

## TECNICA DE REPLICAS PARA FRACTOGRAFIA EN MICROSCOPIA ELECTRONICA\*

Irena DUMLER\*\*  
Gabriel RODRIGUEZ\*\*

### RESUMEN

*Se describe una técnica de réplicas del tipo C-Cr que ha dado resultados satisfactorios en la observación por microscopía electrónica de superficies fracturadas y que tiene la ventaja de ser sencilla, reproducible, dar una resolución inferior a los 200 Å, siendo las réplicas fuertes y resistentes tanto al manipuleo como al haz electrónico. En el presente caso se aplicó esta técnica para observar las fracturas de barras de acero y de bronce, rotas por tracción.*

### INTRODUCCION

Cuando se desea hacer observaciones microscópicas de superficies de fracturas, surge la dificultad de la irregular y accidentada topografía que presentan casi todas las zonas fracturadas, y que varían con el tipo de esfuerzo a que es sometido el material, con su temperatura y con la naturaleza de éste<sup>1,2,3</sup>.

Esta dificultad es tanto mayor cuanto mayor es el aumento con que se desea observar, especialmente por medio del microscopio electrónico, pues en tal caso, el método más usado es con ayuda de la técnica de réplicas.

Se ha descrito una serie de métodos de réplicas<sup>4</sup>, la mayoría de los cuales son destructivos y sólo algunos tienen aplicación en fractografía.

En el presente trabajo se desarrolla una técnica basada en el trabajo de Ross y Teague<sup>5</sup>, la cual se adoptó después de haber probado otros métodos.

Aunque esta técnica, con ligeras variantes, puede aplicarse en general a cualquier material sólido compacto, tal como vidrios, porcelanas, minerales,

---

\*Trabajo presentado en la 46ª Reunión de la Asociación Física Argentina. Córdoba, 17 de septiembre de 1965.

\*\*Laboratorio de Microscopía Electrónica del IDIEM.

metales, etc., como ejemplo se han elegido dos fracturas metálicas, considerando por una parte la importancia de estos estudios en la metalografía y por otra, la facilidad de reproducir estas fracturas en el laboratorio. Así pues, la técnica se ha ensayado sobre una fractura frágil (barras de bronce) y sobre una fractura dúctil (barras de acero de construcción).

### TECNICA EMPLEADA

Las probetas examinadas fueron trozos de barras de bronce de una pulgada de diámetro, rotas por tracción, obteniéndose así una fractura frágil, y trozos de barras de acero de construcción también rotas por tracción para lograr fracturas de tipo dúctil.

Fracturadas las probetas, se sacaron de inmediato réplicas con acetato de celulosa (triafol)<sup>6</sup> de 0,25 mm de espesor, de aquellas zonas de la superficie relativamente lisas. En las zonas de topografía muy accidentada este método no dio resultado, por lo cual se preparó un barniz diluyendo triafole en una solución compuesta de 50% de acetato de butilo y 50% de acetato de amilo, con el que se pincelaba la muestra una y otra vez, evitando la formación de burbujas. Ya seca, esta película se desprende y se continúa según el proceso descrito enseguida.

Las réplicas se sombrearon en una cámara de evaporación de alto vacío con cromo, en un ángulo de 45°, y enseguida con una delgada capa de carbón, en un ángulo de 90°<sup>5</sup>. Se ensayaron otros tipos de depósitos: óxido de silicio, carbono, óxido de silicio y carbono, oro, paladio, paladio y carbono, y finalmente cromo y carbono<sup>5</sup>. Esta última fue la que dio los mejores resultados.

El paso inmediato consistió en proteger la fina película evaporada con una capa de parafina sólida (punto de fusión 52°C). Se disolvió el triafole por inmersión en baños de acetato de metilo y luego se lavaron las réplicas en baños consecutivos de toluol y tetracloruro de carbono, quedando listas para su montaje en portaobjetos y observación al microscopio electrónico.

### RESULTADOS

Las réplicas se observaron en un microscopio electrónico Siemens Elmiskop I de 100 kV.

Los resultados obtenidos pueden apreciarse en las Figuras 1 a 6, que comentamos brevemente:

#### *Acero de construcción*

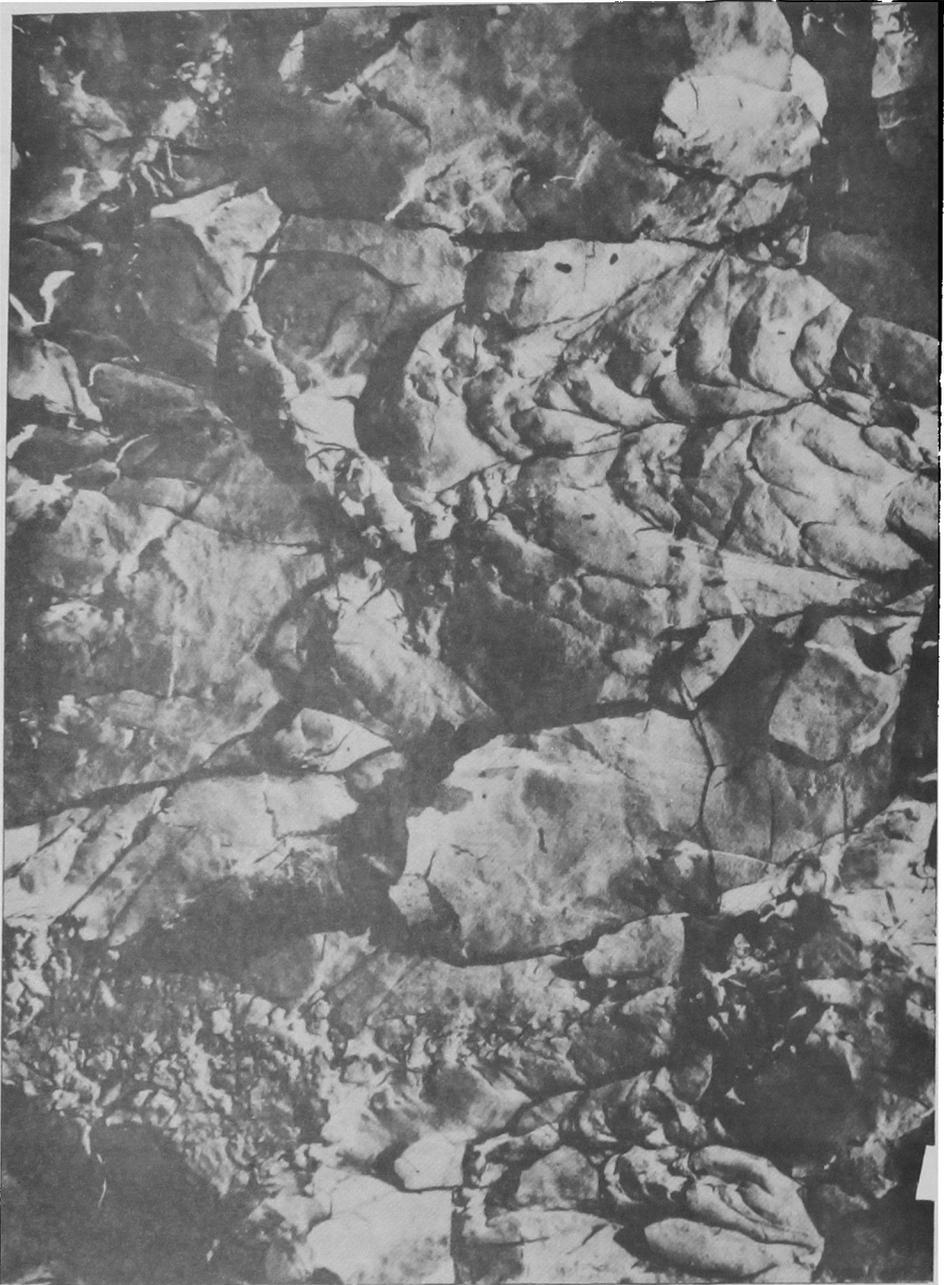
Las roturas por tracción de estas probetas presentan cono y copa típicos de



Fig. 1. Acero de construcción fracturado por tracción. Se observa: a) Zona de fractura por decohesión. b) Zona de fractura por clivaje. c) Zona de fractura dúctil. 4.500 X.

la fractura dúctil. Un aspecto general de los tipos de fractura encontrados se muestra en la Fig. 1. En ella se observan zonas de fractura por decohesión, por clivaje y dúctil. Además se aprecian sombras grandes que corresponden probablemente a límites de grano.

En general, el aspecto de las muestras es el de la Fig. 2 con gran abundan-



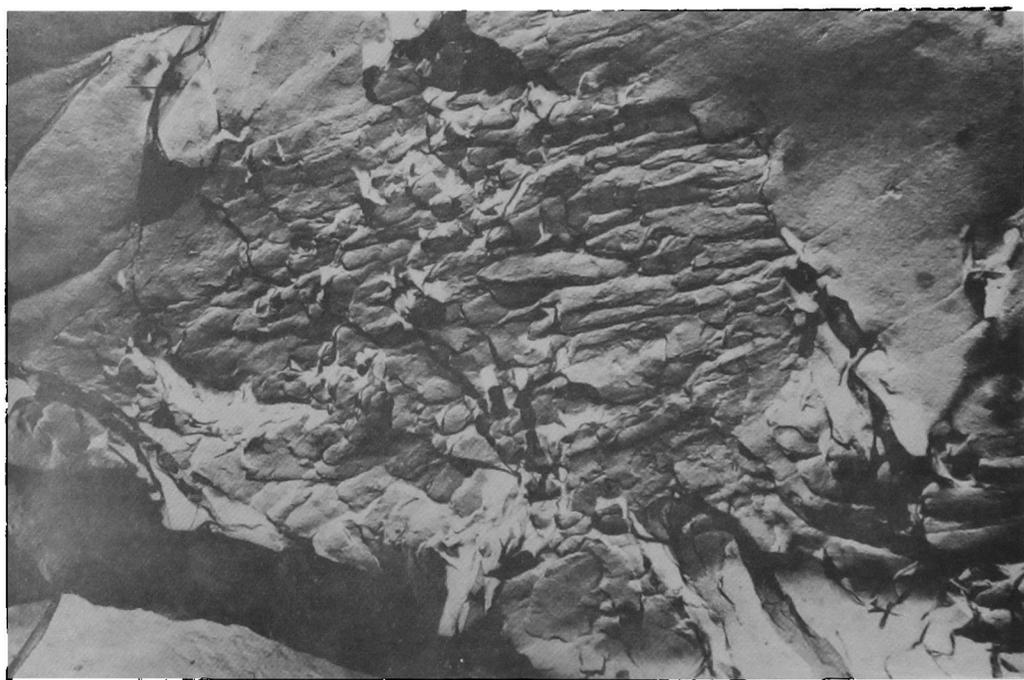
**Fig. 2. Acero de construcción fracturado por tracción. Gran abundancia de fractura dúctil. 3.600 X.**

cia de fractura dúctil. Otras veces se pueden encontrar zonas que presentan casi exclusivamente fractura dúctil de muy pequeño entramado como en la Fig. 3.

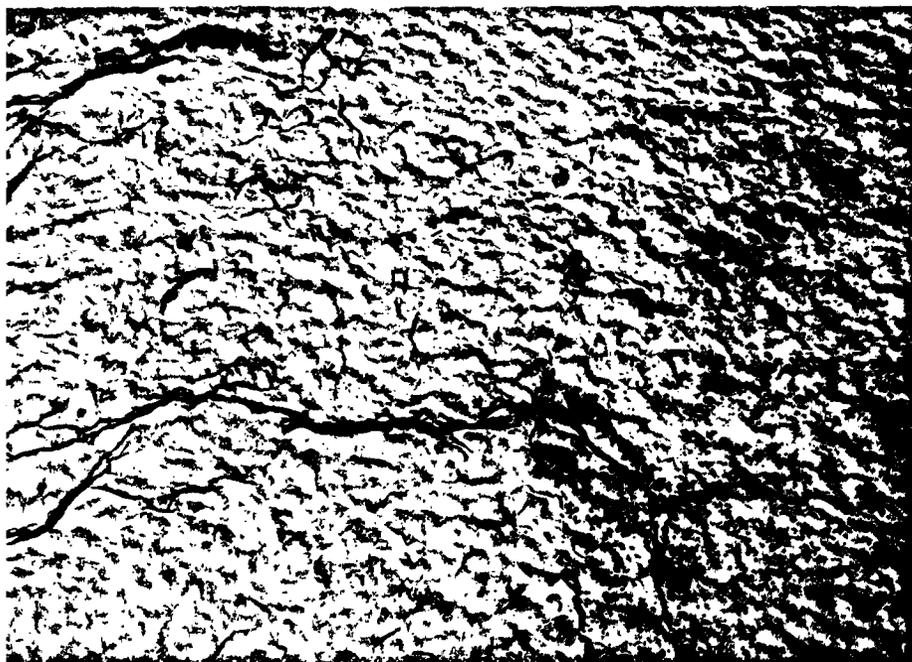
Muy pocas veces se encuentran zonas como la de la Fig. 4, donde se ve un grano aislado con fractura dúctil rodeado de una zona con fractura por decohesión.



**Fig. 3. Acero de construcción fracturado por tracción. Fractura dúctil de muy pequeño entramado. 12.500 X.**



**Fig. 4. Acero de construcción fracturado por tracción. Grano aislado con fractura dúctil rodeado de una zona con fractura por decohesión. 10.000 X.**



Bronce. Fractura por tracción. Vista general de una fractura por decohesión. El espesor con que aparece la línea negra ondulada de la parte inferior de la microse debe a una acumulación del barniz con que se sacó la réplica. 3.000 X.



Bronce. Fractura por tracción. Se observan ondulaciones suaves características de fracturas por decohesión. 24.000 X.

### **Bronce**

Fracturando el bronce por tracción se obtuvo fractura frágil. Este modo de rotura es bastante distinto al del acero; existe una menor proporción de fractura dúctil y una gran proporción de fractura por decohesión. En la Fig. 5 se observa una vista general de una fractura por decohesión, detalle que se aprecia mejor en la Fig. 6, donde se distinguen las ondulaciones suaves, típicas de este tipo de fractura.

## **CONCLUSIONES**

La técnica empleada tiene las siguientes ventajas:

- a) No es destructiva. Pueden sacarse cuantas réplicas se deseen de las superficies en estudio.
- b) Es sencilla
- c) Reproducible.
- d) Tiene buena resolución ( $< 200 \text{ \AA}$ )
- e) Las réplicas obtenidas son resistentes tanto al manipuleo como al haz electrónico.
- f) La impresión en plástico puede lograrse siempre, ya que si la superficie es demasiado accidentada y no admite el uso de láminas de triafol, en todo caso se puede sacar un molde con la pasta preparada como se ha descrito.

## **AGRADECIMIENTOS**

Los autores agradecen la colaboración del Sr. P. Kittl por la discusión del trabajo, al Sr. R. Alvarez por la reproducción fotográfica y al Sr. D. Claudet por facilitar las probetas de bronce.

## **REFERENCIAS**

1. PLATEAU, I., "La microfractographie et ses applications". Groupement pour l'Avancement de la Mécanique Industrielle, nº 1, enero - febrero 1958, pp. 3-10.
2. "Fractures of Solids". Metallurgical Society of Conferences, vol 20, Interscience Publishers, 1963.
3. REED-HILL, E., "Physical metallurgy principles". D. Van Nostrand Company, Inc. 1964.
4. THOMAS, G., "Transmission electron microscopy of metals". John Wiley & Sons, Inc. 1962.
5. ROSS, S.T. y TEAGUE, D.M., "The preparation of shadowed plastic replicas". Proceedings of the ASTM, vol 57, 1957, p. 527.
6. "Plásticos Bayer", Leverkusen, 1958.

**REPLICA TECHNIQUE FOR FRACTURE OBSERVATION BY  
ELECTRON MICROSCOPY**

**SUMMARY:**

*A replicating technique is described using carbon and chromium as shadowing elements. It has given good results on observing fracture surfaces with the electron microscope. The replicas are easy to prepare, have good resolving power and are strong and resistant. In the present work this replicating technique was used to study fracture surfaces of iron and bronze rods.*