen 3-D topográfica de la superficie, este funcionamiento se aprecia en la figura B-3.

El MFA opera en dos modalidades básicas; estas son: contacto y no contacto, además de una tercera (contacto intermitente) que es una combinación de las dos anteriores. En la figura B-2 se ilustran estas modalidades en función de la curva de separación interatómica.

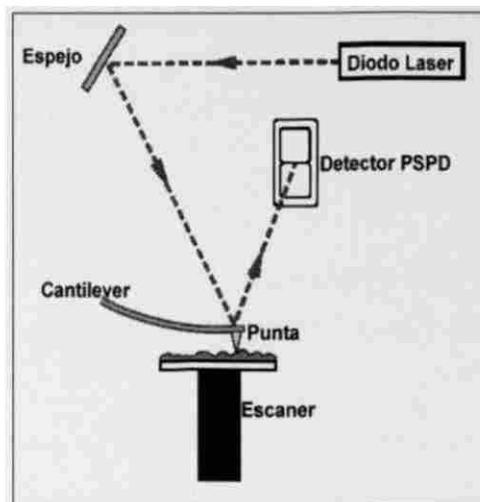


Figura B-3, funcionamiento básico del MFA.

1.3.- Modalidad de contacto. En el modo de contacto, también conocido como repulsivo, la punta hace un delicado “contacto físico” con la superficie de la muestra. El cantilever posee una constante de resorte más baja que la constante efectiva de resorte que mantiene unidos a los átomos. Las fuerzas de contacto causan flexión en el cantilever; por lo tanto, conforme la muestra se mueve bajo la punta, el cantilever se arquea según la topografía del espécimen generando una imagen, en este trabajo se empleó la técnica de MFA en esta modalidad.

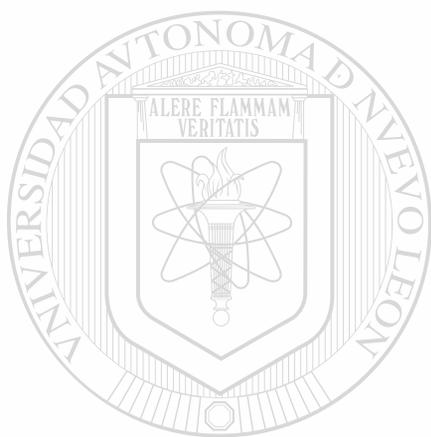


Figura B-4, vista superior del MFA en operación.

2.4.2.2 Modo de no contacto. Esta es otra modalidad del microscopio de fuerza atómica. El espaciamiento que existe entre la punta y la superficie del espécimen es del

APÉNDICE B

orden de decenas a cientos de angstroms. La fuerza entre la punta y la superficie de la muestra es atractiva; por lo tanto, el tipo de cantilever usado en esta técnica debe ser más rígido para evitar el "contacto" con la superficie de la muestra. La figura B-4 muestra el MFA en operación realizando un barrido sobre la superficie de fractura del vidrio.



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

APÉNDICE C

Publicaciones

2001

1.- Propiedades De Escalamiento En La Fractura Del Vidrio Sometido A Intercambio Iónico. Publicación del Congreso Iberoamericano de Química Inorgánica 2001, Guanajuato México.

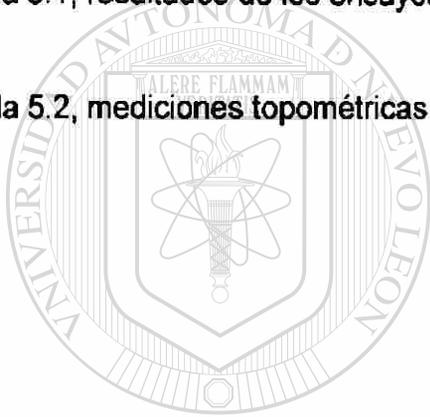
2.- Scaling Properties of Fracture Surfaces on Glass Strengthened by Ionic Exchange. Publicación del VII International Conference on Advanced Materials, ICAM 2001, Cancún México.

2002

1.- Self-Affine Properties On Fracture Surfaces Of Ionic Exchanged Glass. Publicación aceptada para próximo congreso: Complexity and Fractals in Nature, 7th International Multidisciplinary Conference, (Granada España) Organizado por la escuela de matemáticas de la Kingston University (Inglaterra)

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla	Página
Tabla 2.1 Composición en % de óxidos de vidrios comerciales	13
Tabla 2.2 Materias primas en la fabricación de vidrio comercial	13
Tabla 2.3 Propiedades de vidrios del sistema $\text{Na}_2\text{O-CaO-SiO}_2$	20
Tabla 3.1, principales diferencias entre geometría euclidiana y fractal	33
Tabla 4.1, composición química del vidrio (análisis elemental y base óxidos)	43
Tabla 5.1, resultados de los ensayos de microdureza	51
Tabla 5.2, mediciones topométricas típicas	54



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



ÍNDICE DE FIGURAS

Figura	Página
Figura 2.1, estructura tetraédrica de la sílice.	8
Figura 2.2 a). Red vítrea de la sílice (2D)	8
Figura 2.2 b) Red cristalina de la sílice (2D)	8
Figura 2.3. Patrón de difracción de rayos-X del cuarzo.	9
Figura 2.4. Patrón de difracción de rayos-X para sílice amorfa.	9
Figura 2.5. Modelo del retículo vítreo según Lebedev. Las zonas punteadas pertenecen a ordenamiento cristalino, los triángulos negros representan tetraedros de SiO ₄	11
Figura 2.6. Representación de un vitrón según Tilton.	12
Figura 2.7. Temperatura Vs calor específico.	14
Figura 2.8. Esfuerzo de tensión en función de la separación interatómica.	15
Figura 2.9. Modelo de Griffith de una placa conteniendo una grieta elíptica.	17
Figura 2.10 a). Micrografía característica de un ensayo de microdureza realizado en vidrio sódico-cálcico.	19
Figura 2.10 b) Esquema de los parámetros medidos en el análisis de fragilidad [20]	19
Figura 2.11. Distribución de esfuerzos obtenida mediante templado físico.[20]	21
Figura 2.12. Distribución de esfuerzos obtenida mediante templado químico.[20]	22
Figura 3.1. Fractura característica de los materiales frágiles.	24
Figura 3.2. Los tres modos de aplicación de carga.	26
Fig. 3.3. Distribución de las líneas de fuerza en un elemento sometido a tensión (ver texto)	26
Fig. 3.4. Modelo de Griffith de una cavidad	27
Fig. 3.5. Placa infinita, homogénea y elástica que contiene una grieta elíptica de longitud 2a sujeta a esfuerzo tensil.	30
Fig 3.6 a) Proceso de iteración para formar la curva de von Koch.	31

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 3.6 b) Curva de von Koch	31
Fig. 3.7. Copo de nieve.	32
Fig. 3.8. Medición del tamaño de conjuntos: longitud, área y volumen.	34
Fig. 3.9. Gráfico característico de un registro del movimiento Browniano	35
Fig. 3.10. Observación del mfB en un plano.	36
Fig. 3.11. Construcción sintética de una superficie rugosa partiendo de perfiles sintéticos.	37
Figura 3.12. Algoritmo empleado en el método de ventana de ancho variable.	38
Figura 3.13, curva de autoafinidad ideal ilustrando los parámetros ζ y ξ .	38
Figura 4.1, imagen de un portaobjetos.	42
Figura 4.2, diagrama de fases ternario del sistema $\text{Na}_2\text{O}-\text{SiO}_2-\text{CaO}$	43
Figura 4.3, esquema del mecanismo de intercambio iónico.	44
Figura 4.4 a), sal de potasio en el recipiente.	44
Figura 4.4 b) una vez fundida la sal se embebe el espécimen.	44
Figura 4.4 c), inicio del tratamiento.	44
Figura 4.5, curva del tratamiento.	45
Figura 4.6, ensayo de microdureza Vickers.	45
Figura 4.7 a) Generación de la muesca.	46
Figura 4.7 b) Ensayo de flexión.	46
Figura 4.8. Vista superior de una imagen 3D obtenida en MFA.	47
Figura 4.9. Perfil de alturas extraído de una imagen de MFA.	47 [®]
Figura 4.10, eliminación de la tendencia de un perfil de alturas.	48
Figura 4.11, gráfico autoafin ideal de una superficie de fractura.	49
Figura 5.1. Huella característica de un ensayo de dureza Vickers en vidrio sin tratamiento de intercambio iónico, 100X. Ver texto.	51
Figura 5.2. Huella de dureza Vickers característica de vidrio con intercambio iónico, 400X. Ver texto.	51
Figura 5.3. Topografía de una grieta generada en el vértice de una huella mediante un ensayo de microdureza Vickers en el vidrio sin tratamiento.	51
Figura 5.4. Fractografía del vidrio sódico-cálcico, imagen capturada en MEB a 3 kX.	52
Figura 5.5. Topografía característica de la zona especular, barrido de $2 \times 2 \mu\text{m}$.	53

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 5.6. Topografía característica de la zona especular, barrido de 1x1 μm .	54
Figura 5.7. Topografía del inicio de la zona difusa, se aprecia una morfología similar a la de la zona fibrosa, barrido de 10x10 μm .	54
Figura 5.8, topografía de la zona difusa, barrido de 10x10 μm .	55
Figura 5.9. Topografía de la zona fibrosa, barrido de 10x10 μm .	55
Figura 5.10. Topografía de la zona difusa, barrido de 2x2 μm , similarmente a la zona especular se aprecian picos y valles.	56
Figura 5.11 a). Perfiles de de la superficie de fractura, barridos de 10 y 8 μm .	56
Figura 5.11 b). Perfiles de la superficie de fractura, barridos de 4 y 1 μm .	56
Figura 5.12. Curva de autoafinidad para el vidrio sin tratamiento. (Promedio de 41 perfiles)	57
Figura 5.13. Curva de autoafinidad para el vidrio con intercambio iónico (Promedio de 41 perfiles)	57
Figura 5.14, comparación de las curvas de autoafinidad de la superficie de fractura del vidrio con y sin tratamiento de intercambio iónico.	58
Figura 5.14, placa sometida a esfuerzo de tensión en el eje X_3 (ver texto)	60

RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

El ingeniero Francisco J. Garza Méndez nació en Frontera, municipio de Monclova Coahuila, cursó la carrera de Ingeniero Mecánico Metalúrgico en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León en el periodo comprendido entre 1994 y 1999, ha trabajado en el laboratorio metalúrgico de CERREY S.A. de C.V. en la planta de San Nicolás de los Garza N.L., además trabajó como inspector de calidad en fundición de hierro nodular en la empresa FUNDICIÓN CINCO en la planta de Montrey N.L. Ha sido becario de departamento de Mecánica de los materiales de la FIME y realizó su servicio social en los laboratorios del doctorado de la misma. El ingeniero Francisco Javier Garza Méndez ha participado en tres congresos nacionales y tres congresos internacionales, además cuenta con tres publicaciones internacionales. Actualmente es catedrático de la materia de Metalurgia Mecánica en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la UANL y es estudiante del Doctorado en Ingeniería de Materiales de la misma institución.

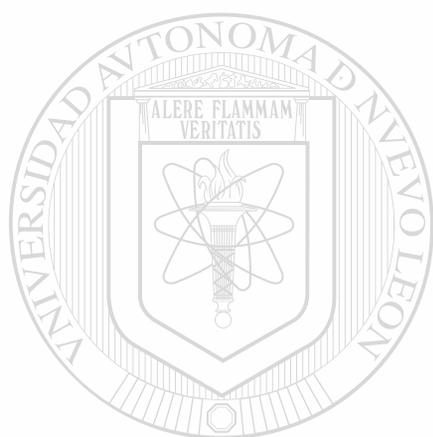


UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



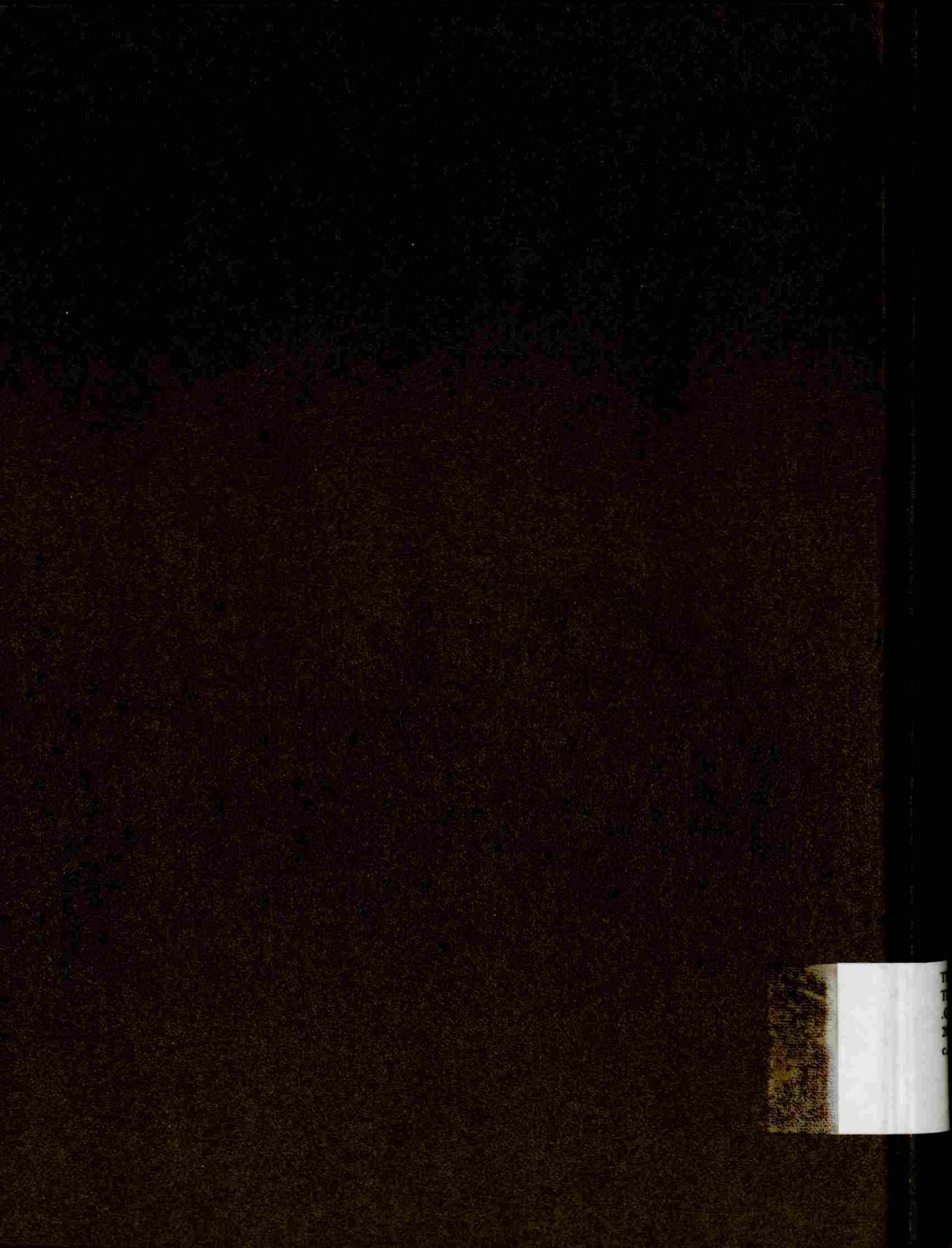
UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS





T
T
.C
M
c