

Autoafinidad de superficies de fractura en materiales plásticos[♦]

Martín Edgar Reyes Melo*
Carlos Guerrero Salazar*

Abstract

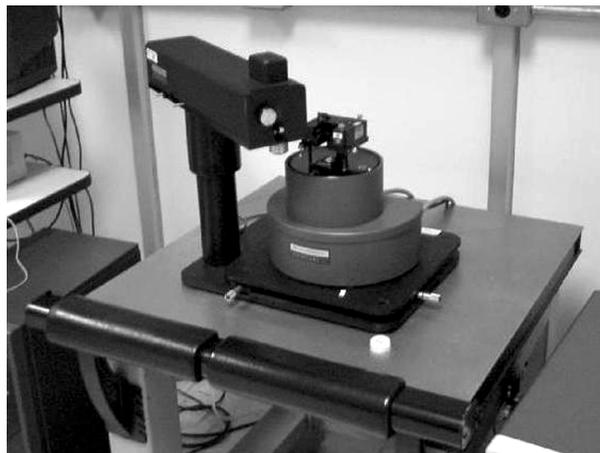
The self-affine behavior of fracture surfaces of polymeric materials was qualitative and quantitatively determined. SEM images of fracture surfaces of both isotactic polypropylene (iPP) and polystyrene (PS) shown Chevron marks at several magnifications. In addition, for polystyrene the mirror and Hackel zones were also observed. For quantitative analysis, the average roughness exponent, ζ , of height profiles generated by AFM images, was estimated applying the variable bandwidth method. Values of $\zeta=0.788$ were obtained for i-PP. In PS $\zeta=0.810$ for Hackel zone and $\zeta=0.805$ in mirror zone. These results are in very good agreement with the claimed universal exponent of 0.8 reported in the literature for other non-polymeric materials.

Keywords: Self-Affinity, surface, fracture, roughness exponent, plastic materials.

INTRODUCCIÓN

Las superficies de fractura contienen valiosa información acerca de los mecanismos que la generan, así como de la relación existente entre microestructura y propiedades mecánicas. En 1984 B.B. Mandelbrot utilizó la Geometría Fractal para caracterizar superficies de fractura en un acero.¹ Un objeto fractal presenta una dimensión fraccionaria (dimensión fractal) y muestra exactamente el mismo aspecto a cualquier grado de magnificación

[♦] Proyecto galardonado con el Premio de Investigación UANL 1999 en la categoría de Ingeniería y tecnología, otorgado en Sesión Solemne del Consejo Universitario de la UANL en septiembre de 2000. Publicado en la revista CIENCIA UANL Vol. IV, No. 1



Microscopio de fuerza atómica. Laboratorios del Doctorado de Materiales de la FIME - UANL

o escala que se le observe, esta propiedad se conoce como autosimilitud.² En la naturaleza no existe la autosimilitud estricta, ya que la irregularidad de los objetos reales es anisotrópica, lo que da origen a una autosimilitud estadística o autoafinidad. En un objeto autoafin la distribución de probabilidad de una parte pequeña es congruente con la distribución de probabilidad de todo el objeto.³

Las superficies autoafines se observan como fluctuaciones perpendiculares con respecto a un plano de referencia. Dichas fluctuaciones de alturas, a través de una determinada longitud de escala (r) cuya dirección es paralela al plano de referencia, presentan propiedades de escalamiento caracterizadas por un exponente de rugosidad (ζ) cuya magnitud se encuentra entre 0 y 1. Cuando $\zeta=1$ la superficie es completamente lisa. Si ζ disminuye, la rugosidad aumenta.³ El comportamiento autoafin en superficies reales se presenta hasta una determinada longitud en la escala

* Doctorado en Ingeniería de Materiales FIME-UANL.

denominada longitud de correlación (ξ). Por encima de dicho parámetro las superficies se consideran objetos planos y su dimensión es igual a 2.^{4,5,6,7}

Las superficies de fractura son objetos autoafines. En materiales como los metales y cerámicos dichas superficies exhiben un exponente de rugosidad $\zeta \approx 0.8$ a lo largo de 2 o 3 décadas en la longitud de escala, lo cual permitió establecer la conjetura de universalidad para dicho exponente, independientemente del tipo de material y del modo de fractura.⁵ Este régimen de autoafinidad se encuentra bajo condiciones de propagación de grieta muy elevada (no controlada) y/o a longitudes en la escala del orden de los micrómetros.⁶

El objetivo del presente trabajo es determinar si existe autoafinidad en las superficies de fractura de materiales plásticos, específicamente en Polipropileno Isotáctico (i-PP) y Poliestireno (PS). Lo anterior se logrará mediante la estimación del exponente de rugosidad, empleando el método de ancho de ventana variable en perfiles de alturas correspondientes a las superficies de fractura obtenidos con el Microscopio de Fuerza Atómica (MFA) en su modalidad de contacto. Previo a lo anterior se efectuó un análisis de las superficies de fractura mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Con lo que se determinó de manera cualitativa la existencia de un comportamiento autoafín en dichas superficies.

Debido a que los materiales plásticos no conducen la electricidad, el análisis cuantitativo de sus superficies mediante MEB y Microscopía de Tunelamiento (MT), arrojan resultados de dudosa precisión. Por otra parte, debido a su principio físico de operación que consiste en fuerzas atractivas y repulsivas entre una punta y la muestra, el MFA constituye una potente herramienta en el análisis de superficies de materiales conductores y no conductores.^{8,9}

MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA (MFA)

El MFA se fundamenta en la medida de fuerzas repulsivas o atractivas entre una punta y la muestra. La punta se monta sobre una viga flexible o cantilever, cuya geometría y propiedades del material de construcción hacen posible que sea sensible a las fuerzas interatómicas (10^{-9} - 10^{-7} N). La figura 1 es una imagen mediante MEB de una punta tipo Microlever, este tipo de puntas se fabrican a base de Si, SiO_2 y SiO_3 .

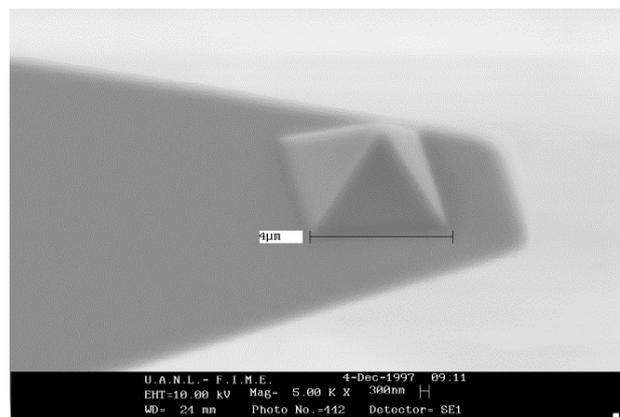


Fig. 1. Imagen de una punta tipo Microlever, mediante MEB a 5000X.

La interacción entre la punta y la muestra da como resultado la presencia de fuerzas de Van der Waals y fuerzas de capilaridad o atractivas, estas últimas están asociadas a la presencia de capas de líquido sobre la superficie. A medida que la punta se aproxima a la muestra, las fuerzas de Van der Waals eventualmente se van haciendo repulsivas. Cuando la punta "está en contacto" con la muestra y en ausencia de capas de líquido sobre la superficie, las fuerzas repulsivas dominan el sistema, ejerciendo una fuerza total neta positiva sobre el cantilever, tal y como se muestra en la figura 2.

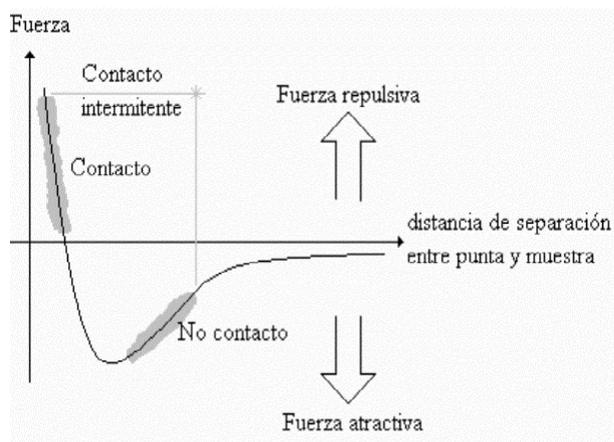


Fig. 2. Gráfico de fuerza vs distancia entre la muestra y la punta del MFA.

De acuerdo con la distancia de separación entre la muestra y la punta será el tipo de fuerza presente, debido a esto, el MFA puede ser operado de 2 maneras fundamentales. La modalidad de contacto (C-MFA) y la modalidad de no contacto (NC-MFA). Existe una tercera, que es el resultado de una modificación de esta última, conocida como modo intermitente (I-MFA). En la actualidad existen más modalidades de operación que se han desarrollado para un mejor análisis superficial, entre las cuales tenemos, el modo de fuerza lateral, el modo de fuerza magnética y también metodologías desarrolladas para casos muy específicos de análisis, principalmente en el área de biomateriales, materiales semiconductores y catalizadores.

En C-MFA, las fuerzas de interacción entre la punta y la muestra son de tipo repulsivo. Debido a que la posición de la punta en el extremo del cantilever, responde a los picos o valles de la superficie de la muestra, el cantilever se flexiona. Dichas flexiones se monitorean haciendo incidir un haz de láser justo en la parte superior de la punta, donde el haz se refleja y alinea hacia un fotodetector sensible de posición. Por otra parte, la

muestra se coloca sobre un escáner responsable de los desplazamientos que se suscitan debajo de la punta durante el barrido; al flexionarse el cantilever debido a la topografía de la muestra que está siendo rastreada, la posición del punto del haz reflejado en el fotodetector indica cuánto se flexiona el cantilever. El escáner mueve la muestra hacia arriba o hacia abajo con el fin de mantener la flexión constante. Este movimiento coincide con la topografía de la superficie y la señal obtenida se digitaliza con el propósito de construir imágenes de la superficie. La imagen se construye con una variedad de tonos de grises, entre más brillante es el tono, el sitio a que corresponde es más alto.

La figura 3 muestra un esquema general para este modo de operación.

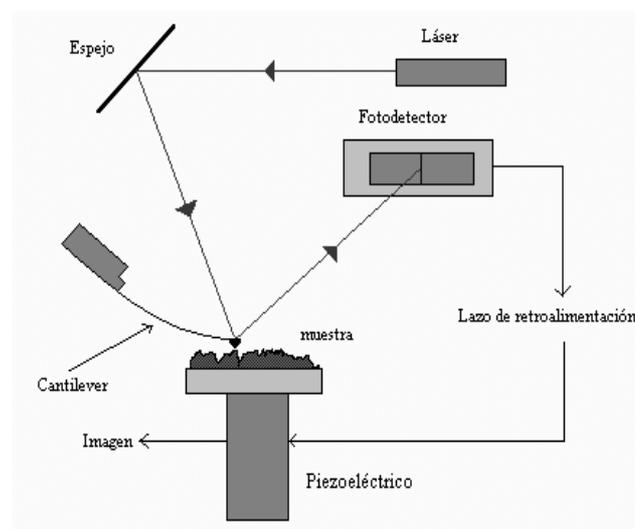


Fig. 3. Esquema del C-MFA.

En la figura 4 se muestra un patrón de barrido del escáner, el cual se mueve a través de la primera línea del barrido y regresa. Después da un paso en dirección perpendicular a la segunda línea de barrido y así sucesivamente.

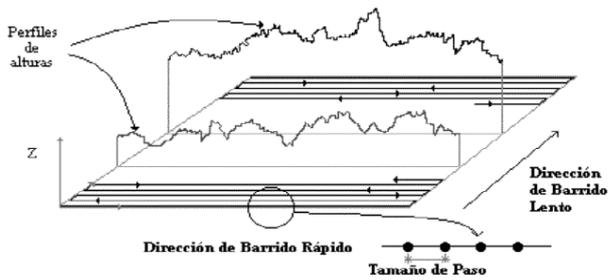


Fig. 4. Perfiles de alturas generados en C-MFA.

La dirección de barrido en la cual se adquiere la información se llama dirección de barrido rápido y de barrido lento para la dirección perpendicular. El tamaño de paso es la distancia entre cada punto donde se colecta la información durante el barrido. Por ejemplo, si consideramos una imagen tomada con 512 por 512 datos puntuales, un barrido de $1 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ tendrá un tamaño de paso y una resolución lateral de 20 \AA aproximadamente. Las puntas disponibles comercialmente pueden tener un radio de 50 \AA ; el área de interacción entre punta y muestra es la de un círculo de este orden de magnitud, por lo tanto estas puntas proveen a las imágenes una resolución lateral de 10 a 20 \AA . Por otra parte se encuentra la sensibilidad del fotodetector, que en este caso puede medir desplazamientos de luz tan pequeños como 10 \AA .^{8,10} La razón de la trayectoria longitudinal entre el cantilever y el detector hacia la longitud del cantilever mismo, produce una amplificación mecánica. Como resultado de esto, el sistema puede detectar movimientos verticales del orden de subangstroms en la punta.¹⁰

EXPERIMENTACIÓN

Se seleccionaron para el desarrollo del presente trabajo i-PP y PS. Estos materiales plásticos se encuentran entre los de mayor consumo en el

ámbito mundial, además de que representan de una manera relativa a los dos extremos posibles en cuanto al grado de cristalinidad que dichos materiales pueden desarrollar, siendo el i-PP uno de los que con mucha facilidad forman cristales y por otra parte el PS se encuentra entre los que se consideran completamente amorfos (0% de cristalinidad). El i-PP utilizado fue de grado inyección. En lo referente al PS, éste fue de grado "cristal".

La caracterización de estos materiales se llevó a cabo mediante espectrometría de infrarrojo, cromatografía de permeación en gel (GPC) y calorimetría diferencial de barrido (DSC).¹¹

Los espectros obtenidos mediante espectrometría de infrarrojo fueron comparados con sus respectivos estándares, los cuales coincidieron. Los resultados obtenidos mediante GPC, muestran un peso molecular promedio de $60,359 \text{ g/mol}$ para el i-PP y de $76,755 \text{ g/mol}$ para el PS; el índice de polidispersidad fue de 5.1 y 3.1 respectivamente. En lo referente al DSC se obtuvo un punto de fusión para el i-PP de 165°C con un grado de cristalinidad del 46.7% y para el PS se determinó la temperatura de transición vítrea (T_g) que fue de 86°C . Los resultados anteriores nos permiten corroborar que los materiales analizados son los propuestos.

Para la obtención de las superficies de fractura se construyeron probetas en forma de filamentos de 1 mm de diámetro y 20 mm de longitud. Para tal efecto se hizo fluir material fundido a través de un capilar a una temperatura de 190°C para el caso del i-PP y de 180°C para el PS. A la salida del capilar los filamentos obtenidos fueron enfriados hasta la temperatura ambiente. Posteriormente las probetas fueron enfriadas en nitrógeno líquido durante 15 minutos. Las superficies de fractura se generaron por flexión de las probetas sin un control de la carga aplicada, generándose una propagación de grieta de

velocidad no controlada y sin una dirección preferencial. Para el análisis mediante MEB algunas superficies de fractura fueron cubiertas con una capa delgada de oro.

Para el análisis cuantitativo de las superficies de fractura se construyeron imágenes en el MFA en su modalidad de contacto, sin vacío y a temperatura ambiente. Se utilizaron muestras fracturadas sin recubrimiento metálico.

Previo al análisis cuantitativo de las superficies de fractura, primero se determinaron las condiciones óptimas de operación del MFA en su modalidad de contacto, ya que debido a lo blando de dichas superficies la punta del MFA puede dañarlas muy fácilmente. Las muestras utilizadas para este caso fueron en forma de película, las cuales fueron llevadas hasta su estado fundido a una temperatura de 190°C para el i-PP y de 180°C para el PS y posteriormente enfriadas hasta la temperatura ambiente. Las condiciones de operación mediante las cuales se obtuvieron imágenes claras y nítidas de las películas antes mencionadas, con la restricción de que la punta del MFA no cause daño alguno, fueron declaradas como óptimas y se utilizaron posteriormente para el análisis de las superficies de fractura. Dichas condiciones fueron de una fuerza que se encuentra en un intervalo de 8 a 15 x 10⁻¹⁰N y una frecuencia de barrido entre 1 a 1.5 Hz. El cantilever utilizado tiene una constante de fuerza de 0.05±0.02 N/m. El intervalo de fuerzas en que se operó el MFA en su modalidad de contacto es muy diferente a los valores más comúnmente usados de 10⁻⁷ a 10⁻⁶ N para el caso de materiales muy duros como los metales y los cerámicos.¹⁰⁻¹³ En lo referente a la frecuencia de barrido, a medida que ésta es menor se obtiene una mejor lectura de datos, sin embargo el barrido es más lento, adhiriéndose basura en la punta e interfiriendo esto en la lectura de datos. Las

imágenes así obtenidas no son muy claras, por lo que se hace difícil llevar a cabo mediciones cuantitativas confiables.

Las figuras 5a y 5b muestran la superficie de una película de i-PP y de PS respectivamente, obtenidas bajo las condiciones óptimas de operación encontradas. La figura 5a muestra la superficie de tipo esferulítico para el i-PP. Se observa de manera clara la orientación radial de las estructuras laminares que conforman a las esferulitas, lo que permite también distinguir la frontera entre ellas.

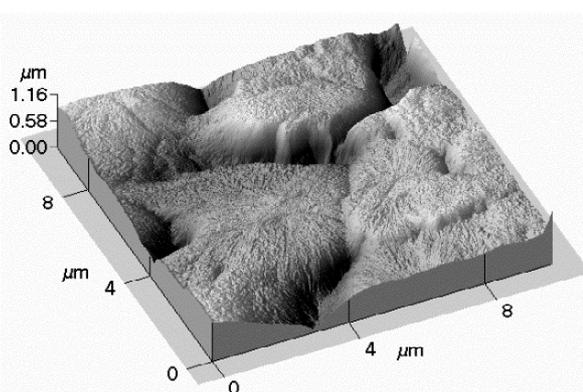


Fig. 5a. Película de i-PP

La figura 5b es una imagen típica de la superficie de PS que se caracteriza por ser amorfa, observándose la ausencia de algún orden cristalino.

Para el análisis cuantitativo de las superficies de fractura, se tomaron 15 imágenes en 5 zonas diferentes sobre cada superficie analizada, variando el tamaño del barrido del escáner desde 10 μm x 10 μm hasta 2.3 μm x 2.3 μm. Aunque fue posible obtener imágenes a barridos inferiores de 2.3 μm x 2.3 μm, éstas no presentan la suficiente claridad y nitidez, por lo que no fueron consideradas para la estimación del exponente de rugosidad. Por cada imagen se tomaron 6 perfiles de alturas (512

pixeles/perfil) en la dirección de barrido rápido por parte del escáner.

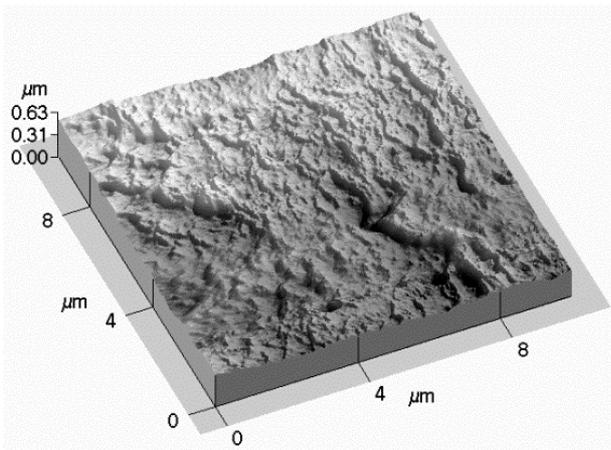


Fig. 5b. Película de PS.

La estimación del exponente de rugosidad promedio en cada muestra se llevó a cabo utilizando el método de ancho de ventana variable, Z_{max} , en cada perfil de alturas, cuyo algoritmo está representado por la ecuación 1.^{9,11,14,15}

$$Z_{max}(r) = \langle \text{Max}\{Z(r')\}_{x < r' < x+r} - \text{Min}\{Z(r')\}_{x < r' < x+r} \rangle \alpha r^\zeta \quad (1)$$

En donde Z_{max} representa la máxima diferencia de alturas en una ventana de ancho r a lo largo del perfil de alturas. Una vez calculados los valores de Z_{max} para las 511 ventanas posibles de los 512 datos de las alturas correspondientes en cada perfil, se graficó en escala log-log Z_{max} vs r , obteniéndose un comportamiento lineal. La pendiente promedio para cada muestra es la magnitud del exponente de rugosidad promedio.

RESULTADOS

Las superficies de fractura del i-PP y del PS se analizaron mediante MEB y MFA en su modalidad

de contacto. Las figuras 6a y 6b son imágenes tomadas mediante MEB, en la que se muestran una serie de curvas irregulares. Estas líneas se denominan marcas de Chevron, indicando la dirección en que se propagó la grieta o el frente de grieta y también en dónde se originó.¹⁶

La figura 6a corresponde a una superficie de fractura de i-PP. En el extremo contrario a donde convergen las marcas de Chevron se observan una serie de morfologías cuya apariencia es en forma de escalones. Estas morfologías se han reportado en superficies de fractura de aleaciones metálicas como el resultado de la propagación de grietas en diferentes planos.¹⁶

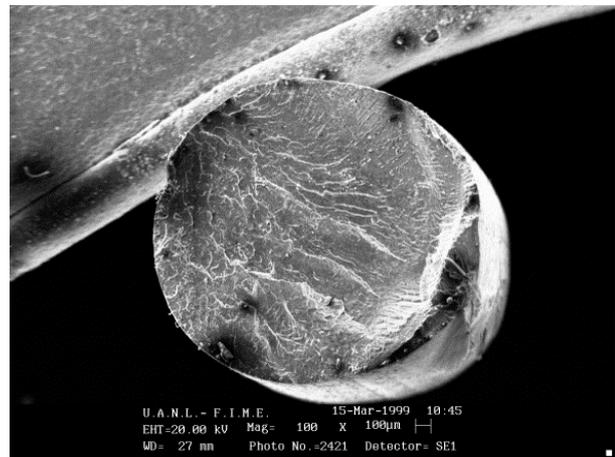


Fig. 6a. Superficie de fractura de i-PP a 100X.

La figura 6b corresponde a una superficie de fractura de PS, se distinguen 2 zonas, una cercana en donde se originó la propagación del frente grieta y que tiene apariencia más lisa que la otra zona. Se observan también las marcas de Chevron aunque no tan definidas como en el caso del i-PP, sin embargo en imágenes no mostradas aquí a magnificaciones mayores si es posible identificarlas.

Las 2 zonas antes mencionadas son idénticas a las morfologías reportadas en superficies de fractura de vidrio.

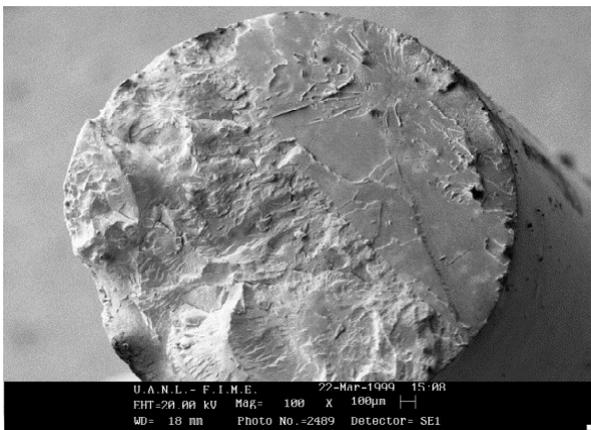


Fig. 6b. Superficie de fractura de PS a 100X.

La zona de apariencia más lisa se denomina zona espejo y la otra zona Hackel, dichas morfologías son el resultado de los mecanismos de propagación del frente de grieta.¹⁷ La presencia de estas 2 zonas se explica sobre la base de que cuando la velocidad de propagación del frente de grieta alcanza su valor máximo, la energía que se está liberando en el transcurso de la fractura, ya no puede ser utilizada para incrementar la velocidad de propagación de la grieta, entonces dicha energía es utilizada para desarrollar otros mecanismos de propagación, obteniéndose morfologías diferentes que se caracterizan por ser más irregulares que las obtenidas en la zona espejo.

El tamaño de estas zonas está directamente relacionado con el esfuerzo que genera la fractura además se ha demostrado que el frente de grieta se propaga como si el material fuese de tamaño infinito, por lo que la presencia o no de dichas zonas en materiales como el vidrio o cerámicos depende del tamaño de estos.

En todas las imágenes analizadas en el MEB, las superficies de fractura muestran morfologías similares inclusive a diferentes magnificaciones. Esto puede considerarse como una evidencia cualitativa de un comportamiento autoafin en dichas superficies.

En lo referente al análisis cuantitativo mediante C-MFA, se construyeron imágenes tridimensionales que permiten observar la distribución de alturas de las superficies de fractura. La figura 7a es una imagen de superficie de fractura de i-PP, se observa la topografía resultante del proceso de propagación de grieta que dio origen a dicha superficie.

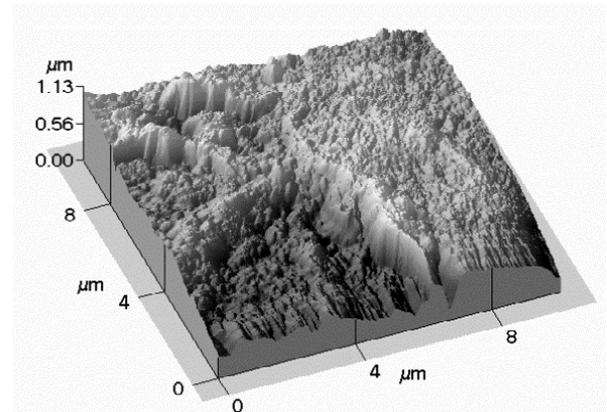


Fig. 7a. Superficie de fractura de i-PP. Barrido de $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$.

La figura 7b muestra la topografía correspondiente a una superficie de fractura de PS, la cual corresponde a la zona más irregular (zona Hackel).

Imágenes no mostradas aquí muestran que al efectuar barridos de menor tamaño sobre cada una de las zonas analizadas, tanto para el i-PP como para el PS se siguen observando detalles que reflejan la irregularidad de dichas superficies, esto puede considerarse como un indicador cualitativo de que existe autoafinidad.

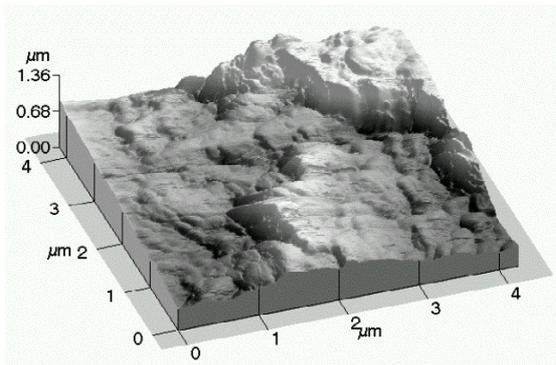


Fig. 7b. Superficie de fractura de PS, correspondiente a la zona Hackel. Barrido de $4.2\mu\text{m} \times 4.2\mu\text{m}$.

En la figura 8a se muestra una imagen 2D correspondiente a la figura 7a, sobre esta imagen se observan 6 líneas horizontales seleccionadas aleatoriamente, dichas líneas constituyen perfiles de alturas los cuales se muestran en la figura 8b.

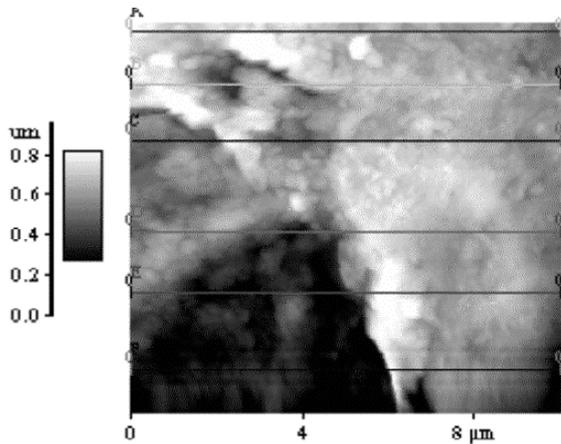


Fig. 8a. Imagen 2D que corresponde a la figura 7a.

Perfiles de alturas similares fueron construidos en cada una de las imágenes obtenidas para cada una de las zonas analizadas, a los diferentes tamaños de barrido, con la finalidad de estimar un valor promedio del exponente de rugosidad para

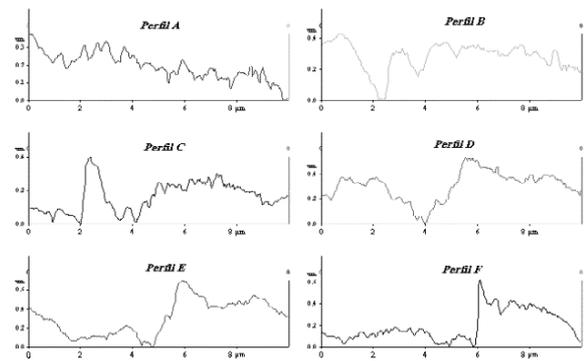


Fig. 8b. Perfiles de alturas que corresponden a las líneas horizontales que se muestran en la figura 8a.

cada muestra y para el caso del PS dicho parámetro se calculó por separado para la zona más irregular (zona Hackel) y la zona menos irregular (zona espejo).

Las figuras 9a, 9b y 9c muestran los resultados obtenidos del análisis de autoafinidad para las superficies de fractura del i-PP y el PS. La figura 9a muestra el gráfico de Z_{max} vs r en escala log-log, correspondiente a la superficie de fractura del i-pp. Se observa una línea a lo largo de 2 décadas en la longitud de escala desde $0.02\mu\text{m}$ hasta $1\mu\text{m}$.

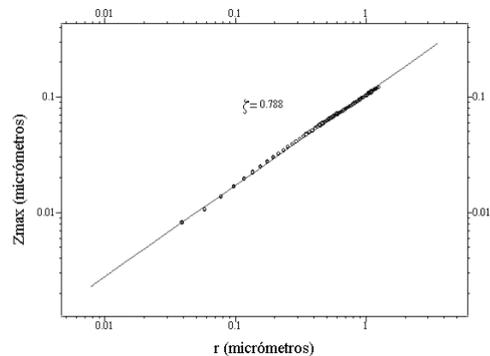


Fig. 9a. Gráfico de Z_{max} vs r . Superficie de fractura de i-PP.

La figura 9b es el gráfico correspondiente a la zona Hackel del PS, obteniéndose también una línea recta desde $6 \times 10^{-2} \mu\text{m}$ hasta $2 \mu\text{m}$.

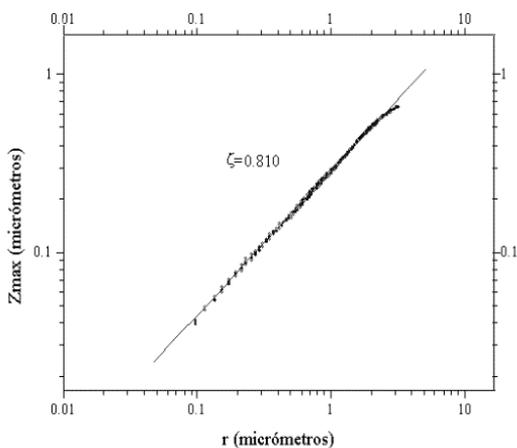


Fig. 9b. Gráfico de Z_{max} vs r . Superficie de fractura de PS. Zona Hackel.

La figura 9c es el gráfico correspondiente a la zona espejo del PS, a lo largo de una longitud en la escala que va desde $0.002 \mu\text{m}$ hasta $0.1 \mu\text{m}$.

La pendiente de las líneas obtenidas es el exponente de rugosidad promedio. Para el i-PP se obtuvo un $\zeta=0.788 \pm 0.008$ y para el PS, en la zona Hackel $\zeta=0.810 \pm 0.023$ y de $\zeta=0.805 \pm 0.023$ en la zona espejo. En los 3 casos el exponente de rugosidad medido es muy aproximado al valor considerado como universal y que ha sido reportado para superficies de fractura de materiales no poliméricos.^{4,5,6,7} Para la zona menos irregular (zona espejo) el intervalo de longitud en la escala donde se tiene el respectivo exponente de rugosidad se ubica a valores más pequeños que el intervalo de las zonas más irregulares (zona Hackel), esto probablemente se debe a que estas zonas presentan longitud de correlación diferente, sin embargo, no se puede afirmar, para corroborarlo es necesario

efectuar análisis de las superficies a tamaños de barrido mayores a $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$, lo cual es una limitante para el escáner de nuestro MFA. Pero si es factible verificar el objetivo de nuestro trabajo, que es la presencia o ausencia de un comportamiento autoafín.

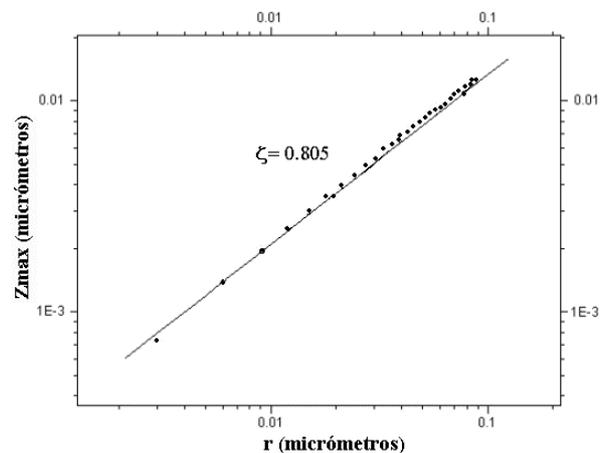


Fig. 9c. Gráfico de Z_{max} vs r . Superficie de fractura de PS. Zona espejo.

En todos los perfiles analizados, no se encontró dependencia del exponente de rugosidad con respecto a alguna dirección en particular de dichos perfiles sobre la superficie de fractura, lo cual se considera como una consecuencia de la propagación de grietas sin una dirección preferencial.

Cabe hacer mención que debido que el escáner del MFA solo permite obtener barridos con un tamaño máximo de $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$, no fue posible evaluar la longitud de correlación, es decir hasta dónde en la longitud de escala se mantiene el comportamiento autoafín. En trabajos futuros, estos deberán enfocarse a la obtención de dicho parámetro, así como también la evaluación de superficies de fractura que deberán ser generadas con velocidad de propagación de grieta controlada.

CONCLUSIONES

La optimización de las condiciones de operación del MFA en su modalidad de contacto, para con los materiales plásticos bajo estudio, permite concluir que es posible analizar sus superficies mediante esta técnica. Lo que permite llevar a cabo mediciones cuantitativas de las superficies de fractura, permitiendo además construir imágenes tridimensionales que muestran la microestructura de dichos polímeros.

Las superficies de fractura de un material plástico semicristalino como el i-PP y de un material amorfo como el PS presentan un comportamiento autoafin con un exponente de rugosidad muy aproximado a 0.8, considerado como universal.

En general se concluye que las superficies de fractura de los materiales plásticos analizados bajo condiciones de fractura no controlada, presentan un comportamiento autoafin como el que se ha reportado para materiales metálicos y cerámicos bajo condiciones de propagación de grieta no controlada, reforzando con esto la conjetura de universalidad del exponente de rugosidad para superficies de fractura independientemente del tipo de material.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo financiero de CONACYT bajo el proyecto 28288-U y la beca de postgrado 119799, así como el soporte de la UANL mediante el proyecto CA224-99 del PAICyT.

REFERENCIAS

1. B.B. Mandelbrot, D.E. Passoja, and A.J. Paullay. Fractal character of fracture surfaces of metals. *Nature*. Vol.308. pp.721-722 (1984).
2. B.B. Mandelbrot. *The fractal geometry of nature*. Ed. Freeman and Co. San Francisco (1982).
3. J. Feder. *Fractals*. Ed. Plenum Press. New York (1988).
4. P. Daguier, S. Hénaux, E. Bouchaud, and F. Creuzet. Quantitative analysis of a fracture surface by atomic force microscopy. *Phys. Rev. E.* Vol.53. pp.5637-5642 (1996).
5. E. Bouchaud. Scaling properties of crack. *J. Phys. Condens. Matter*. Vol.9. pp.4319-4344 (1997).
6. M. Hinojosa, E. Bouchaud, and B. Nghiem. Long distance roughness of fracture surfaces in heterogeneous materials. In *fracture and ductile vs brittle behavior theory, modelling and experiments*. Edited by G. L. Beltz, R. L. B. Selinger, K. S. Kim, M. P. Marder.. Master. Res. Soc. Proc.. Vol.539. pp 203-208. Boston, Massachusetts, USA. (1998).
7. P. Daguier, B. Nghiem, E. Bouchaud, and F. Creuzet. Pinning/depinning of crack fronts in heterogeneous materials. *Phys. Rev. Lett.* Vol.78. 1062 (1997).
8. D. Sarid. *Scanning Force Microscopy*. Oxford University Press, Inc. (1994).
9. V. González, M. Hinojosa, C. Guerrero, E. Reyes. Effect of the crystallization rate in the roughness of polypropylene films. *Society of Plastic Engineers. 58th Annual Technical Conference. Proceedings*, Vol. III. pp. 3594-3595. Orlando FL, May 2000.
10. *User's guide to autoprobe CP and LS*. Park Scientific Instruments. 1992-1995.
11. E. Reyes, Tesis (maestría), Universidad Autónoma de Nuevo León, Monterrey, México (1999).

12. E. Reyes, C. Guerrero. Use of contact-atomic force microscopy in plastic material surface. Society of Plastic Engineers. 58th Annual Technical Conference. Proceedings, Vol. III, pp. 3631-3634. Orlando FL, May 2000.
13. E. Reyes, C. Guerrero, V. González, and M. Hinojosa. Self-affine measurements on the fracture surface of plastic materials by AFM. In multiscale phenomena in materials-experiments and modeling. Edited by I. M. Robertson, D. H. Lassila, B. Devincere, R. Philips. pp. 357-361. Master. Res. Soc. Proc. Vol. 578. Boston, Massachusetts, USA. (1999).
14. E. Reyes, C. Guerrero, M. Hinojosa and V. González. Surface analysis of polymeric materials: Roughness exponent. Society of plastic Engineers. 58th Annual Technical Conference. Proceedings, Vol. II. pp. 2051-2055. Orlando FL, May 2000.
15. J. Schmittbuhl, J. B. Vilotte, S. Roux, Phys. Rev. E.. Vol.15 (1). pp.131-147 (1995).
16. R. W. Hertzberg, Fracture surface micromorphology in engineering solids. Fractography of moderns engineering materials: composite and metals. ASTM STP 948, J. E. Masters and J. J. Au, Eds., American society for testing and materials, Philadelphia. pp.5-36 (1987).
17. J. J. Mecholsky, Freiman, S. W., Rice, R. W. Fractographic analysis of ceramics. In Fractography in failure analysis. American Society of Testing and Materials. pp.363-379 (1978).