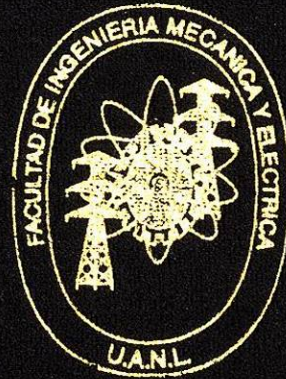
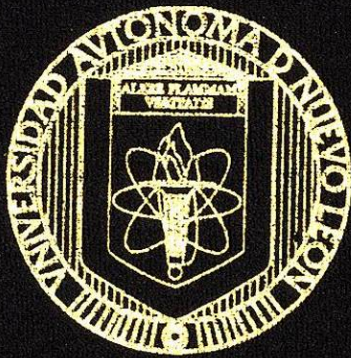


UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON  
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA



TECNICAS EXPERIMENTALES EN FRACTOGRAFIA  
ESTADISTICA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE  
INGENIERO MECANICO METALURGICO

PRESENTA:

FRANCISCO JAVIER GARZA MENDEZ

CD. UNIVERSITARIA

NOVIEMBRE DE 1999

TL

TA409

.G379

1999

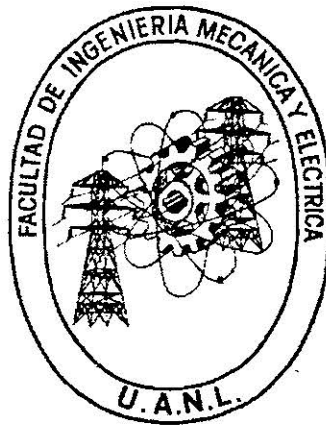
c.1



1080092583

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y  
ELÉCTRICA



TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN FRACTOGRAFÍA  
ESTADÍSTICA

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE  
INGENIERO MECÁNICO METALÚRGICO

PRESENTA

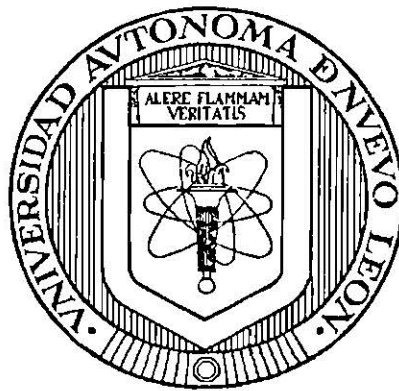
FRANCISCO JAVIER GARZA MÉNDEZ

CD. UNIVERSITARIA

NOVIEMBRE DE 1999

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y  
ELÉCTRICA



TÉCNICAS EXPERIMENTALES EN FRACTOGRAFÍA  
ESTADÍSTICA

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE  
INGENIERO MECÁNICO METALÚRGICO

PRESENTA

FRANCISCO JAVIER GARZA MÉNDEZ

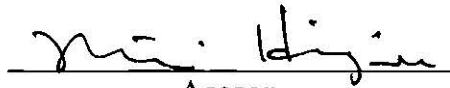
CD. UNIVERSITARIA

NOVIEMBRE DE 1999

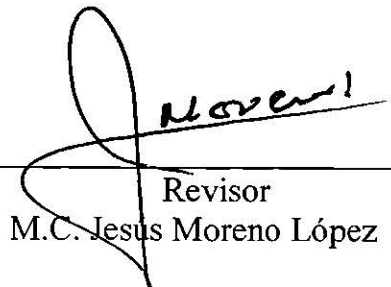
**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis "Técnicas Experimentales en Fractografía Estadística" realizada por el alumno Francisco Javier Garza Méndez sea aceptada como opción al grado de Ingeniero Mecánico Metalúrgico.

El Comité de Tesis

  
Asesor  
Dr. Moisés Hinojosa Rivera

  
Revisor  
Ing. Oscar Atilano González Sánchez

  
Revisor  
M.C. Jesus Moreno López

San Nicolás de los Garza N.L., noviembre de 1999

## Prologo

Hace más de cien años, George Eastman creó la película "Kodak" y dió inicio a una nueva época en la que prácticamente cualquier persona podía tomar fotografías. El uso de la fotografía en nuestros días nos parece natural y hasta anticuado para algunos, pero los estudiosos de épocas más remotas no tenían este recurso y recurrían entonces a los bosquejos o dibujos para registrar lo que veían, como un ejemplo se puede citar a Leonardo da Vinci con sus estudios de anatomía. La fotografía vino a ser un medio invaluable para eliminar errores de apreciación, asegurando de alguna manera que las reproducciones que se obtenían fueran fieles. De hecho, obras como "El Misterio de las Catedrales" de Fulcanelli, que en su primera edición utilizó ilustraciones, y en ediciones posteriores muestra fotografías que refuerzan las descripciones que el autor hace en ese libro de las catedrales.

Aún con la intención de ser totalmente objetivos, los humanos podemos ser llevados por nuestro entusiasmo y así ver cosas en donde no las hay, como cuando Percival Lowell vió canales en Marte, que por supuesto debían haber sido construidos por marcianos, pero que se demostró después que habían sido hechos por la imaginación de Lowell. Aunque me atrevo a decir que la trayectoria de este científico a lo largo de su vida prueba que su intención no fue mentir, de hecho cuando los astrónomos observaban el cielo, debían estar por horas siguiendo un punto y no era raro que la fatiga hiciera que la visión fallara. Entonces lo que se necesitaba era un medio que permitiera tomar las imágenes sin fatigarse, de manera fiel, para después estudiarlas con ahínco. Por supuesto que la intención medular no es evitar la fatiga, sino el error que se comete por causa de ésta, y a la vez ocupar a la mente en la parte creativa.

En el campo de la metalografía, a los microscopistas les ocurría lo mismo que a los astrónomos, por eso, por años la metalografía cuantitativa se ha basado en la fotografía tradicional de muestras amplificadas en un microscopio. Después, las fotos eran analizadas con cuidado; para una persona con experiencia el análisis de imágenes no era difícil y por lo general no se requería mas que una buena foto.

Actualmente, parecería que todos los problemas relacionados con la obtención de una imagen y su posterior análisis ya están resueltos. Ahora utilizamos cámaras de vídeo, incluso digitales, también contamos con la computadora que puede hacer el análisis de una imagen mediante paquetes de computación comerciales. Pero resulta que seguimos necesitando una imagen fiel, y además tenemos que hacer que los detalles que nos interesan sean evidentes para la computadora, lo cual es un poco más difícil, ya que si bien el retoque de una fotografía se puede hacer mediante simple observación, ésta no es tan simple para una máquina. Sin embargo, así como en el pasado un dibujante podía por error modificar los detalles que observaba, ahora mediante el abuso de los paquetes de computación para el procesado (se puede entender retoque) de las imágenes se puede caer en lo mismo.

Aparece aquí la necesidad de encontrar un medio por el cual la representación del objeto a estudiar no sea modificada por el método que se utilice para representarlo. Hay que asegurarse de que la imagen de origen contiene toda la información para ser analizada, al grado de que en el caso de que requiriera ser procesada, este proceso sea claro hasta para la computadora (siguiendo un programa por supuesto), y entonces pasar a la identificación de los detalles de interés o análisis en sí. En metalografía existen varias maneras para hacer esto, tales como el ataque químico para aumentar el contraste en la muestra, o para revelar la microestructura, o modificando la manera en que se ilumina la muestra.

Siempre que se requiere analizar imágenes se utilizan métodos que ya están probados y de los cuales se conocen sus limitaciones, pero cuando nuestras necesidades se encuentran en los límites de los métodos existentes se hace necesario modificarlos o proponer otros nuevos. En este sentido la tendencia es obtener una imagen que muestre los detalles que nos interesan tan claramente como sea posible y luego dejar que la computadora se encargue del análisis de la imagen de manera absolutamente objetiva, o mejor dicho, siguiendo la objetividad del algoritmo que se utilice.

El trabajo que se presenta a continuación propone un método para preparar un tipo específico de muestras de manera que la imagen obtenida cumpla con lo anterior. No es mi deseo adelantarme a lo que se mostrará, pero puedo decir que dado que el autor no pierde de vista que existen limitaciones, ya sea en los métodos, las computadoras o los investigadores, procedió de tal manera que lo que él desea medir fue fácil de identificar, aún para la computadora, para luego hacer la medición. Veamos pues, lo que Francisco propuso para asegurarse de que el análisis fuera objetivo y hasta divertido.

Juan Antonio Aguilar Garib  
Noviembre de 1999

*A mis padres*



# AGRADECIMIENTOS

*Antes que nada a mis padres, gracias por todo el amor, cuidados, libertad y patrocinio durante todos estos años, a los dos todo mi amor.*

*A mi hermano, gracias enano por todos los buenos ratos de cháchara, música y trastadas, siempre unidos.*

*A mi querida facultad la FIME. En especial a la Secretaría Académica y a la dirección que siempre están dispuestos a ayudar. A mi alma matter la UANL, en especial a la Secretaría Académica y al programa PAICYT por el apoyo económico brindado para esta investigación mediante el proyecto CA080-98, y en general porque les debo mi formación.*

*Gracias a las personas que contribuyeron en la realización de este trabajo como son Nelly Cárdenas, Omar Garza, y Lorena Cruz Matus.*

*Al Dr. Moisés Hinojosa Rivera; maestro y amigo, gracias a su acertada dirección pude realizarme por primera vez en un proyecto formal y espero que no sea el último.*

*Las personas que han sido decisivas en mi vida profesional: Ing. Mario Valdez, Ing. Paulino Flores y Dr. Rafael Colás, mil gracias por su ejemplo durante mi estancia en la FIME.*

*A mis amigos y compañeros: Dra. Idalia Gómez, Dr. Aguilar, Ing. Zarel Valdez, Ing. Mayra A<sup>2</sup> y Hector Mendoza, Ileana Garza y J.C., Ing. Jorge Aldaco, Dr. Virgilio González, M.C. Chuy Garza, Lic. Gabriel Aguilera, y los que faltan, gracias por la tertulia y la amistad!*

*A mis adorados genios; cuyo talento siempre me escoltó en las horas de redacción y edición de este trabajo: Nicolo Paganini, Ludwig van Beethoven, Wolfgang A. Mozart, Puccini, Antonio Vivaldi, Verdi, J. S. Bach, C.P. Emmanuel Bach, Jean Baptiste Lully, Carl Nielsen, Iannis Xenakis, Tomasso Albinoni, Tchaikovsky, Borodin, Ravel, Antony Dvorak, Yngwie Johann Malmsteen, Brahams, Chopin, y Joaquín Rodrigo. Difícil de curar!!!*

*Un agradecimiento muy especial a toda la familia Olvera incluyendo a los pequeños Yurín y Abraham, que me ha hecho sentir como un miembro más de la familia, espero saber corresponder todas sus atenciones, muchas gracias!!*

*Por último y ∴ los más importantes: mil gracias a mi amada niña Eyleen, ¿qué te puedo decir? Uno para siempre...*

*Nuevamente a mis padres, después de todo la historia que les voy a narrar comenzó un 6 de septiembre de 1976...*

# INDICE

<b>Dedicatoria</b>	
<b>Agradecimientos</b>	
<b>Resumen</b>	1
<b>Capítulo 1 Introducción</b>	3
<b>Capítulo 2 Mecánica de la fractura</b>	7
<b>2.1 Mecánica de la fractura</b>	7
<b>2.1.1 Introducción</b>	7
<b>2.1.2 Fractura dúctil</b>	7
<b>2.1.3 Fractura por clivaje</b>	8
<b>2.1.4 Modos de carga</b>	9
<b>2.1.5 Criterio de Griffith</b>	9
<b>2.2 Fractografía</b>	11
<b>2.3 Herramientas de la fractografía</b>	13
<b>2.3.1 MEB</b>	13
<b>2.3.1.1 Funciones de los subsistemas del MEB</b>	13
<b>2.3.1.2 La importancia de la saturación</b>	15
<b>2.3.2 Interacción electrones-especímen</b>	16
<b>2.3.2.1 Dispersión elástica</b>	16
<b>2.3.2.2 Dispersión inelástica</b>	16
<b>2.3.3 Electrones retrodispersados</b>	16
<b>2.3.3.1 Dependencia del número atómico</b>	17
<b>2.4 MT y MFA</b>	18
<b>2.4.1 MT</b>	19
<b>2.4.2 MFA</b>	20
<b>2.4.2.1 Modo de contacto</b>	22
<b>2.4.2.2 Modo de no contacto</b>	22
<b>2.5 Perfilometría</b>	23
<b>2.6 Materialografía cuantitativa</b>	23
<b>2.6.1 Procedimientos experimentales</b>	24
<b>2.6.1.1 Análisis de área</b>	24
<b>2.6.1.2 Análisis lineal</b>	24
<b>2.6.1.3 Análisis puntual</b>	25
<b>2.7 Análisis de imágenes</b>	26
<b>2.7.1 Definición de imagen</b>	27
<b>2.7.2 Razones para el análisis de imágenes</b>	27
<b>2.7.3 Procesamiento de imágenes</b>	27
<b>2.7.4 Análisis de imágenes</b>	27
<b>2.7.5 Los principales pasos del análisis de imágenes</b>	27
<b>2.7.5.1 Captura de la imagen</b>	27
<b>2.7.5.2 Segmentación</b>	28
<b>2.7.5.3 Detección del objeto</b>	28
<b>2.7.5.4 Mediciones</b>	28

2.6.5.5 Análisis	28
2.7.6 Diámetro de Feret	29
2.7.7 Factor de forma	29
2.7.9 Espaciamiento interdendrítico	29
<b>Capítulo 3 Autoafinidad de superficies de fractura</b>	30
3.1 Introducción	31
3.2 Fractales	31
3.3 Autosimilitud	32
3.4 Autoafinidad	32
3.5 Geometría Euclidiana y Geometría fractal	32
3.6 Concepto de dimensión	32
3.6.1 Dimensión topológica	33
3.6.2 Dimensión de fractal	33
3.6.3 Dimensión de Hausdorff	33
3.6.3.1 Medidas	33
3.7 Definición	35
<b>Capítulo 4 Experimentación</b>	38
4.1 Material utilizado	38
4.2 Identificación de las fases	38
4.3 Perfilometría	39
4.4 Microscopía electrónica de Barrido	39
4.6 Recubrimiento electrolítico	40
4.6.1 Metodología del recubrimiento	40
4.7 Análisis de imágenes	44
4.8 Microscopía de Fuerza Atómica	46
4.9 Resultados	47
4.9.1 Recubrimiento electrolítico	47
4.9.2 MEB	47
4.9.3 Materialografía cuantitativa y análisis de imágenes	48
4.9.4 MFA	50
4.9.5 Rugosimetría	50
<b>Capítulo 5 Discusión</b>	51
5.1 Material y obtención de la fractura	51
5.2 Recubrimiento electrolítico	52
5.3 Análisis de imágenes	52
5.4 Microscopía electrónica de barrido	52
5.5 Microscopía de fuerza atómica	52
5.6 Perfilometría	
<b>Capítulo 6 Conclusiones y Recomendaciones</b>	54
6.1 Conclusiones	54
6.2 Recomendaciones	55
<b>Referencias</b>	57
<b>Índice de Tablas</b>	59
<b>Índice de Figuras</b>	60
<b>Resumen Autobiográfico</b>	61

# RESUMEN

La fractografía estadística requiere de procedimientos experimentales que arrojen datos de alta precisión, los cuales permitan corroborar los posibles regímenes de autoafinidad de las superficies de fractura estudiada. En el presente trabajo se muestran diferentes técnicas aplicadas al análisis cuantitativo de la superficie de fractura de una aleación de aluminio del tipo A 319 de uso automotriz, la cual es especialmente atractiva debido a la diversidad de heterogeneidades presentes.

Una de las principales aportaciones de este trabajo es el desarrollo de un recubrimiento electrolítico de níquel sobre la superficie de fractura de la aleación, este recubrimiento protege el estado original de la superficie de la fractura, además, mediante la técnica de electrones retrodispersados en el microscopio electrónico de barrido (MEB) se tiene una imagen de alto contraste, esta imagen es ideal para extraer el perfil de la fractura mediante un adecuado algoritmo de análisis de imágenes, el cual también se describe en este trabajo.

Para obtener las longitudes características de las diferentes fases presentes en la aleación, se utilizaron los principios básicos de la materialografía cuantitativa estadística, apoyados principalmente en el análisis de imágenes de microscopía óptica como herramienta de alta precisión.

La identificación de las fases y su composición se llevó a cabo por medio de difracción de rayos X. La identificación e histogramas correspondientes se encuentran en el capítulo de experimentación.

Una importante aportación es la obtención de imágenes de la topografía de la superficie de fractura mediante microscopía de fuerza atómica (MFA) en su modalidad de

contacto. Estas imágenes son un valioso banco de información cuantitativa de alta precisión de la topografía de la superficie.

Las técnicas desarrolladas, implementadas y/o adaptadas en el presente trabajo proporcionan datos cuantitativos confiables. Esto permite realizar el análisis de autoafinidad de las superficies de fractura en un amplio intervalo de longitudes de escala, desde el nivel nanométrico mediante MFA, el nivel micrométrico mediante MEB y microscopía óptica, llegando hasta el nivel de varios milímetros mediante rugosimetría.

La información estadística de las longitudes características de los elementos microestructurales permite la búsqueda de correlaciones entre parámetros de autoafinidad y los parámetros microestructurales, a su vez ligados a las propiedades mecánicas. Nuestros resultados proporcionan las herramientas para otros estudios actualmente en desarrollo en el marco de topografía estadística y autoafinidad de superficies de fractura, en las cuales se busca una mejor comprensión de los mecanismos de propagación de grietas en los materiales heterogéneos.

# CAPÍTULO 1

## INTRODUCCIÓN

El origen etimológico de la palabra fractografía proviene del latín *fractus* = fractura y del griego *grafo* = descripción, por lo tanto fractografía significa descripción de la fractura.

El término FRACTOGRAFÍA fue acuñado por primera vez por Carl A. Zapffe en 1944 [1], en una publicación hecha en la entonces American Society for Metals (ASM). En esta publicación se describe el uso de lentes para describir con detalle la superficie de una fractura sobre granos individuales de la misma.

En cuanto al estudio de las superficies de fractura antes del siglo XX; de acuerdo al historiador metalúrgico Cyril Stanley Smith, las superficies de fractura han sido de alguna forma analizadas desde la edad de bronce [2]. La primera descripción escrita de la apariencia de una fractura fue hecha en 1540 por Vannoccio Biringuccio en *De la pirotechnia* [3], él relacionó la apariencia de la fractura con la calidad de un proceso metalúrgico de bronce. Otro pionero fue Lazarus Ercker, en una publicación hecha en 1547, relacionó la apariencia de una fractura en plata con indicios de contaminación de plomo y estaño [4]. Louis Savot [5] en 1627 describe en gran detalle una prueba de fractura como método de aseguramiento de calidad en campanas de fundición de aleación cobre-estaño-bismuto. El mismo año Mathurin Jousse describe un método para seleccionar hierro y acero de alta calidad basado en la apariencia de fracturas en especímenes.

Una de las principales aportaciones al estudio de las fracturas, fue hecha por Réaumur [6], quien publicó un libro en 1722, esta obra contiene ilustraciones macroscópicas y microscópicas de superficies de fractura en hierro y acero.

En 1725 Geoffroy [7] publicó información acerca de la naturaleza de las fracturas en aleaciones de cobre-zinc, encontró una correlación entre la apariencia de la fractura y el tamaño de grano.

Con el surgimiento de la metalografía como herramienta de la investigación metalúrgica, el interés por investigar en fracturas se incrementó notablemente. Una aportación importante es la de Mallet [8], en 1856 publicó una relación entre los modos de solidificación y la apariencia de la fractura en balas de cañón.

En 1868 el metalurgista D.K. Tsharnoff publicó una relación entre el tamaño de grano, tratamiento térmico y contenido de carbono en aceros [9], en una publicación posterior [10] él describió la fractura en acero de granos grandes y por primera vez en este trabajo se describió la forma real de los granos. Ya para 1870 Adolf Martens [11, 12] publicó sus primeros hallazgos en secciones pulidas y atacadas apoyado en el microscopio óptico. En 1885 Johann Augustus Brinell [13] publicó una discusión sobre la influencia del tratamiento térmico y la apariencia de la fractura en aceros.

Para el siglo XX, no fue sino hasta la década de 1940-1950 los trabajos de Carl A. Zapffe y sus colaboradores [1, 14, 15], aportaron novedosas observaciones de los detalles microscópicos de las fracturas. El desarrollo del microscopio electrónico de barrido (MEB) y el microscopio electrónico de transmisión (MET) como nuevas herramientas para la metalografía y la fractografía, ayudaron a proponer nuevos modelos sobre la mecánica de la fractura [16], gracias a las altas magnificaciones, se pudieron observar elementos como las microgrietas entre otros.

En otro campo de la ciencia, a finales de la década de 1960 el polaco Benoit Mandelbrot reunió un conjunto de conocimientos e ideas de matemáticos de finales del siglo XIX y principios del siglo XX como son Besicovitch, Von Koch y Hausdorff, creando la geometría fractal. Esta nueva rama de las matemáticas permite describir satisfactoriamente objetos creados por la naturaleza y fenómenos dinámicos no lineales, el campo de aplicación de esta geometría es muy variado y dentro de éste se incluye la fractografía. Benoit Mandelbrot [17] en 1984 efectuó por primera vez la caracterización fractal de una superficie de fractura, realizando sus experimentos en acero.

Los entes matemáticos conocidos como fractales poseen autosimilitud es decir, una pequeña parte del objeto es congruente con el resto del objeto [18]. Los objetos naturales sólo poseen autosimilitud estadística llamada autoafinidad, además los regímenes de autoafinidad se presentan en un intervalo definido de longitudes de escala, cuyo límite superior corresponde a la llamada longitud de correlación. Mandelbrot [17] realizó la primera descripción de las superficies de fractura de metales usando geometría fractal, sus resultados sugirieron una relación entre la dimensión fractal de las superficies de fractura y la tenacidad de los aceros estudiados. Estudios posteriores cuestionaron seriamente estos resultados. Actualmente está bien establecido que las superficies de fractura de metales y otros materiales son objetos autoafines, presentan un escalamiento anisotrópico. Su caracterización se efectúa mediante la determinación del llamado exponente de rugosidad. No parece haber una relación clara entre este exponente y la microestructura del material o el modo en que se generó la superficie de fractura. Existen muchas interrogantes que actualmente están en un intenso proceso de investigación. La respuesta a estas interrogantes requiere de técnicas que proporcionen datos cuantitativos topográficos precisos, de alta resolución y confiabilidad. En este trabajo se ha propuesto el desarrollo de algunas técnicas



que permitan la obtención de dichos datos para facilitar el análisis de autoafinidad de las superficies de fractura, el cálculo de los exponentes de rugosidad y la determinación de la longitud de correlación.

# CAPÍTULO 2

## MECÁNICA DE LA FRACTURA Y FRACTOGRAFÍA

### 2.1 MECÁNICA DE LA FRACTURA

**2.1.1 Introducción:** La separación o fragmentación de un cuerpo sólido en dos o más partes bajo la acción de esfuerzo es llamada fractura [18]. Se considera que el proceso de fractura consta de dos componentes básicos: nucleación y propagación de la grieta [19].

El estudio del fenómeno de fractura y sus mecanismos es muy vasto, éste incluye disciplinas diversas como física del estado sólido, ciencia de materiales, mecánica del medio continuo y fractografía, entre otras.

Las fracturas pueden ser consideradas en dos grandes categorías: fracturas dúctiles y fracturas frágiles.

**2.1.2 Fractura dúctil.** Este tipo de fractura se caracteriza por una deformación plástica apreciable que, juega un papel importante. En este tipo de fractura, las dislocaciones se pueden mover sobre un largo número de sistemas de deslizamiento e inclusive a través de un plano a otro. Para ilustrar con detalle este caso, consideramos el ejemplo de un cristal de metal puro y dúctil (*e.g.* Al) sometido a deformación bajo tensión uniaxial. La deformación ocurre sin nucleación de microgrietas, el cristal se deforma plásticamente hasta que comienza una inestabilidad plástica llamada encuellamiento, desde este punto en adelante, la deformación se concentra en esta región hasta que ocurre la separación del cristal.

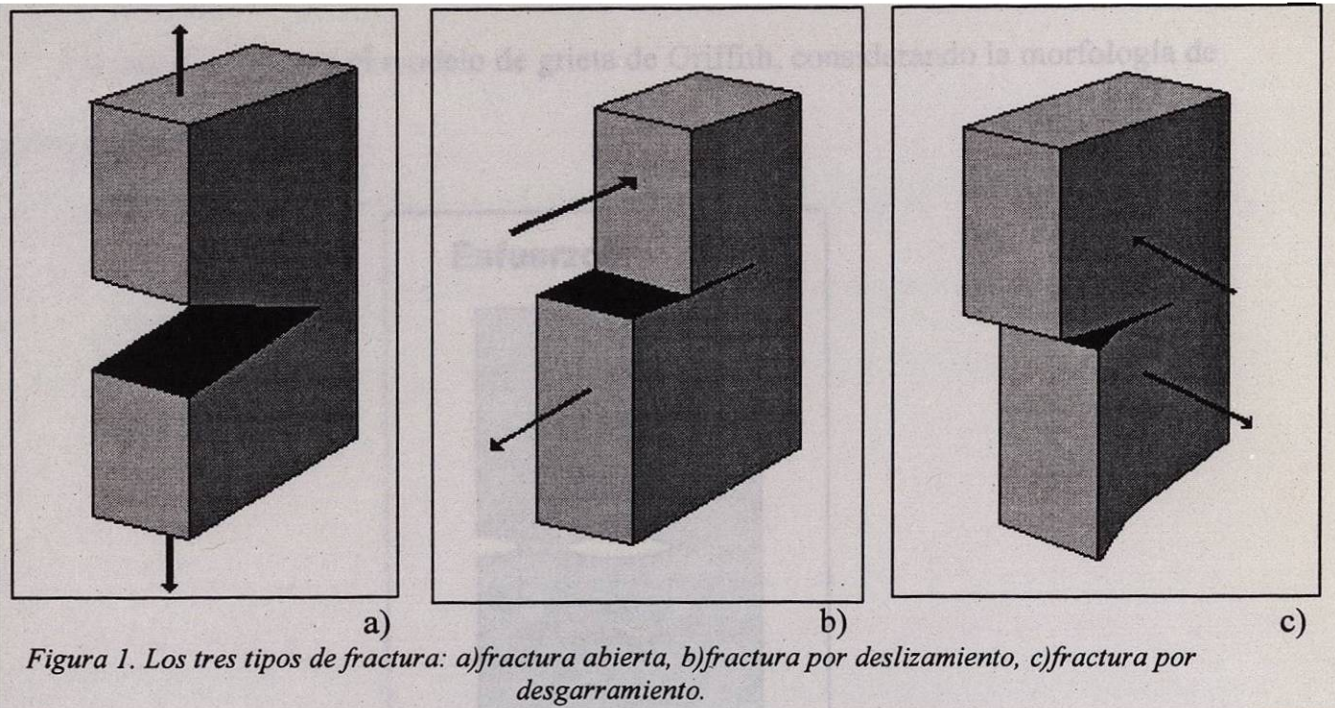
Zener [20] propuso que en sólidos cristalinos las grietas pueden nuclear en agrupamientos de dislocaciones apiladas contra una barrera. Esto ocurre solamente cuando no hay disminución de esfuerzos debida al movimiento de dislocaciones al otro lado de la barrera.

**2.1.3 Fractura frágil o fractura por clivaje:** La forma más frágil de fractura es la fractura por clivaje, esto es, fractura a lo largo de planos cristalográficos particulares en los granos de un material [21]. Este tipo de fractura ocurre principalmente en materiales cerámicos y metales de baja ductilidad y tenacidad, además en metales con esfuerzos residuales provocados por deformación plástica en frío, materiales dúctiles a bajas temperaturas, secciones gruesas, y altas velocidades de deformación (impacto). En este tipo de fractura existe muy poca o ninguna deformación plástica. El inicio de la fisura o núcleo, ocurre en un pequeño defecto el cual actúa como concentrador de esfuerzos. Frecuentemente las grietas se propagan en el plano cristalográfico {100} aunque también puede ocurrir como una propagación intergranular.

Las causas de fractura en un material son muy diversas, las siguientes son las principales causas de falla en los materiales:

1. Aplicación lenta de cargas externas.
2. Rápida aplicación de cargas externas (impacto)
3. Cargas cíclicas o repetitivas (fatiga)

#### 4. Por deformación bajo carga constante.

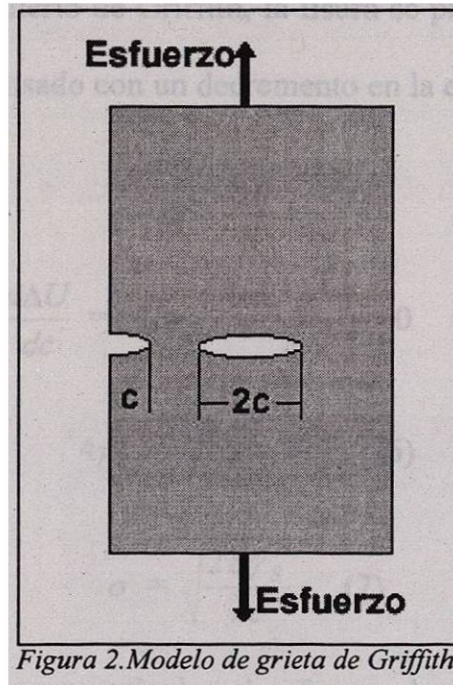


**2.1.4 Modos de carga.** En la mecánica de fractura se presentan tres tipos de carga, en la figura 1 se observan los tres tipos de fractura y se señalan con flechas las cargas que provocan dicha falla. En el caso de la fractura abierta se observa una carga axial que es perpendicular a la fractura; en la fractura por deslizamiento, se observa un par de cargas paralelas a la fractura y de sentido contrario entre sí. Por último se observa que para una fractura por desgarramiento se presentan un par de cargas paralelas y de sentido contrario.

**2.1.5 Criterio de Griffith.** La primera explicación a la discrepancia entre el esfuerzo real y el esfuerzo teórico presentado en materiales fue presentada por Griffith en 1920 [1]. Griffith propuso el siguiente criterio para la propagación de una grieta [12]: *Una grieta se propagará cuando el decremento en la energía de la deformación elástica es por lo menos igual a la energía requerida para crear una nueva grieta.* Este criterio es utilizado para calcular la magnitud del esfuerzo tensil requerido para causar que una fisura

de cierto tamaño se propague hasta provocar una fractura, es aplicable solamente a materiales frágiles.

La figura 2 muestra el modelo de grieta de Griffith, considerando la morfología de la grieta como una elipse.



Considerando el modelo de la figura anterior, se asume que las grietas poseen una morfología elíptica, la distribución de esfuerzos fue propuesta por Inglis [13]. El decremento en la energía de deformación es resultado de la formación de una grieta. La energía de deformación elástica por unidad de espesor de la placa está dada por la ecuación:

$$U_E = -\frac{\pi c^2 \sigma^2}{E} \quad (1)$$

Donde  $\sigma$  es el esfuerzo tensil sobre la fisura de longitud  $2c$  y  $E$  es el módulo de Young, el signo negativo es utilizado como consecuencia de que el aumento en el tamaño de la fisura disminuye la energía de deformación.

La energía superficial debido a la presencia de la fisura está dada por la ecuación

$$U_S = 4c\gamma_s \quad (2)$$

Donde  $c$  es un medio de la longitud de la grieta y  $\gamma_s$  la energía superficial en  $\text{Jm}^{-1}$ .

El cambio total en la energía potencial resultado de la creación de la fisura es:

$$\Delta U = U_s + U_E \quad (3)$$

De acuerdo con el criterio de Griffith, la fisura se propagará si el incremento en la energía superficial es compensado con un decremento en la energía de deformación.

$$\frac{d\Delta U}{dc} = 0 \quad (4)$$

$$\frac{d\Delta U}{dc} = \left( 4c\gamma_s - \frac{\pi c^2 \sigma^2}{E} \right) = 0 \quad (5)$$

$$4\gamma_s - \frac{2\pi c \sigma^2}{E} = 0 \quad (6)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi c}} \quad (7)$$

La ecuación (7) sirve para calcular el esfuerzo de ruptura como una función del tamaño de una microgrieta dentro de un material frágil.

## 2.2 FRACTOGRAFÍA

Mediante la observación microscópica de las superficies de fractura se puede obtener importante información acerca de la naturaleza y las causas de la propagación de las fracturas. Esto se logra mediante la aplicación de técnicas y análisis de la llamada **fractografía**.

En esta sección se mencionan algunas técnicas experimentales para la fractografía tales como; MEB, MFA, Análisis de imágenes (AI) y rugosimetría.

En cuanto al modo de propagación, existen dos tipos generales de fractura: fractura transgranular (propagada a través de los granos) e intergranular (propagada a lo largo de las fronteras de granos). Sin embargo, también existe una forma de clasificar las fracturas dependiendo de su naturaleza frágil (clivaje) o si es fractura causada por fatiga. Esta forma de clasificar las fracturas, proporciona una idea de las causas de la misma. Un quinto tipo de fractura es la fractura tipo Cheurón (Chevron o V), éste es parecido a un grupo de estrías formando un ángulo desde el origen hacia la dirección de propagación con morfología de V invertida [22], el cual es producido por fisuras separadas y propagadas a diferentes niveles del material. El patrón V puede ser observado a simple vista o con un lente lupa.

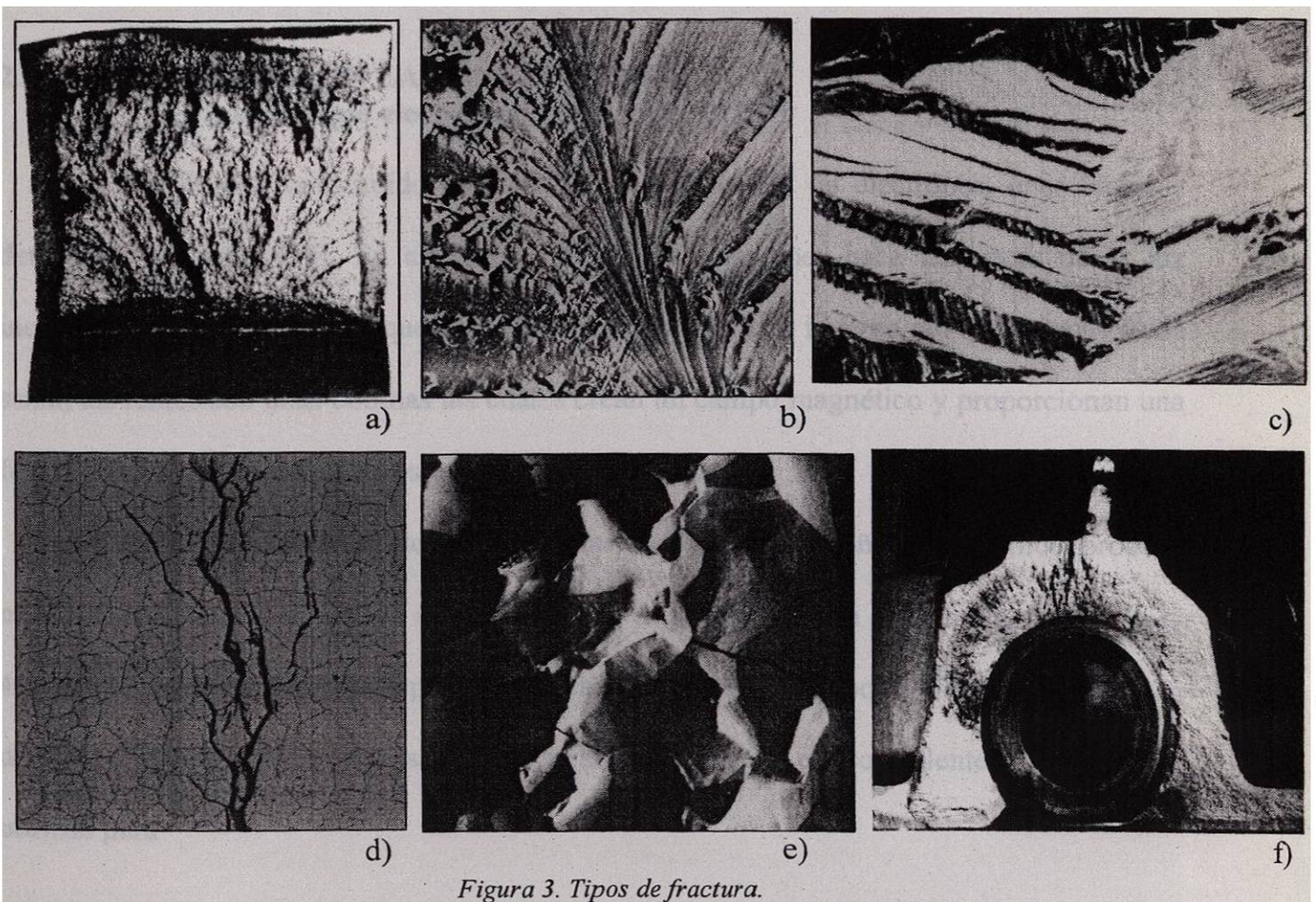


Figura 3. Tipos de fractura.

En la figura 3 se observan los cuatro tipos básicos de fracturas además de la fractura tipo Cheurón. En el inciso (a) se observa la imagen de un acero 4340 capturada por medio de un

estereoscopio, en el inciso (b) se muestra la fractura de un polímero de uso aeroespacial (NASA/msfc) capturada mediante la técnica de electrones retrodispersados, ambas fracturas son del tipo Cheurón. En el inciso (c) una fractura por clivaje de una superaleación, ésta fue tomada mediante la técnica de electrones retrodispersados, en el inciso (d) se observa una fractura transgranular de un acero tipo AISI 316, imagen tomada por microscopía óptica a 200X. El inciso (e) muestra la fractura intergranular de una aleación experimental base níquel capturada por medio de electrones retrodispersados a 50X, por último se observa un componente de aviación de aluminio forjado tipo 2014-T6, las marcas de playa son evidencia de fatiga.

## **2.3 HERRAMIENTAS DE LA FRACTOGRAFÍA**

### **2.3.1 El microscopio electrónico de barrido (MEB)**

El MEB está constituido básicamente por un cañón de electrones, unas lentes y detectores de señal [28]. En este caso, el haz de electrones hace las veces de la luz incidente, creando una señal que será interpretada como una imagen por los detectores de señal, las lentes son unas bobinas las cuales crean un campo magnético y proporcionan una fuerza sobre el haz forzando a este a cerrarse o abrirse.

**2.3.1.1 Funciones de los subsistemas del MEB.** El cañón electrónico produce mediante resistencia un haz de electrones y los acelera hasta una energía del rango de 1-40KeV. El diámetro producido por el cañón es muy grande para poder obtener una imagen definida a altas magnificaciones. Debido a esto es necesario el uso de lentes, las cuales se utilizan para



reducir el diámetro del haz, esto se logra mediante una fuerza ejercida por un campo magnético generado por las lentes sobre el haz.

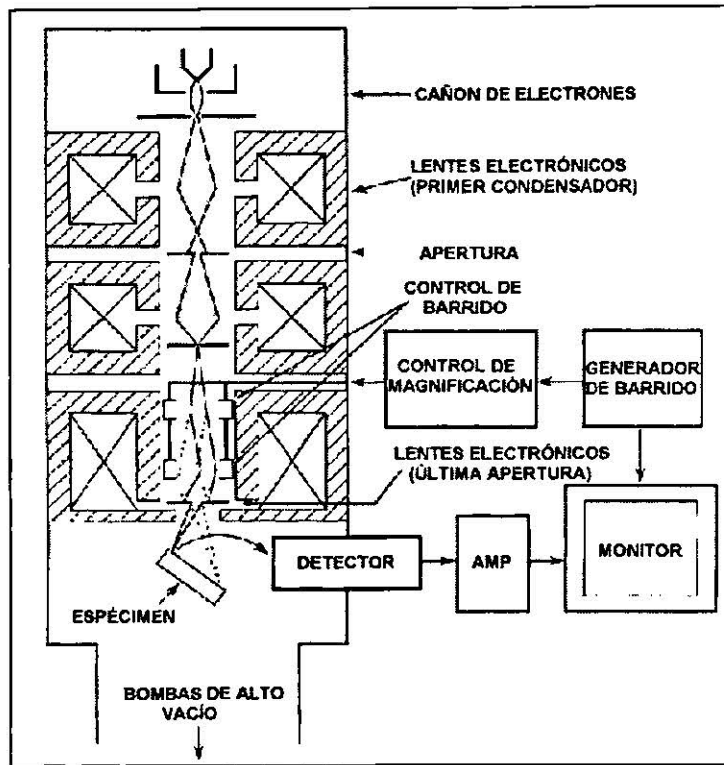


Figura 4. Esquema general del MEB y sus principales componentes.

Los controles de magnificación, no son otra cosa que sistemas de deflexión. La función de éstos es hacer un barrido del haz sobre el espécimen. El barrido se hace en forma de rectángulo, y la función de los sistemas de deflexión es precisamente controlar el tamaño del barrido. La magnificación  $M$  del barrido está dada mediante la relación: área de la pantalla/área de barrido; de modo que una forma de incrementar la magnificación es excitar menos las bobinas deflectoras de manera que cubran una distancia menor sobre el espécimen. En la figura 4 se ilustra en forma general el MEB y sus componentes interactuando con el haz de electrones.

Las señales son detectadas en un recolector electrónico, el cual consiste en un filamento, un tubo de luz y un fotomultiplicador. El detector está localizado al lado del espécimen y ambos están inclinados entre sí. El detector está eléctricamente aislado del

resto del microscopio y tiene una muy fina malla de alambre con un potencial positivo no mayor de +300V. En la figura 5 se observa la interacción del haz de electrones con el espécimen así como, la producción de electrones secundarios y los electrones retrodispersados.

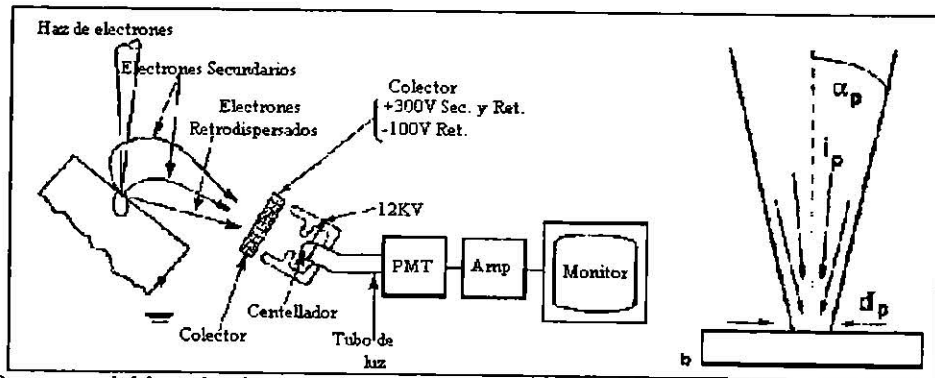


Figura 5. Esquema del haz de electrones, se observan los electrones secundarios y los electrones retrodispersados.

**2.3.1.2 La importancia de la saturación** Ya que la información es grabada como función de la señal y el tiempo, es importante que la corriente del haz  $i_b$  sea constante. Conforme la corriente de calentamiento del cañón  $i_f$  aumenta, eventualmente  $i_b$  aumenta, el punto donde la corriente del haz se estabiliza es llamado punto de saturación.

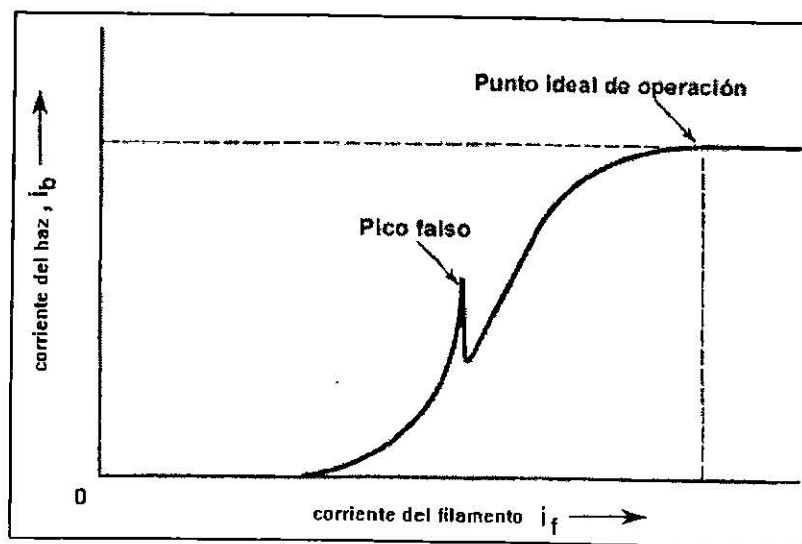


Figura 6. En esta gráfica se observa el punto ideal de operación.

**2.3.2 Interacción electrones-espécimen (Introducción).** La versatilidad del SEM y del microanálisis con rayos X se deriva de las diferentes interacciones entre el haz de electrones y el espécimen. La dispersión electrónica es el producto de dicha interacción, resultando en un cambio en la dirección y/o energía del haz dentro del espécimen. Éstas dispersiones pueden revelar importante información acerca de la composición química, topografía, cristalografía, campos eléctrico y magnético locales entre otras propiedades. Las interacciones electrón espécimen pueden ser divididas en dos clases: Dispersión elástica y dispersión inelástica.

**2.3.2.1 Dispersión elástica (Elastic Scattering).** Afecta la trayectoria del haz electrónico dentro del espécimen sin alterar la energía cinética del electrón. La dispersión elástica es la que causa el fenómeno de electrones retrodispersados.

**2.3.2.2 Dispersión inelástica (Inelastic Scattering).** Transfiere cierta cantidad de energía del haz electrónico a los átomos del espécimen, dando lugar a los electrones secundarios; electrones Auger, fonones, etc...

En el presente trabajo hacemos uso de la señal producida por los electrones retrodispersados, debido al contraste por composición el cual será mencionado a continuación.

**2.3.3 Electrones retrodispersados.** El fenómeno de dispersión elástica tiene una característica muy importante, el componente del vector velocidad "V", sufre un cambio en la dirección, pero no en su magnitud, por lo tanto la energía cinética del electrón permanece constante.

$$E = M_e V^2 / 2, \text{ donde } M_e \text{ es la masa del electrón.}$$

Se ha encontrado experimentalmente que una fracción significativa de los electrones que golpean la muestra justo en el plano perpendicular al haz, escapan en la misma

dirección en la que entraron. Estrictamente hablando, retrodispersado se refiere al evento de dispersión elástica sencillo, en el cual, la trayectoria cambia más de 90° de la dirección de incidencia del haz, de modo que la dispersión dentro del espécimen regresa al hemisferio que contiene el haz original.

Los electrones retrodispersados son una poderosa herramienta; ya que, responden a la composición química (número atómico: contraste por composición), inclinación local de la superficie del espécimen (topografía o forma del contraste), cristalografía (tunelamiento de electrones) y campos magnéticos internos (contraste magnético).

**2.3.3.1 Dependencia del número atómico.** La fracción de retrodispersión  $\eta$  se define como:

$\eta = \eta_{\text{BSE}} / \eta_{\text{B}}$ , donde  $\eta_{\text{BSE}}$  es el número de electrones retrodispersados y  $\eta_{\text{B}}$  es el número de electrones incidentes.

$\eta$  también es igual a:  $\eta = i_{\text{BSE}} / i_{\text{B}}$ , donde  $i_{\text{BSE}}$  es la corriente de señal y  $i_{\text{B}}$  es la corriente del haz.

Se ha encontrado experimentalmente que el factor  $\eta$  de retrodispersión aumenta conforme aumenta el número atómico, ver figura 7.

En este trabajo se empleó la técnica de electrones retrodispersados con el fin de obtener el perfil de la fractura; para lograr esto, se desarrolló un recubrimiento de níquel sobre la superficie de fractura de la aleación y, valiéndose de que en la técnica de electrones retrodispersados el factor de dispersión posee dependencia directa con el número atómico, se logró obtener una imagen de excelente contraste. Esta imagen permite extraer el perfil de la fractura mediante análisis de imágenes.

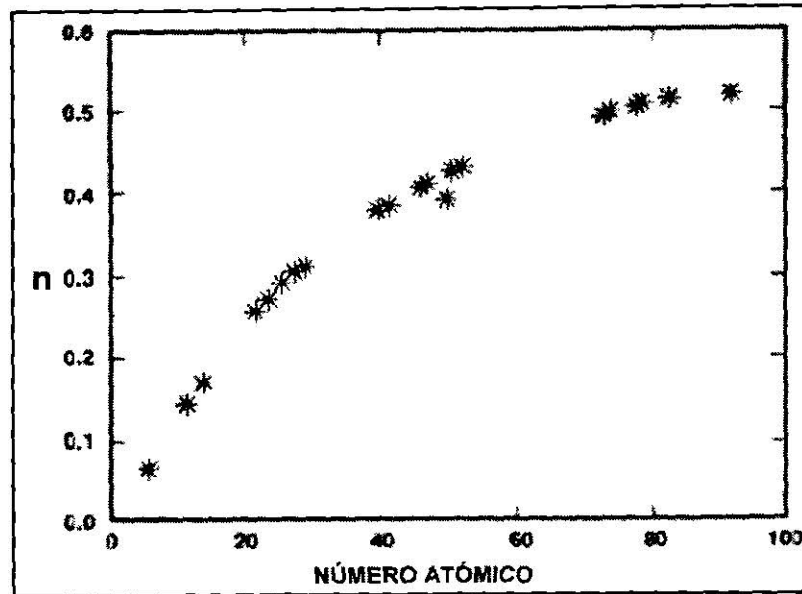


Figura 7. En este gráfico se observa el factor de retrodispersión  $\eta$  como función del número atómico.

#### 2.4 Microscopía de tunelamiento (MT) y de fuerza atómica (MFA).

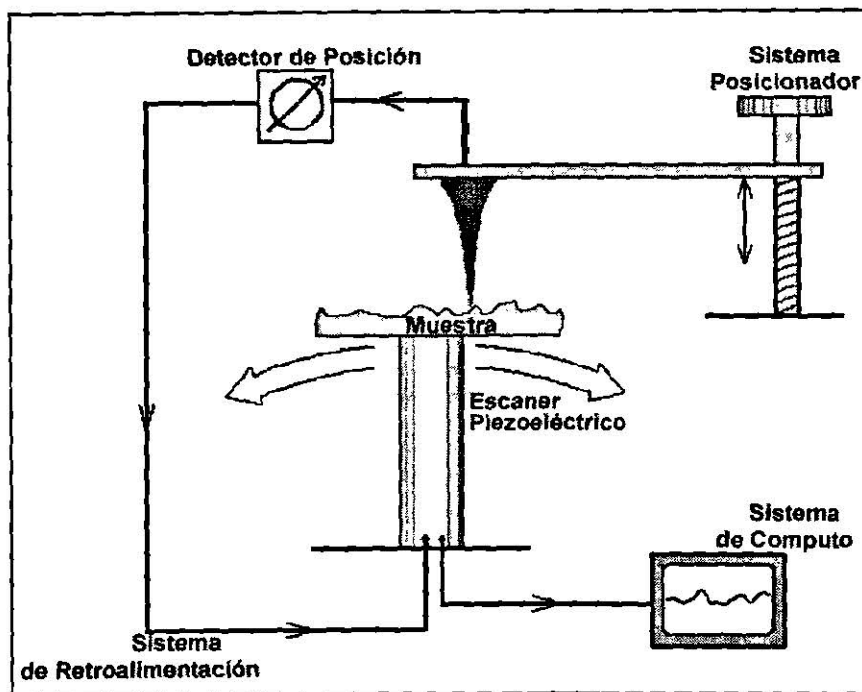


Figura 8. Componentes básicos del MT y MFA.

Los microscopios de fuerza atómica y tunelamiento son una poderosa herramienta usada en diferentes disciplinas; tales como, ciencia de superficies, rugosidad, topografía estadística y incluso hasta ingeniería genética.

En algunos casos, estos microscopios pueden medir propiedades físicas de las superficies tales como conductividad eléctrica, distribución estática de cargas, fricción localizada, campos magnéticos y hasta módulos de elasticidad. En la figura 8 se ilustran los componentes básicos de estos equipos.

**2.4.1 Microscopio de tunelamiento (MT).** El STM (Scanning Tunneling Microscope) es el predecesor del MFA. Éste fue inventado en 1981 por Gerard Binnig y Heinrich Rohrer en IBM de Zurich Suiza. Cinco años después ellos fueron galardonados con el premio Nobel de física por su invención. El MT fue el primer microscopio capaz de generar imágenes a resolución atómica.

Este microscopio utiliza una punta que además es conductora. Se aplica un voltaje entre la punta y la muestra. Cuando la punta se acerca a unos  $10\text{\AA}$  de la muestra, los electrones forman una corriente de tunelamiento, ésta varía conforme el espaciamiento entre la superficie de la muestra y la punta cambia, la señal de esta corriente se utiliza para crear una imagen. En la figura 9 se observa el efecto túnel, específicamente entre una punta del MT interactuando con una muestra.

Para que pueda acaecer el tunelamiento, tanto la punta como la muestra deben ser conductoras o semiconductoras.

El MT puede trabajar en dos modalidades: *altura constante* o *corriente constante*.

En la modalidad de altura constante, la punta viaja en un plano horizontal por encima de la muestra y la corriente de tunelamiento varía dependiendo de la topografía y las propiedades electrónicas de la superficie del espécimen.

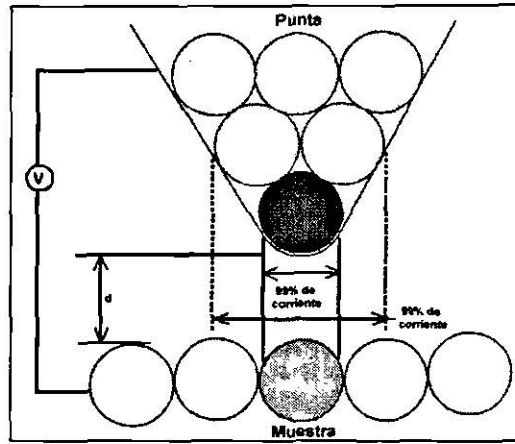


Figura 9. Esquema del efecto túnel.

En el modo de corriente constante, MT utiliza una retroalimentación para mantener constante la corriente de tunelamiento, ajustando la altura del escáner con respecto de la punta en cada punto. Por ejemplo, cuando el sistema detecta un incremento en la corriente de tunelamiento ajusta el voltaje aplicado al escáner para incrementar la altura entre la punta y la muestra. En la figura 10 se muestra la diferencia entre las modalidades de corriente constante y altura constante.

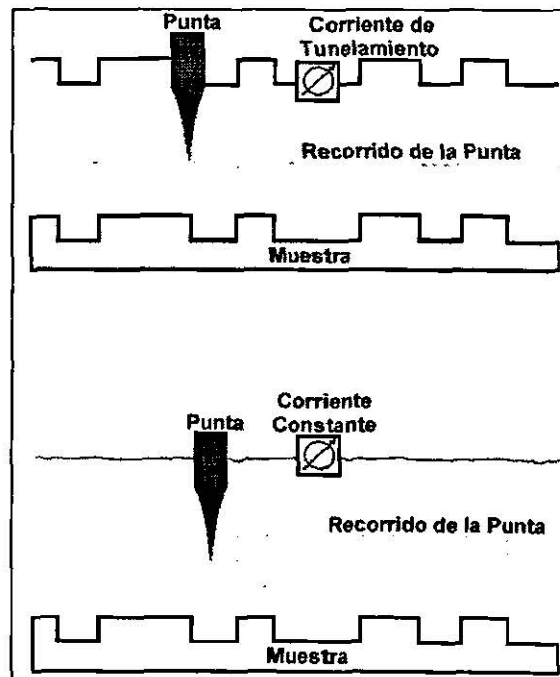


Figura 10. Esquema de las modalidades de altura constante (arriba) y corriente constante (abajo).

**2.4.2 Microscopio de fuerza atómica.** 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  $100\text{\AA}$ . Dicha punta está emplazada en el cabo libre de un cantilever cuya longitud es del rango de  $100$  a  $200\mu\text{m}$ . 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 de Van der Waals o fuerza interatómica.

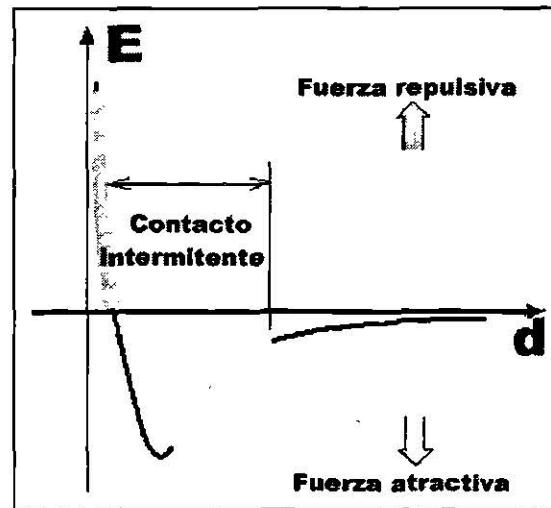


Figura 11. En este gráfico se observa la energía de separación interatómica como función de la distancia.

Un láser guiado mediante un espejo se dirige hacia el extremo del cantilever justo donde está la punta. Las fuerza entre la muestra y la punta provocan una deflexión en el cantilever, por lo que el láser se refleja en diferentes direcciones. Un detector capta estas señales y, por último, un procesador las transforma en una imagen topográfica de la superficie.

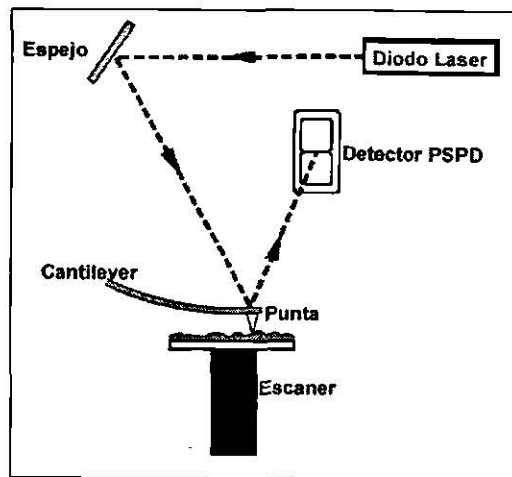
De la misma manera que el MT, el MFA opera en dos modalidades; estas son: *contacto* y *no contacto*. En la figura 11 se presenta la curva Energía (E) contra distancia (d), la zona en color verde de la curva representa la modalidad de contacto y, por lo tanto trabaja con fuerza repulsiva mientras que, la zona en azul indica la modalidad de no contacto la cual, trabaja en con fuerzas atractivas.



**2.4.2.1 Modo 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.

**2.4.2.2 Modo de no contacto.** El NC-AFM (Non-contact AFM) es otra modalidad del microscopio de fuerza atómica. El espaciamiento que existe entre la punta y la superficie del espécimen es del orden de decenas a cientos de angstroms. Al igual que la modalidad de contacto, se puede obtener la topografía de materiales conductores, semiconductores y aislantes.

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.



*Figura 12. Funcionamiento básico del equipo de AFM.*

La figura 12 muestra el principio del microscopio de fuerza atómica. En la presente investigación, se aplicó la técnica de microscopía de fuerza atómica con la finalidad de

obtener la mayor magnificación de la superficie de fractura, las imágenes tridimensionales proporcionan una topografía real de la superficie de fractura, además de proporcionar escalas a niveles nanométricos.

**2.5 Perfilometría.** Todas las superficies de los materiales, inclusive las de los componentes más pulidos, muestran irregularidad a cierto nivel de escala. Entre los diferentes métodos para estudiar la rugosidad de las superficies se encuentran las técnicas de microscopía óptica y electrónica, y los métodos que involucran el contacto de una punta con la superficie como es el caso MFA mencionado en la sección 2.4.2 y el perfilómetro. Para la mayoría de las necesidades técnicas e industriales el perfilómetro es un equipo adecuado en el estudio de las superficies.

El principio del funcionamiento del perfilómetro es muy similar al funcionamiento del MFA: una punta muy fina (de un par de micrómetros) es arrastrada suavemente sobre la superficie de estudio, conforme avanza la punta, ésta sube y baja dependiendo de lo accidentado de la superficie.

Existe una limitación en esta técnica resultado de la forma de la punta, *e.g.* debido a su rigidez, la punta de diamante posee forma cónica o piramidal, con ángulos de  $\sim 60^\circ$  y radio de 1 a  $2.5\mu\text{m}$ . Existen también puntas esféricas con radios de 1 a  $2\mu\text{m}$ .

En este trabajo se utilizó el perfilómetro para obtener información topográfica a nivel mesoscópico y macroscópico, con barridos de hasta un centímetro de longitud.

**2.6 Materialografía cuantitativa:** La materialografía cuantitativa, comúnmente llamada estereología, se encarga de estudiar las relaciones existentes entre las mediciones realizadas en un plano materialográfico y las magnitudes tridimensionales de la microestructura.

**2.6.1 Procedimientos experimentales.** Existen diferentes procedimientos experimentales para medir los objetos presentes en una micrografía. Suponiendo que tenemos una distribución aleatoria de cierta fase  $\alpha$  en una micrografía, la fracción de área de esta fase será igual a su fracción volumétrica ( $A_A=V_V$ ), esta simple relación fue descubierta por Delesse en 1847 y es la base de la estereología. En esta sección se hará una breve revisión de los principales procedimientos, en el presente trabajo las mediciones se llevaron a cabo mediante análisis de imágenes.

**2.6.1.1 Análisis de área.** Éste es el más antiguo de los tres métodos aquí mencionados, fue propuesto por Delesse en 1848, también es el más difícil de ejecutar. Éste consiste en medir cada área de interés dentro del plano, para después expresarla como una fracción del plano total. Existen tres métodos para llevar a cabo estas mediciones.

- (a) Utilizar un cartel estandarizado comparativo, este método es muy rápido pero sujeto a errores debido al juicio de cada operador.
- (b) Por medio de fotomicrografías y un planímetro, contando áreas de tamaño conocido, las cuales se intersectan con el objeto de interés.
- (c) Por medio de un analizador de imágenes. Este método es el más preciso y rápido, ya que, el analizador realiza las mediciones automáticamente, sólo requiere de una imagen previamente procesada. Más detalles acerca del análisis de imágenes se encuentran en la sección 2.7.

**2.6.1.2 Análisis lineal.** Este método lo introdujo Rosiwal en 1898. Aleatoriamente se tiran líneas sobre la micrografía, la longitud ocupada por el objeto de interés es expresada como una fracción de la longitud total de la línea.

**2.6.1.3 Análisis puntual.** Este método fue aplicado por primera vez por Thomson en 1930, este método consiste en sobreponer un arreglo de puntos sobre la micrografía. El número de puntos incluidos en el objeto de interés, provee un valor estimado de la fracción volumétrica de dicho objeto. La longitud  $L\alpha$  es igual a la suma de las longitudes de intersección con las fases, por lo tanto:

$$L_f = \frac{\sum^n l_n}{L}$$

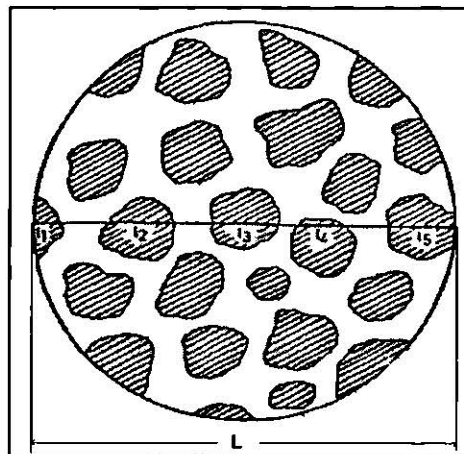


Figura 13. Principio del análisis lineal.

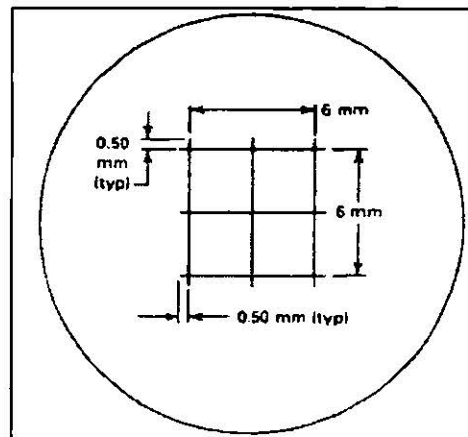
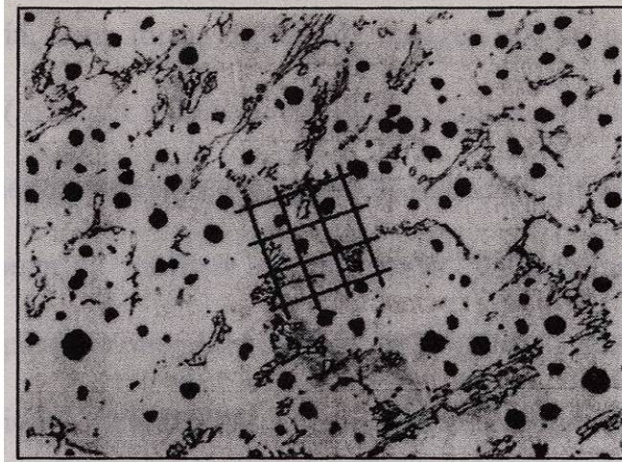


Figura 14. Arreglo típico de una malla para conteo de puntos.

En la figura 13 se aprecia el arreglo del análisis lineal: las intersecciones de la línea con los objetos de interés. La figura 14 muestra un arreglo de malla para conteo de puntos, mientras que, en la figura 15 se aprecia un arreglo de este tipo aplicado a un hierro nodular.



*Figura 15. Aplicación de una malla para conteo de puntos aplicado a un hierro nodular grado 60-40-12 de matriz ferrítica, foto a 100x.*

En el presente trabajo se aplicaron los principios de metalografía cuantitativa con el propósito de medir las longitudes características de los elementos microestructurales de la aleación, las mediciones se realizaron aplicando técnicas de análisis de imágenes como herramienta de alta precisión.

**2.7 Análisis de imágenes (AI).** El AI de imágenes es una versátil herramienta que ha encontrado aplicaciones en una amplia gama de disciplinas científicas, tecnológicas e industriales. En esta sección se hace énfasis en términos y conceptos generales del proceso de análisis de imágenes.

Actualmente no existe máquina alguna que iguale la dualidad ojo-cerebro humanos en el sentido de procesar una escena [14], en cierta forma la sensibilidad de esta dualidad produce conjeturas cualitativas de forma rápida, el problema surge cuando se desea obtener un análisis cuantitativo de la escena o de la imagen, *e.g.* ¿qué porcentaje de área ocupa cierta fase existente en un plano metalográfico?. Es en este tipo de problemas donde el análisis de imágenes juega un papel primordial. El AI permite analizar de manera cuantitativa parámetros tales como tamaño, factor de forma, posición, diámetro de Feret, etc., de partes identificables de una imagen.

**2.7.1 Definición de imagen.** Se considera una imagen como una distribución bidimensional de energía, una forma típica de imagen es la obtenida por radiación electromagnética visible (luz), por medio de diferentes técnicas se pueden obtener imágenes de radiación electromagnética diferente, *e.g.* rayos X, radiación infrarroja, etc.

**2.7.2 Razones para el análisis de imágenes.** Originalmente el analizador de imágenes fue concebido para el control de calidad de la industria acerera, parámetros como tamaño de grano e inclusiones no metálicas se deseaban cuantificar.

**2.7.3 Procesamiento de imágenes.** El procesamiento de imágenes sirve para mejorar una imagen, por ejemplo aislar un objeto o región de la imagen con el objetivo de un posterior análisis.

**2.7.4 Análisis de imágenes.** Frecuentemente la operación de análisis de imágenes incluye el previo procesamiento de imágenes. El resultado del análisis de imágenes es un valor o valores, por ejemplo, tamaño de partícula, otra forma de obtener datos del análisis de imágenes es en forma de histogramas o curvas, por ejemplo, la distribución de tamaño de partículas. Un ejemplo típico de aplicación del AI en la industria acerera se encuentra en la medición de las inclusiones no metálicas dentro de la microestructura del acero, esta medición se suele hacer comparando simplemente la micrografía con un cartel estandarizado, esta forma es poco precisa ya que depende del criterio del operador.

**2.7.5 Los principales pasos para el análisis de imágenes.** El proceso de analizar una imagen consta de cuatro pasos básicos, estos son: captura de la imagen, detección del objeto, medición y análisis.

**2.7.5.1 Captura de la imagen.** En este paso se convierte la imagen en una señal electrónica conveniente para su almacenamiento y procesamiento posteriores, la imagen se divide en segmentos rectangulares o cuadrados llamados píxeles.

**2.7.5.2 Segmentación.** En este paso se separa el objeto del resto de la imagen. Se entiende por objeto la región de interés dentro del plano completo. Existen tres formas de segmentar una imagen:

\*Separación de intensidades: es el método más simple y es el único que poseían los primeros analizadores de imágenes. Todos los tonos por debajo del nivel seleccionado son considerados como negro, y todos los tonos por arriba del nivel seleccionado son considerados como el blanco.

\*Captura del borde: esta técnica se aplica a regiones con alta velocidad en el cambio de tono.

\*Crecimiento de la región: mediante esta técnica la información de pixeles cercanos se agrupa con las regiones suficientemente similares, tomando posteriormente una frontera en esa región.

**2.7.5.3 Detección del objeto.** En esta parte del procesamiento se reducen los datos, se produce una descripción del objeto de interés el cual ocupa menos pixeles que la imagen completa. Frecuentemente es necesario almacenar el objeto en otro plano, para procesarlo posteriormente.

**2.7.5.4 Mediciones.** La toma de mediciones es el objetivo primordial del análisis de imágenes. Para realizar mediciones de manera precisa, es necesario que el objeto a ser medido posea una frontera bien definida, en el caso de que esto no sea así, se pueden seguir los pasos anteriores para obtener mejores resultados. Más adelante se hará mención de diferentes mediciones.

**2.6.5.5 Análisis.** Los resultados obtenidos de las mediciones se pueden utilizar para encontrar correlaciones, controlar flujo, etc.

**2.7.6 Diámetro de Feret.** Este se define como la distancia máxima entre dos rectas tangentes paralelas, *e.g.* para una elipse el diámetro de Feret corresponde al tamaño del eje mayor. Este método fue propuesto por L.R. Feret en 1931. En la figura 16 se aprecia el diámetro de Feret de diferentes objetos.

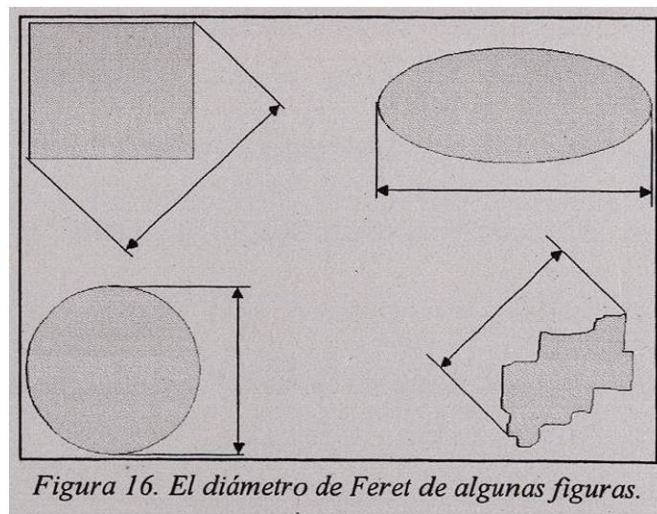
**2.7.7 Factor de forma.** El factor de forma está dado por la ecuación:

$$ff = \frac{1p^2}{4\pi A}$$

Donde  $p$  es el perímetro y  $A$  es el área del objeto.

**2.7.8 Longitud del brazo primario.** Es el tamaño del brazo primario de una dendrita medido en escalas de longitud.

**2.7.9 Espaciamiento interdendrítico.** Es el espaciamiento que existe entre los brazos secundarios de una dendrita. Se mide tirando una línea de longitud conocida la cual será dividida entre el número de intersecciones hechas por los brazos secundarios.



*Figura 16. El diámetro de Feret de algunas figuras.*

En este trabajo se aplicó la técnica de análisis de imágenes para medir las longitudes características de las heterogeneidades presentes en la aleación, además, se desarrolló un algoritmo que permite extraer el perfil de la fractura a partir de una imagen aleación-



recubrimiento de níquel capturada mediante electrones retrodispersados. Este algoritmo se describe en la sección correspondiente a la experimentación.

# CAPÍTULO 3

## AUTOAFINIDAD DE SUPERFICIES DE FRACTURA

**3.1 Introducción.** A finales del siglo pasado algunos filósofos como Cantor, Perrin, Hausdorff, Besicovitch, Koch, entre otros, desarrollaron algunas ideas sobre la ciencia matemática, en especial en el área de la geometría. No fue sino hasta finales de los años 60's cuando el polaco Benoit Mandelbrot resumió y dio forma a estas ideas además de aportar nuevos elementos, a mediados de los años 70's acuñó el termino fractal (lat. *Frangere*, cortar) [29].

La geometría de fractales es una rama de las matemáticas muy reciente y novedosa, ésta, permite describir en forma satisfactoria morfologías creadas por la naturaleza y fenómenos dinámicos no lineales, como son la superficie y propagación de una grieta respectivamente. Cabe mencionar que la geometría de fractales logró reunir a las matemáticas con las artes, esto es, entre sus aplicaciones están la música y la cinematografía, inclusive sirven para describir la frecuencia con que se menciona determinada palabra en este escrito [29]. En ciencia de materiales, los fractales se han aplicado a la descripción de fracturas, fronteras de grano, características microestructurales, crecimiento de cristales, etc. [30].

**3.2 Fractales.** La geometría de fractales invadió la ciencia matemática con un nuevo lenguaje, se habla entonces de dimensiones fraccionarias, longitudes infinitas, autoafinidad, autosimilitud, conjunto fractal, etc.

Es importante hacer una mención detallada de algunos de estos conceptos que son la esencia de la geometría de fractales y que la distinguen de la geometría euclidiana.

**3.3 Autosimilitud.** Un conjunto fractal es un ente matemático, al tomar un fragmento de este conjunto, dicho fragmento es parecido al todo y posee dimensión fraccionaria, una característica importante de este tipo de curvas es que no son diferenciables. Es entonces cuando se habla del concepto de autosimilitud.

**3.4 Autoafinidad.** Un fractal natural es un objeto creado por la naturaleza el cual puede ser caracterizado como un conjunto fractal, visto a una escala suficientemente pequeña sus características fractales desaparecen, aquí entra el concepto de autoafinidad.

**3.5 Geometría Euclidiana y Geometría Fractal.** Se pueden mencionar diferentes aspectos que distinguen a la geometría euclidiana de la geometría fractal. La tabla I ilustra algunos de los más significativos.

Tabla I

<b>GEOMETRIA EUCLIDIANA</b>	<b>GEOMETRIA FRACTAL</b>
Dimensiones enteras	Dimensiones fraccionarias
Utiliza fórmulas	Utiliza algoritmos
Curvas diferenciables	Curvas no diferenciables

**3.6 Concepto de dimensión.** ¿En qué momento comenzó la humanidad a tener un concepto de dimensión? La tradición indica que la ciencia matemática surgió en Grecia hacia el siglo V a.C. Los documentos históricos que poseemos actualmente indican que el hombre prehistórico poseía la capacidad de la relación numérica [31]. La relación numérica más básica puede ser el conteo de objetos, esto es, la aplicación del concepto de correspondencia biunívoca “inherente” en el hombre. Es así como se concluye erróneamente que la dimensión posee una correspondencia biunívoca con algún ente como

por ejemplo una línea o un punto, dimensión uno y cero respectivamente. Sin embargo, a la hora de hablar de la cuarta dimensión “el tiempo”, el problema se vuelve menos amigable. Es entonces cuando surge la necesidad de plantear un concepto formal de dimensión.

**3.6.1 Dimensión topológica.** La topología es la parte de las matemáticas que estudia las propiedades de conjuntos u objetos que, por medio de ciertas transformaciones necesarias (homeomorfismos) pueden transformarse unas en otras. En topología en general cualquier objeto posee  $n$  dimensión si dos puntos se pueden separar del conjunto al extraer un subconjunto  $n-1$ . Así un cubo posee dimensión  $n=3$ , ya que, puede ser separado en dos partes por un cuadrado que es de dimensión  $n=2$  ( $3-1$ ), a su vez, el cuadrado puede ser dividido en dos por una línea de dimensión  $n=1$  ( $2-1$ ), por último se puede concluir que una línea puede ser dividida por un punto de dimensión topológica cero ( $1-1$ ).

**3.6.2 Dimensión fractal.** En la literatura se encuentran diferentes definiciones de dimensión fractal dependiendo de la técnica que se utilice para obtener dicha dimensión. En algunos casos estas dimensiones suelen ser consideradas como equivalentes. Ejemplos de estas dimensiones son la dimensión de Hausdorff, la dimensión de autosimilitud, y la dimensión de Minkowski. En esta sección se definirá a la dimensión fractal “**D**” como la dimensión de Hausdorff.

### **3.6.3 Dimensión de Hausdorff.**

**3.6.3.1 Medidas.** Al hablar de longitud, área y volumen, estos conceptos transmiten la idea de objetos con dimensión topológica 1, 2 y 3 respectivamente. Así se puede concluir que una recta de longitud 5cm es de la mitad de una de longitud de 10cm. Esta comparación es satisfactoria para objetos euclidianos, pero al hablar de objetos fractales este concepto no

es apropiado. Extendiendo la idea de medida, es posible dar una definición satisfactoria de la dimensión de Hausdorff como sigue:

Teniendo una línea de cierta longitud  $L$ , es posible calcular la medida de dicha longitud dividiendo la recta en segmentos de lado  $\epsilon$  y sumando como sigue:

$$L = \sum \epsilon^1$$

Para el caso de una superficie, se puede dividir en cuadrados de lado  $\epsilon$  y calcular la medida de su área sumando como sigue:

$$A = \sum \epsilon^2$$

Por último, se puede mencionar el caso del volumen de un cubo en el que se suman cubos de lado  $\epsilon$  obteniéndose la medida de dicho volumen como sigue:

$$V = \sum \epsilon^3$$

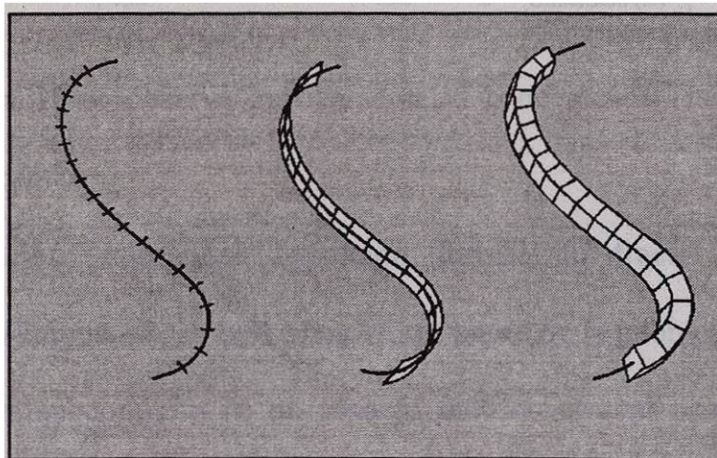


Figura 17. Representación de medidas: longitud, área y volumen.

En la figura 17 se esquematiza la idea de longitud, área y volumen como una medida, por lo tanto, generalizando lo anterior se tiene:

$$M = \sum \epsilon^d$$

Donde  $M$  es la medida y  $D$  es la dimensión del objeto en cuestión. Esta definición de dimensión se cumple para objetos euclidianos y fractales. Para el caso de un objeto euclidiano  $D$  será un número real y entero. Para un objeto fractal, este valor se extiende a los números reales.

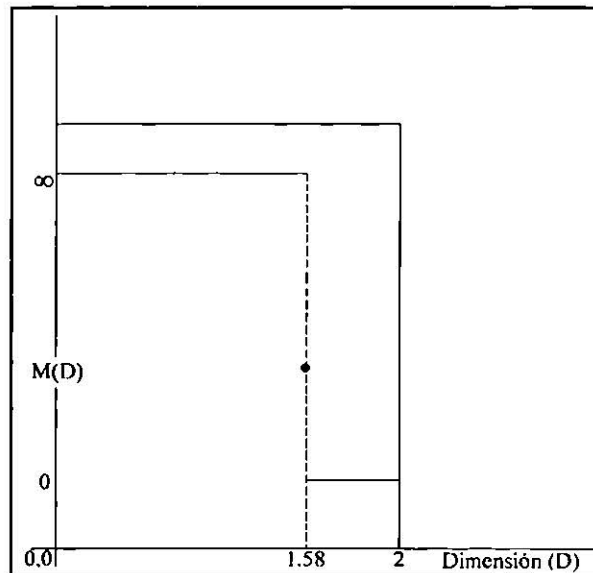


Figura 18. Gráfico representativo de la dimensión de Hausdorff para un triángulo tipo Sierpinski.

En la figura 18 se observa gráficamente el concepto de Hausdorff aplicado a un triángulo tipo Sierpinski.

**3.7 Definición:** citar una definición formal de fractal que sea totalmente satisfactoria es casi imposible, Benoit Mandelbrot padre de la geometría de fractales define un fractal como un subconjunto de un espacio métrico el cual posee una dimensión de Hausdorff-Besicovitch " $D_H$ " estrictamente mayor que su dimensión topológica " $D_T$ ".

$$D_H > D_T$$

Cabe mencionar que esta definición excluye algunos subconjuntos considerados como fractales.

Se ha encontrado que las superficies de fractura son objetos autoafines, la escala en la cual finaliza dicho comportamiento es llamada longitud de correlación, se ha propuesto

que la escala de esta longitud corresponde al tamaño de las mayores heterogeneidades presentes en la microestructura del material.

Las superficies de fractura son objetos fractales que manifiestan un escalamiento que no es el mismo en todas las direcciones, no son estrictamente autosimilares, sino que estadísticamente autosimilares o autoafines. Su escalamiento puede representarse mediante la relación:

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

donde “z” es la altura de las coordenadas (x, y),  $\zeta$  es el llamado exponente de rugosidad o de Hurst. Se ha demostrado que para una superficie autoafin,  $\zeta$  está relacionado a la dimensión fractal mediante la relación:

$$D = 3 - \zeta$$

La autoafinidad de una superficie de fractura puede determinarse con referencia a su exponente de rugosidad. Se ha demostrado también que para la descripción de los objetos autoafines es más correcto utilizar este parámetro y no la dimensión fractal.

En la práctica se han desarrollado diferentes métodos estadísticos para la obtención del exponente de rugosidad a partir de perfiles de alturas [32]. Uno de los métodos más empleados es el de “ventanas de ancho variable”, donde se calcula la cantidad  $Z_{max}$  mediante la relación:

$$Z_{max}(r) = \langle \text{Max}\{z(r')\}_{x \in [r, x+r]} - \text{Min}\{z(r')\}_{x \in [r, x+r]} \rangle_x \propto r^\zeta$$

Donde r es el tamaño de la ventana y  $Z_{max}$  que es la máxima diferencia de alturas en una ventana cuyo ancho varía y a la vez es desplazada a lo largo del perfil. Para un perfil autoafin se cumple que  $Z_{max}(r)$  es proporcional a  $r^\zeta$ . Un gráfico típico de este análisis se presenta en la figura 18, en este gráfico se puede visualizar el régimen de autoafinidad y

calcular el exponente de rugosidad, que es la pendiente de la recta en el intervalo de validez. Se puede observar además el límite superior del comportamiento autoafín; la llamada longitud de correlación  $\zeta_c(x_i)$ , que representa la resolución arriba de la cual el perfil o la superficie puede considerarse plana o euclidiana.

La aplicación de métodos como el descrito requiere de datos de alta precisión en un amplio intervalo de escalas de longitud para poder apreciar toda la extensión del régimen de autoafinidad. Como puede verse en las diferentes secciones del presente trabajo, esto requiere la aplicación de diferentes técnicas experimentales [33].

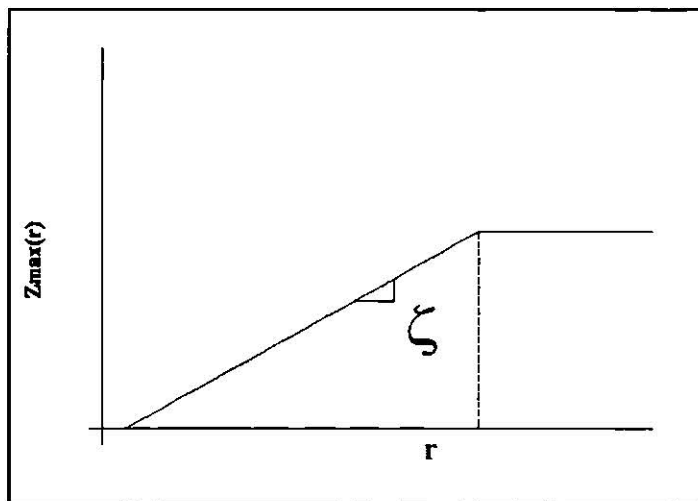


Figura 18. Gráfico representativo de  $Z_{max}(r)$  contra  $r$ , el valor de la pendiente es el correspondiente al exponente de rugosidad, la intersección de la línea punteada con el eje de las abcisas corresponde a la longitud de correlación.



# CAPÍTULO 4

## EXPERIMENTACIÓN Y RESULTADOS

**4.1 Material utilizado.** En las últimas dos décadas el uso de piezas vaciadas de aluminio se incrementó debido a su buena relación resistencia peso [25]. Las aleaciones de aluminio se han desarrollado básicamente para mejorar sus propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión, además de que son convenientes debido al bajo costo energético que representa su fabricación [26]. El aluminio puro posee una resistencia tensil de más de 89 MPa, las aleaciones de aluminio térmicamente tratadas pueden aproximarse a resistencias tensiles de 689MPa [27]. El material de interés en este trabajo es la aleación tipo A 319, la composición química en porcentaje de peso es la siguiente:

Tabla II. Porcentaje en peso

Aluminio	Silicio	Cobre	Hierro	Zinc
87.3	7.147	3.261	0.612	0.664

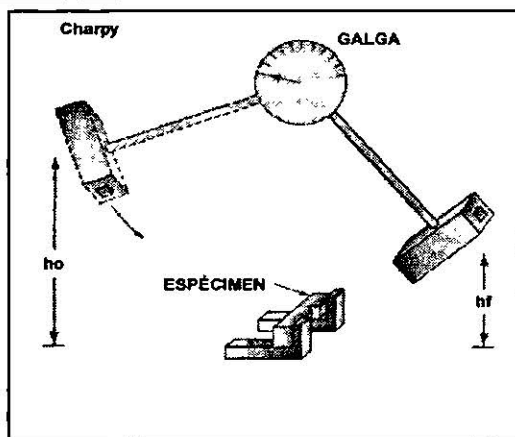


Figura 19. Esquema del ensayo de impacto tipo Charpy.

La fractura se obtuvo mediante un ensayo de impacto tipo Charpy. Se prepararon probetas para este ensayo de acuerdo a la norma ASTM E-23. En la figura 19 se muestra la prueba de impacto tipo Charpy.

**4.2 Identificación de las fases.** Es posible distinguir seis fases dentro de la microestructura de la aleación tipo A 319, éstas se muestran en la figura 20. Las fases se

identificaron por medio de espectrometría de rayos X en MEB y por comparación de micrografías estandarizadas.

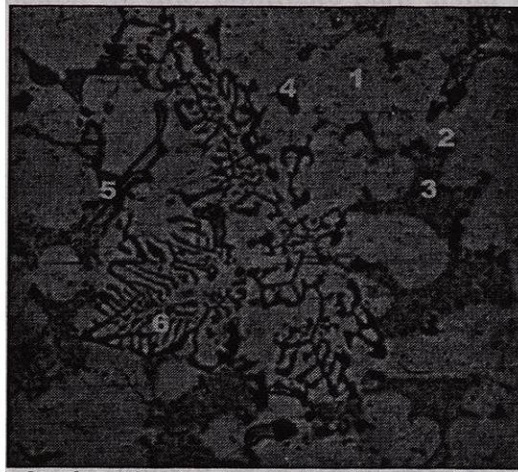


Figura 20. Micrografía de la aleación sin ataque, se observan las seis fases presentes. Imagen tomada a 100X.

La tabla III se identifican las fases enumeradas en la figura 20.

Tabla III

1	Aluminio $\alpha$
2	Silicio
3	Eutéctico
4	$Al_2Cu$
5	$Al_{15}(MnFe)_3Si_2$
6	$Al_{15}(MnFe)_3Si_2$

**4.3 Perfilometría.** Para obtener los datos de los diferentes perfiles, se utilizaron diferentes técnicas como rugosimetría, fuerza atómica y microscopía electrónica de barrido. Los barridos más grandes y por lo tanto los de menor resolución se llevaron a cabo en un rugosímetro neumático Taylor Hobson LTD, estos barridos están en el rango de 7.5mm a 1cm.

**4.4 Microscopía electrónica de barrido.** Con el propósito de obtener el perfil de la fractura a magnificaciones de 10,000x y más aumentos, se desarrolló un recubrimiento electrolítico de níquel sobre la superficie de fractura. Mediante la técnica de electrones retrodispersados en el MEB se obtiene una imagen de diferentes contrastes, posteriormente de ésta se procede a extraer el perfil mediante algoritmos de análisis de imágenes.

**4.6 Recubrimiento electrolítico.** Con el propósito de preservar el estado original de la fractura y prever de una imagen de alto contraste para aislar el perfil de la fractura, se desarrolló un recubrimiento electrolítico de níquel sobre la superficie de fractura, para este propósito se seleccionó un baño de sulfamatos, a continuación se describe dicho recubrimiento.

#### **4.6.1 Metodología del recubrimiento.**

Para obtener un resultado óptimo en lo que respecta a espesor y adherencia, se deben seguir ciertos cuidados con el manejo de la pieza, tales como una especial limpieza y un control sobre el tiempo y temperatura de cada etapa.

El proceso del recubrimiento consta de tres partes:

1. El primer paso consiste en proteger la superficie de la fractura para no cambiar su estado. El aluminio es un metal anfotérico; por lo tanto, es necesario protegerlo de todo ataque químico. Para llegar a esto es imperioso un medio fuertemente oxidante que conduzca al material hasta su estado pasivo, al mismo tiempo esta solución debe actuar como agente limpiador.

La pieza a tratar se macera en la solución por un periodo de tres a cinco minutos a temperatura ambiente.

La composición de la solución es la siguiente:

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

Al final de este “tratamiento”, la pieza deberá ser enjuagada en agua destilada. Posteriormente se procede a “reenjuagar” la pieza en una solución de ácido nítrico al 10% (HNO<sub>3</sub> 10%). Mientras se lleva a acabo el siguiente paso el espécimen deberá permanecer anegado en agua destilada.

2. Predepósito de Zn. El objetivo de este paso es depositar zinc en la superficie de la fractura. El predepósito forma una capa de menos de  $1\mu\text{m}$  de espesor, la cual sirve de liga entre el aluminio y el níquel. Este es un depósito por conversión de desplazamiento químico, en donde el aluminio juega el papel de reductor.

La composición química de la solución es la siguiente:

NaOH	500g/l
ZnO	100g/l

Cuando ya no existe más contacto entre la solución y el zincato de sodio la reacción se suspende. La pieza deberá permanecer en la solución por un periodo de uno a tres minutos a temperatura ambiente. Una vez concluido el depósito, se procede a enjuagar la pieza en agua caliente ( $\approx 100^\circ\text{C}$ ). Para enjuagar la pieza bastan uno o dos segundos, inmediatamente después deberá macerarse en agua destilada hasta el próximo paso.

3. Niquelado. El depósito de níquel se lleva a cabo electrolíticamente. El níquel se obtuvo de un baño de níquel en sulfamatos. La composición del baño es la siguiente:

Sulfamato de níquel	350g/l
Cloruro de níquel	3.5g/l
Ácido bórico	40g/l

Las condiciones ideales para realizar el depósito son las siguientes:

PH	4.5
Intensidad de corriente	$3\text{A}/\text{dm}^2$
Potencial	3.8V

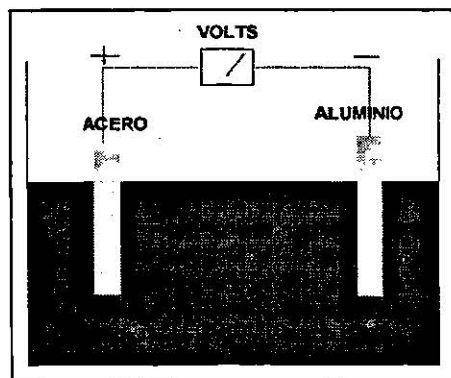


Fig. 21. Esquema del baño electrolítico.

Algunas recomendaciones importantes:

- a) Introducir ambos (cátodo y ánodo) con corriente para evitar el daño químico causado por el baño.
- b) Proveer de agitación al electrolito durante todo el tiempo de permanencia del depósito.
- c) La superficie de fractura y el ánodo deberán permanecer bien paralelos uno frente al otro.

Posterior al recubrimiento, se prepararon las muestras a ser analizadas en el microscopio electrónico de barrido. Se hizo un corte perpendicular a la dirección de la propagación de la fractura justo como se indica en la figura 22.



Figura 22. Representación de la probeta fracturada, se observa la dirección de propagación y la dirección del corte.

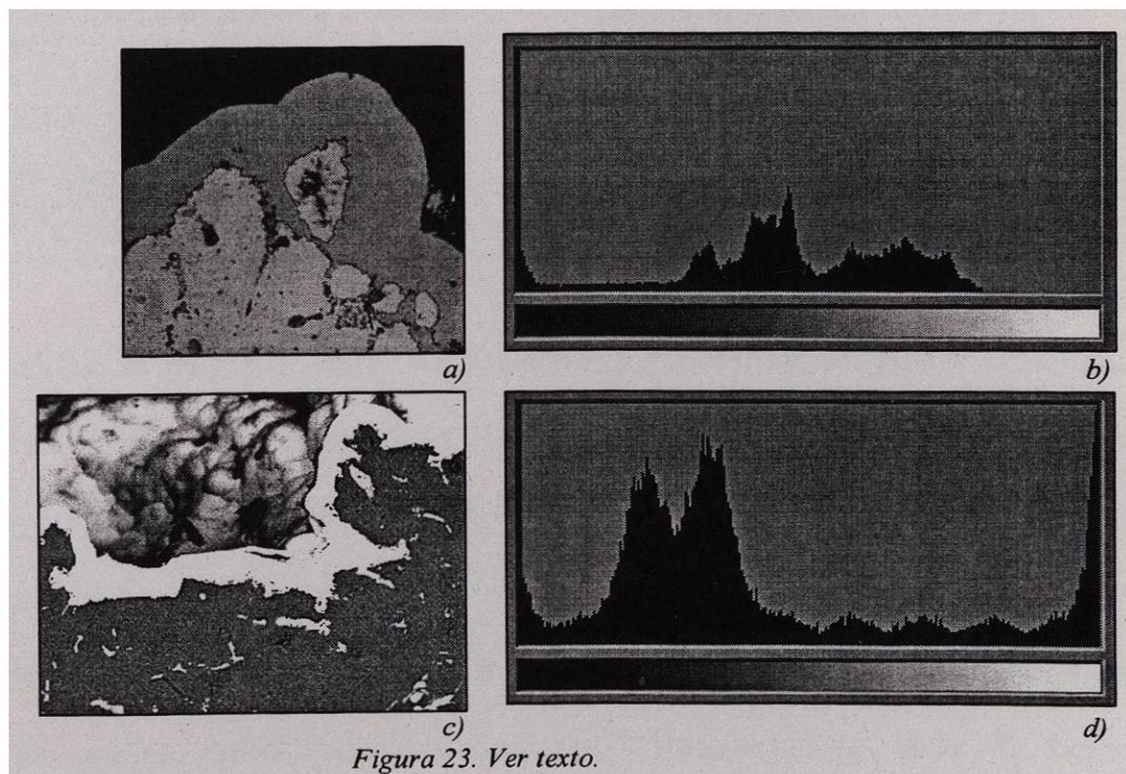


Figura 23. Ver texto.

En las figuras 23a) y 23d) se muestran los cortes obtenidos de la aleación-recubrimiento, se pueden observar tanto el material base como el recubrimiento electrolítico, se puede apreciar la alta adherencia y la delineación del perfil de la fractura.

La figura 22, a) es una imagen de microscopía óptica que muestra el depósito obtenido, delineando perfectamente el perfil de la superficie de fractura. El histograma de niveles de gris correspondiente a esta imagen se muestra en la figura 23b), señalando un contraste poco definido. En la figura 23c) se muestra la imagen de MEB empleando la técnica de electrones retrodispersados, la imagen 23d) muestra el histograma correspondiente indicando un alto contraste con el metal base en color oscuro y, el recubrimiento en color blanco. Esta imagen es ideal para la extracción del perfil de la fractura mediante algoritmos de análisis de imágenes.

#### 4.7 Análisis de imágenes.

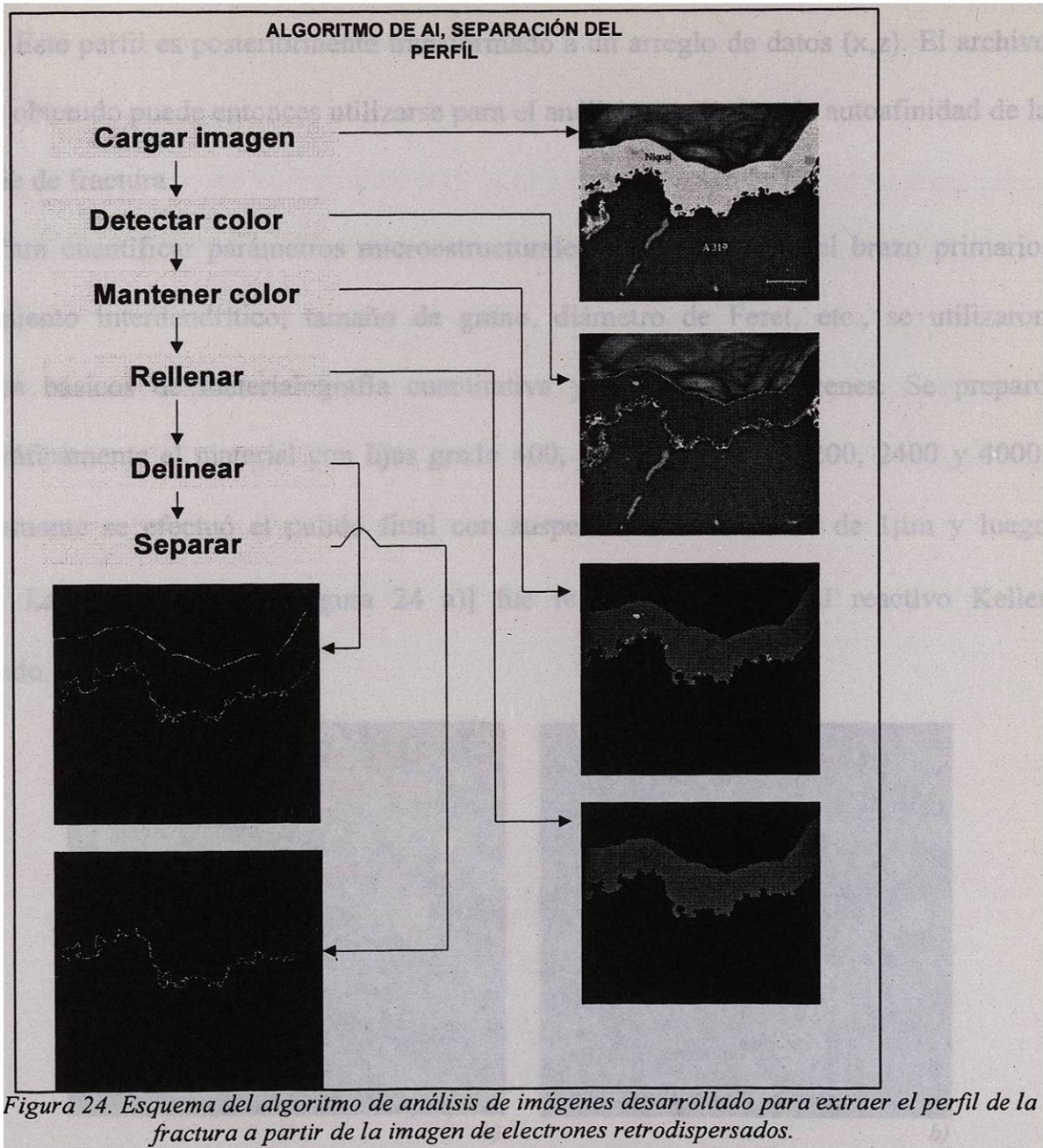


Figura 24. Esquema del algoritmo de análisis de imágenes desarrollado para extraer el perfil de la fractura a partir de la imagen de electrones retrodispersados.

Partiendo de la imagen gris (512 x 480 píxeles y 256 niveles de gris) de electrones retrodispersados, el algoritmo desarrollado esquematizado en la figura 24, inicia con la detección de píxeles correspondientes a la capa de recubrimiento, enseguida se procede a obtener una imagen binaria en la que solamente se conservan dichos píxeles detectados. La siguiente etapa de edición permite rellenar los huecos para después proceder a la delineación de ambos bordes del recubrimiento, finalmente se aísla el borde

correspondiente a la interface aluminio-depósito con lo que se ha obtenido el perfil de la fractura. Este perfil es posteriormente transformado a un arreglo de datos (x,z). El archivo de datos obtenido puede entonces utilizarse para el análisis estadístico de autoafinidad de la superficie de fractura.

Para cuantificar parámetros microestructurales como longitud del brazo primario, espaciamiento interdendrítico, tamaño de grano, diámetro de Feret, etc., se utilizaron principios básicos de metalografía cuantitativa y análisis de imágenes. Se preparó metalográficamente el material con lijas grado 400, 600, 800, 1000, 1200, 2400 y 4000, posteriormente se efectuó el pulido final con suspensión de diamante de  $1\mu\text{m}$  y luego  $0.25\mu\text{m}$ . La microestructura [figura 24 a)] fue revelada mediante el reactivo Keller modificado.

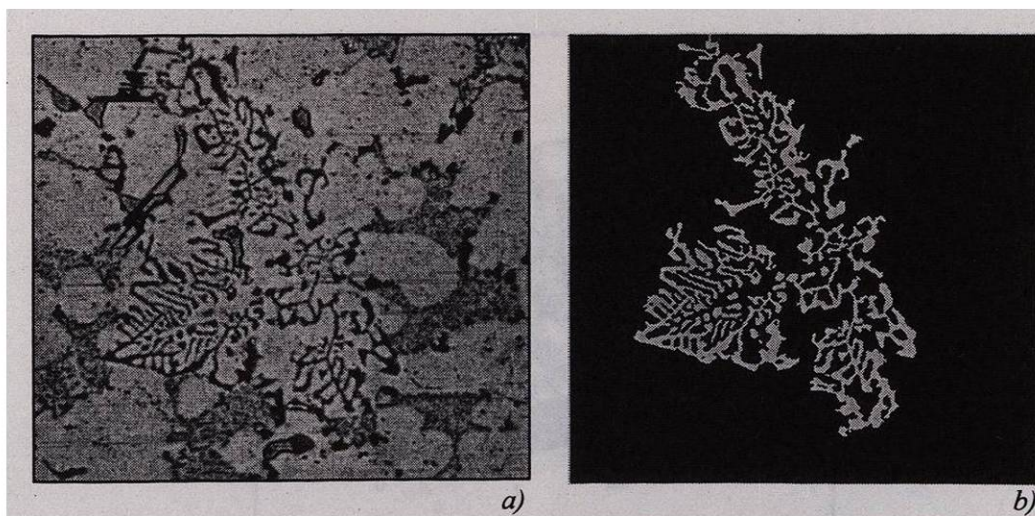


Figura 25. Ver texto.

En la figura 25 a) se aprecia una imagen digitalizada de 256 tonos de grises capturada mediante microscopía óptica, en la figura 25 b) se aprecia el resultado de procesar la imagen 25 a), se aisló la fase  $\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$ .



Para observar la metalografía se utilizó un microscopio marca Nikon modelo Epiphot-TME con platina invertida motorizada, este equipo cuenta con cinco objetivos que permiten observar magnificaciones de 50, 100, 200, 400 y 10000x. Se empleó un analizador de imágenes marca Leica modelo Quantimet Q520+. Las imágenes capturadas en el microscopio óptico se transfieren al analizador de imágenes previamente captadas por una cámara de video blanco-negro tipo CCD. Las imágenes se digitalizan con un convertidor análogo-digital con las siguientes características: 256 tonos de grises y una imagen de 512 x 480 pixeles. Una vez almacenadas las imágenes en el disco duro del ordenador, se procesaron y se realizaron posteriormente las mediciones de diámetro de Feret, fracción de área, factor de forma, longitud del brazo primario y espaciamiento interdendrítico.

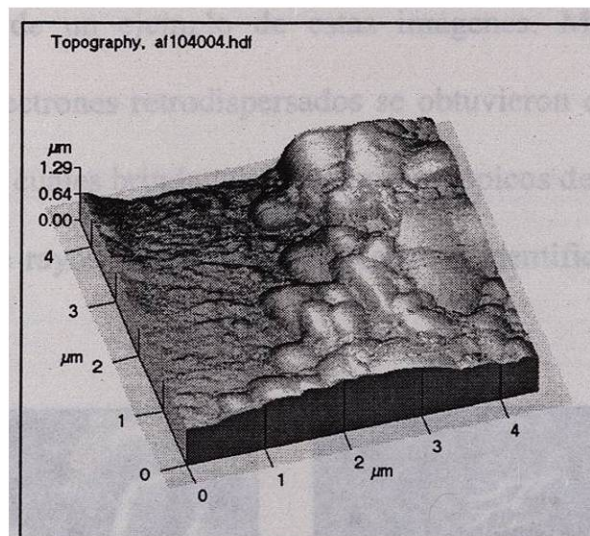


Figura 26. Topografía de la superficie de fractura, imagen de  $4.3 \times 4.3 \mu\text{m}$ .

#### 4.8 Microscopía de fuerza atómica.

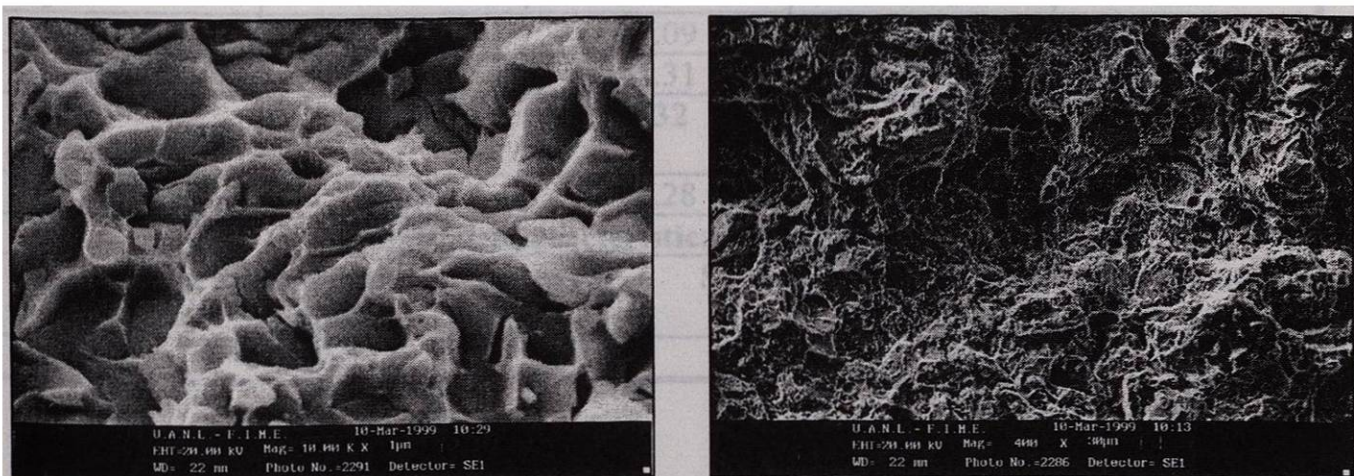
Para obtener el perfil a escalas de nanómetros, se utilizó microscopía de fuerza atómica, como ya se mencionó en la sección de microscopía, esta técnica permite obtener imágenes reales de la topografía de la superficie, además la preparación de las piezas no requiere más que una limpieza exhaustiva. La figura 26 es un ejemplo de una imagen de la

superficie de fractura obtenida por medio de esta técnica. Se utilizó una fuerza promedio de 1.8nN.

#### 4.9 Resultados.

**4.9.1 Recubrimiento electrolítico.** Se logró obtener un recubrimiento electrolítico de alta adherencia el cual, permite preservar el estado original de la fractura además de brindar imágenes de alto contraste mediante la técnica de electrones retrodispersados. Es importante mencionar que el recubrimiento detallado en la sección 4.6 es totalmente reproducible, lo cual garantiza su posible uso en posteriores investigaciones.

**4.9.2 Microscopía Electrónica de Barrido.** Se explotaron con gran éxito las diferentes técnicas que brinda el equipo, mediante electrones retrodispersados se lograron obtener imágenes de alto contraste como se observa en la sección 4.8, el histograma muestra el alto contraste de un ejemplo de estas imágenes. Mediante la técnica de electrones secundarios y electrones retrodispersados se obtuvieron diferentes imágenes de la superficie de fractura, las cuales brindan detalles microscópicos de la fractura. Por medio de difracción de análisis de rayos X en MEB se alcanzó a identificar las diferentes fases presentes.



a)  
Figura 27. Ver texto.

b)

En las figuras 27a) y 27b), se pueden observar imágenes de la superficie de fractura capturadas en el MEB, a): imagen a 10,000X y b) imagen a 400X. Ambas de electrones secundarios.

**4.9.3 Metalografía cuantitativa y análisis de imágenes.** El algoritmo de análisis de imágenes desarrollado y mencionado en la sección 4.7 permite extraer de manera rápida, sencilla y precisa el perfil de la fractura para su posterior análisis. La implementación del análisis de imágenes como herramienta de la metalografía cuantitativa permitió calcular de manera muy precisa algunos parámetros como diámetro de Feret, factor de forma, y área para las diferentes fases; además, se midieron la longitud del brazo primario de las dendritas y el espaciamiento interdendrítico. Algunos resultados se presentan en las siguientes gráficas y tablas.

La tabla IV presenta la media aritmética típica de algunos parámetros de las diferentes fases presentes en la aleación.

TABLA IV. Longitudes características de las fases presentes en la aleación.

Fase	Área Promedio ( $\mu\text{m}^2$ )	Diámetro de Feret Promedio ( $\mu\text{m}$ )	Perímetro Promedio ( $\mu\text{m}$ )	Factor de Forma Promedio
$\text{Al}_5\text{FeSi}$	307.90	43.30	170.99	8.38
$\text{Al}_2\text{Cu}$	465.47	37.14	92.21	2.28
Silicio	119.57	20.09	67.27	3.25
Eutéctica	2305.67	73.31	338.13	5
Matriz (aluminio)	153.17	6.32	17.32	1.76
$\text{Al}_{15}(\text{MnFe})_3\text{Si}_2$	203.86	32.28	97.52	4.21
<b>Longitudes características de las dendritas</b>				
<b>Longitud promedio del brazo primario (<math>\mu\text{m}</math>)</b>		<b>Separación interdendrítica promedio (<math>\mu\text{m}</math>)</b>		
457.5		57.05		

En las figuras 28 y 29 se observan los histogramas correspondientes a las distribuciones de frecuencia de la separación del brazo secundario de las dendritas en micrones.

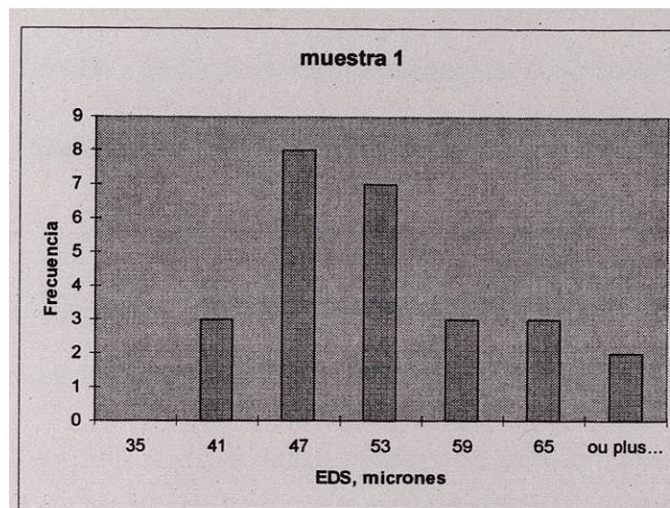


Figura 28. Ejemplo de distribución de frecuencias del EDS

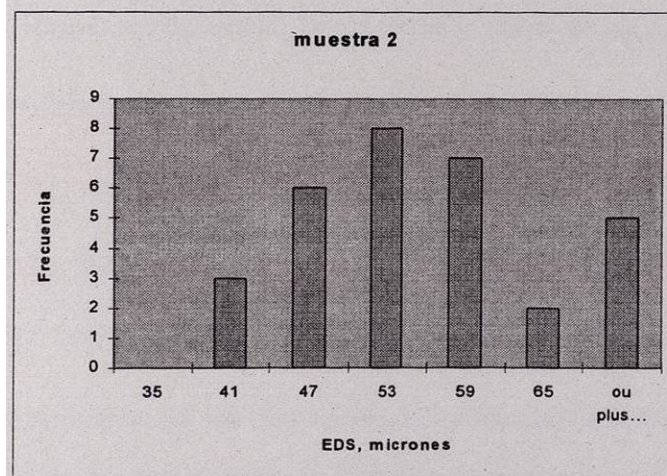


Figura 29. Ejemplo de la distribución de frecuencias del EDS

Las figuras 28 y 29 son ejemplos de los datos de salida en un proceso de análisis de imágenes (ver sección 2.7.4).

**4.9.4 Microscopía de Fuerza Atómica.** En el presente trabajo se aplicó con gran éxito la técnica de MFA, los resultados van más allá de obtener imágenes tridimensionales y detalles nanométricos, gracias a que las imágenes construidas constan de 512 X 512 píxeles se obtuvo un valioso banco de datos altamente preciso por cada imagen, con estos datos fue posible corroborar los parámetros de autoafinidad en el orden de nanómetros.

**4.9.5 Rugosimetría.** La aplicación de esta técnica proporcionó la menor magnificación, se obtuvieron barridos del orden de 75mm hasta 1cm, con esto se lograron cubrir dos escalas más de longitud, completando con las tres técnicas siete escalas de longitud.

# CAPÍTULO 5

## DISCUSIÓN

**5.1 Material y obtención de la superficie de fractura.** El material empleado en el presente trabajo muestra una microestructura dendrítica y una diversidad de fases en un amplio intervalo de tamaños. Esto la hace interesante para su estudio en la autoafinidad de superficies de fractura ya que, anteriormente se han estudiado materiales de microestructuras menos complejas, generalmente microestructuras de granos homogéneos. Es de interés estudiar la relación entre los parámetros de autoafinidad y las longitudes o tamaños característicos de los elementos microestructurales. Los resultados del análisis cuantitativo proporcionan datos estadísticos abundantes y precisos que sirven para realizar los análisis mencionados anteriormente.

El ensayo de impacto Charpy permite propagar una grieta de frente aproximadamente plano con alta rapidez ( $\sim 5\text{ms}^{-1}$ ). Las superficies de fractura generadas por este método han sido previamente estudiadas para otro tipo de materiales. Estos resultados son entonces comparables a los obtenidos por otros investigadores.

**5.2 Recubrimiento electrolítico.** La técnica de recubrimiento electrolítico de níquel implementada, permite preservar el estado original de la superficie de fractura, además, aprovechando las características del MEB, se obtuvieron imágenes de la aleación-recubrimiento del orden de hasta 10,000x mediante la técnica de electrones retrodispersados, por medio de esta técnica se obtuvieron imágenes de alto contraste. Como se observa en el capítulo referente al AI, el desarrollo de un algoritmo apropiado permite extraer de manera rápida y sencilla a el perfil de la fractura.

**5.3 Análisis de imágenes.** Como se mencionó en la sección correspondiente al análisis de imágenes, ésta es una poderosa herramienta que facilita la labor de mediciones en materialografía cuantitativa, obteniendo de manera rápida y sencilla parámetros como diámetro de Feret, factor de forma, separación interdendrítica, etc. El desarrollo del algoritmo de AI facilita el proceso de extracción del perfil de la fractura, permitiendo hacer un arreglo de datos del perfil altamente preciso.

**5.4 Microscopía electrónica de barrido.** En el presente trabajo se aprovecharon al máximo las características del equipo de MEB, la aplicación de la técnica de electrones retrodispersados permitió obtener imágenes de la aleación-recubrimiento de alto contraste, además se lograron capturar imágenes de la superficie de fractura que permitieron observar detalles importantes de la misma. Por último, se identificaron las diferentes fases por medio de espectroscopía de rayos X en el mismo equipo.

**5.5 MFA.** En este trabajo se empleó con gran éxito la técnica de MFA en la caracterización de la superficie de fractura. A diferencia del MEB, esta técnica permite extraer datos cuantitativos de las alturas de forma directa, gracias a que, se obtiene un banco de datos de alta precisión. Por último, se observa la superficie real de la fractura, es decir, no existe interacción alguna entre un haz de energía y el espécimen.

**5.6 Perfilometría.** El objetivo primordial de este trabajo es la caracterización de autoafinidad de la superficie de fractura de la aleación Al-Si A 319; por lo tanto es importante conocer: ¿Dónde termina el régimen de autoafinidad? y ¿Para qué resolución y tamaños de barrido los perfiles pueden considerarse planos o euclidianos? Para poder responder a estas importantes interrogantes, se emplearon las diferentes técnicas antes mencionadas, cubriendo un amplio intervalo de escalas de longitud que van desde

nanómetros hasta centímetros. Con la implementación del perfilómetro se logró cubrir la mayor escala obteniéndose barridos desde  $75\mu\text{m}$  hasta 1 cm.

De manera general, mediante las tres técnicas se cubrieron siete escalas de longitud. En AFM: 1, 10, 100nm; en MEB: 1, 10 y  $100\mu\text{m}$  y en perfilómetro: 1mm hasta 1 cm.



# CAPÍTULO 6

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

**6.1 Conclusiones.** Gracias al desarrollo del recubrimiento electrolítico, se logró obtener una capa de níquel sobre la superficie de fractura de la aleación Al-Si 319 de aproximadamente  $25\mu\text{m}$ . Este recubrimiento permitió preservar el estado original de la fractura y, mediante la técnica de electrones retrodispersados en MEB se lograron obtener imágenes recubrimiento-aleación de alto contraste, estas imágenes resultaron ser ideales para aislar el perfil de la fractura mediante análisis de imágenes. Cabe mencionar que la metodología del recubrimiento desarrollada y descrita paso por paso en este trabajo es totalmente reproducible y con resultados de excelente adherencia.

Debido a la gran flexibilidad y precisión del analizador de imágenes fue posible medir las longitudes características de las heterogeneidades presentes en la aleación. Parámetros como diámetro de Feret, factor de forma, fracción de área, longitud del brazo primario y separación interdendrítica fueron calculados con precisión, obteniéndose un valor promedio de la longitud del brazo primario de  $457.5\mu\text{m}$  y, una separación interdendrítica promedio de  $57.05\mu\text{m}$ . El algoritmo de análisis de imágenes desarrollado y descrito en este trabajo permite extraer de manera muy sencilla el perfil de la fractura, partiendo de una imágenes recubrimiento-aleación capturadas por medio de electrones retrodispersados en el MEB y, digitalizadas de 256 niveles de gris y  $480 \times 512$  pixeles.

Con la implementación de la técnica de MFA se logró cubrir la menor escala de longitudes, esto es desde nanómetros hasta un par de micrones. Esta técnica proporcionó excelentes resultados de la topografía de la superficie de fractura permitiendo medir las

alturas de la superficie de manera directa gracias al valioso banco de datos que se obtiene al aplicar esta técnica. En este trabajo se utilizó la modalidad de contacto con una fuerza promedio de 1.8nN, se obtuvieron barridos de hasta 1 hasta 10 $\mu$ m.

El empleo del MEB y sus diferentes modalidades de operación permitió identificar las fases presentes en la aleación mediante difracción de rayos X, además, observar la superficie de fractura y apreciar detalles como microgrietas y, gracias a que los electrones retrodispersados muestran una dependencia directa con el número atómico, se lograron obtener imágenes de alto contraste recubrimiento-aleación, como se ha mencionado en esta sección, éstas permiten extraer el perfil de la fractura mediante AI.

La implementación de la técnica de perfilometría permitió cubrir escalas de longitud del rango de 7.5mm hasta 1cm. Con las tres técnicas se lograron cubrir siete escalas de longitud, esto es desde 1nm hasta 1cm.

El cúmulo de resultados permitió calcular los regímenes de autoafinidad de la superficie de fractura en un amplio intervalo de escalas de longitud.

## **6.2 Recomendaciones.**

Para la continuación de este trabajo se recomiendan las siguientes acciones:

Desarrollar un método que permita la construcción de imágenes tridimensionales con información cuantitativa mediante estereografía en el MEB.

Mediante imágenes adyacentes y traslapadas obtenidas mediante MEB construir un perfil de fractura más extenso.

Es recomendable hacer barridos más grandes en el MFA lo que requiere de un escáner diferente.

Se recomienda el empleo de estas técnicas en la recolección de datos para posibles simulaciones de fracturas.

Se propone realizar barridos en direcciones relativas a la dirección y sentido de la propagación de la fractura.

# REFERENCIAS

1. C.A. Zapffe and M. Clogg Jr., "Fractography -A New Tool for Metallurgical Research", 1944 ASM, Vol 34, p 71-107.
2. C. S. Smith, "A Story of Metallography", The University of Chicago Press, 1960, p 97-127.
3. V Biringuccio, "De la Pirotechnia", 1540, ver reimpresión por: American Institute of Mining and Metallurgical Engineers. *ano?*
4. L. Ercker. "Beschreibung Allerfürnemisten Mineralischen Ertzt und Berckwerckstarten". ver reimpresión The University of Chicago Press 1951.
5. L. Savot. "Discours sur les Médailles Antiques". 1627, ver reimpresión por: University of Chicago Press. *ano?*
6. R.A.F de Réaumur. "L'Art d' convertir le Fer Forgé en Acier et L'Art d' Adoucir le Fer Fondu". ver reimpresión por University of Chicago Press, 1956.
7. F. Geoffroy. "Observations sur un métal que résulte de L'Alliage du cuivre & du zinc", Mém. Acad. Sci., 1724, p 57-66. *ano?*
8. R. Mallet. "Physical Conditions Involved in Construction of Artillery".
9. D.K. Tschernoff. "Kriticheskii Obzor Statiei", ver reimpresión en francés por Univ. Mines, Vol. 7, 1880, p 129.
10. D.K. Tschernoff. "Investigations on the Structure of Cast Iron". Proc. Instn. Mech. Engrs., 1880, p 152-183.
11. A. Martens. "Über die Mikroskopische Untersuchung des Eisens". Z. Deut. Ing., Vol 22, 1878, p 235-242.
12. A. Martens. "Zur Mikrostruktur des Spiegeleisens". Z. Deut. Ing., Vol 22, 1878, p 481-488.
13. J.A. Brinell. "Über die Texturveränderungen des Stahls bei Erhitzung und bei Abkühlung, Stahl Eisen". Vol. 11, 1885, p 611-620.
14. C.A. Zapffe. "Fractographic Structures in Antimony". Met. Prog., Vol 53, March 1948, pp 377-381.
15. C.A. Zapffe and C.O. Worden. "Fractographic Registrations of Fatigue". ver reimpresión por ASM 1950, p969.

16. The Transmission Electron Microscope and its Application to Fractography, Fractography and Atlas of fractographs ASM, 1974, p 54-66.
17. Mandelbrot B.B.; "The Fractal Geometry of Nature", W.H. Freeman and Co., New York, 1982.
18. Devaney, R.L. "Chaos, Fractals and Dynamics". AW Publishing Co, 1990.
19. Marc André Meyers/Krishan Kumar Chawla. "Mechanical Metallurgy Principles and Applications".
20. George E. Dieter. "Mechanical Metallurgy" SI Metric Ed.
21. C Zener. "Fracturing of Metals". ASM, Metals Park Ohio, 1948, p3.
22. Donald R. Askeland. "The Science and Engineering of Materials". Third Ed.
23. A.A. Griffith. "Philos". ver reimpression por: ASM, Vol. 61, p. 871-906, 1968.
24. C.E. Inglis, \*\*se citó la ecuación (1)\*\*. "Proc. Phys. Soc, London", Vol. 58, p.729, 1946.
25. William Morris. "The American Heritage". Palo Alto, pg. 232.
26. Oswaldo Montelongo G. "Estudio de Microestructuras Dendríticas Mediante Análisis Fractal". Tesis M.C. FIME-UANL 1998.
27. Avner. "Introduction To Physical Metallurgy". Mc Graw Hill Book Co. USA, 1974.
28. Joseph I. Goldstein, Dale E Newburigm, Patrick Echlin, David C. Joy, A.D. Romig Jr, and Eric Lifshin. Plenum. "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis". 2ª Ed.
29. Talanquer Vicente. "Fractus, Fracta, Fractales, de Laberintos y Espejos". SEP, FCE, CONACYT, México D.F. 1986.
30. Moisés Hinojosa Rivera. "Aplicación de la Geometría de Fractales a la Descripción de Microestructuras Metálicas". Tesis Doctoral. FIME-UANL 1996.
31. Jean Paul Collete. "Histoire des Mathématiques". Siglo XXI 3ª Ed.
32. Martin Reyes Melo. "Autoafinidad de Superficies de Fractura en Materiales Plasticos". Tesis M.C. FIME-UANL 1999.
33. Jorge Aldaco Castañeda. "Autoafinidad de Superficies de Fractura en la Aleación Al-Si A319". Tesis M.C. FIME-UANL 1999.

# INDICE DE TABLAS

<b>Tabla</b>	<b>Descripción</b>	<b>Página</b>
I	Diferencias entre Geometría Euclidiana y Fractal	32
II	Composición química de la aleación en estudio	38
III	Identificación de las fases presentes en la aleación	39
IV	Media aritmética de las longitudes características de la aleación	48

# INDICE DE FIGURAS

Figura	Descripción	Pág.
1	Los tres tipos básicos de fractura	9
2	Modelo de Grieta de Griffith	10
3	Tipos de fracturas	12
4	Esquema general del MEB y sus principales componentes	14
5	Esquema de la interacción del haz de electrones con el espécimen	15
6	Punto ideal de operación del MEB	15
7	Gráfico del número atómico contra el factor de retrodispersión	18
8	Componentes básicos del MT y MFA	18
9	Esquema del efecto túnel entre una punta del MT y MFA	20
10	Descripción de las modalidades de altura constante y corriente constante en el MT	21
11	Energía interatómica como función de la distancia	22
12	Funcionamiento básico del MFA	25
13	Principio del análisis lineal	25
14	Arreglo típico de una malla para conteo de puntos	26
15	Aplicación de una malla para conteo de puntos en un hierro nodular grado 60-40-20	29
16	Diámetro de Feret de algunas figuras	34
17	Representación de medidas: Longitud, área y volumen	35
18	Gráfico representativo de la dimensión de Hausdorff aplicado a un triángulo tipo Sierpinski	38
19	Esquema del ensayo de impacto tipo Charpy	39
20	Micrografía de la aleación a 100X sin ataque, se enumeran las fases presentes en la aleación	41
21	Esquema del baño electrolítico	41
22	Representación de la probeta fracturada	42
23a)	Imagen de microscopía óptica recubrimiento-aleación	42
23b)	Histograma de la figura 23a)	42
23c)	Imagen de electrones retrodispersados recubrimiento-aleación	42
23d)	Histograma de la figura 23c)	42
24	Algoritmo de análisis de imágenes para aislar el perfil de la fractura a partir de una imagen recubrimiento-aleación	44
25a)	Micrografía de la aleación sin ataque a 100X	45
25b)	Imagen procesada a partir de la figura 25a)	45
26	Topografía de la superficie de fractura capturada en MFA en la modalidad de contacto	46
27a)	Micrografía de la superficie de fractura capturada mediante electrones retrodispersados en el MEB a 10KX	46
27b)	Micrografía de la superficie de fractura capturada mediante electrones retrodispersados en el MEB a 400X	47
28	Distribución de frecuencias del EDS	49
29	Distribución de frecuencias del EDS	49

# RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Francisco J. Garza Méndez, nació en la Frontera, municipio de Monclova Coahuila. Es hijo del señor Francisco J. Garza Cortés y de la señora Juanita Méndez Castañeda. Francisco J. Garza Méndez 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 febrero-agosto de 1994 y agosto-enero de 1998, 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 5 en la planta de Monterrey N.L. Ha sido becario del Departamento de Mecánica de Materiales de la FIME y realizó su servicio social en los laboratorios del doctorado de la misma bajo la dirección del Dr. Alberto Pérez Unzueta. El Sr. Francisco J. Garza Méndez ha participado en tres congresos nacionales y es coautor de una publicación internacional. Actualmente es estudiante investigador de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería Química con especialidad en Cerámica de la Facultad de Ciencias Químicas de la UANL.



