

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
NO 1	NO 1971

04.71.08

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

PREPARACION DE LAMINAS DELGADAS METALICAS
PARA MICROSCOPIA ELECTRONICA

M. Ipohorski

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina
1971

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

PREPARACION DE LAMINAS DELGADAS METALICAS
PARA MICROSCOPIA ELECTRONICA

M. Ipohorski

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina
1971

PREPARACION DE LAMINAS DELGADAS METALICAS

PARA MICROSCOPIA ELECTRONICA

M. Ipohorski

INTRODUCCION

La obtención de una buena muestra constituye el primer paso y, al decir de algunos autores, el más importante de toda experiencia de microscopía electrónica. Una "buena muestra" es fundamental tanto para obtener imágenes suficientemente claras sobre la pantalla, como para la posterior interpretación de las mismas.

Una muestra para microscopía electrónica es una lámina delgada de caras preferentemente paralelas, y superficie limpia. Esta última condición es también muy importante puesto que cualquier capa de material amorfo reduce la transparencia de la muestra por la difusión inelástica de electrones que produce. El espesor de la lámina puede estar comprendido entre unos 500 y unos 5000 Å según el material que se quiera observar. La transparencia de una lámina delgada cristalina depende del número atómico del material, por ejemplo para el uranio, la lámina no debe sobrepasar los 1000 Å, mientras que en el aluminio se pueden observar espesores del orden del micrón.

Las técnicas de pulido electrolítico son las que han sido más utilizadas para la preparación de láminas delgadas metálicas a partir de muestras macroscópicas. Actualmente se han perfeccionado estas técnicas y existen métodos rápidos que dan muy buenos resultados.

Trataremos a continuación los principios básicos de los procesos que intervienen en la preparación de muestras. La cantidad de métodos utilizados actualmente es muy grande y nos reduciremos a mencionar solamente los más usados. En particular nos detendremos para describir más en detalle dos métodos sencillos, que son los que se recomiendan a todo experimentador nuevo en la materia. Para técnicas más sofisticadas se remite al lector al Capítulo II del libro de Hirsch (*), y al Apéndice I del mismo donde se da una lista de soluciones de pulido y voltajes para una gran cantidad de metales y aleaciones.

(*) Hirsch P. B., Howie A., Nicholson R. B., Pashley D. W., Whelan M. J.,
Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworths, 1965.

Pulido Electrolítico

Una solución de pulido electrolítico consta esencialmente de un agente oxidante, que puede ser a su vez una combinación de varios componentes químicos, y un solvente de los productos de oxidación. Se suelen agregar también sales para aumentar la conductividad del electrolito, y agentes viscosos como la glicerina que tienen un efecto muy importante sobre el proceso de pulido, como veremos más adelante. No nos detendremos aquí en los detalles del mecanismo de pulido, que por otra parte no son todavía bien conocidos, sino que trataremos de resumir la influencia de las distintas variables en el proceso.

Conviene aclarar primero qué es lo que se entiende por "buen pulido" en microscopía electrónica. Se dice que una superficie es "lisa" cuando no contiene irregularidades superiores al micrón, pero puede tener micro-irregularidades que causan una baja reflectividad óptica. Este estado de la superficie, o en forma más general este tipo de pulido, se suele denominar "pulido mate", y no caracteriza una buena muestra para microscopía electrónica. Una superficie se dice "brillante" cuando no contiene estas micro-irregularidades, aunque no necesariamente tiene que ser lisa. Es la combinación de estas dos propiedades, brillo y suavidad, la que caracteriza un buen pulido electrolítico. Una lámina delgada que posee estas propiedades presenta un brillo especular característico.

La variación de la intensidad I con el voltaje V describe la performance de una celda electrolítica. Una curva típica I en función de V se representa en la Fig. 1 (a). La parte comprendida entre a y b corresponde a un ataque fuerte del ánodo. Este es el bien conocido ataque electrolítico (etch). La parte $c-d$ es el "plateau" de pulido en la cual el ánodo se pule rápidamente. Este plateau se presenta solamente si la superficie del cátodo es suficientemente grande respecto del ánodo (muestra). El pulido electrolítico convencional se lleva a cabo dentro de esta zona. Finalmente en la parte $d-e$ de la curva el pulido aún se mantiene pero la suavidad se puede ver afectada por el gran desprendimiento de burbujas del ánodo.

Desde el punto de vista químico, las etapas mencionadas de la curva de pulido se pueden asociar con la formación de películas o capas superficiales sobre el ánodo. Ya con muy bajas tensiones, parte a de la curva, se forma una película sólida que se mantiene hasta el punto c . Esta película, que es generalmente un óxido, es la responsable del brillo, o micropulido, de la superficie. Durante el proceso esta capa constantemente se disuelve y se vuelve a formar, Fig. 1 (b).

Otra capa anódica se forma cuando el potencial aplicado llega al plateau de la curva. Esta está compuesta por un fluido de alta viscosidad y gran resistencia eléctrica, que contiene una gran concentración de los iones que se van removiendo del ánodo. El espesor de esta capa es del orden del micrón y puede ser visible a simple vista en electrolitos transparentes. Esta capa es la responsable del macropulido, o sea del proceso de alisamiento de la superficie.

El papel preciso de la película sólida y de la capa viscosa sobre el proceso de pulido no se conoce bien. Pero el hecho cierto es que la acción simultánea de los dos es la que produce un buen pulido electrolítico de la muestra. En cuanto a la zona d-e de la curva, la evolución de gas rompe la capa viscosa y puede dar lugar a un picado (pitting) de la superficie, aunque ésta puede permanecer brillante.

La fuente de tensión continua más simple es una batería y uno o más reóstatos en paralelo. Este sistema se puede ajustar de manera de obtener un control fino de tensión en el rango deseado. Sin embargo tiene una pequeña desventaja. Después del primer momento de pulido es necesario volver a ajustar la tensión, puesto que en la primera parte del proceso se va formando la capa viscosa y, dada su gran resistividad, aumenta la resistencia total de la celda. Puede obtenerse un sistema de menor resistencia interna, y más estable, con un Variac y un juego de rectificadores tal como se esquematiza en la Fig. 2. La capacidad del condensador c se varía de acuerdo al filtrado que se desea obtener. En realidad, el "ripple" de la tensión continua final no se especifica en la mayoría de las investigaciones sobre pulido electrolítico, y es muy probable que éste sea el factor extra responsable de la no-reproducibilidad de ciertas técnicas de preparación de láminas delgadas.

Otro factor que podría afectar la calidad del pulido final de una muestra es el corte momentáneo de la corriente en la celda, que a veces es necesario efectuar por razones fortuitas. Incluso en algunos casos se recomienda hacer estos cortes en forma sistemática, sobre todo en las últimas etapas del pulido. Parece ser que de esta manera se mejora el ciclo de pasivación-oxidación en electrolitos que requieren condiciones muy específicas de tensión, composición o temperatura. Un dispositivo que cumple con estos requerimientos se esquematiza en la Fig. 3. La muestra se coloca entre dos electrodos independientes E, cada uno de los cuales está conectado a un potencial alterno no rectificado, proporcionado por un Variac y un reóstato. Una vez por cada ciclo se revierte el sentido del campo eléctrico, y esta interrupción en el proceso equivale a un corte cíclico de la corriente.

Una fuente de tensión mucho más refinada es el potencióstato. En este instrumento el potencial de la celda se mantiene constante a través de todo el ciclo de pulido, y produce excelentes resultados en el proceso de adelgazamiento. Se usa principalmente para preparar láminas delgadas a partir de muestras masivas, o de sustancias compuestas, como aleaciones con precipitados de una segunda fase. Pueden verse más detalles del funcionamiento de un potencióstato en el Apéndice de la "Introducción a la Corrosión de Metales", Dr. José R. Galvele, Departamento de Metalurgia, CNEA, Noviembre 1968.

En resumen hemos mencionado hasta aquí las principales variables que intervienen en el proceso de pulido electrolítico, y los distintos factores que pueden afectar la calidad del pulido final y la reproducibilidad del mismo. En cada caso particular conviene dedicar un cierto tiempo a establecer la verdadera influencia de cada uno de estos factores, hasta poner a punto una técnica que proporcione buenas muestras con un grado aceptable de reproducibilidad. Conviene tener en cuenta que la obtención de las

láminas delgadas para una observación al microscopio electrónico, puede representar el 50 %, o más, de toda la experiencia.

Electrolitos - No existen todavía criterios bien definidos para la elección del electrolito para pulir una sustancia de composición dada. Será necesario por lo tanto ensayar varios tipos en distintas condiciones antes de obtener un pulido apropiado. Sin embargo se conocen y están tabulados los electrolitos comúnmente usados para los metales puros y sus aleaciones simples. Una buena lista de ellos, así como de algunos otros datos auxiliares se detalla en la Tabla A.1.1 del libro de Hirsch. El electrolito para otro material se puede encontrar generalmente variando algunas de las características de las soluciones tabuladas. Por ejemplo para aleaciones diluidas de un nuevo elemento B en la matriz A, suele dar buen resultado la solución correspondiente al elemento A, al cual se le agrega una pequeña cantidad de una sustancia viscosa, como la glicerina. Esta última aumenta la viscosidad del electrolito y contribuye al incremento de la capa viscosa. Este método resulta también satisfactorio cuando el elemento A contiene grandes precipitados de B, aún cuando este último posea características electroquímicas diferentes de A.

La temperatura es otro factor muy importante, ya que un incremento no controlado de la misma aumenta la reactividad del electrolito, y por lo tanto la velocidad de pulido. Además la disminución de la viscosidad empeora la calidad del pulido. Por eso en muchos electrolitos se especifica claramente el rango de temperaturas en el cual es efectivo. Una disminución de la temperatura incrementa la viscosidad y produce un mejor pulido, aunque todo el proceso sea más lento. Un electrolito que produce microataque a temperatura ambiente puede llegar a ser efectivo si se rodea la celda con una mezcla de agua y hielo.

A continuación pasaremos a describir algunas de las innumerables técnicas de pulido electrolítico, poniendo especial atención en las dos más simples, la técnica de la ventana y la técnica del disco.

Técnica de la Ventana - Conviene utilizar este método cuando se dispone de una buena cantidad del material, en forma de láminas policristalinas. El espesor de partida no tiene demasiada importancia, pero por razones prácticas conviene que sea inferior a 0.5 mm. Se corta una muestra cuadrada o rectangular, por ejemplo de 2 cm x 1 cm, y se pintan los bordes con una laca aislante (barniz, resina epoxi), dejando en el centro una "ventana" de área 0.5 - 2 cm², tal como se muestra en la Fig. 4 (a). Conviene que los bordes verticales de la laca no sean coincidentes. La muestra así preparada se comienza a pulir en una celda convencional, con un cátodo en forma de "U". Debido a la formación de la capa, que como hemos dicho tiene gran resistencia eléctrica, el pulido progresa más rápidamente en la parte superior. El espesor de la capa se hace mayor en la parte inferior de la muestra, y la velocidad de pulido

allí es menor. El pulido se continúa hasta que se perfora la parte superior de la ventana, Fig. 4 (b). Entonces se da vuelta la muestra, y se pule hasta que se perfora el otro extremo, Fig. 4 (c). La parte comprendida entre las dos perforaciones es lo suficientemente delgada como para poder ser observada por transmisión en el microscopio electrónico. Si por alguna razón (demasiado espesor original de la lámina de partida), ésta resultara demasiado gruesa se puede barnizar nuevamente uno o los dos nuevos bordes horizontales, y volver a repetir el pulido. La parte más crítica de todo el proceso es decidir cuándo dar vuelta la muestra, y hasta cuando continuar el pulido una vez que apareció la segunda perforación. En general conviene seguir puliendo hasta que la mitad de la superficie de la ventana ha sido disuelta. También conviene efectuar esta segunda parte del proceso en un electrolito lento, por ejemplo bajando la temperatura del anterior, para que el pulido sea más controlable. Con un bisturí o una hoja de afeitar se cortan entonces muestras de unos 2 mm x 2 mm que luego se colocan entre dos grillas en el portamuestras del microscopio.

Finalmente mencionaremos una variante de la técnica de la ventana que es el llamado método de Bollmann. La secuencia de operaciones a seguir en este caso se indica en la Fig. 5. Primero, con un par de cátodos de punta situados muy cerca de la muestra se pule la muestra de manera preferencial en la zona central, Fig. 5 (a). Se continúa el proceso hasta que ésta se perfora, Fig. 5 (b). Entonces se separan los electrodos de manera que el efecto preferencial de punta ya no sea apreciable. Se vuelve a pulir hasta que se perfora el borde superior, tal como ocurre en el método de la ventana clásico. Se suspende el pulido en el momento en que las dos perforaciones se han unido, o un poco antes. De la región marcada con un cuadrado en la Fig. 5 (c) se cortan las láminas delgadas y se montan, como antes, entre dos grillas.

Existen muchas otras variantes del método de la ventana, que se pueden consultar en la bibliografía. Todas ellas se basan en un principio de pulido preferencial, ya sea por variación de la geometría de los cátodos en la celda, o por la existencia de la capa viscosa. Pero en general, volvemos a insistir, se aconseja intentar primero la técnica simple de la ventana, o el método del disco, que describiremos más adelante, antes de pasar a técnicas más complicadas.

Técnicas de Pulido Rápido - En los últimos años se han desarrollado técnicas que permiten obtener láminas delgadas a partir de muestras masivas en muy pocos minutos, sin que la calidad del pulido se vea disminuida.

En general se trabaja con densidades de corriente y voltajes más bien altos, condiciones que corresponden a la zona d-e de la curva de pulido, Fig. 1 (a). Una agitación muy fuerte del electrolito remueve las burbujas de gas que se forman en el ánodo y además lo mantiene frío.

El primer método de pulido rápido fué diseñado por Mirand y Saulnier. El mismo principio es utilizado actualmente en los equipos comerciales Disa Electropol. La

muestra original, en forma de lámina, es apretada contra un diafragma de teflón, o algún otro aislante, Fig. 6. Una pequeña bomba centrífuga hace circular el electrolito entre el ánodo y el cátodo, y el pulido se efectúa hasta un poco antes que la muestra quede totalmente destruída. Las láminas delgadas se obtienen cortando pedazos de lo que ha quedado de la muestra, o sino se recuperan algunos de los restos que arrastró el electrolito. Esta técnica se utiliza actualmente en una gran variedad de materiales aunque no es aplicable cuando el electrolito ataca la muestra sin potencial aplicado.

Más referencias se pueden encontrar en el trabajo original Mirand P. y Saulnier A., 1958, C.R. Acad. Sci.- Paris 246, 1688.

Método del Disco - El método de la ventana descrito anteriormente, o su variante la técnica de Bollmann, pueden tener un pequeño inconveniente. El manipuleo de la muestra después del pulido, que incluye cortes con un bisturí, y el fijado de las láminas en el portamuestras del microscopio, introduce, por más cuidado que se tenga, una cierta cantidad de defectos dentro de la lámina delgada. Además de posibles dislocaciones introducidas de esta manera, una pequeña deformación elástica produce los llamados contornos de extinción, que son líneas oscuras que cruzan la imagen electrónica en distintas direcciones, y que dificultan la observación de la muestra. Si se desea tener un control más estricto sobre los defectos introducidos durante la preparación de la muestra, se recomienda usar el método que llamaremos del disco, que no requiere la construcción de dispositivos complicados, y que se detalla a continuación.

Primeramente es necesario obtener pequeños discos del material a observar, de 0.3 mm de espesor y 3 mm de diámetro, este último valor para el microscopio Philips EM 300. El diámetro de los discos para el Siemens Elmiskop es de 2.3 mm. Si el material es policristalino se puede partir de chapas de 0.3 mm de espesor y obtener los discos con un sacabocado. Por supuesto luego habrá que recocer los mismos para eliminar la gran deformación así introducida.

Si se trabaja con monocristales, o material que por alguna razón no puede ser recocido posteriormente, el método más rápido para obtener los discos es la electroerosión. Recomendamos entonces, para un trozo de monocristal o una pieza masiva, de los cuales se quieren obtener láminas delgadas, seguir esta serie de operaciones:

- 1) Se pega el cristal sobre una base adecuada de hierro o latón. Se puede usar cualquier adhesivo siempre que éste sea conductor. El más sencillo de preparar en el laboratorio es una mezcla de "pegatodo" con grafito en polvo (filtrado a través de una malla 150 o 200). Si esta mezcla resultara muy espesa se le pueden agregar unas gotas de acetona.
- 2) Se monta la base con el cristal adherido en la máquina de electroerosión, y con el dispositivo de alambre se corta una lámina de caras aproximadamen-

te paralelas, de unos 0.5 mm de espesor.

- 3) Se despega esta lámina, sumergiendo el conjunto en acetona durante 1 o 2 horas.
- 4) La operación siguiente es el "aplanado". Se pega la lámina cortada sobre una superficie plana, y con la herramienta de "aplanado" de la máquina se alisa la superficie libre de la lámina hasta que desaparecen todas las rugosidades del corte. Entonces se despega la lámina, se da vuelta, se vuelve a pegar, y se aplanan la otra cara, hasta que el espesor de la lámina llegue a unos 0.3mm. Si el corte con alambre fue suave y no dejó grandes rugosidades, la operación de aplanado se puede surpimir.
- 5) Se vuelve a pegar la lámina aplanada sobre otra plataforma metálica y con una herramienta en forma de cilindro se cortan finalmente los discos de 3 mm de diámetro. Generalmente éstos se desprenden por sí solos una vez finalizado el corte, y no es necesario volver a sumergir la lámina en acetona para despegarlos. También se pueden invertir las operaciones de corte de discos 5) y aplanado 4).

Conviene aclarar que las muestras finales no tienen porqué ser necesariamente de forma circular. Si no se dispone de la herramienta cilíndrica para esta última operación, se puede volver a utilizar el dispositivo de alambre y cortar la lámina ya aplanada en pequeños trozos cuadrados cuya diagonal no sea más larga que 3 mm, o 2.2mm de lado. Pero en este caso las muestras, una vez pulidas, no podrán utilizarse directamente en el portamuestras del microscopio, sino que tendrán que estar colocadas entre dos grillas.

Pulido Preliminar Rápido

La operación siguiente es el adelgazamiento preliminar de la zona central del disco (dishing o jetting). Existen varias formas de hacerlo. Una de ellas es el primer pulido que se efectúa con los dos electrodos en punta en el método de Bollman, ya descrito.

Ahora bien, un dispositivo muy sencillo, de fácil construcción, y que generalmente da buenos resultados, es el que se esquematiza en la Fig. 7 (a). Un recipiente de vidrio, de 1000 cc aproximadamente, situado en la parte superior, contiene el electrodo. La columna siguiente, de aproximadamente 80 cm de longitud, está hecha de tubo de vidrio, con algunas secciones de tubo plástico, para permitir un cierto movimiento de la misma. Conviene también colocar una llave de vidrio. En la parte final se introduce un pequeño cilindro de acero inoxidable, de unos 25 mm de longitud y

10 mm de diámetro, en el que se ha hecho un agujero de 1 mm de diámetro. Si toda la columna está llena de electrolito, sin burbujas de aire, la velocidad de salida es proporcional a la altura total del líquido. Se tiene así un chorro de electrolito (jet) que se va renovando continuamente.

Los discos a pulir se colocan sobre un soporte metálico, que puede ser una malla de acero inoxidable, o una chapa perforada, Fig. 7 (b). Incluso puede hacerse una pequeña depresión en la misma, de manera que el disco calce sin posibilidad de movimiento. Este soporte metálico, que se sitúa por debajo de la salida del chorro de electrolito, está fijo a un sistema de cremalleras o colisas que permiten desplazarlo según los tres movimientos x , y , z , controlados por tres tornillos independientes. El movimiento vertical según z permite variar la distancia entre el cilindro y la muestra, o sea la longitud libre del chorro de electrolito. Para una tensión dada, este movimiento permite variar la densidad de corriente sobre la muestra. Los otros dos desplazamientos x e y , permiten ajustar ligeramente la posición de la muestra durante la operación de adelgazamiento de manera que el chorro caiga siempre sobre el centro del disco. Este pulido preliminar puede durar entre unos 30 seg. y unos 5 min. por cada lado. En general conviene calibrar el dispositivo fijando la tensión y la corriente, para un espesor dado de la muestra, y registrando entonces el tiempo mínimo, por cada lado, necesario para que se produzca la perforación en el centro. Si en otra muestra de igual espesor se repite esta operación, reduciendo este tiempo, digamos en un 10 ó 15 %, se tendrá entonces un disco doblemente cóncavo, cuyo espesor en el centro será de unas pocas centésimas de milímetro. Para muestras de diferentes espesores se aumenta o reduce el tiempo de adelgazamiento en forma proporcional.

Si por alguna razón no se quiere adelgazar ambas caras del disco, se puede pulir solamente una de ellas, dejando la otra plana. Pero en este caso habrá que tener cuidado en el manipuleo posterior, puesto que la forma de la muestra ya no es doblemente cóncava. La porción adelgazada está desplazada hacia el lado de la cara sin pulir, y puede exponerse más fácilmente a alguna deformación involuntaria.

Pulido Final

La etapa siguiente es el pulido final, Fig. 8. Pueden ensayarse aquí distintos tipos de electrodos. Lo único importante es elegir un electrolito conveniente, y una tensión adecuada en la celda electrolítica, de manera de obtener un pulido final lento, perfectamente controlable, que no produzca micro-ataque (micro-etching).

Conviene sujetar el disco con unas pequeñas pinzas de oro, platino o acero inoxidable, según el caso, y cuidar de que la muestra quede sumergida por lo menos 1 cm dentro del electrolito, para evitar efectos preferenciales.

A medida que progresa el pulido, el espesor en el centro del disco será cada vez

menor, hasta que finalmente se producirá un agujero, de forma aproximadamente circular. En el preciso momento en que aparece este agujero se interrumpe el pulido, se lava la muestra en un baño apropiado para remover los restos de la capa viscosa, y se monta en el portamuestras del microscopio. La porción de muestra en forma de cuña, que rodea al agujero constituye finalmente la lámina delgada para la observación por transmisión. El borde exterior del disco protege apreciablemente la zona central delgada contra posibles deformaciones (*), y permite así un manipuleo más seguro de la muestra. En general conviene que la cuña sea de bajo ángulo para poder tener una amplia región disponible para la observación. Esto se puede lograr efectuando el adelgazamiento preliminar con el máximo diámetro del chorro, compatible con las dimensiones del disco.

También, para un diámetro fijo del chorro, el ángulo final de la cuña es menor cuanto menor el espesor inicial del disco. Lo mismo sucede cuando el pulido final ha sido largo, es decir cuando se ha dejado un espesor relativamente grande en el centro del disco. También se puede disminuir la cuña dando vuelta la muestra aproximadamente en la mitad del proceso de pulido final, pues tal como se explicó al tratar la técnica de la ventana, el pulido es siempre más rápido en la parte superior de la muestra.

Digamos también que un defecto muy común del pulido final de las láminas, es el "picado". En la imagen electrónica se observan pozos o depresiones de la superficie, de formas generalmente geométricas. A veces estas depresiones pueden atravesar la lámina de lado a lado, especialmente en las zonas más delgadas. No es fácil establecer un criterio general acerca de las causas del picado, pero en estos casos recomendamos intentar algunas de las siguientes correcciones:

- 1) Bajar la temperatura del electrolito utilizado en el pulido final.
- 2) Agregar algún agente viscoso a la solución, como la glicerina.
- 3) Aumentar la tensión de pulido. Es posible que se esté trabajando, sin advertirlo, en la zona de ataque a-b de la curva de pulido, Fig. 1 (a).
- 4) Preparar la solución de pulido en el momento. Algunos electrolitos pueden reaccionar si se los deja un cierto tiempo antes de usarlos.

(*) Si se trabaja con monocristales, o si se quieren disminuir al máximo las deformaciones introducidas durante el montaje de la muestra en el portamuestras del microscopio, recomendamos no utilizar el dispositivo de Philips para colocar el aro de fijación. En efecto, éste llega a tocar la muestra durante la operación, y puede deformar apreciablemente la lámina delgada. Con dos pinzas de punta muy fina, y un poco de habilidad, se puede hacer deslizar el anillo hasta calzar en la canaleta correspondiente, sin tocar en ningún momento la muestra.

- 5) Utilizar reactivos provenientes de otra partida. A veces una variación en el contenido de impurezas residuales puede cambiar las características de un electrolito dado.
- 6) No cortar la tensión en la celda electrolítica antes de retirar completamente la muestra de la solución. Esto se aplica principalmente para electrolitos que atacan químicamente la muestra.

En conclusión, los principios básicos involucrados en la preparación de muestras metálicas para microscopía electrónica son muy sencillos, y las técnicas experimentales admiten todas las variantes que el experimentador quiera introducir. De todas maneras, en cada caso será necesario poner a punto una técnica particular, y dedicar un cierto tiempo para llegar a obtener buenas muestras. Igualmente tomará un cierto tiempo adquirir la práctica del manipuleo de las láminas delgadas entre el primer pulido y su colocación en el portamuestras del microscopio.

Finalmente daremos una lista de los electrolitos utilizados en la obtención de láminas delgadas de Cu, Al, Mg, y una aleación Ag-50 % Cd, que se han ensayado satisfactoriamente en el laboratorio.

Pulido del Cobre

Método: disco

Pulido Preliminar:

20 % ácido ortofosfórico
80 % agua

Tensión: 100 a 150 volt

Corriente: 50 a 200 mA

Pulido Final:

50 % ácido ortofosfórico
50 % agua destilada

Cátodo de Cu, en forma de U

Tensión: 1,5 volt

Temperatura: inferior a la ambiente

Lavar sucesivamente en cuatro o cinco recipientes de agua destilada.

Pulido del Aluminio

Método: disco o ventana

Pulido Preliminar (disco):

20 % ácido perclórico (densidad 1,54)
80 % alcohol etílico

Tensión: 100 volt

Corriente: 50 a 100 mA

Lavar en alcohol metílico.

Pulido Final (disco o ventana):

10 % ácido perclórico
20 % glicerina
70 % alcohol etílico

Cátodo de aluminio o acero inoxidable, en forma de U.

Tensión: 6 volt en circuito abierto, 4 volt bajo carga

Corriente: 50 mA

Temperatura: 0°C o inferior

Lavar sucesivamente en cuatro recipientes con alcohol metílico.

Pulido del Magnesio

Método: disco

Pulido Preliminar:

8 % ácido acético
2 % ácido nítrico
90 % alcohol metílico

Tensión: 150 volt

Pulido Final:

10 % ácido perclórico
20 % glicerina
70 % alcohol etílico

Cátodo de acero inoxidable

Tensión: 10 volt

Temperatura: 0°C o inferior

Recomendación: no cortar nunca la tensión estando la muestra dentro del electrolito.

Lavar sucesivamente en cuatro o cinco recipientes de alcohol etílico.

Pulido de Ag-50% Cd (A. Sarce)

Método: disco

Pulido Preliminar:

10 % ácido perclórico
90 % butilcellosolve

Tensión: 120 volt

Corriente: 250 mA

Pulido Final:

Solución A 10 % Cianuro de potasio
90 % agua destilada

Solución Final 20 % amoníaco
80 % Solución A

Cátodo de acero inoxidable

Tensión: 6 volt

Corriente: 200 mA

Temperatura: alrededor de -70°C . La celda electrolítica se rodea con una mez
cla de hielo seco y alcohol.

Lavar sucesivamente en cuatro o cinco baños de alcohol etílico.

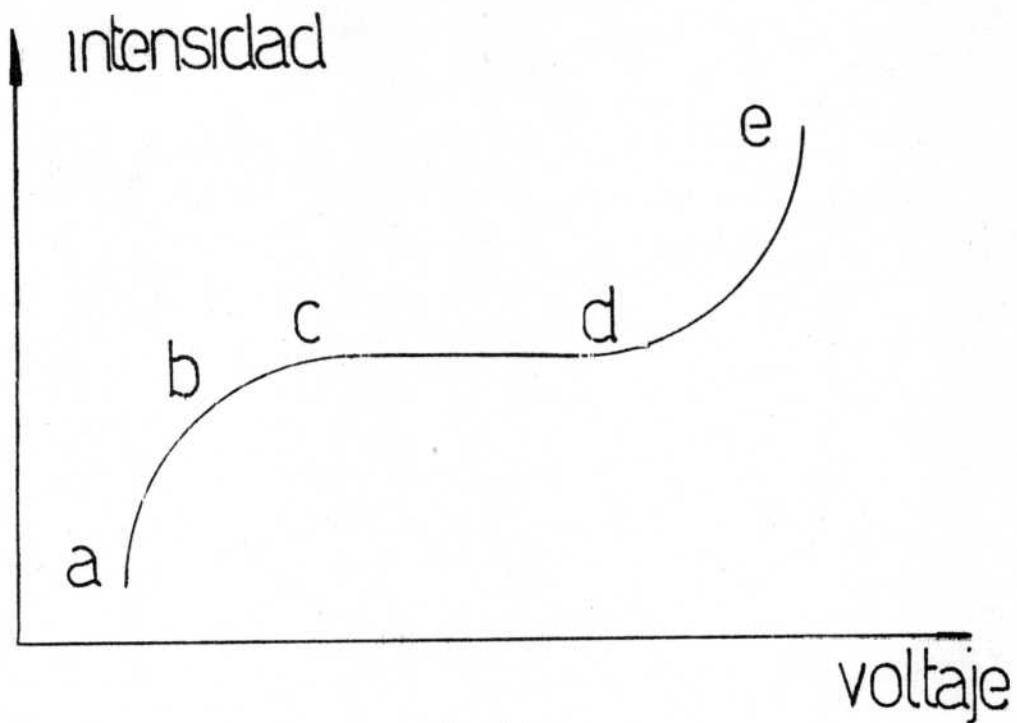


Fig. 1 (a)

Variación de la intensidad con el voltaje en una celda electrolítica.
La región c-d corresponde al "plateau" de pulido.



Fig. 1 (b)

Películas superficiales que se forman en el ánodo
durante el pulido electrolítico.

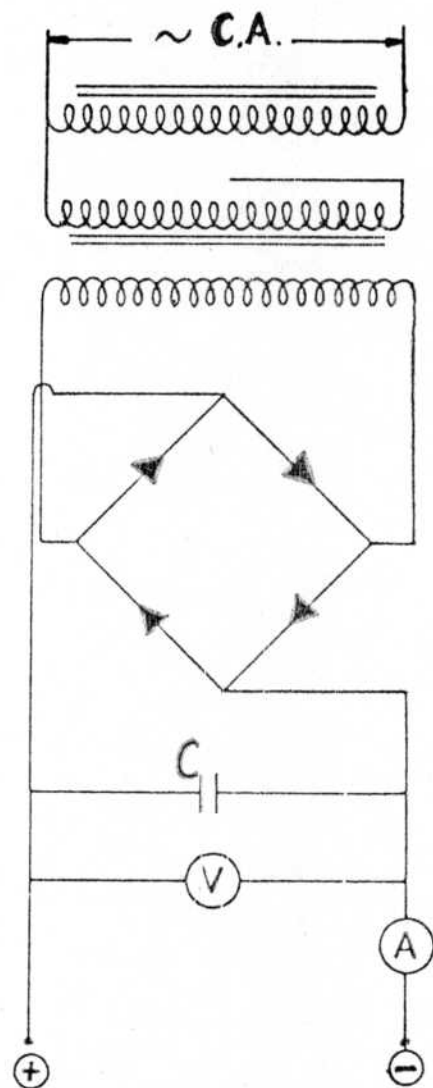


Fig. 2

Fuente de tensión continua variable para pulido electrolítico.

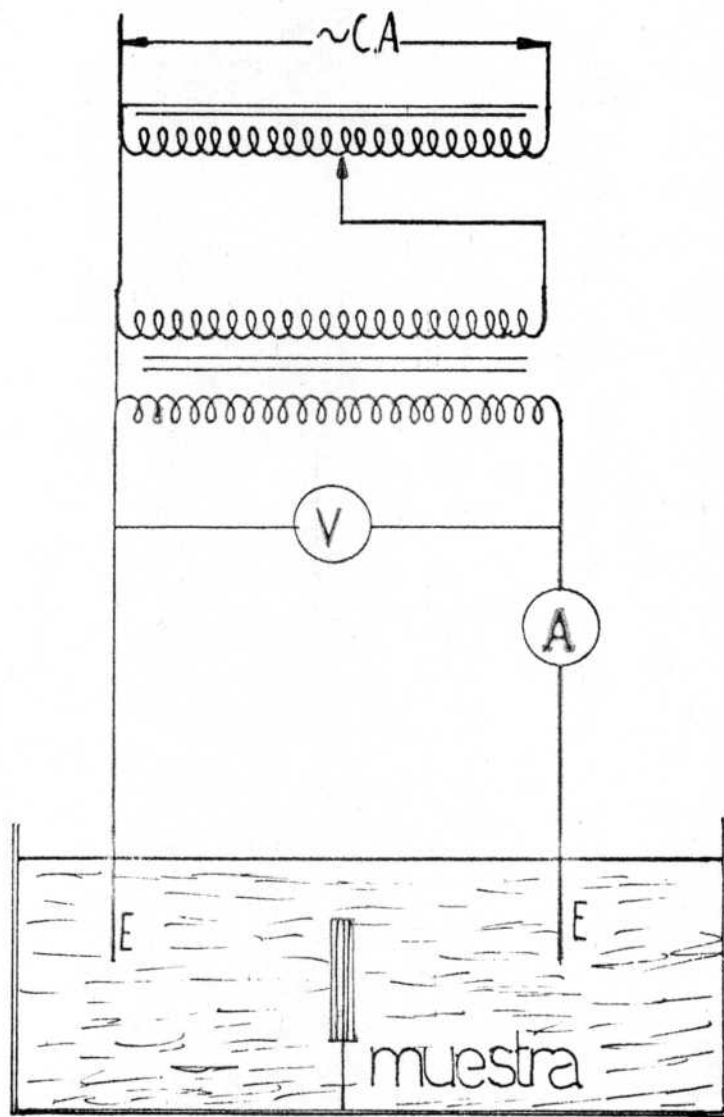
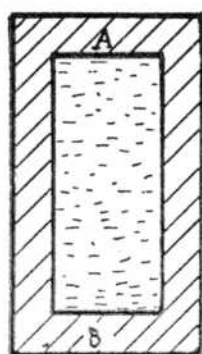
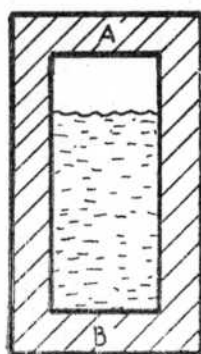


Fig. 3

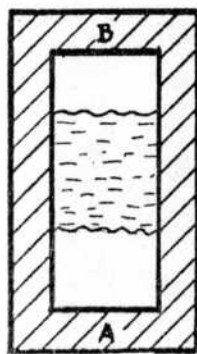
Fuente de tensión variable alterna para pulido electrolítico.



(a)



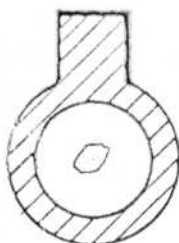
(b)



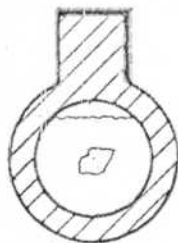
(c)

Fig. 4

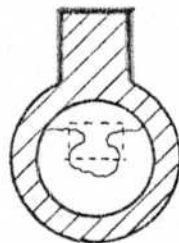
Técnica de la Ventana



(a)



(b)



(c)

Fig. 5

Técnica de Bollmann

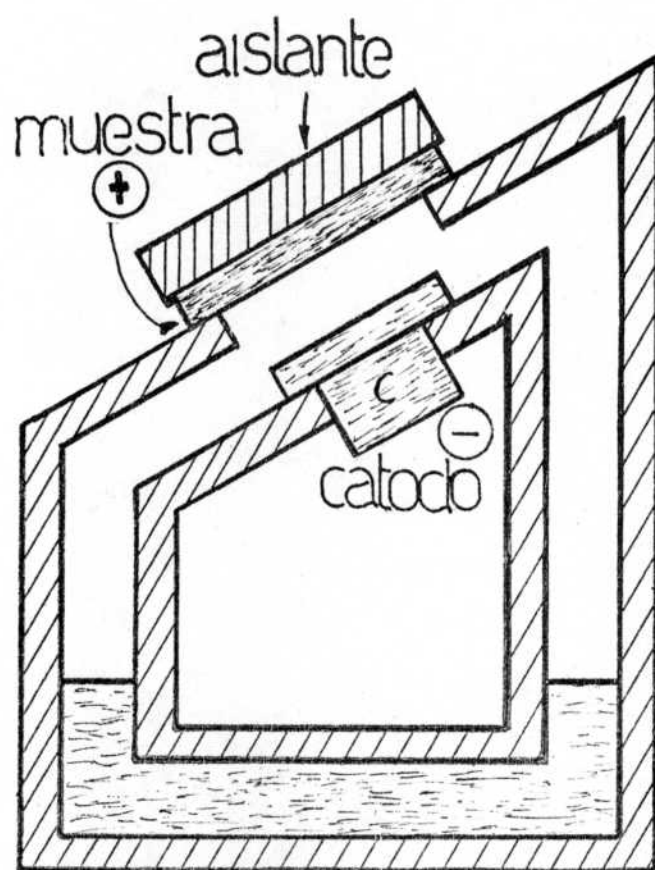


Fig. 6

Esquema del método de pulido rápido diseñado por Mirand y Saulnier, utilizado actualmente en los equipos Disa-Electropol.

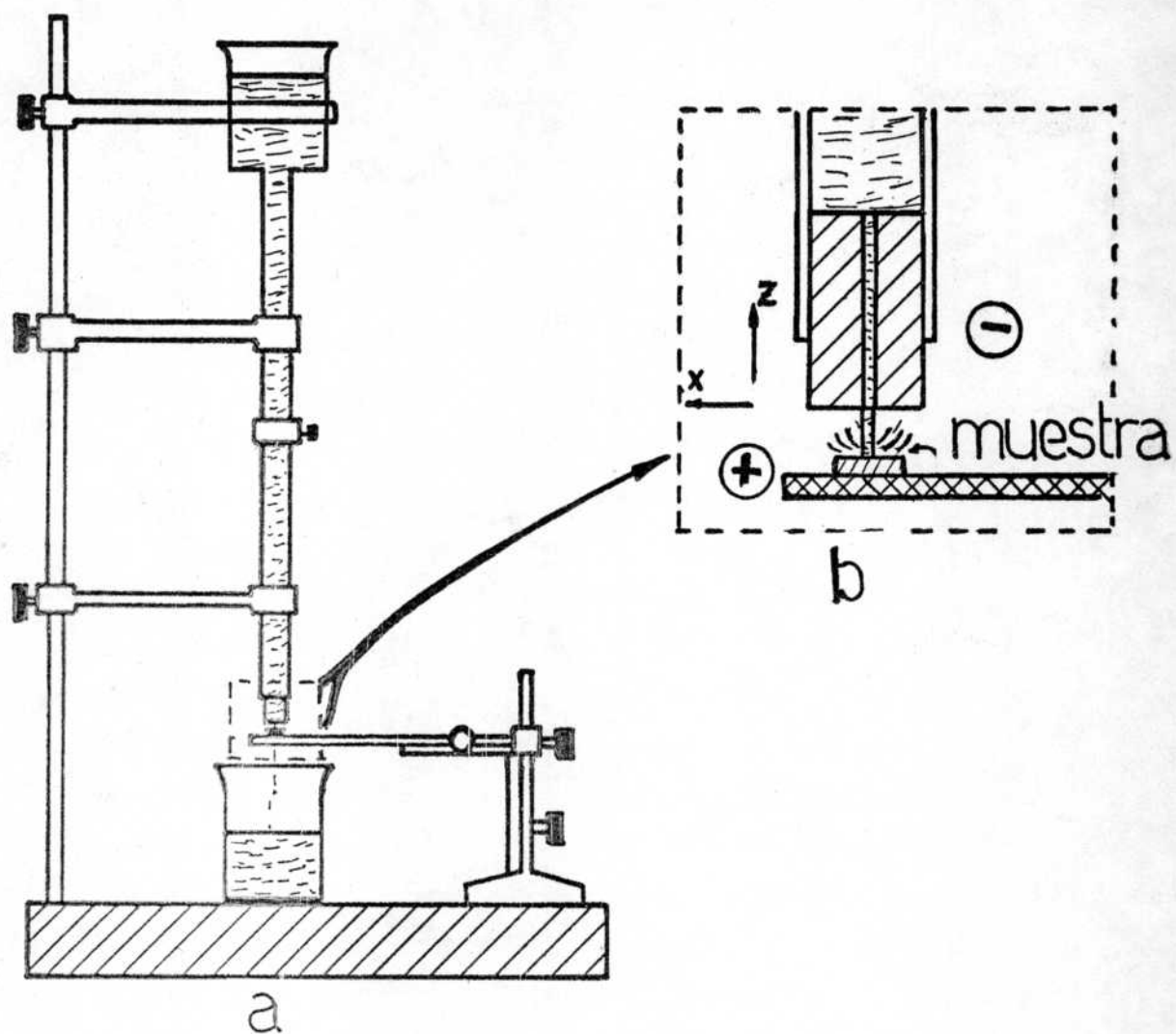


Fig. 7

Esquema del método de pulido preliminar rápido.

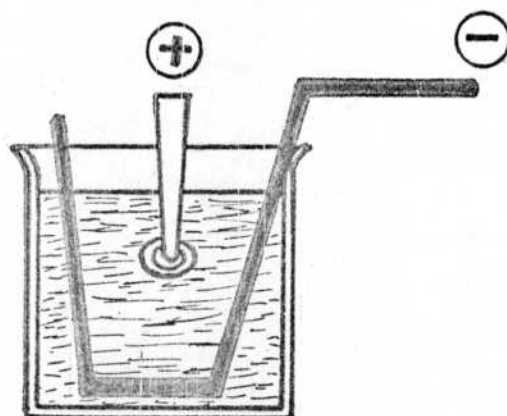


Fig. 8

Pulido final de los discos.