
NOTAS TECNICAS

UNA TECNICA RAPIDA, POR CHORRO ELECTROLITICO, PARA ADELGAZAR METALES PARA MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION

INTRODUCCION

Los principales requisitos que debe cumplir un espécimen cristalino para ser observado por microscopía electrónica de transmisión, son los siguientes:

- a) Debe tener lados aproximadamente paralelos.
- b) Debe tener un espesor del orden de pocos miles de ångstroms (500-5000 Å) para que sea transparente a los electrones.
- c) La superficie debe estar limpia.

Este último factor es de gran importancia, pues, si la superficie está sucia, aparte de la desventaja de la presencia de partículas extrañas en la superficie del espécimen, se forma un film delgado de material amorfo que no presenta contraste y que reduce enormemente la transparencia, debido a la dispersión difusa de los electrones.

Otra variable que influye en la transparencia de las hojas delgadas cristalinas es el número atómico del material. Cuanto mayor es el número atómico, más reducido debe ser el espesor de la chapa para poder ser observada en el microscopio; por ejemplo, en el caso del uranio, las hojas deben tener un espesor de 500-1000 Å, pero en aluminio se pueden obtener muy buenas micrografías con hojas bastante más gruesas (hasta con 8000 Å).

Dos métodos son los más usuales para obtener las hojas delgadas:

- Por adelgazamiento químico, electroquímico o mecánico de especímenes cuyas tres dimensiones no son despreciables¹⁻³.
- Por depósito de un film delgado mediante evaporación al vacío, electrolysis, etc.

En el primer caso se puede alterar la estructura durante el adelgazamiento, y en el segundo, el film depositado puede tener una estructura inherente al método de depositación. Por lo tanto, se debe tener cuidado al comparar resul-

tados obtenidos por diferentes métodos.

La experiencia descrita en este artículo corresponde al primer método nombrado, o sea, al adelgazamiento a partir de especímenes masivos.

Todos los dispositivos usados, a excepción de la máquina de electroerosión, fueron diseñados y armados en nuestro laboratorio. El método es rápido y eficaz debido al uso de implementos especiales para cada etapa del proceso.

Por otra parte, los espesores que se recomiendan para cada etapa, cuyos valores han derivado de repetidas experiencias, permiten que el tamaño del orificio alcanzado linealmente no sea una variable crítica.

METODO

La primera etapa en la preparación de chapas delgadas ($2000-5000 \text{ \AA}$) por el presente método, consiste en cortar lonjas del espécimen en cuestión, las cuales deben tener un espesor de 0,3 a 0,5 mm. Esto se hace generalmente con una máquina de electroerosión. Si se usa un aditamento goniométrico, que posee dicha máquina, es posible obtener lonjas paralelas a planos previamente determinados en especímenes monocristalinos. En la Fig. 1 se ilustra el proceso de corte. El empleo de la máquina de electroerosión reduce considerablemente la deformación mecánica que se introduce al emplear un método convencional de corte.

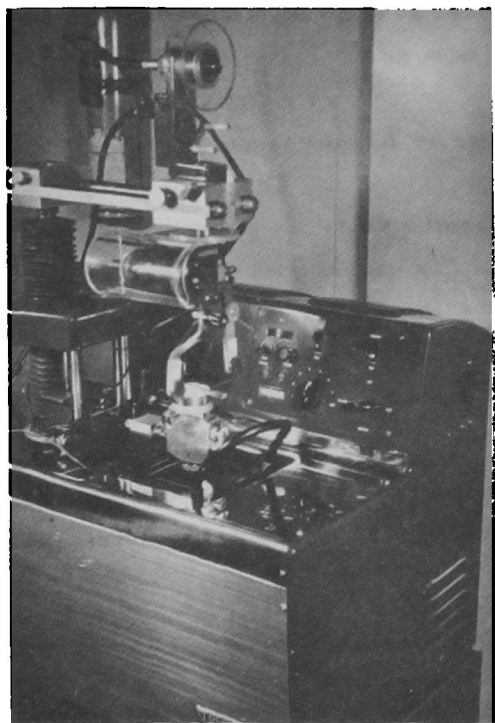


Fig. 1. Máquina de electroerosión en funcionamiento.

El empleo de la máquina de electroerosión reduce considerablemente la deformación mecánica que se introduce al emplear un método convencional de corte.

Las irregularidades que produce la fusión localizada en la superficie, se eliminan mediante un lijado suave con lija nº 600. Este lijado reduce el espesor a dimensiones que fluctúan entre 0,20 y 0,25 mm. Este proceso es necesario, debido a que en etapas posteriores de pulido, por vía química o electroquímica, las irregularidades generan puntos cuya ve-

locidad de pulido es distinta, lo que acelera el proceso en regiones muy localizadas, produciéndose una perforación prematura.

La próxima etapa es un pulido químico en que se emplean reactivos específicos, que dependen del material a adelgazar. Este pulido debe adelgazar la lonja hasta un espesor de 0,08 a 0,10 mm, dependiendo del material usado. Se debe tener cuidado de rotar continuamente la lonja dentro de la solución, para obtener un ataque uniforme.

En el caso de que las lonjas provengan de cortes longitudinales de la probeta, en los cuales se quiere preservar la superficie, se cubre ésta con una capa de laca Microstop relativamente diluida, y se deja flotar la muestra por el lado libre de laca sobre la superficie de la solución, hasta obtener el espesor deseado.

Se prosigue con un adelgazamiento por pulido electrolítico a partir de la muestra que fue adelgazada químicamente. Es recomendable hacerlo a partir de espesores entre 0,07-0,10 mm debido a que, por una parte, con espesores menores de 0,07 mm, y teniendo una superficie irregular, puede que no se alcance a obtener un electropulido satisfactorio antes de que aparezca el orificio; por otra parte, si el espesor es mayor de 0,10 mm, se hace cada vez más difícil obtener un área extensa uniformemente delgada alrededor del orificio, y además se reduce demasiado el tamaño de la muestra, la que se disuelve por los extremos.

La etapa final de adelgazamiento se efectúa mediante un pulido electrolítico, usando un sistema de chorro electrolítico cuyo dispositivo ha sido usado en nuestro laboratorio y que se esquematiza en la Fig. 2. Dicho dispositivo consiste en un matraz kitasato, que contiene el electrolito, y que va conectado a una compresora que le insufla aire a una presión de 0,5 kg/cm², la que se ha comprobado ser la óptima. Mediante una manguera plástica, por ejemplo

de cloruro de polivinilo, dicho matraz se comunica con un receptáculo, cuyo fondo tiene forma de embudo, y a una aguja de acero inoxidable de 0,75 mm de diámetro. El electrolito es impulsado hacia la aguja por la presión de la compresora, y el líquido cae al receptáculo, de donde pasa nuevamente al kitasato mediante una llave de paso. La aguja va conectada al polo negativo de una

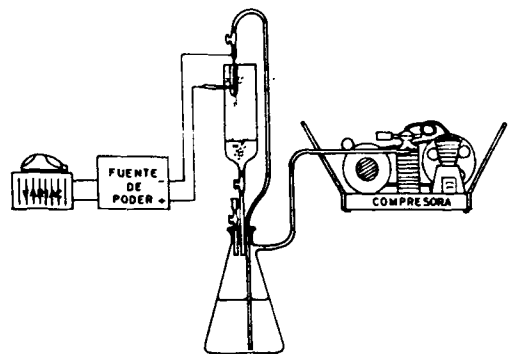


Fig. 2. Representación esquemática del sistema de adelgazamiento por chorro electrolítico.

fuente de poder, actuando como cátodo; la muestra se sujeta a una pinza de acero inoxidable y ésta se conecta al polo positivo, constituyendo el ánodo.

Antes de someter la lonja a la etapa de adelgazamiento final, se debe obtener a partir de ella un disco de 2,3 mm de diámetro, que es el tamaño requerido para el cartucho portamuestra del microscopio electrónico Siemens Elmiskop I A que luego empleamos. Con este objeto puede sujetarse el espécimen entre dos tornillos de acero inoxidable (ver Fig. 3) de 2,3 mm de diámetro, para luego proceder a pulir electrolíticamente con el chorro. De este modo se disuelven solamente las partes de la muestra que quedan fuera de los tornillos, obteniéndose así el disco del diámetro necesario.

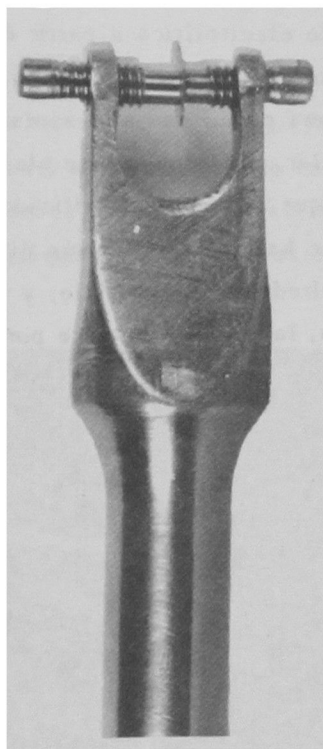


Fig. 3. Dispositivo para la obtención de discos de diámetro adecuado para el portamuestras del microscopio electrónico.

También se puede obtener este disco haciendo uso de la máquina de electroerosión, empleando como herramienta de corte un cilindro hueco, cuyo diámetro interior tenga los 2,3 mm requeridos. La lonja se adhiere a la mesa de trabajo mediante una pasta conductora compuesta de grafito en polvo con cemento duco en proporción de 1:1. Esta pasta se elimina, una vez terminado el proceso, bañando la muestra por algún tiempo en acetona pura.

El disco, obtenido por cualquiera de estos dos métodos, se somete a pulido electrolítico final, dejando que el chorro barra su superficie, e insistiendo en el centro hasta que aparezca un orificio; en ese momento se suspende instantáneamente el pulido, pues, en caso contrario, se destruye la zona delgada, la cual está constituida por los bordes del orificio.

Terminado el pulido, se somete el disco a un minucioso lavado en sucesivos baños de agua destilada (a veces es conveniente usar hasta 5 baños) y uno de alcohol etílico, y luego se seca con aire caliente. Es importante que el secado se haga inmediatamente después del último baño de alcohol, para evitar la oxidación de la muestra.

El voltaje de trabajo se determina previamente mediante una curva de pulido, la cual se obtiene aumentando gradualmente el voltaje y graficando los

valores obtenidos de densidad de corriente versus dichos voltajes, hasta obtener la zona plana de la curva, que corresponde a intensidad constante.

Durante todo el pulido se forma en el ánodo un film sólido (de 10 a 100Å) de óxido que se disuelve y se vuelve a formar constantemente, al cual se debe el micropulido ó brillantez y la inexistencia de irregularidades superficiales^{4,5}.

APLICACIONES

El método descrito anteriormente se ha empleado con éxito en este laboratorio en la obtención de chapas delgadas de cobre poli y monocristalino, como también de aluminio policristalino.

Los reactivos que dieron mejores resultados para las diferentes etapas aparecen en la Tabla I.

TABLA I
PROCEDIMIENTOS USADOS

Material	Pulido químico			Pulido electroquímico			
	Reactivo	Temperatura		Reactivo	Voltaje	Temperatura	
Cobre (Poli y monocristalino)	HNO ₃	25%	ambiente	H ₃ PO ₄ H ₂ O	50% 50%	65 V	ambiente
	H ₃ PO ₄	50%					
	CH ₃ COOH	25%					
Aluminio (Poli cristalino)	NaOH	20%	40°C	HNO ₃ H ₂ O	90% 10%	90 V	ambiente
	H ₂ O	80%					

Cuando se trata de aluminio, éste debe lavarse, después de la etapa final, en una solución de 3% de HF y 20% de HNO₃ durante unos 10 segundos (para disolver impurezas); luego se vuelve a lavar con agua bidestilada y alcohol, y se seca.

La Fig. 4 muestra una estructura de celda en cobre fatigado con un esfuerzo de corte en el plano de deslizamiento y en la dirección de deslizamiento de 6 kg/mm², después de 120.000 ciclos.

En la Fig. 5 se ilustra una estructura de celda en aluminio después de un laminado de 200%. Nótese que el área de observación lograda es muy extensa.

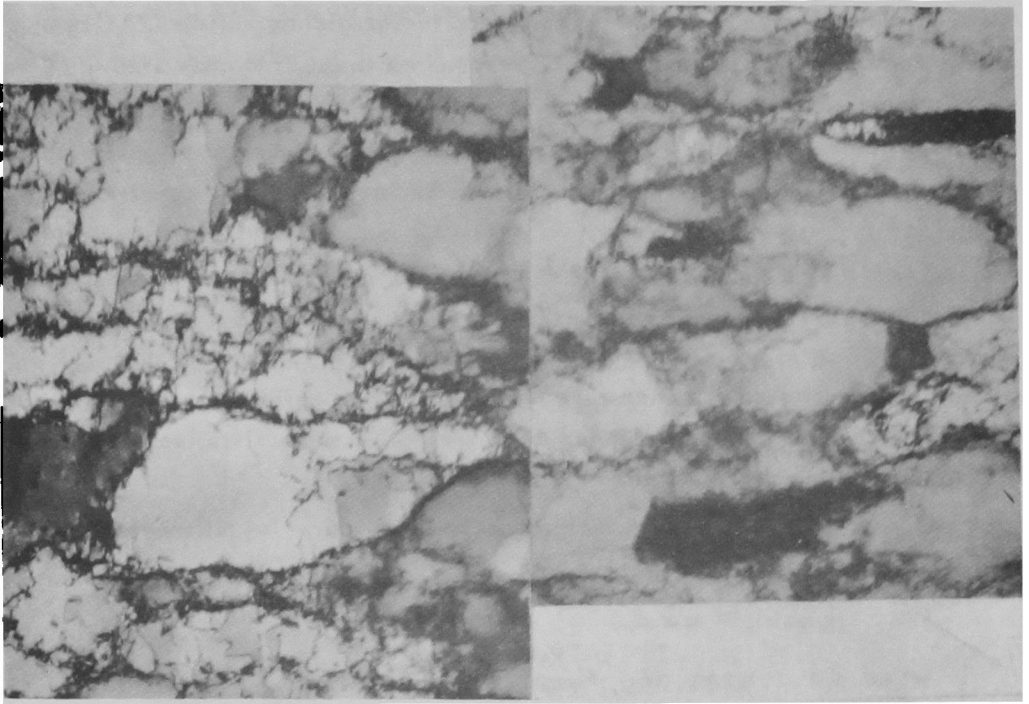


Fig. 4. Estructura de celdas a lo largo del plano (111) en un monocristal de cobre fatigado con un esfuerzo de corte según el plano y dirección de deslizamiento de 6 kg/mm^2 , con esfuerzos pulsantes, después de 120,000 ciclos.



Fig. 5. Cristalitas obtenidas después de una reducción de 200% por laminación en aluminio policristalino de 99,99% de pureza.

VENTAJAS DEL METODO

- a) Se elimina el uso de grillas portamuestras en el microscopio, permitiendo así una mayor área de observación.
- b) El chorro es vertical, lo que permite una posición cómoda de trabajo.
- c) El método es rápido en su etapa final (no más de 3 minutos).
- d) El tamaño del orificio no es una variable crítica.
- e) El control es fácil, y ofrece flexibilidad en cuanto al material a adelgazar.
- f) Se puede preseleccionar un plano requerido, para su examen a cualquier profundidad, controlando los tiempos de pulido.
- g) El área de pulido puede ser determinada previamente o durante el proceso, cambiando el diámetro de la aguja.
- h) Como el área de pulido puede ser reducida, los efectos de calentamiento que ocasionan oxidación y picaduras pueden ser disminuidos.
- i) La etapa de electropulido es de bajo costo, pues requiere un sistema que puede construirse con implementos comunes de laboratorio.

BIBLIOGRAFIA

1. HUGO, J.A & PHILLIPS, V.A., *Journal of Scientific Instrumentation*, vol. 40, 1963, p. 202.
2. TOMLINSON, H.M. (née Murphy), *Philosophical Magazine*, Ser. 8, vol. 3, Pl. 49, p. 867.
3. MCGUIRE, M.F. & FIORE, N.F., *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 236, Dec. 1966, p. 1753.
4. HIRSCH, P.B. et al., *Electron Microscopy of Thin Crystals*, Butterworths, 1965.
5. THOMAS, G., *Transmission Electron Microscopy of Metals*, John Wiley & Sons, Inc. 1962.

María Rosa MARRAPODI V.

Ari VARSCHAVSKY G.

Laboratorio de Metales del IDIEM