

# Análisis autoafín de superficies de fractura de polipropileno y vidrio opalino<sup>♦</sup>

Moisés Hinojosa R., Edgar Reyes M.\*  
Carlos Guerrero S., Ubaldo Ortiz M.\*

## Abstract

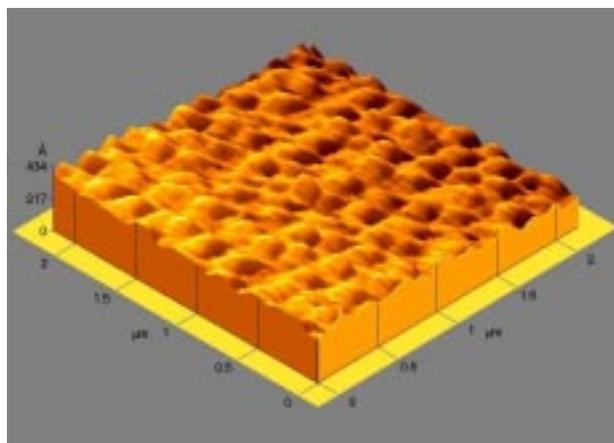
We report the self-affinity analysis of the fracture surfaces of isotactic polypropylene (i-PP) and opal glass. In the case of i-PP, samples with different spherulite sizes were broken in bend test after being immersed in liquid nitrogen. For of the opal glass, samples with different sizes of the opacifying particles, obtained by different thermal treatments, were broken in a punch test. The fracture surfaces were analyzed by both Scanning Electron Microscopy (SEM) and Atomic Force Microscopy (AFM) in the contact mode. Self-affinity analysis was performed by the variable bandwidth method. The roughness exponents are close to  $\zeta = 0.8$  with the correlation length corresponding to the size of the spherulites in the plastic material and to the size of the opacifying particles in the opal glass.

**Keywords:** Fracture, fractals, self-affinity, correlation length, roughness exponent.

## INTRODUCCION

Las superficies de fractura son fractales naturales anisotrópicos, actualmente su carácter autoafín es aceptado casi universalmente. La primera descripción cuantitativa de estas superficies irregulares empleando geometría fractal fue publicada en 1984 por Mandelbrot<sup>1</sup>, sus resultados sugerían una correlación entre la dimensión fractal de las superficies de fractura y la energía de impacto en muestras de aceros *maraging*<sup>2</sup> con diferentes tratamientos térmicos. Posteriores experimentos<sup>3</sup> más refinados en una variedad de materiales no confirmaron tal correlación entre la dimensión fractal y las propiedades mecánicas. Se

<sup>♦</sup> Adaptado de "Self-Affinity Analysis of the Fracture Surfaces of Polypropylene and Opal Glass" Publicado en MRS Symposium Proceedings V. 653, "Multiscale Modeling of Materials", Materials Research Society, 2001.



Topografía de la zona especular en la superficie de fractura de un vidrio opalino observada mediante microscopía de fuerza atómica

estableció que el llamado exponente de rugosidad  $\zeta$  es un parámetro más apropiado para describir las superficies de fractura. Estudiando las superficies de fractura obtenidas en condiciones cinéticas rápidas y analizadas principalmente mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), Bouchaud<sup>4</sup> propuso la idea de un exponente de rugosidad universal,  $\zeta = 0.78$ , independiente de la microestructura y las propiedades. Esta universalidad fue seriamente cuestionada por el descubrimiento de otro régimen autoafín caracterizado por un exponente de rugosidad  $\zeta = 0.5$  para las superficies de fractura generadas en condiciones lentas de propagación de grietas y/o analizadas en escalas nanométricas empleando microscopía de fuerza atómica (MFA) o de tunelaje. Recientemente se ha reportado la coexistencia de ambos regímenes en distintos materiales.<sup>5-6</sup> Estos regímenes se cruzan en una llamada longitud de quiebre, que parece ser dependiente de las condiciones cinéticas. Se han realizado intentos por relacionar esta longitud de quiebre con los parámetros microestructurales de algunos materiales.<sup>7</sup>

\* Doctorado FIME-UANL.

En 1998 Hinojosa<sup>8-9</sup> demostró que la llamada longitud de correlación está estrechamente relacionada con el tamaño de grano en superaleaciones de níquel. Este resultado apoya la idea de que el frente de grieta, visualizado como una línea, interactúa con los diferentes obstáculos presentes en la microestructura y de esta manera las mayores heterogeneidades son las que deben determinar la longitud de correlación. Más recientemente se reportó<sup>10</sup> que este parámetro está relacionado al tamaño característico de las dendritas y granos en aleaciones de aluminio vaciado. Considerando estos antecedentes el presente trabajo tiene el propósito de aportar más evidencia para apoyar la mencionada hipótesis que establece que la longitud de correlación de las superficies de fractura de los materiales heterogéneos queda determinada por las mayores heterogeneidades que caracterizan la microestructura y que esto es válido no solo para materiales metálicos, sino también para materiales cerámicos y poliméricos.

## EXPERIMENTACION

Los materiales cuyas superficies de fractura se analizaron en este trabajo son representativos de los materiales plásticos y los materiales cerámicos. El material polimérico seleccionado para el análisis fue una muestra de polipropileno isotáctico (i-PP) parcialmente cristalino.

Este material fue seleccionado debido a su facilidad para cristalizar. La caracterización de este material<sup>11</sup> mediante cromatografía de permeación en gel mostró que el peso molecular numérico promedio fue de 60, 359 y que el índice de polidispersidad fue de 5.1. La temperatura de fusión y el grado de cristalinidad original fueron de 165.4 °C y 46.7 %, respectivamente según mediciones de calorimetría diferencial de barrido. Dos muestras en forma de discos pequeños de 10 mm de diámetro y 1 mm de espesor se fundieron y enfriaron a diferentes rapidezces con el propósito de alterar el proceso de cristalización. Se

obtuvieron dos tamaños esferulíticos distintos, esferulitas pequeñas y esferulitas gruesas. El tamaño esferulítico se midió mediante microscopía óptica y análisis de imágenes, así como mediante microscopía de fuerza atómica en el modo de contacto. Las muestras se enfriaron en nitrógeno líquido durante 15 minutos antes de ser sometidas a ruptura en modo de flexión.

En el caso de los vidrios, se analizaron dos muestras de vidrio opalino comercial de similar composición química. Como resultado de diferentes tratamientos durante el proceso de manufactura, las muestras poseían partículas opacificantes de diferentes tamaños. Las muestras planas se fracturaron mediante un punzón. El tamaño de las partículas opacificantes se midió por observación de las superficies de fractura en MEB y en MFA.

Para ambos materiales, el análisis fractográfico se realizó por MEB, para tal efecto las muestras se recubrieron con oro. El estudio fractométrico se llevó a cabo empleando MFA en el modo de contacto para ambos materiales. El tamaño máximo de barrido fue de 10 micrómetros y la mejor resolución obtenida en las imágenes de 512 x 512 pixeles fue de alrededor de 10 nm. Las superficies analizadas por MFA no fueron recubiertas.

Se obtuvieron perfiles de alturas a partir de las imágenes de MFA, se registraron por lo menos 30 perfiles para cada muestra. El exponente de rugosidad promedio y la longitud de correlación se estimaron construyendo las curvas de autoafinidad. El análisis autoafín se efectuó usando el método de ventanas de ancho variable.<sup>12</sup> Se calcularon las cantidades  $w_2(r)$  y  $Z_{max}(r)$ .

$Z_{max}(r)$  es la diferencia entre la altura máxima y la altura mínima  $Z$  dentro de la ventana de tamaño  $(r)$ , promediada en todos los posibles orígenes  $x$  de la ventana.  $w_2(r)$  es el segundo momento o la desviación estándar de la distribución de alturas dentro de la

ventana. Estas cantidades siguen un escalamiento de ley de potencia:

$$w_2(r) \propto r^{\zeta} \quad Z_{max}(r) \propto r^{\zeta}$$

Puesto que el uso del segundo momento  $w_2(r)$  permite una determinación más precisa de la longitud de correlación, solo se muestran los resultados obtenidos mediante este método.

## RESULTADOS

El análisis fractográfico y fractométrico corrobora que las superficies de fractura del polipropileno isotáctico y del vidrio opalino son objetos autoafines, los resultados para cada material se detallan a continuación.

### Polipropileno Isotáctico

Los tamaños esferulíticos se estimaron en 0.34 y 0.96  $\mu\text{m}$  para las muestras con esferulitas finas y esferulitas gruesas, respectivamente.

Las figuras 1(a) y 1(b) muestran la superficie de fractura de la muestra con esferulitas gruesas según se observa en MEB, figura 1(a), y en MFA, figura 1(b). Las observaciones cualitativas del MEB muestran líneas curvas irregulares, que son llamadas marcas de Chevron. Se sabe que estas líneas parten del punto donde inició la grieta e indican la dirección de propagación. Estas características se observan también en la muestra con esferulitas finas. En todas las imágenes de MEB registradas, la superficie de fractura muestra similares formaciones a diferentes niveles de magnificación, lo que se puede considerar como una evidencia cualitativa de autoafinidad.

Los resultados del análisis de autoafinidad se muestran en la figura 2. Las curvas no muestran un comportamiento estricto de ley de potencia, parecen ser perturbadas por efectos reológicos ya que es posible que el frente de grieta provoque deformación viscoelástica local al avanzar. El exponente de rugosidad estimado mediante regresión tiene un valor

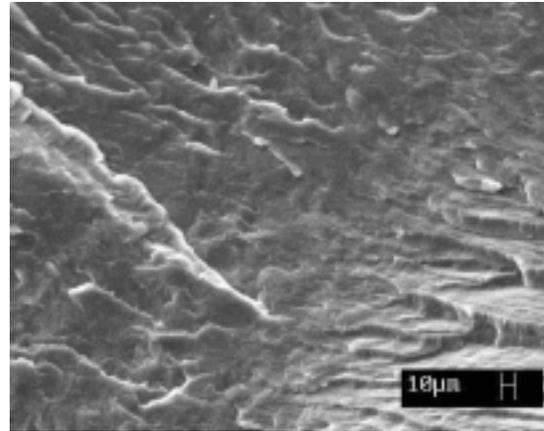


Fig. 1a. Imagen de MEB de la superficie de fractura en el polipropileno con esferulitas gruesas.

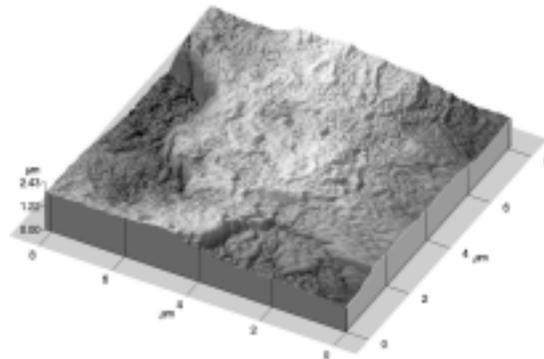


Fig. 1b.- La misma superficie de 1a) observada mediante MFA.

de  $\zeta=0.83$  para las muestras con esferulitas finas y  $\zeta=0.84$  para la muestra con esferulitas gruesas. Es evidente que el exponente de rugosidad no parece depender del tamaño de las esferulitas. Las longitudes de correlación no están claramente definidas, pero ciertamente son diferentes y pueden estimarse en alrededor de 0.7  $\mu\text{m}$  y 1.1  $\mu\text{m}$  para las esferulitas finas y para las esferulitas gruesas, respectivamente, estos valores son proporcionales y aproximados a los tamaños promedio de las esferulitas indicados anteriormente (0.34 y 0.96  $\mu\text{m}$ ).

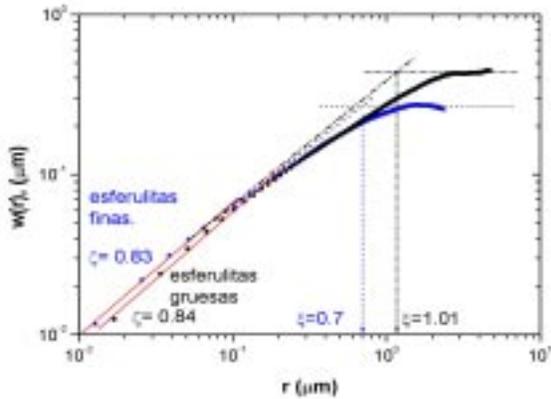


Fig. 2.- Curvas de autoafinidad para las muestras de polipropileno.

**Vidrio Opalino**

Los resultados de la medición de las partículas opacificantes indicaron que una de las muestras poseía una distribución homogénea de partículas finas de tamaño promedio de 0.34  $\mu\text{m}$ , la otra muestra contenía una población de partículas gruesas de aproximadamente 4  $\mu\text{m}$  y una población de partículas finas de tamaño promedio de 0.47  $\mu\text{m}$ .

La figura 3(a) muestra una superficie de fractura típica observada mediante MEB. Pueden observarse claramente las zonas especular, difusa y fibrosa que caracterizan las fracturas de los vidrios. Las observaciones de MFA se concentraron en la región especular para ambas muestras analizadas. La figura 3 (b) es una imagen de MFA que muestra algunas partículas en la superficie de fractura.

Los resultados del análisis autoafín se muestran en la figura 4. En el caso de la muestra con partículas finas el exponente de rugosidad tiene un valor de 0.8 y la longitud de correlación se detecta claramente en un valor de aproximadamente 0.3  $\mu\text{m}$ , que concuerda con el tamaño de las partículas opacificantes. Para la muestra con partículas gruesas, el régimen autoafín parece ser perturbado por la presencia de las dos po-

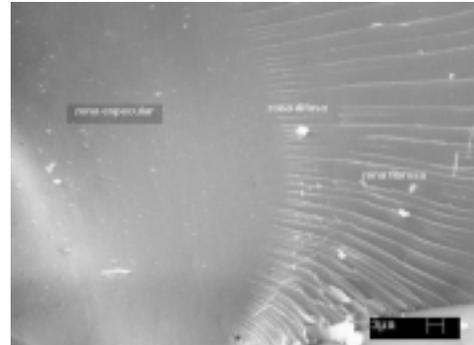


Fig. 3a.- Imagen de MEB una superficie de fractura de vidrio mostrando las tres zonas características.

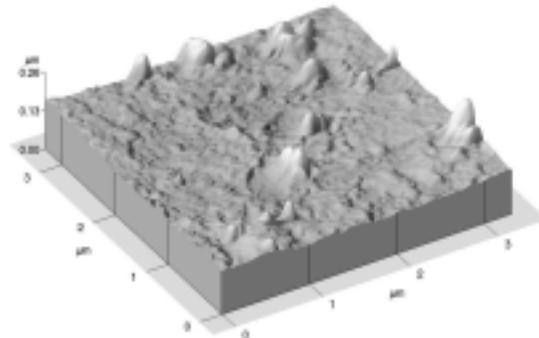


Fig. 3b.- Imagen de MFA en la zona especular del vidrio ópalo mostrando partículas opacificantes.

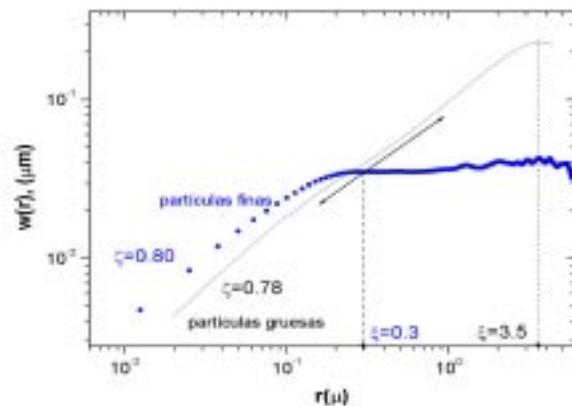


Fig. 4.- Curvas de autoafinidad para las muestras de vidrio ópalo.

blaciones de partículas. En todo caso, el exponente de rugosidad se estima en un valor de 0.78 y la longitud de correlación posee un valor de cerca de 3.5  $\mu\text{m}$ , que nuevamente concuerda con el tamaño de las partículas gruesas. En la figura 4 la flecha indica la región donde el régimen autoafín correspondiente a las partículas gruesas es perturbado presumiblemente por la presencia de las partículas finas.

## CONCLUSIONES

Los resultados cualitativos y cuantitativos mostrados en esta investigación corroboran el carácter autoafín de las superficies de fractura del polipropileno isotáctico y del vidrio opalino. Se muestra que la longitud de correlación queda determinada por el tamaño característico de las mayores heterogeneidades relevantes en la microestructura: las esferulitas en el caso del polipropileno isotáctico y las partículas opacificantes en el vidrio ópalo. En todos los casos el exponente de rugosidad fue estimado en un valor de aproximadamente 0.8, lo que concuerda con valores reportados para condiciones cinéticas similares de propagación en otros materiales.

## AGRADECIMIENTOS

Este trabajo fue apoyado por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología y el Programa de Apoyo a la Investigación Científica y Tecnológica de la UANL. V. Garza, L. Chávez, J. Aldaco, F. Garza, E. Cárdenas y O. Garza proporcionaron su valiosa ayuda en diferentes etapas del proyecto del que se derivó este trabajo.

## REFERENCIAS Y NOTAS

1. B.B. Mandelbrot, D.E. Passoja and A.J. Paullay, "Fractal Character of Fracture Surfaces of Metals", *Nature*, 308, pp 721-722 (1984).
2. Son aceros de bajo carbono con adiciones de níquel, cobalto, molibdeno y titanio. Forman martensitas suaves y durante el revenido la precipitación de intermetálicos les proporciona alta resistencia y ductilidad.
3. E. Bouchaud, "Scaling Properties of Cracks", *J. Phys.:Condens. Matter* 9 (1997) 4319-4344.
4. E. Bouchaud, G. Lapasset and J. Planés, *Europhys Lett.*, 13, pp 73 (1990).
5. P. Daguiet, B. Nghiem, E. Bouchaud and F. Creuzet, "Pinning and Depinning of Crack Fronts in Heterogeneous Materials", *Phys. Rev Lett.*, 78, pp 1062 (1997).
6. P. Daguiet, S. Hénaux, E. Bouchaud, and F. Creuzet, "Quantitative Analysis of a Fracture Surface by Atomic Force Microscopy", *Phys. Rev. E*, 53, 5637 (1996).
7. P. Daguiet, Ph. D. thesis, Université Paris 6 (en francés), Noviembre 1997.
8. M. Hinojosa, E. Bouchaud and B. Nghiem. *Materials Research Society Symposium Proceedings, Volume 539, Materials Research Society, Warrendale Pennsylvania, pp. 203-208, 1999.*
9. Moisés Hinojosa, Elisabeht. Bouchaud y Bernard Nghiem, "Rugosidad a Larga Distancia en Superficies de Fractura de Materiales Heterogéneos", *Ingenierías, Vol. III, No. 7, pp. 27-33, Abril-Junio 2001.*
10. M. Hinojosa, J. Aldaco, U. Ortiz, and V. González, "Roughness exponent of the fracture surface of Al-Si Alloy". *Aluminum Transactions Volume 3. No.1. pp.53-57, 2000.*
11. Edgar Reyes, Master Thesis, Universidad Autónoma de Nuevo Leon, México, 1999.
12. J. Schmittbuhl, J.P. Vilotte. S. Roux, "Reliability of self-affine measurements", *Phys. Rev. E*, 51 131 (1995).