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.

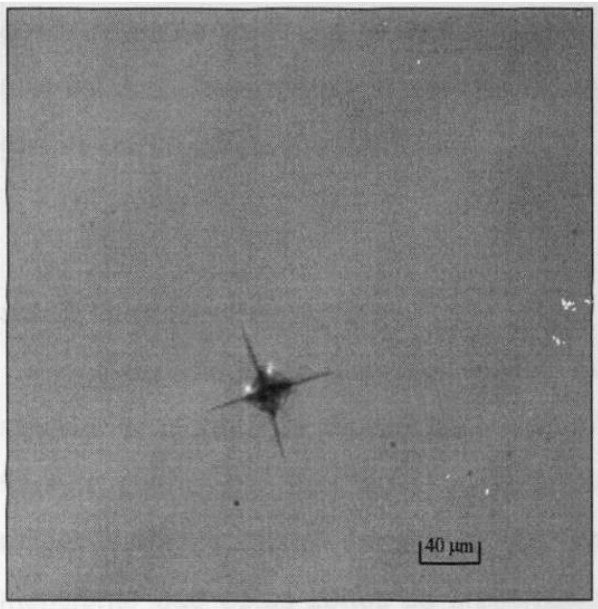

Figura 5.1. Huella característica de un ensayo de dureza Vickers en vidrio sin tratamiento de intercambio iónico, 100X. Ver texto.

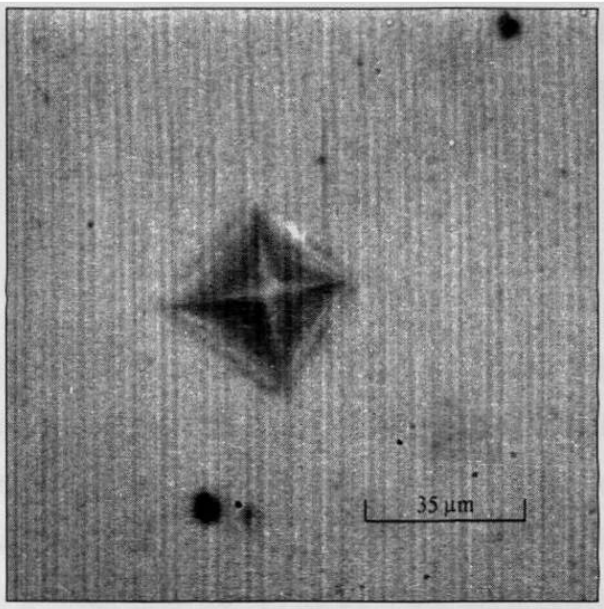

Figura 5.2. Huella de dureza Vickers característica de vidrio con intercambio iónico, 400X. Ver texto.

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

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

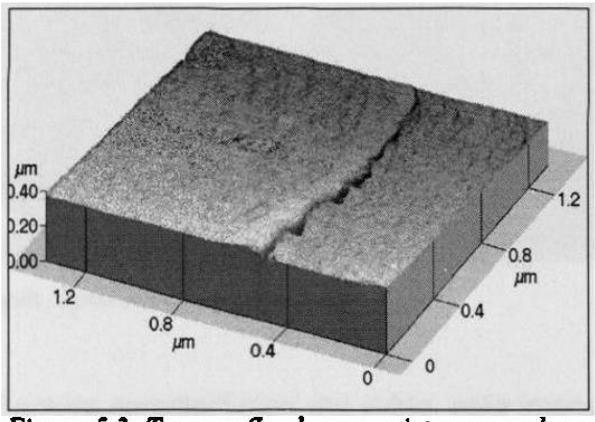

Figura 5.3. Topografía de una grieta generada en el vértice de una huella mediante un ensayo de microdureza Vickers en el vidrio sin tratamiento.

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].

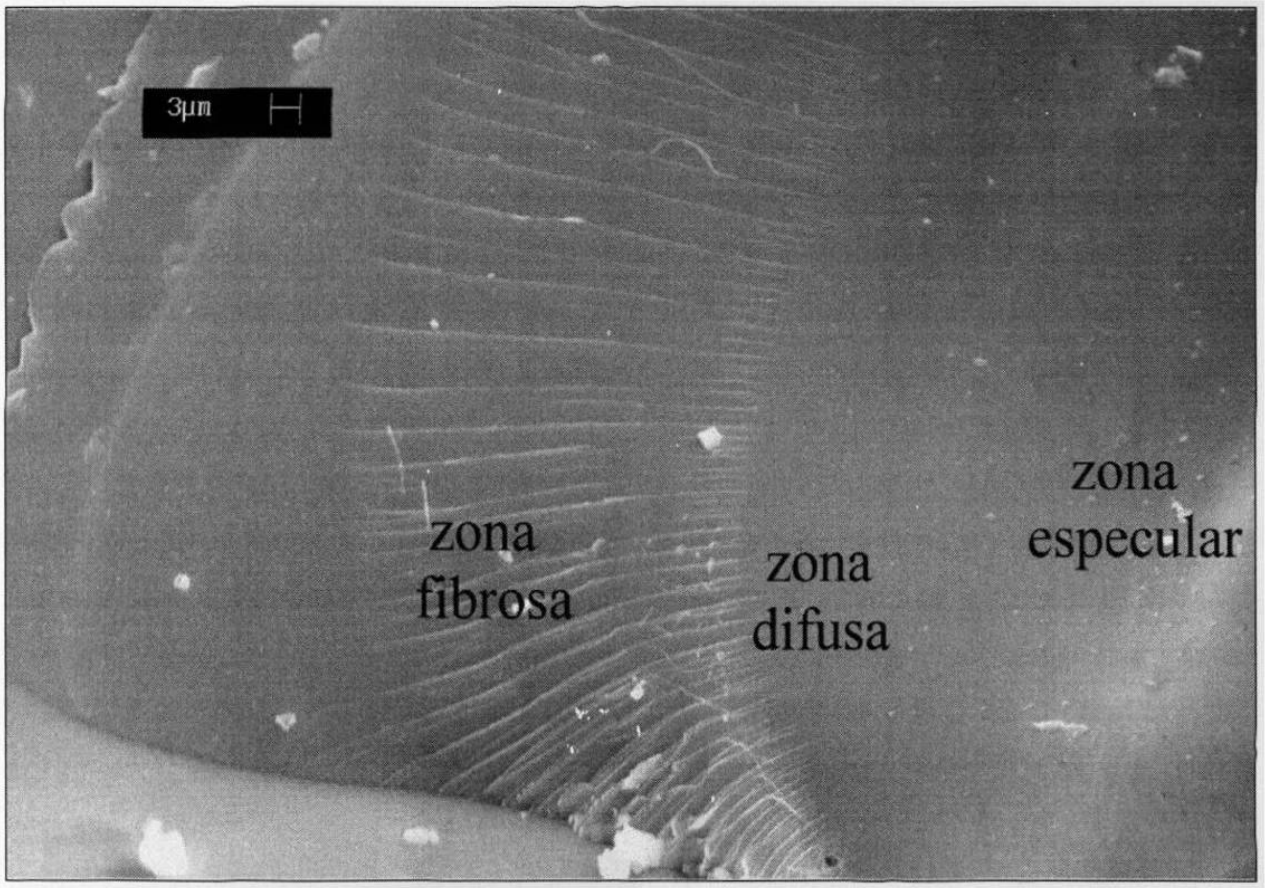

Figura 5.4. Fractografía del vidrio sódico-cálcico, imagen capturada en MEB a 3 kX.

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 μm. 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 2x2 μm y 1x1 μm respectivamente, se pueden apreciar las diferentes protuberancias y su tamaño relativo.

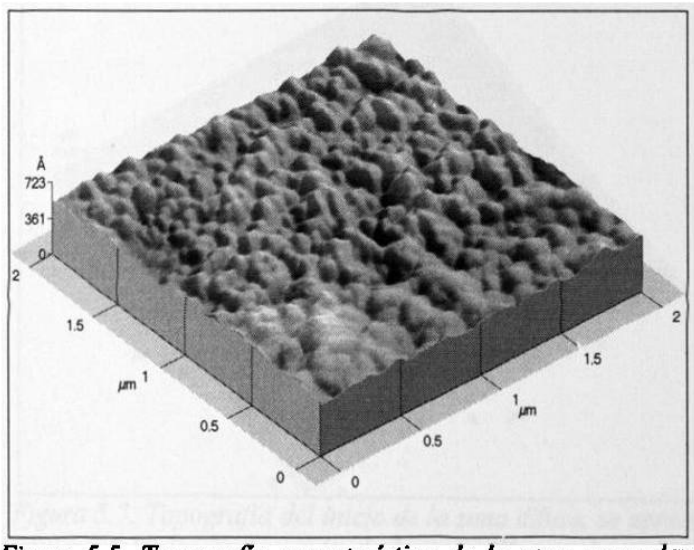

Figura 5.5. Topografía característica de la zona especular, barrido de 2x2 μm.

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

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.

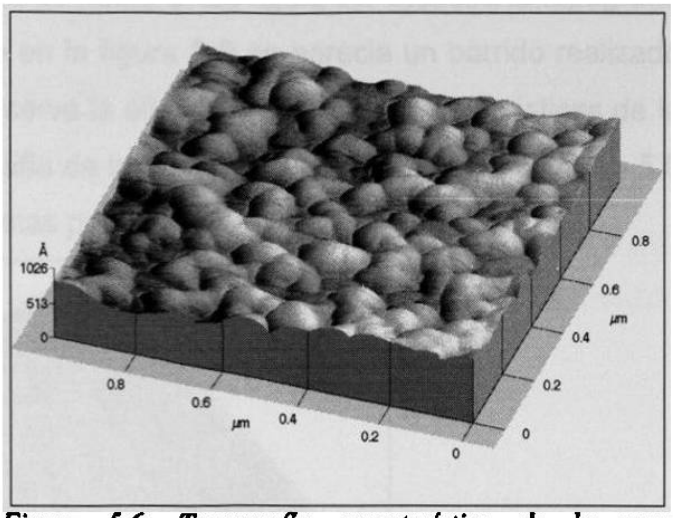

Figura 5.6. Topografía característica de la zona especular, barrido de 1x1 µm.

Tabla 5.2, mediciones topométricas típicas

$R_a f(área)$		$Rmsf(longitud)$	
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

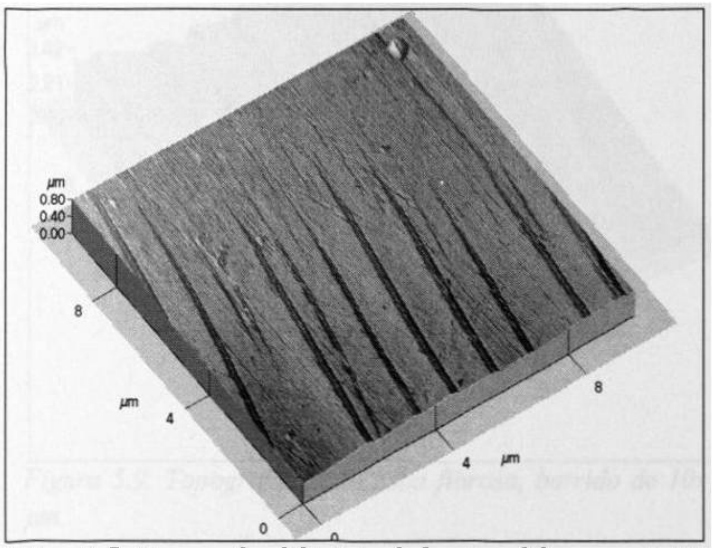

Figura 5.7. Topografía del inicio de la zona difusa, se aprecia una morfología similar a la de la zona fibrosa, barrido de 10x10 µm.

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.

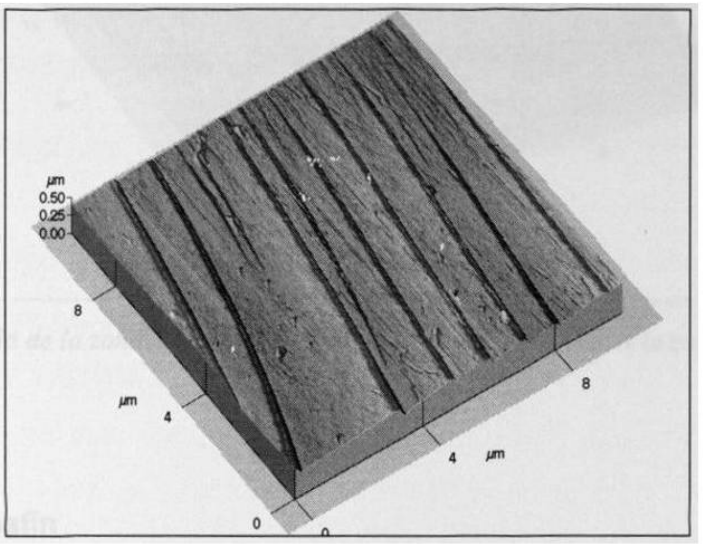

Figura 5.8, topografía de la zona difusa, barrido de 10x10 µm.

Al realizar barridos más pequeños sobre la superficie de las zonas difusa y fibrosa se encuentra nuevamente la morfología de la zona especular, 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 autores analizan globalmente la superficie de fractura, inclusive insisten en la importancia del tamaño característico de la zona especular 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.

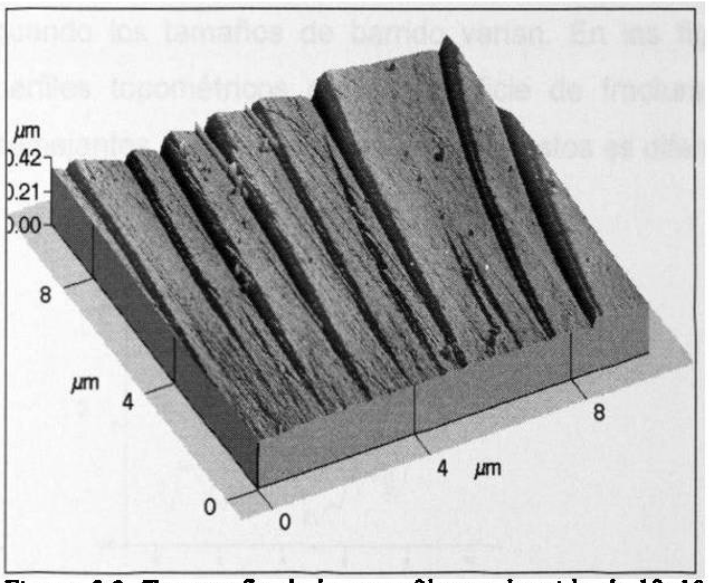

Figura 5.9. Topografía de la zona fibrosa, barrido de 10x10 µm.

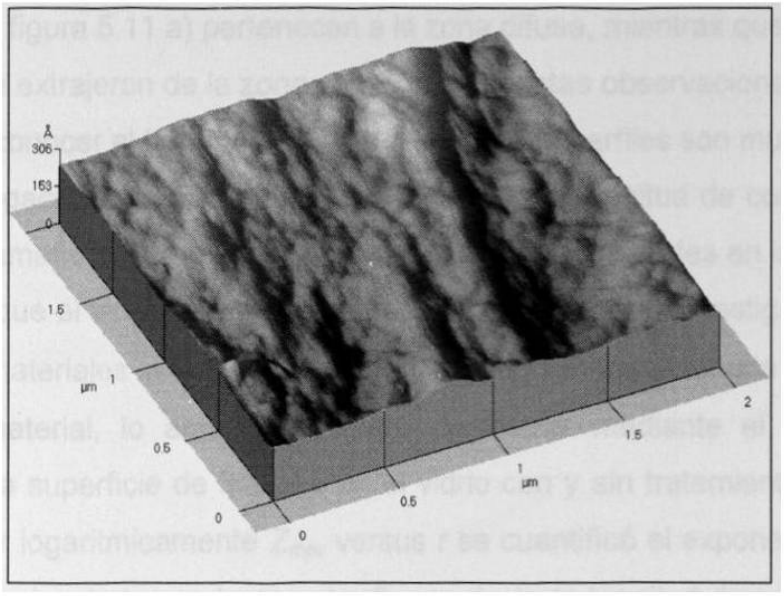

Figura 5.10. Topografía de la zona difusa, barrido de 2x2 µm, similarmente a la zona especular se aprecian picos y valles.

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.

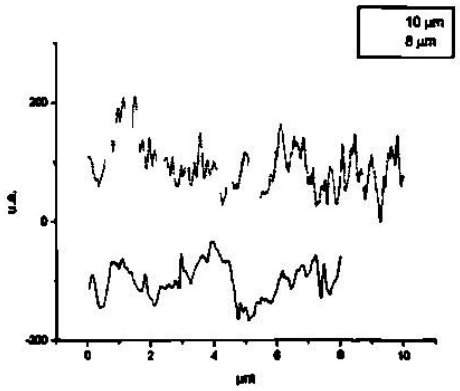

Figura 5.11 a). Perfiles de de la superficie de fractura, barridos de 10 y 8 µm.

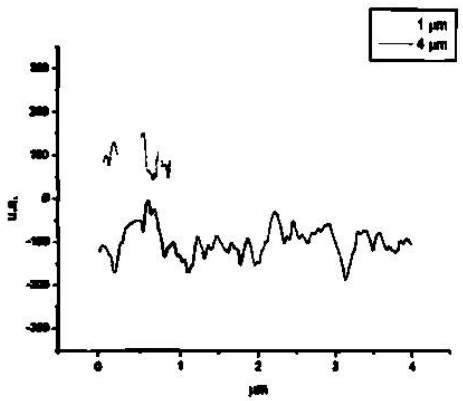

Figura 5.11 b). Perfiles de la superficie de fractura, barridos de 4 y 1 µm.

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 logaritmicamente 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 ζ~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.

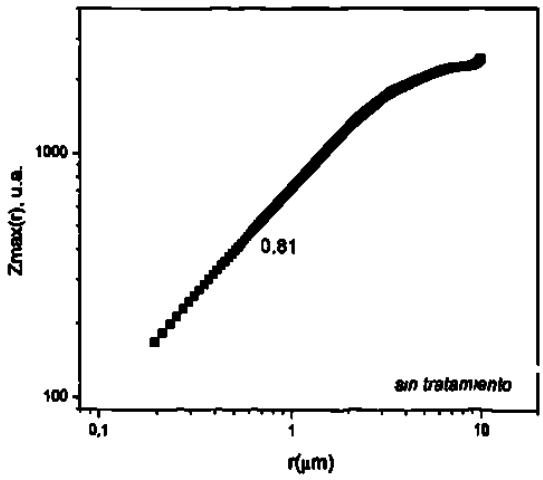

Figura 5.12. Curva de autoafinidad para el vidrio sin tratamiento. (Promedio de 41 perfiles)

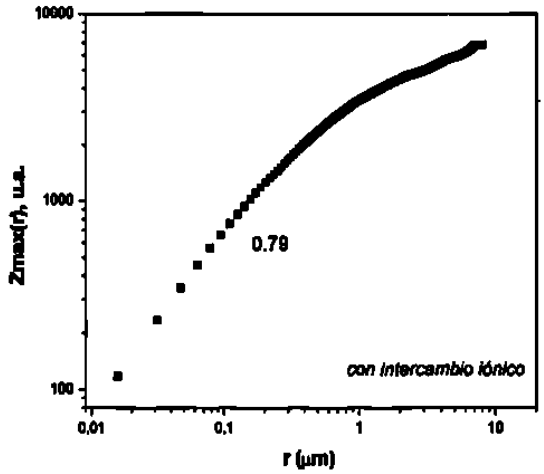

Figura 5.13.Curva de autoafinidad para el vidrio con intercambio iónico (Promedio de 41 perfiles)

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].

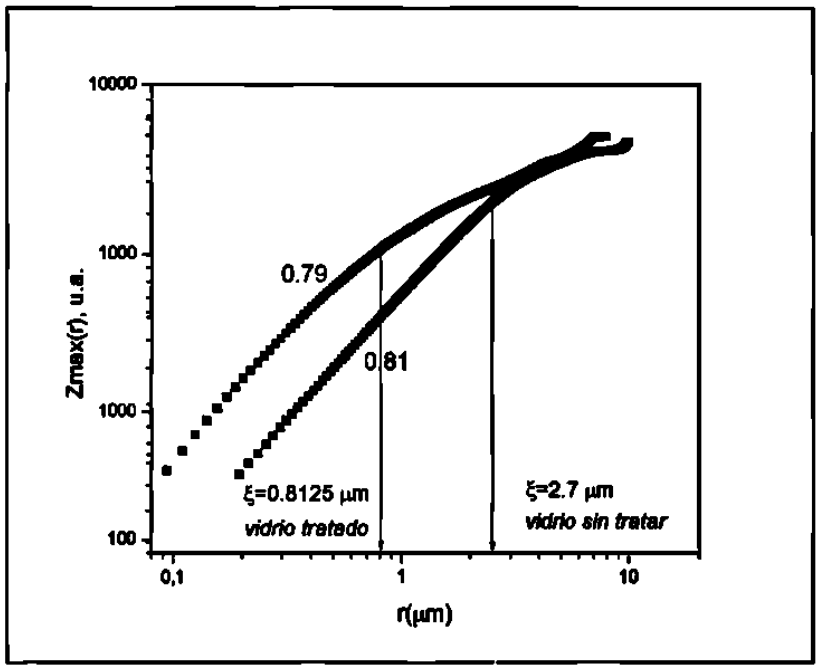

Figura 5.14, comparación de las curvas de autoafinidad de la superficie de fractura del vidrio con y sin tratamiento de intercambio iónico.

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 multiples 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:

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

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:

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

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 Timoshennko 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.

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.

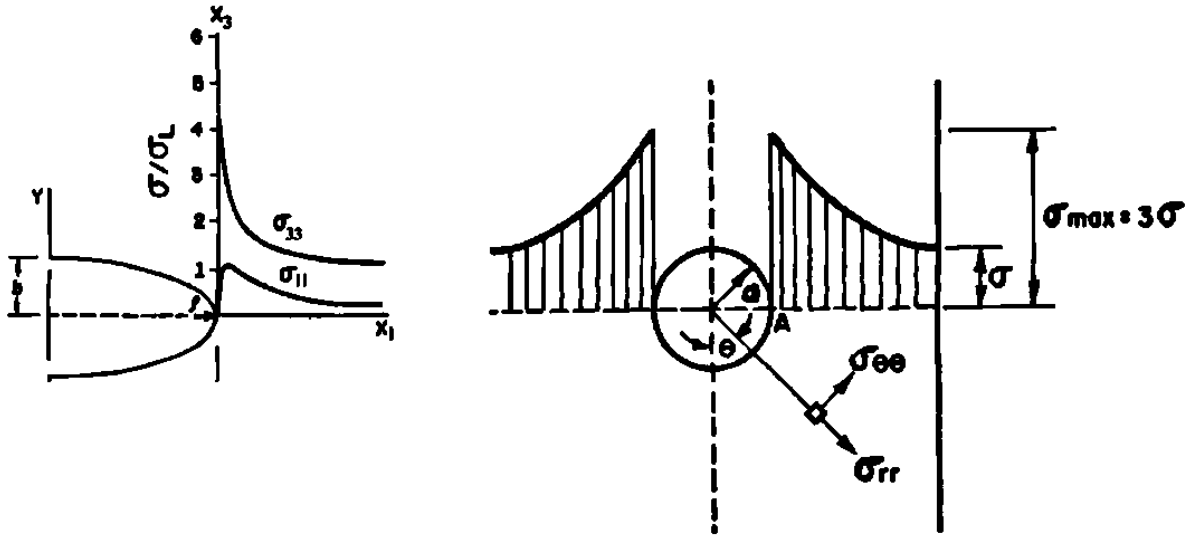

Figura 5.14, placa sometida a esfuerzo de tensión en el eje X_3 (ver texto)

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 atuoafinidad realizado sobre las superficies de fractura en ambos vidrios -con y sin intercambio iónico- arrojan un valor de ζ~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.