# Microestructura, propagación y emisión acústica de grietas en dos papeles de celulosa

D. Aguirre, J. Aldaco y M. Hinojosa

Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, Av. Universidad S/N, Cd. Universitaria, San Nicolás de los Garza, Apartado Postal 076 F, NL 66450, México, e-mail: danadanielaa@live.com.mx; jaldaco@gama.fime.uanl.mx; hinojosamoises@yahoo.fr

Received 25 August 2014; accepted 15 April 2015

Se realiza un estudio comparativo de la propagación de grietas en dos tipos de papel, monitoreando el avance de las grietas así como la señal de emisión acústica, considerando el posible efecto de la estructura del material. Los papeles estudiados fueron una variante de papel Bond identificada como "papel Alrey" y un papel tratado químicamente que se conoce comercialmente como "papel Calca". Se caracterizó la microestructura encontrando que en el primer caso ésta consistió en microfibras relativamente largas mientras que en el segundo, cómo resultado del tratamiento químico en su manufactura, las microfibras fueron más pequeñas y unidas de manera continua, estas diferencias generaban que el Alrey fuera más poroso y menos homogéneo que el Calca. El análisis de imágenes de la fractura generada por tracción en estos papeles, en muestras con muesca, facilitó apreciar, en las puntas de las grietas, dos diferentes escenarios: En el Alrey, se produjeron microagrietamientos que ocasionalmente originaban ramificaciones de la grieta principal, en tanto que en el Calca prácticamente no se generaron grietas secundarias. La dinámica de crecimiento en ambos casos inicia con una pronunciada aceleración de la grieta, seguida de un período de crecimiento controlado, finalizando con otra prominente aceleración. Este comportamiento se ajusta al modelo de haces de fibras (Fiber Bundle Model), aunque se observa un comportamiento con mayor dispersión en el papel Alrey respecto del Calca, que se puede asociar al efecto de la estructura, ya que en el papel Calca, la estructura más continua y menos aleatoria hace que no se presenten grietas secundarias en forma significativa. El análisis estadístico de los parámetros del tiempo de espera entre los eventos de emisión acústica,  $wt_{EA}$ , y de la energía de los eventos de emisión acústica, s<sub>EA</sub>, generados por la deformación y posterior fractura del Alrey y del Calca, permitió corroborar que se tenían comportamientos típicos de leyes de potencia: Tipo Omori para los tiempos de espera, con  $\alpha = 1.46 \pm 0.05$  y  $\alpha = 1.27 \pm 0.05$ , para el papel Alrey y Calca, respectivamente; y tipo Gutenberg-Richter para la energía de los eventos de EA, con  $\beta = 1.8 \pm 0.2$  y  $\beta = 2 \pm 0.2$ para el papel Alrey y Calca, respectivamente. Los valores significativamente diferentes de  $\alpha$  en la ley de Omori, parecen reflejar el efecto de las diferencias en los mecanismos de fractura como resultado de las diferencias microestructurales, sobre la estadística de los tiempos de espera. Por otra parte, no es claro que exista un efecto de la microstructura en el exponente  $\beta$  de la ley de Gutenberg-Richter.

Descriptores: Propagación de grietas; fractura bidimensional; estructura del papel; emisión acústica; ley de Omori; ley de Gutenberg-Richter.

We report the comparative study of crack propagation on two types of paper by monitoring both the crack advance and the acoustic emision signal while considering the possible effect of the structure of the materials. The papers studied were a type of Bond paper identified as "Alrey paper" and a chemically treated paper known as "tracing paper". The microstructure was characterized and it was found that in the first case it exhibited relatively long microfibers whereas in the second case, as a result of the chemical treatment during its maufacture, the microfibers were shorter and appeared arranged in a continous way, the Alrey paper exhibited more porosity and was less homogeneous. Image analysis of the tension fracture for both paper using notched specimens resulted in two scenarios related to the microstructural differencies: In the Alrey, microcraking was produced and ocassionally this resulted in crack branching whereas in the tracing paper secondary cracks were nearly absent. In both cases, the crack growth dynamics starts with a steep acceleration followed by a steady stage, finishing with a prominent acceleration. This behavior is consistent with the Fiber Bundle Model, though a behavior with more dispersion was observed for the Alrey paper, this can be associated to the effect of the microstructure, since in the tracing paper the structure is more continuous and less random, thus preventing significant secondary cracks. The statistical analysis of waiting times between the acoustic emission events,  $wt_{EA}$ , and the energy of these events,  $s_{EA}$ , generated by the deformation and fracture of both papers corroborated that the behaviors correspond to power laws: Omori-type for the waiting times, with  $\alpha = 1.46 \pm 0.05$  and  $\alpha = 1.27 \pm 0.05$  for the Alrey and tracing papers, respectively and Gutenberg-Richter-type for the energy of the AE events, with  $\beta = 1.8 \pm 0.2$  and  $\beta = 2 \pm 0.2$ , for the Alrey and tracing papers, respectively. The statistically different  $\alpha$  exponents for the Omori law appear to reflect the effect of the different fracture mechanism as a result of the microstructural differences on the distributions of waiting times. On the other hand, the effect of the microstructure on the  $\beta$  exponents in the Gutenberg-Richter law is not clear.

Keywords: Crack propagation; bidimensional fracture; paper structure; acoustic emission; Omori law; Gutenberg-Richter law.

PACS: 81.70.Bt; 46.50.+a

## 1. Introducción

El fenómeno de fractura fundamentalmente se asocia a las roturas de enlaces atómicos que, a su vez, pueden llevar a la generación de superficies de fractura. En el caso particular de componentes estructurales sometidos a tensión, las roturas de enlaces se producen comúnmente por la aplicación a nivel macroscópico de determinadas cargas, que inicialmente causan en el interior de los materiales ciertos reacomodos estructurales incluso durante el comportamiento elástico,

pudiendo producirse luego procesos multiescalares de deformación y, finalmente, de ruptura. Esos mecanismos liberan energía de deformación en forma de ondas elásticas transitorias (Emisión Acústica, EA), que al detectarlas en la superficie del material y caracterizarlas permiten identificar los cambios localizados en el interior. Sin embargo, durante años la limitante para usar la EA como una técnica experimental para analizar la fractura ha sido su extrema sensibilidad a los factores externos que interfieren en la lectura correcta de la señal, aunque el desarrollo de sensores avanzados y de sistemas de análisis de señal complejos ha permitido la evolución de la capacidad de detección de la propagación de la grieta. La técnica, a grandes rasgos, requiere de un piezoeléctrico, que convierte la onda que llega a la superficie del material estudiado en una señal eléctrica, y de un sistema de amplificación de la señal. Ya en la señal amplificada se identifican y determinan los parámetros más importantes de la emisión, como lo son la amplitud, la energía y los tiempos de espera entre los eventos generados por cambios locales en el material.

La técnica de EA representa un campo de investigación y aplicación muy activo, se emplea por ejemplo para estudiar las transformaciones martensíticas [1]; mientras que en la industria una de sus aplicaciones es la detección de fugas en tanques [2]. En uno y otro giro, se tiene que por lo general los incrementos en las tasas de EA se interpretan como aproximaciones a las fallas. Recientemente Shen y colaboradores [3] han compilado una revisión del estado del arte en la instrumentación, análisis y procesamiento de señales, aplicaciones en materiales y estructuras, y monitoreo. Por otro lado, la gran mayoría de las investigaciones experimentales de la fractura se reportan para materiales y condiciones tridimensionales, lo cual contrasta con el desarrollo histórico de la mecánica de la fractura, cuyos modelos parten de condiciones bidimensionales. De ahí el interés de estudiar experimentalmente la ruptura de materiales cuasibidimensionales como el papel. El papel es un material con estructura heterogénea y jerárquica compleja, con carácter multiescalar [4-6], la cual puede considerarse como una red porosa de fibras de celulosa proveniente normalmente de la madera. La fibras de celulosa pueden tener longitudes de entre 1 y 8 mm y su diámetro varía entre 15 y 50  $\mu$ m. La manufactura del papel implica una anisotropía estructural, con las fibras tendiendo a alinearse parcialmente en la llamada "dirección máquina". En la fractura del papel puede ocurrir ruptura de enlaces entre fibras y la ruptura propiamente de las fibras individuales.

Los pioneros en el análisis de la ruptura de papel empleando EA fueron Corte y Kallmess [7] en los 1960's, ellos estudiaron la acumulación de daño en el material y la EA producida. En los 1990's Yamauchi *et al.* [8] reportan que la ruptura de fibras y de uniones en la estructura puede distinguirse por diferencias en las amplitudes de la EA. Sin embargo, Beall [9] y Lockner *et al.* [10] mencionan que la precisión de la EA no es suficiente para estudiar la propagación de la grieta, debido a las dificultades técnicas y a la alta atenuación que presenta [11,12]. Aunque Kádár *et al.* [13] con esta técnica han seguido en tiempo real el daño gradual de materiales deformados.

En el campo de la geofísica [14], se reportaba que las señales de emisión acústica podían considerarse análogas, por la similitud en su comportamiento estadístico, a las secuencias de terremotos y sus réplicas. Sobre esta base, Salminen et al. reportan en el 2003 y 2006 [6,15,16] que el proceso de fractura de papel, en experimentos en modo I y por la prueba llamada peel-in-nip, tiene propiedades estadísticas similares a las presentes en los terremotos y sus réplicas, con una ley de potencia del tipo Gutenberg-Richter:  $P(E) \sim E^{-\beta}$ para la energía de los eventos de EA, y una ley tipo Omori:  $P(\tau) \sim \tau^{-\alpha}$  para los tiempos de espera de los eventos. En la fractura en modo I obtuvieron  $\beta = 1.2 \pm 0.2$  para un papel sin muesca y un  $\beta = 1.7 \pm 0.2$  para un papel con muesca, en ambos sistemas (ensayados a diferentes valores de rapidez de carga) obtuvieron  $\propto = 1.0 \pm 0.1$ , tanto en la fase de pre-fractura como en la fase de propagación de la grieta. En la fractura *peel-in-nip* reportaron un  $\beta = 2.0 \pm 0.2$  y no apreciaron una distribución de ley de potencias tipo Omori. Zhang et al. [17] han reportado recientemente el estudio de eventos de daño aleatorio, monitoreado mediante EA, en el proceso de fractura de papel en tracción. Sus resultados sugieren que el estudio estadístico multiescalar de los eventos de fractura ayuda a establecer la conexión entre los eventos a nivel microscópico y macroscópico, particularmente si se complementan los estudios con el análisis estructural del daño por microscopía electrónica de barrido. En general en los estudios utilizando papel, aunque se hace referencia a modelos como el de redes de fusibles aleatorios (Random Fuse Network) y el de haces de fibras (Fiber Bundle Model), se reconoce que el origen físico de este comportamiento de leyes de potencia es aún desconocido y, aunque se estudian diferentes tipos de papeles, no se discute el efecto de su diferente estructura.

En lo que respecta a estudios de EA de la fractura en materiales diferentes al papel se tienen a: Valea *et al.* [18], quienes en el 2002 caracterizaron los mecanismos de fractura (agrietamientos de matriz, descohesiones y ruptura de fibras) de un compuesto de matriz viniléster reforzada con fibras de vidrio a través de la Amplitud lineal (Al), la Duración (D) y la Energía (E) de los eventos de EA.

Deschanel *et al.* [19, 20] entre el 2006 y el 2009 estudiaron la fractura de espuma de poliuretano encontrando también que la distribución estadística de la energía de emisión acústica seguía la ley Gutenberg-Richter, sin importar la porosidad del material, el modo de carga (creep o tensión) o la ductilidad o fragilidad del material (comportamiento que variaron con la temperatura). Aunque el valor del exponente sí variaba ligeramente con las diferentes densidades relativas del poliuretano y de forma clara con la temperatura (en consecuencia, con las propiedades mecánicas). En el caso de la distribución estadística de los intervalos de tiempo entre eventos encontraron igualmente que ésta seguía la ley de Omori, con la excepción de cuando ensayaron poliuretano frágil en tracción. Mallick *et al.* [21] en el 2008 estudiaron el crecimiento de una grieta que se propagaba en vidrio, obteniendo resultados que se ajustaban a las leyes de Gutenberg-Richter y de Omori con  $\beta = 1.3 \pm 0.5$  y  $\propto = 1.05 \pm 0.05$ , respectivamente.

Por otra parte, Roberts et al. [22] reportan que, para el caso de aceros sometidos a ensayos de fatiga, el conteo de eventos de EA muestra una razonable correlación con la rapidez de propagación de grietas, lo que permite predecir la vida remanente de estructuras con daño por fatiga. Más recientemente, Gu et al. [23] estudiaron el comportamiento de vigas de concreto en flexión, empleando EA con correlación de imágenes para identificar y caracterizar el daño por agrietamiento y sus mecanismos. Bai et al. [24] reportan que la técnica de EA es útil y efectiva para monitorear el proceso de fractura de cables para elevadores en ensayos de tracción. Li et al. [25], en su estudio de propagación de grietas por fatiga en un acero Q345, reportan los mecanismos que actúan como fuentes de EA, reportando que la aparición de grietas secundarias en la vecindad de la punta de las grietas incrementa la señal de EA. Bashkov et al. [26] aplican la técnica de EA para la construcción de diagramas de fatiga en metales.

Dos estudios recientes particularmente interesantes para nuestros propósitos, por tratar con materiales fibrosos, son los que que reportan Wang et al. [27] y Liu et al. [28], quienes investigaron la falla en tensión de materiales compuestos de matriz polimérica con fibras de carbono, el análisis de la señal de emisión acústica muestra que es posible determinar con detalle el proceso de fractura en estos materiales fibrosos. Estos trabajos representan un significativo avance con respecto a estudios como el de Giordano et al. [29] quienes reportaron en 1998, una metodología para el análisis de los modos de falla en materiales compuestos reforzados con una única fibra usando técnicas de EA y observación óptica mediante luz polarizada. Huguet et al. [30], en el 2002 reportaron la correlación de la señal de EA con los modos de falla en poliéster reforzado con fibra de vidrio. Finalmente, un muy reciente estudio de McCrory et al. [31], reporta el uso de la EA para localizar y clasificar el tipo de daño ocurrido en paneles de compósitos reforzados con fibra de carbono. Estos trabajos refuerzan el valor de la técnica de EA en el estudio del comportamiento de fractura de materiales fibrosos complejos.

De los trabajos anteriores se desprende, entre otras muchas ideas valiosas, que la descripción idónea de la estadística de los eventos de emisión acústica se logra con distribuciones exponenciales tanto para el espectro de energía como para los tiempos de espera entre eventos. Sin embargo, a pesar de que las leyes de Gutenberg-Richter para la energía y de Omori para los tiempos aparecen simultáneamente [32], los orígenes de éstas son desconocidos [16]. Los avances en el estudio de la fractura en compuestos reforzados con fibras sugieren que es posible obtener resultados similares y válidos en el estudio de la propagación de grietas en papel. Cabe resaltar que en la gran mayoría de los trabajos que estudian la propagación de grietas en papel no se tiene mucho en cuenta el efecto de la microestructura.

En el presente, se analiza la propagación de grietas y su correspondiente emisión acústica generada en dos papeles (Alrey y Calca) ensayados, hasta la fractura, en tracción; a la par, se sigue dicha fractura mediante imágenes captadas con una cámara de alta velocidad; además se caracteriza la microestructura de los papeles. La motivación de lo anterior parte del supuesto de que es posible correlacionar los eventos de EA con el crecimiento de la grieta y elucidar si el valor del exponente  $\beta$  de la ley de potencia -que podría anticiparse se presentará- de la distribución estadística de la energía de la EA varía con la microestructura del papel. Dado que el papel Calca se obtiene por tratamiento de un papel convencional de buena calidad, que se sumerje en ácido sulfúrico durante unos segundos, este tratamiento transforma parte de la celulosa en una forma de amiloide gelatinoso e impermeable, el papel resultante tiene normalmente mayor tenacidad a la fractura, con valores de tasa de liberación de energía de deformación (critical strain energy release rate), G<sub>c</sub> de más del doble [33] que el original. Por lo tanto, cabe esperar que exista una influencia de la estructura de los diferentes papeles en la propagación de las grietas y en la correspondiente señal de emisión acústica; a priori se puede esperar una menor incidencia del mecanismo de ruptura de enlaces entre fibras en el papel Calca, dada la modificación descrita de la estructura.

#### 2. Procedimiento experimental

Para observar la microestructura de los papeles se obtuvieron imágenes de los mismos a través de microscopía óptica y de microscopía electrónica de barrido. En tanto que para generar la emisión acústica y el crecimiento de la grieta en los papeles se ensayaron estos en tracción bajo carga constante en un dispositivo mecánico creado específicamente para esa tarea [34]. En las pruebas se utilizaron hojas de papel  $(20.9 \times 4 \text{ cm y de})$  $21.6 \times 4$  cm) que contaban con muescas rectas, previamente elaboradas empleando una plantilla y una cuchilla metálica de precisión, de tamaño controlado (4, 4.5 y 5 cm). El espesor nominal de los papeles empleados es de 75 y 100  $\mu$ m, para las muestras de papel Bond y Calca, respectivamente. La recopilación de la emisión acústica se realizó por medio de dos sensores mientras que el seguimiento del proceso de ruptura se hizo con las imágenes registradas mediante una cámara Imper X IPX-11M5-L de alta resolución. Para cada tipo de papel se ensayaron un mínimo de diez probetas.

En las hojas de papel ensayadas a tracción se aplicó la carga paralela a la dirección preferencial de las fibras, es decir, la dirección máquina del papel fue perpendicular a las mordazas de la máquina. La señal de la EA que se generó por la deformación y posterior fractura del papel fue registrada por medio de sensores piezoeléctricos (tipo R15, de Physical Acoustic Corporation, con frecuencia de resonancia de 150 KHz), luego la señal se pasó a un amplificador que tenía una frecuencia de adquisición de datos de 1 MHz. En lo anterior, se utilizó una tarjeta Valpey Fisher VP-1093, 10 kHz - 1 MHz, de National Instruments NI\_PCI 613, para procesar la EA. Los sensores se colocaron directamente sobre el papel sin agente de acoplamiento, uno de ellos se colocó en la proximidad de la punta de la muesca, el segundo se colocó a una distancia de tres centímetros del primero. Este tipo de arreglo experimental ha sido habitualmente empleado con éxito en trabajos reportados en la literatura en los que se analiza la emisión acústica en papel [6,15,16,35].

Posteriormente, se analizó la señal ampliada empleando un algoritmo [34], implementado en MATLAB, que se basa en la lectura en bloques de la señal, barre un bloque de un millón de puntos correspondientes a un segundo de señal, localiza el punto en que la señal cruza el umbral de ruido, identifica el máximo valor alcanzado durante el evento, el momento en que la señal regresa a la región de ruido y con estos valores calcula: el tiempo de espera, el máximo alcanzado, el acumulativo de la energía y el número de eventos. Estos datos se emplearon para calcular los acumulativos de energía y eventos de EA, así como para el ajuste a las leyes de potencia de Gutenberg-Richter y Omori [15,16,19-21].

Con el fin de seguir el crecimiento de la grieta en tiempo real se empleó una cámara de alta velocidad, la adquisición de imágenes se realizó a una o dos imágenes por segundo dependiendo el caso [34], en experimentos donde se esperaba que el tiempo de ruptura fuera menor a los 5 minutos se capturaron dos imágenes por segundo, para experimentos largos se programó a una imagen por segundo. La cámara se controló mediante el programa de adquisición de la señal de EA, lo que permitió comenzar la adquisición de datos por medio de una señal única. La cámara utilizada es una Imper X IPX-11M5-L (resolución de 4000×2672 @5 fps, Mono o Color, 8/10/12-bit data). Se empleó un algoritmo, implementado en MATLAB, que utiliza funciones predeterminadas del software para el análisis de imágenes y permite extraer los parámetros que definen la posición de la grieta en cada imagen registrada. El perfil extraído permite describir el recorrido de la grieta con buenos resultados.

## 3. Resultados y discusión

El análisis de imágenes tomadas a x300 de la estructura del papel Alrey permitió evidenciar una estructura de microfibras



FIGURA 1. Microestructura del papel Alrey a x300.



FIGURA 2. Microestructura del papel Calca a x300.

relativamente largas, en la que el diámetro promedio de éstas fue de 14.66  $\mu$ m (Fig. 1).

En el papel Calca (que se obtiene al procesar químicamente el papel bond) se apreciaron a x300 microfibras unidas de manera continua, con una estructura de menor porosidad y más homogénea en comparación con el papel Alrey (Fig. 2).

El análisis de imágenes de la fractura, generada por tracción, facilitó apreciar que en el papel Calca prácticamente no se generaron grietas secundarias (Fig. 3), mientras que en el papel Alrey sí se generaron grietas secundarias ajenas a la grieta principal (la cual crecía a partir de la muesca) que finalmente se unían y crecían con ésta.

También, del análisis de imágenes de la fractura fue posible obtener los datos de la dinámica del crecimiento de la grieta, para esto se registró el crecimiento de la grieta (en relación con la longitud de la muestra), en función del tiempo transcurrido (en relación con el tiempo total de la fractura). Al graficar lo anterior, Figs. 4 y 5, se observó una aceleración al inicio (considerado como el intervalo de tiempo menor al 5% del tiempo total de la fractura) del proceso de fractura ocasionada por la ruptura de numerosas fibras de baja resistencia, luego se tuvo una zona de crecimiento controlado generada por la ruptura de fibras de resistencia homogénea y al final (tiempos mayores al 98 % del tiempo total de la fractura) se presentó una zona crítica de crecimiento que evidenció otra aceleración, este último fenómeno se originó por la ruptura de un muy bajo número de fibras íntegras que aún permanecían en el papel.



FIGURA 3. Una grieta en papel Calca, en la que ha superpuesto el perfil extraído mediante el algoritmo de análisis de imágenes.

Rev. Mex. Fis. 61 (2015) 254-260



FIGURA 4. Acumulativo de la posición de la punta (crecimiento) de la grieta en muestras de papel Alrey.



FIGURA 5. Acumulativo de la posición de la punta (crecimiento) de la grieta en muestras de papel Calca.

Esta forma en la dinámica de crecimiento va acorde al modelo de haces de fibras (fiber bundle model, FBM) [36] que considera una distribución tipo gaussiana para la resistencia de las fibras. La aceleración al inicio del proceso representa la ruptura acelerada de numerosas fibras con baja resistencia hasta llegar a un punto donde las fibras presentes tienen una resistencia a la ruptura más homogénea que permite el crecimiento escalonado y controlado de la grieta; finalmente el número de fibras presentes es ya muy bajo para soportar el crecimiento controlado y la aceleración final se presenta como antesala a la ruptura final.

Es pertinente señalar que al ensayar las diferentes muestras de Alrey y de Calca (Figs. 4 y 5) se obtuvieron curvas cualitativamente similares entre sí, pero no cuantitativamente iguales. De hecho, en otros trabajos en los que se ha analizado papel y un compuesto de fibras de Al2O3-Mo [34,37] se ha mostrado la dispersión en los comportamientos de dichos materiales. La dispersión presentada se atribuye a la amplia distribución del tamaño de las fibras y a la aleatoriedad de éstas. Es evidente que dicha dispersión es mucho más notoria en el papel Alrey, la menor dispersión en el papel Calca puede atribuirse a que su estructura (Fig. 2) y sus propiedades fueron alteradas por el tratamiento químico a que es sometido en su manufactura, haciendo la estructura menos aleatoria, más continua, con menos porosidad, incrementando la resistencia a la propagación de grietas, lo que suprime significativamente la formación de grietas secundarias.

Por otra parte, se analizaron gráficos (Figs. 6 y 7) que contenían curvas generadas con datos recopilados, acumulados y normalizados de la energía de la Emisión Acústica (EA) y del crecimiento de la grieta. De lo anterior, se dedujo que los saltos verticales en la curva de la energía de la EA están relacionados con la presencia y la magnitud de los eventos y que las curvas de la energía de la EA y del crecimiento de la grieta presentan un mismo crecimiento escalonado, revelando una buena correlación. Adicionalmente, el análisis comparativo del comportamiento en los dos tipos de papel, revela también que aunque en ambos casos la EA está efectivamente correlacionada con el avance de la grieta, existen diferencias que posiblemente reflejan el efecto de la diferente estructura de los papeles. Nótese que para el papel Alrey, Fig. 6, la curva de la energía de EA tiene una evolución razonablemente monotónica con ligeros saltos y se mantiene en valores relativos menores a 0.2 hasta cerca del 0.9 del tiempo total, mientras que la curva correspondiente al papel Calca, Fig. 7, llega a valores relativos de 0.3 para un tiempo muy corto (0.02 aprox.), seguida de saltos más pronunciados que en el caso del papel Alrey. Es posible especular que la generación de grietas secundarias en el papel Alrey facilita el avance de la grieta, favoreciendo una evolución continua y monotónica tanto del avance de la grieta principal como en la energía de EA.

Por el contrario, en el papel Calca, dado que la estructura es más continua, menos porosa (Fig. 2), producto del tratamiento que recibe en su manufactura, el mecanismo de ruptura de enlaces entre fibras es menos relevante y es más



FIGURA 6. Acumulativo de la Emisión Acústica (EA) y del crecimiento de la grieta, para el papel Alrey.

Rev. Mex. Fis. 61 (2015) 254-260



FIGURA 7. Acumulativo de la Emisión Acústica (EA) y del crecimiento de la grieta, para el papel Calca.

difícil la nucleación de grietas secundarias, lo que incrementa la tenacidad a la fractura y altera el carácter monotónico en el avance y en la EA.

Además, se realizó el ajuste de la energía de los eventos de EA,  $s_{EA}$ , así como de los tiempos de espera entre los eventos de EA,  $wt_{EA}$ , en ambos papeles a leyes de potencia: Tipo Gutenberg-Richter para la energía de los eventos  $(s_{EA})$  y tipo Omori para los tiempos de espera ( $wt_{EA}$ ). Los exponentes promedio resultantes fueron:  $\beta = 1.8 \pm 0.2$  y  $\alpha = 1.46 \pm 0.05$ , para el papel Alrey; y  $\beta = 2 \pm 0.2$  y  $\alpha = 1.27 \pm 0.05$ , para el papel Calca. El ajuste a leyes de potencia de la energía y del tiempo de espera entre los eventos de EA está en concordancia con lo reportado en otros trabajos [15,16,19-21] y aporta más evidencia de la similitud del comportamiento de la señal de EA de la fractura con la correpondiente a las secuencias de terremotos y sus réplicas. Nótese que los valores de  $\beta$ , aunque parecen diferentes entre sí, se encuentran apenas dentro del margen de error y en este sentido son similares al reportado por Salminen, de  $1.7 \pm 0.2$  [6] en experimentos similares sobre papeles con muesca, por lo que no es posible afirmar con contundencia que la evidentemente diferente estructura del papel tenga un efecto sobre este exponente, lo que hace deseable profundizar el estudio sobre otros papeles con diferentes estructuras. Por otro lado, los valores de  $\alpha$  obtenidos sí difieren significativamente y es posible proponer que esta diferencia está asociada a la aparición de grietas secundarias en el papel Alrey y su ausencia en el papel Calca, lo que afecta la distribución estadística de los tiempos de espera.

#### 4. Conclusiones

Las muestras de papel Alrey, que poseían una microestructura porosa, presentaron microgrietas, así como la coalescencia de dos o más de éstas, además de ramificaciones de la grieta principal; en cambio, las muestras de papel Calca, como era de esperar por el tratamiento que recibe en su manufactura, tuvieron una estructura más homogénea y menos porosa, no exhibieron microgrietas ni grietas secundarias, sólo una grieta principal.

Las dinámicas de las fracturas en las diferentes muestras del Alrey y del Calca evaluadas mediante los perfiles de las grietas en las imágenes digitalizadas presentaron dispersión, pero igualmente se observó en éstas que al iniciar las fracturas se producían grandes aceleraciones, seguidas de propagaciones controladas, finalizando en otras prominentes aceleraciones. La mayor dispersión en el comportamiento del papel Alrey parece reflejar el mayor grado de aleatoriedad y porosidad en su estructura, que favorece la aparición de grietas secundarias, que no son visibles en el papel Calca. Además de la diferencia en la propagación de grietas por la supresión del agrietamiento secundario, se observa una menor dispersión en la dinámica de crecimiento en el papel Calca por efecto del tratamiento químico que recibe.

Los parámetros de las fracturas recopilados por EA: energía de los eventos y tiempo de espera entre los eventos, en las muestras del Alrey y del Calca presentaron propiedades estadísticas típicas de las leyes de Omori (para los tiempos de espera) y de Gutenberg-Richter (para la energía), en concordancia con lo reportado previamente, permitiendo confirmar que efectivamente las distribuciones estadísticas son análogas a las observadas en las secuencias de terremotos y su réplicas. Los valores promedio de los exponentes  $\alpha$  en la ley de Omori, fueron significativamente diferentes, reflejando posiblemente las diferencias en los mecanismos de fractura como resultado de las diferencias microestructurales, lo que afecta la estadística de los tiempos de espera. Por otra parte, no es claro que exista una diferencia en el exponente  $\beta$  de la ley de Gutenberg-Richter, elucidar esta cuestión requiere profundizar la experimentación estudiando la EA de más variedad de papeles de diferentes estructuras.

#### Agradecimientos

Los autores agradecen el apoyo y las facilidades otorgadas por L. Vanel, de la Universidad de Lyon 1.

- G. Scott, *Basic Acoustic Emission*, Gordon and Breach Science Publishers, Montreux, Switzerland, (1991).
- 2. T. Drouillard, *Acoustic Emission*, A Bibliography with Abstracts, IFI/Plenum, USA, (1979).
- G. Shen, Z. Wu, J. Zhang, Eds., Advances in Acoustic Emission Technology, (Springer, 2014).
- J. A Bristow, P. Kolseth, Eds., *Paper Structure and Properties*, Marcel Decker, (New York, 1986).
- M. Alava, K. Niskanen, *The physics of paper, Reports on Progress in Physics* 69 (2006) 669-723.
- 6. L. Salminen, *Aspects of fracture processes* in paper, Ph. D. Thesis, Helsinki University of Technology, (2003).

Rev. Mex. Fis. 61 (2015) 254-260

- H. Corte and O. Kallmes, *In Formation and Structure of Paper* (Mechanical Engineering Publ. Ltd, London, United Kingdom) (1962) p. 351.
- 8. T. Yamauchi, S. Okumura, and M. Noguchi, *J. Pulp Paper Sci.* **16** (1990) 44.
- 9. F. Beall, Wood Science and Technology 36 (2002) 197.
- D. Lockner, J. Byerlee, V. Kuksenko, A. Ponomarev, and A. Sidorin, *Nature* 350 (1991) 39-42.
- R. Mann, *Elastic Wave Propagation in Paper*. Ph. D. Thesis, Lawrence University, Appleton, Wiscosin, The Institute of Paper Chemistry, (1979).
- 12. S. de Vries. *Propagation of Transient Acoustic Waves in Porous Media*. Ph. D. Thesis, Delft University of Technology, (1989).
- C. Kádár, F. Chmelik, Z. Rajkovits, L. Lendvai, J. Alloy Comp 378 (2004) 145-150.
- 14. I.O. Ojala, I.G. Main, and B.T. Ngwenya, *Geophysical Research Letters* **31** (2004) L24617.
- L.I. Salminen, A.I. Tolvanen, and M.J. Alava, *Physical Review Letters* 89 (2002) 185503.
- L.I. Salminen, J.M. Pulakka, J. Rosti, M. J. Alava, and K.J. Niskanen, *Europhys. Lett.* 73 (2006) 55-61.
- L. Zhang, M. Fan, J. Liu, Advances in Acoustic Emission Technology: Proceedings of the World Conference on Acoustic Emission 2013, Springer Proceedings in Physics 158 (2015) 267-281.
- A. Valea Pérez, J. Martínez Jequier, I. Mondragón Egaña, and M.L. González Arce, *Anales de Mecánica de la Fractura* 19 (2002) 257-262.
- S. Deschanel, L. Vanel, G. Vigier, and N. Godin, *Int. J. Fract* 140 (2006) 87-98.
- S. Deschanel, L. Vanel, N. Godin, G. Vigier, and S. Ciliberto, *Journal of Statistical Mechanics: Theory and Experiment*, P01018, (2009).
- N. Mallick, S. Ciliberto, S.G. Roux, P. Di Stephano. 11'emes Journées de la Matiére Condensée. Université Louis Pasteur-Strasbourg, (2008).
- T.M. Roberts, M. Talebzadeh, *Journal of Constructional Steel* Research 59 (2003) 695-712.

- A. Gu, Y. Luo, B. Xu, en G. Shen, Z. Wu, J. Zhang, Eds., Advances in Acoustic Emission Technology (Springer 2014). pp. 205-216.
- W. Bai, M. Chai, L. Li, Y. Li, Q. Duan, en G. Shen, Z. Wu, J. Zhang, Eds., *Advances in Acoustic Emission Technology* (Springer, 2014). pp. 217-224.
- W. Li, X. Jia, Y. Yang, en G. Shen, Z. Wu, J. Zhang, Eds., Advances in Acoustic Emission Technology (Springer, 2014). pp. 225-233.
- O.V. Bashkov, T.I. Bashkova, and A.A. Popkova, en G. Shen, Z. Wu, J. Zhang, Eds., *Advances in Acoustic Emission Technology*, (Springer, 2014). pp. 283-291.
- B. Wang, Y. Liu, S. Sheng, Acoustic Research on the Damage Mechanism of Carbon Fiber Composite Materials, en G. Shen, Z. Wu, J. Zhang, Eds., Advances in Acoustic Emission Technology, (Springer, 2014). pp. 303-311.
- Yanlei Liu, Bing Wang, Weizhong Li, Bing Yu, and Fuyong Xia, en G. Shen, Z. Wu, J. Zhang, Eds., *Advances in Acoustic Emission Technology*, (Springer, 2014). pp. 337-346.
- M. Giordano, A. Calabro, C. Esposito, A. D'Amore, L. Nicolais, *Composites Science and Technology* 58 (1998) 1923-1928.
- S. Huguet, N. Godin, R. Gaertner, L. Salmon, D. Villard, Composites Science and Technology 62 (2002) 1433-1444.
- 31. J.P. McCrory et al., Composites: Part B 68 (2015) 424-430.
- J.B. Rundle, S. Gross, W. Klein, C. Ferguson, and D.L. Turcotte, *Tectonophysics* 277 (1997) 147.
- R.S. Seth, D.H. Page, Journal of Materials Science 9 (1974) 1745-1753.
- 34. D.D. Aguirre Morales, *Tesis de maestría*, UANL, FIME, (2011).
- J. Rosti, J. Koivisto, M.J. Alava, Journal of Statistical Mechanics: Theory and Experiment P02016 (2010). pp. 1-18.
- M.J. Alava, P. Nukala, S. Zapperi, *Advances in Physics* 55 (2006) 349-476.
- D.J. Lloyd and K. Tangri, *Journal of Materials Science* 9 (1974) 482-486.