

Rugosidad a larga distancia en superficies de fractura de materiales heterogéneos*

Moisés Hinojosa,* Elisabeth Bouchaud,** Bernard Nghiem ***

Abstract

In this work we report the long distance roughness of the fracture surface of a nickel superalloy. Two samples of very different grain size were broken in fatigue. Self affinity analysis was performed over a wide range of length scales, from a few nanometers to a few

millimeters, using atomic force microscopy and scanning electron microscopy. Long distance fracture profiles were obtained from overlapping electron micrographs. This procedure allowed us to obtain the self-affine correlation length. We have also analyzed the long distance roughness of the mirror zone on a soda-lime glass using atomic force microscopy. In the case of the metal samples, correlation length is found to correspond well to the grain size, assumed to be the largest heterogeneity in the microstructure.

Keywords self-affinity, correlation length, fracture surfaces, roughness exponent.

INTRODUCCIÓN

En 1984, Mandelbrot¹ *et al* estableció el carácter fractal de las superficies de fractura de metales. Sus resultados sugirieron la existencia de una relación entre la dimensión fractal de la superficie con la tenacidad de los aceros estudiados. Estos resultados alentaron a grupos de investigación² alrededor del mundo a estudiar las superficies de fractura y el fenómeno de propagación de grietas bajo esta nueva perspectiva.

Estos primeros resultados fueron cuestionados cuando se tuvieron nuevas evidencias en muchos materiales diferentes analizados mediante varias

* Publicado en las Memorias del Congreso de la Materials Research Society, Vol. 539, 1999.

técnicas experimentales y métodos estadísticos y espectrales sofisticados aplicados a datos que cubrían varias décadas de longitud de escala. Actualmente se encuentra bien establecido que las superficies de fractura son objetos fractales naturales anisotrópicos, objetos autoafines caracterizados por el exponente de rugosidad ζ .



Benoit Mandelbrot.

Existe abundante evidencia acumulada en los últimos años que apoya la idea propuesta por Bouchaud,³ de que existe un régimen de autoafinidad común a muchos materiales, con un

* U.A.N.L., A.P. 149-F, San Nicolás de los Garza, 66451 México. E-Mail: hinojosa@ gama.fime.uanl.mx

** Office Nationale D'Études et de Recherches Aérospatiales(DMMP/MS), 29 Av. de la Division Leclerc, B.P. 72, F-92322 Châtillon Cedex, France.

*** Laboratoire CNRS/Saint Gobain, B.P. 135. 93303 Aubervilliers Cedex, France.

valor *universal* $\zeta \approx 0.8$. Este régimen es válido en general para velocidades de propagación de grietas altas y longitudes de escala de análisis relativamente grandes. Para velocidad de propagación suficientemente lenta y/o escalas de observación suficientemente pequeñas, se observa otro régimen de autoafinidad, con exponente de rugosidad $\zeta \approx 0.5$. Cuando se presentan las condiciones cinéticas adecuadas, pueden observarse ambos regímenes en la misma superficie de fractura,⁴ separados a una cierta *longitud de quiebre* ζ_c , misma que parece estar estrechamente ligada a la microestructura del material. Esto nos lleva a una cuestión que permanece abierta: Siendo el comportamiento autoafín universal para muy distintas clases de materiales ¿Cuál es realmente el papel de los parámetros microestructurales en el proceso de propagación de grietas y de la generación de la superficie de fractura?

Una superficie autoafín presenta características de escalamiento hasta una distancia o longitud de análisis característica llamada la *longitud de correlación* ξ , más allá de esta longitud la superficie puede considerarse plana. Resulta intuitivo pensar que esta longitud de correlación debe corresponder al tamaño de las heterogeneidades más grandes existentes en el material, pero esto debe ser comprobado con datos fidedignos.

Experimentos recientes^{4,5} que explotan la microscopía de fuerza atómica a la par con observaciones de MEB, han permitido efectuar el análisis de autoafinidad en superficies de fractura en un intervalo de longitudes de escala de hasta cinco décadas. Sin embargo, no resulta siempre posible determinar con precisión la elusiva longitud de correlación.

En este trabajo presentamos los resultados obtenidos en la determinación de la longitud de correlación de superficies de fractura de una

superaleación de níquel para dos muestras de muy diferente tamaño de grano. Nuestro objetivo fue determinar si ξ está relacionada al tamaño de grano, considerando éste como la más grande heterogeneidad microestructural del material. Para este propósito analizamos la rugosidad a larga distancia en perfiles de hasta tres milímetros de longitud. Para el análisis de autoafinidad aplicamos principalmente el método de ventanas de tamaño variable,^{2,6} el uso de los perfiles de larga distancia nos permitió analizar tamaños de ventana de longitud por lo menos un orden de magnitud más grandes que el tamaño de grano. Con propósito de comparación hemos analizado también la rugosidad de larga distancia en una muestra de vidrio sodocálcico.

EXPERIMENTACIÓN

El material analizado en este trabajo fue la superaleación base níquel N18, también se estudió un vidrio sodocálcico con propósito de comparación. La aleación N18 se produce por pulvimetalurgia⁷ y fue especialmente desarrollada para aplicaciones en discos de turbinas de alta temperatura. La composición típica de este material es como sigue: (% peso): C:0.015, Co:15.7, Ni: balance, Cr:11.5, Mo:6.5, Al:4.35, Ti:4.35, B:0.015, Hf:0.45, Zr:0.03, O: menos de 0.010 (100 ppm), N: menos de 0.005 (50 ppm).

Esta aleación posee una estructura de matriz austenítica. La alta resistencia a temperaturas elevadas se obtiene principalmente mediante dos mecanismos: precipitación de la fase intermetálica ordenada γ' , $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, y por endurecimiento por solución sólida, primordialmente por el molibdeno. El tratamiento térmico habitual consiste en solubilización parcial a temperatura ligeramente inferior a la temperatura de *solvus* de la fase γ'

(~1195°C), seguido de un enfriamiento rápido y un subsecuente envejecimiento con propósito de controlar el tamaño y distribución de los precipitados γ' .

La microestructura característica⁸ de esta aleación en la condición de tratamiento térmico completo (tratamiento “sub-solvus”) consiste en granos austeníticos de aproximadamente 10 micrómetros, existiendo además la fase γ' en tres tamaños claramente distinguibles. La fase γ' de mayor tamaño, 3-5 μm , llamada primaria, se forma durante el proceso de forja. La fase secundaria, 0.15-0.30 μm , se forma durante el enfriamiento. La fase γ' más fina, ~ 0.02 μm , que se forma durante el envejecimiento, es llamada terciaria y se cree que es la que determina las propiedades mecánicas. Estas tres formas de la fase γ' poseen diferente composición química y diferente parámetro de red. En la condición solubilizada, la microestructura consiste principalmente en granos austeníticos gruesos.

Para los propósitos de este trabajo tomamos dos muestras de este material, una en la condición de tratamiento térmico completo, con tamaño de grano de ~ 10 μm , la otra estaba en la condición de solubilizado con tamaño de grano de ~ 100 μm . De esta manera tuvimos el mismo material en diferente condición con una diferencia en tamaño de grano de un orden de magnitud. En la figura 1 se muestra la microestructura de estas muestras.

Para generar las superficies de fractura, se realizaron ensayos de fatiga tensión-compresión usando probetas planas con muesca. Se utilizó una máquina servo-hidráulica operando bajo control de carga. Las pruebas se realizaron al aire con razón de esfuerzos $R = 0.1$ a una frecuencia de 30 Hz. En la figura 2 se muestran imágenes de MEB de las superficies de fractura obtenidas. El análisis

fractográfico muestra en general un modo de propagación mixto intergranular y transgranular para ambos tamaños de grano.

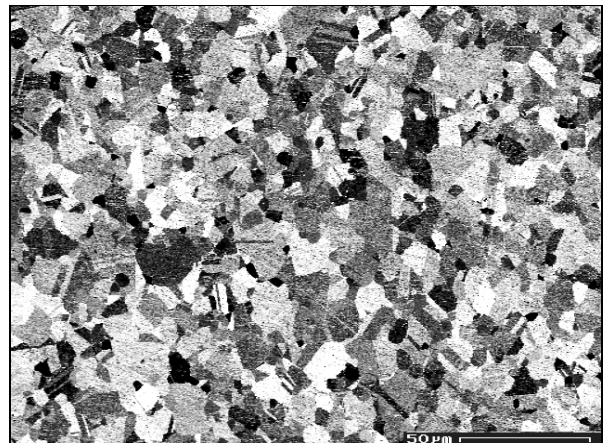


Fig. 1. Microestructura de las muestras analizadas. Muestra de grano grande (arriba) y muestra de grano fino (abajo).

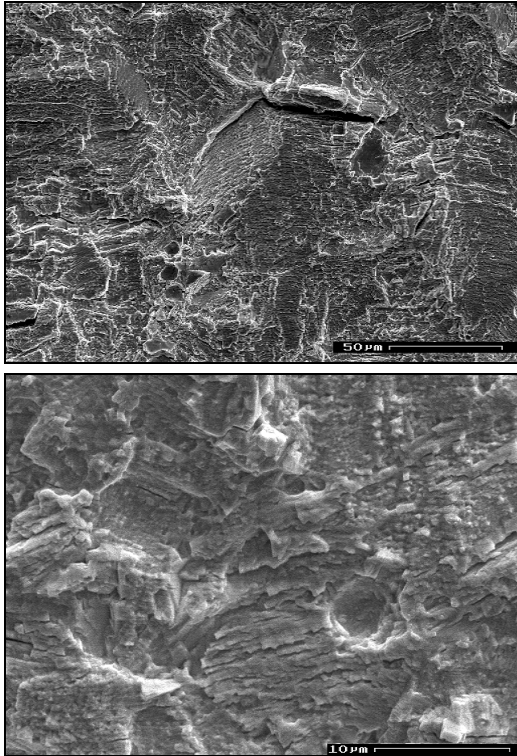


Fig. 2. Superficies de fractura de las muestras de grano grueso (arriba) y grano fino (abajo).

Las superficies de fractura fueron analizadas por MEB y microscopía de fuerza atómica (MFA). Para las observaciones en MEB, las muestras fueron seccionadas y pulidas en planos perpendiculares a la dirección de propagación de la grieta. Los cortes se realizaron en posiciones donde la velocidad de propagación correspondía al régimen de Paris, siendo la velocidad de $\sim 0.1 \mu\text{m/s}$ para ambas muestras. Los perfiles obtenidos se observaron en MEB a 200X, se obtuvieron imágenes digitales de 1024 píxeles de largo con resolución de $0.22 \mu\text{m/pixel}$. Se obtuvieron imágenes ligeramente traslapadas en campos adyacentes de manera que permitieron la construcción de perfiles de larga

distancia con una longitud total de aproximadamente 3 mm. Para cada muestra, los perfiles individuales de 1024 píxeles se extrajeron mediante análisis de imágenes, fueron convertidos a arreglos de coordenadas x,y , posteriormente fueron unidos para obtener un único conjunto de datos de más de 14,000 puntos. La figura 3 muestra los perfiles obtenidos para ambas muestras.

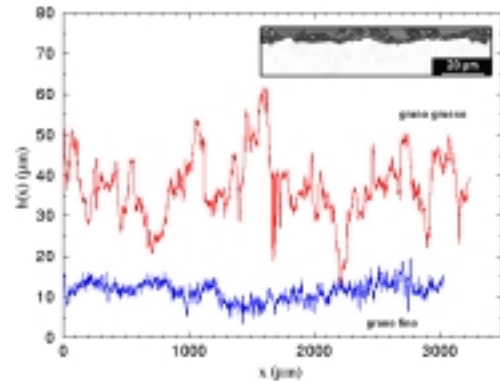


Fig. 3. Perfiles de alturas de las muestras de N18, cada uno consiste de más 14,000 puntos con resolución de $0.22 \mu\text{m/punto}$. El recuadro muestra un perfil de MEB, se necesitaron 14 de estas imágenes para obtener cada uno de los perfiles de 3mm mostrados.

En cuanto al análisis mediante MFA de las muestras de N18, se obtuvieron diez perfiles de una longitud de $10 \mu\text{m}$. El barrido se realizó en dirección perpendicular a la de propagación de la fisura. En el caso del vidrio sodo-cálcico analizado con propósito de comparación, se obtuvieron 10 perfiles de MFA con longitud de $10 \mu\text{m}$, estas observaciones se efectuaron en la región especular de la superficie de fractura. La muestra fue fracturada en flexión.

El análisis de autoafinidad se efectuó mediante el método de ventanas de tamaño variable.^{2,6} Se calcularon las cantidades $Z_{\text{max}}(r)$ y el segundo momento $w(r)$ de la distribución estadística de alturas. Los mejores resultados en la determinación

de la longitud de correlación se obtuvieron utilizando el segundo momento, por lo que solo se presentan los resultados obtenidos con este método.

RESULTADOS

La figura 4 muestra los resultados del análisis de autoafinidad para las muestras de N18. Los resultados para MFA y MEB son perfectamente compatibles, como se había reportado anteriormente por Daguier⁵ *et al.*, de manera que fue posible obtener una única curva para cada muestra que cubre más de seis décadas de longitud de escala.

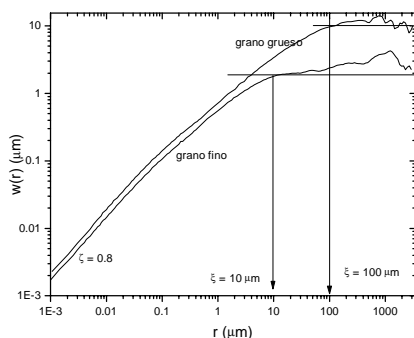


Fig. 4. Curvas de autoafinidad de las muestras de N18, se muestran los resultados de MFA y MEB, que se extienden en un intervalo de más de seis décadas de longitud de escala. Los límites del régimen de autoafinidad se obtuvieron a 10 μm y 100 μm para las muestras de tamaño de grano fino y grueso respectivamente. En ambos casos el exponente de rugosidad arrojó un valor de $\zeta \approx 0.8$.

Estas curvas de larga distancia permiten observar todo el dominio del régimen de autoafinidad, incluyendo su límite superior, llamado *longitud de correlación*, ξ . Podemos ver claramente que las superficies de fractura de la aleación N18 son fractales o autoafines en un amplio intervalo de longitudes de escala, pero dejan de serlo para longitudes de escala superiores a su longitud de

correlación. Esta longitud de correlación resultó ser del orden de 10 μm para la muestra de grano fino y del orden de 100 μm para la muestra de grano grueso. La longitud de correlación resulta corresponder al tamaño de grano en ambos casos. Este resultado confirma la idea de que esta longitud de correlación de la superficie de fractura es del orden de las mayores heterogeneidades presentes en la microestructura del material. Este hecho sugiere que el frente de grieta interactúa con las heterogeneidades a través del material y no “ve” nada a escalas por encima de esta longitud de correlación, generando así una superficie de fractura que es “plana” para escalas de análisis mayores a este límite.

En el régimen de autoafinidad de las muestras de N18, encontramos el mismo comportamiento para ambas muestras, con un exponente de rugosidad $\zeta \approx 0.8$, resultado que concuerda con el exponente llamado universal reportado para condiciones cinéticas similares en diversos materiales.

En el caso de la muestra de vidrio, en la figura 5 se muestra que los perfiles de 10 μm equivalen a los perfiles de MEB de larga distancia para la aleación N18.

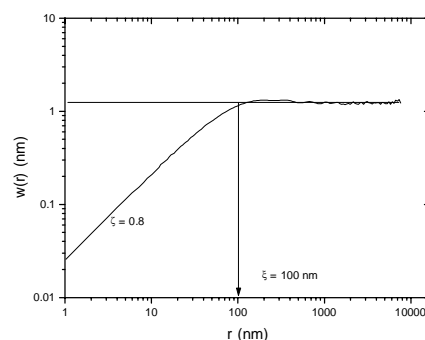


Fig. 5. Curvas de autoafinidad para la zona especular de la superficie de fractura de la muestra de vidrio. El valor de la longitud de correlación resulta ser de 100 nm.

Puede observarse claramente el límite del régimen de autoafinidad, con una longitud de correlación $\xi \approx 100$ nm. Para escalas de análisis superiores a este límite, la superficie de fractura es plana y debajo de este límite es autoafín, lo que implica que el frente de grieta detecta un material homogéneo para escalas superiores a esta longitud de correlación. En el régimen de autoafinidad se obtuvo nuevamente el valor universal $\zeta \approx 0.8$.

CONCLUSIONES

El uso de perfiles de larga distancia permitió estimar con buena precisión la longitud de correlación de las superficies de ruptura en fatiga de las muestras de N18. Este límite del régimen de autoafinidad correspondió estrechamente al tamaño de grano en ambas muestras. Estos resultados muestran que la longitud de correlación de las superficies de fractura de estos materiales heterogéneos es del orden del tamaño de las mayores heterogeneidades microestructurales. El uso conjunto de MFA y MEB permitió realizar el análisis de autoafinidad en un intervalo de longitud de escala de más de seis décadas con resultados que son cuantitativamente compatibles. En el caso de la superficie de fractura de vidrio analizada también fue posible determinar la longitud de correlación con alta precisión, obteniendo un valor de ~ 100 nm. Respecto al régimen de autoafinidad, encontramos el exponente de rugosidad universal $\zeta \approx 0.8$ para ambos materiales.

AGRADECIMIENTOS

Agradecemos la gran ayuda de G. Marcon, J-L. Raviart y S. Navéos. M. Hinojosa agradece el apoyo financiero del CONACYT, la Universidad Autónoma de Nuevo León y ONERA.

Agradecimiento especial a P. Daguiet por toda su ayuda.

REFERENCIAS

1. B.B. Mandelbrot, D.E. Passoja y A.J. Paullay, "Fractal Character of Fracture Surfaces of Metals", *Nature*, 308, pp 721-722 (1984).
2. Véase el artículo de revisión "Scaling Properties of Cracks", E. Bouchaud, *J. Phys. Condens. Matter* 9 (1997) 4319-4344 y sus abundantes referencias.
3. E. Bouchaud, G. Lapasset and J. Planés, *Europhys Lett.*, 13, pp 73 (1990).
4. P. Daguiet, B. Nghiem, E. Bouchaud y F. Creuzet, "Pinning and Depinning of Crack Fronts in Heterogeneous Materials", *Phys. Rev Lett.*, 78, pp 1062 (1997).
5. P. Daguiet, S. Hénaux, E. Bouchaud y F. Creuzet, "Quantitative Analysis of a Fracture Surface by Atomic Force Microscopy", *Phys. Rev. E*, 53, 5637 (1996).
6. J. Schmittbuhl, J.P. Villote, S. Roux, "Reliability of self-affine measurements", *Phys. Rev. E*, 51 131 (1995).
7. J.Y. Guedou, J.C. Lautridou y Y. Honnorat, "N18, P M Superalloy for Disks: Development and Applications", en *Superalloys 1992*, Editado por S.D. Antolovich, R.W. Sturutsu, R.A. MacKay, D.L. Anton. T. Khan, R.D. Kissinger y D.L. Klarstrom, The Minerals, Metals & Materials Society, 1992, pp 267-276.
8. S.T. Wlodek, M. Kelly and D. Alden, "The Structure of N18", en *Superalloys 1992*, Editado por S.D. Antolovich, R.W. Sturutsu, R.A. MacKay, D.L. Anton. T. Khan, R.D. Kissinger, y D.L. Klarstrom, The Minerals, Metals & Materials Society, 1992, pp 467-476.