

PREPARACION EN SECCION TRANSVERSAL DE ACERO AUSTENITICO IRRADIADO  
CON Ni<sup>++</sup> PARA SU OBSERVACION POR M.E.T.

Arturo García Bórquez

SUB.I.C.A.-I.M.P. 07730 México 14 D.F.  
Y E.S.F.M.-I.P.N. 07300 MEXICO 14 D.F.

Se describen las diferentes etapas del método de preparación en sección transversal: electrodepositado, corte en sección transversal, electropulido local y electropulido final. Como un ejemplo de aplicación, se presenta la imagen en sección transversal de un acero austenítico irradiado con iones de Ni de 3.66 Mev, tomada mediante microscopía electrónica de transmisión (MET); demostrándose que la región de daño se extiende hasta una profundidad de 1.5 micrómetros.

#### INTRODUCCION

La preparación en sección transversal para MET ofrece un potencial enorme de investigación, no solo para el estudio de daños por irradiación, sino también para análisis de semiconductores<sup>4</sup> (Garulli-1985<sup>2</sup>, Minagawa-1985<sup>6</sup>, Harris-1986<sup>4</sup>), estudios de interfases (Rigsbee-1985), problemas de corrosión y difusión, etc.

En estudios de daño por irradiación, el método fue primeramente publicado por Spurling y Rhodes<sup>12</sup> en 1972, quienes lo aplicaron al estudio de acero inoxidable irradiado con protones. Narayan y co. en 1979 lo aplicaron a cobre y sus aleaciones, Whitley<sup>13</sup> en 1979 al estudio de níquel, Shiraishi<sup>10</sup> en 1982 y Sindelar<sup>10</sup> en 1984 lo utilizaron de nuevo en aceros reduciendo la temperatura de electrodepositado.

En el presente trabajo, se describe una forma original de electropulir localmente y en la etapa de electrodepositado, se combinaron esencialmente las ideas reportadas por Hamada<sup>3</sup> (1986) y Sinkle<sup>11</sup> (1986) con algunas modificaciones que en su oportunidad se mencionan.

#### I. METODO DE PREPARACION EN SECCION TRANSVERSAL.

En general, la idea del método es engrosar la muestra (electrodepositado) originalmente del orden de 100  $\mu\text{m}$ ., hasta obtener mínimo 3 mm. de grosor, para poder realizar luego un corte transversal y en él a su vez, el corte de un disco conteniendo a la muestra original en su diámetro de 3 mm. (figura 1).

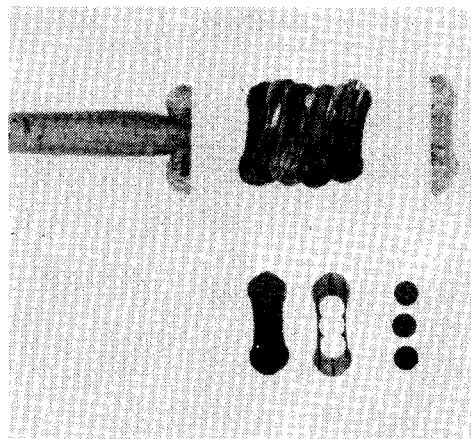


Fig. 1 Secuencia de cortes en una muestra electrodepositada. Los discos finales (parte inferior derecha) tienen 3 mm de diámetro y 100  $\mu\text{m}$  de grosor.

##### 1.1 Electrodepositado de níquel.

Antes del electrodepositado, la muestra se limpia con acetona y ultrasonido durante 10 min.; además, se mantiene por 10 seg. en la solución de Wood (180 gr NiCl<sub>2</sub> + 93 gr HCl + 750 ml H<sub>2</sub>O tridestilada), a temperatura ambiente y con una corriente de 30 mA/cm<sup>2</sup> con la muestra como ánodo, para liberarla de posibles óxidos. Intercambiando la polaridad (muestra como cátodo) y con una corriente de 30 mA/cm<sup>2</sup>, se mantiene en la misma solución por espacio de 2 hr., esto siempre bajo un burbujeo de He, que arrastre el hidrógeno desprendido en el proceso. Este paso permite

el depositado de una capa fina de níquel sobre la superficie del acero. La muestra se traslada ahora rápidamente a la solución de Watt (300 gr  $\text{Ni}_2\text{SO}_4$  + 60 gr  $\text{NiCl}_2$  + 43 gr  $\text{H}_3\text{BO}_3$  + 2 gr  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$  + 1000 ml  $\text{H}_2\text{O}$  tridestilada) previamente preparada a 60 °C y un pH de 4.5, donde se mantiene por 5 min. sin aplicar corriente con el fin de limpiar la superficie de una posible oxidación durante el traslado. A continuación, se aplica una corriente de 30 mA/cm<sup>2</sup> con la muestra como cátodo durante las primeras 20 hr. pudiendo después aumentarla paulatinamente hasta 200 mA/cm<sup>2</sup>. En estas condiciones se mantuvo durante un promedio de 100 hr. hasta obtener 4 mm de grosor (40 um/hr), siempre bajo un burbujeo fino de He y controlando la acidez de la solución cada 8 hr. con un medidor de pH. Si la variación del valor de pH es mayor a 0.5, se agrega NaOH para subirlo y ácido bórico para bajarlo, seguido por una fuerte agitación para homogeneizar de nuevo la solución. El nivel de la solución se mantiene por un dispositivo de goteo de agua tridestilada, controlado para compensar las pérdidas por evaporación y formación de espuma. A la solución de watt se agrega  $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}$  como sustancia humectante para lograr una mejor adherencia del electrodepositado. El equipo de electrodepositado se muestra en la figura 2.

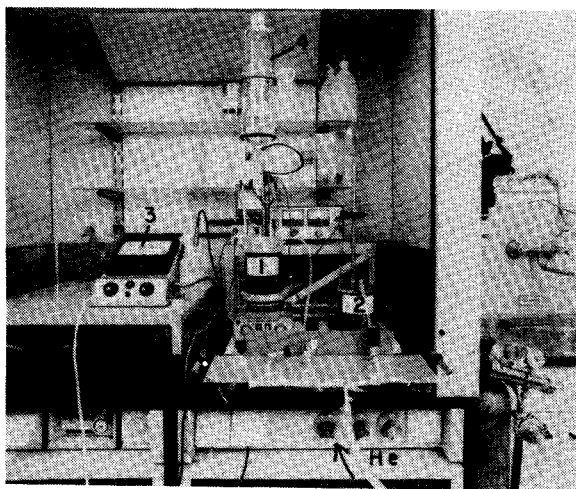


Fig. 2 Equipo de electrodepositado para níquel. 1) baño de Wood, 2) baño de Watt, 3) medidor de pH y 4) sistema de goteo.

### 1.2 Corte en sección transversal, pulido mecánico y fabricación de discos.

Los cortes en sección transversal se realizan con una sierra de diamante de baja velocidad dejando un grosor entre 300 y 400 um. para evitar tensiones y pandeamientos en el corte. Después se pulen mecánicamente con un pulidor de precisión hasta 100 um. de grosor en papel fino de 800, 2000 y 4000. De aquí, se le da un pequeño ataque en una solución de nital ( $\text{HNO}_3$  al 5% en metanol) para hacer visible la franja de acero inmersa en el níquel. Una vez visible la franja,

se puede centrar con facilidad en el cortador de discos de precisión para diámetros de 3 mm. (figura 1).

### 1.3 Electropulido local.

Esta etapa de la preparación en sección transversal tiene como finalidad lograr las zonas observables, es decir la perforación del electropulido final, justo en la zona de interés. Existen varias ideas reportadas para lograr esto, entre ellas el uso de laca y tenupol aplicado por Sindelar y co.<sup>11</sup> (1986)<sup>3</sup> o el método de aguja empleado por Hammada (1986). Una forma más práctica que se empleó en este trabajo consiste del uso de cinta adhesiva transparente para reemplazar la laca protectora y el método de unijet descrito por Lee (1979) que es mucho más suave y controlable que el tenupol.

Para muestras irradiadas con iones de níquel, la zona de interés se encuentra de 0 a 2 um. de profundidad y a todo lo largo de la superficie irradiada, de modo que se colocan dos tiras de cinta adhesiva transparente paralelas a dicha superficie. Esto se logra con gran precisión y paralelidad empleando un microscopio metalográfico invertido.

Como electrolito en el dispositivo unijet se emplea  $\text{HClO}_4$  al 10% en ácido acético y a temperatura ambiente.

El ancho y la profundidad del canal se calibran bajo el siguiente criterio. Entre más reducido es el ancho, más pronunciada la concavidad del canal y entre más extendido la perforación final se deslocaliza más. La profundidad del canal debe ser tal que no desaparezca antes de la creación de la perforación del electropulido final, pero una profundidad excesiva lleva de nuevo a una concavidad tal que deja pendientes muy pronunciadas en la muestra y por ende zonas demasiado gruesas difíciles de observarse por MET. Bajo estos compromisos y después de varios ensayos de prueba y error se determinó que para muestras de 100 um. de grosor, un ancho de 100 um. y una profundidad de 15 um. formaban un buen canal para el electropulido final. Lo anterior se logra con 20 seg de electropulido local.

### 1.4 Electropulido final de doble jet.

En un dispositivo de doble jet comercial (tenupol de la Struers), se montan las muestras prepulidas localmente, para ser ahora electropulidas hasta la perforación. El electrolito empleado es  $\text{HNO}_3$  al 20% en metanol a una temperatura de -30 °C y el diámetro del soporte de la muestra es de 2.3 mm. La duración del electropulido es normalmente de 2 a 3 min. para muestras de 100 um. de grosor y prepulidas por la forma descrita en la secc. anterior.

## 2. APLICACION

Muestras de acero inoxidable (austenítico), previamente calentado por una hora a 1100 °C para disolver toda precipitación y recuperar por completo el material de dislocaciones, fueron sometidas a un bombardeo de iones de Ni de 3.66 MeV de energía, a 500 °C y bajo un vacío de  $10^{-7}$  mbar. Una de estas muestras puede observarse en la figura 3 después de preparada en sección transversal y donde puede apreciarse la región de daño en toda su profundidad.

La dosis acumulada fue de 330 dpa, según cálculos realizados con el programa TRIM<sup>1</sup>.

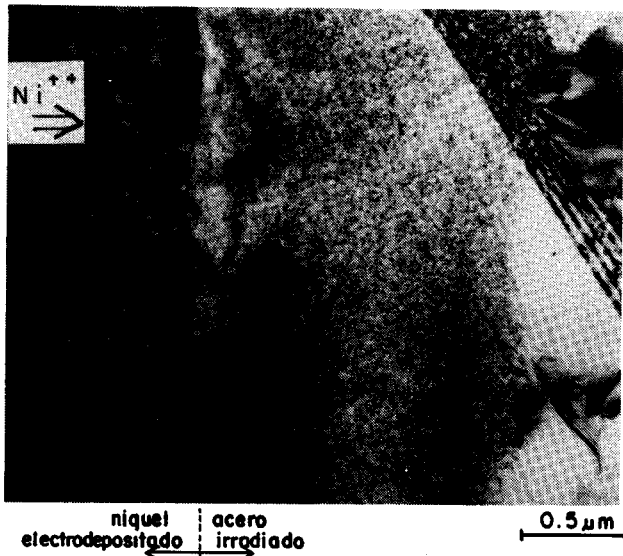


Fig. 3 Muestra preparada en sección transversal (MET-300 KV). Compárese la sección de daño al centro con el acero sin daño a la derecha.

## 3. CONCLUSIONES

La preparación en sección transversal para MET resulta de suma utilidad en estudios de parámetros que varían con la profundidad pues tiene la ventaja de conservar la superficie de la muestra como referencia, pudiendo hacer un análisis continuo a distintas profundidades.

## REFERENCIAS

1. FINK D., Biersack J.P., Sánchez P.F. y Fichtner P.F., Rad. Eff. 103, 89 (1987).
2. GARULLI A. y Armigliato A., J. Microsc. and Spectrosc. Electron. 10-2, 135 (1985), Francia.
3. HAMADA S., Nippon Genshiryoku Gakkaishi 28, 12, 1165, (1986).
4. HARRIS K. A. y co., Appl. Phys. Lett. 48, 6, 396 (1986).
5. LEE E.H. y Rowcliffe A.F., Microstr. Sci. 7, 403 (1979).
6. MINAGAWA J. y Kakibayashi H., Jpn. J. Appl. Phys. 24, 11, (1985).

7. NARAYAN J., Oen O. S. y Noggle T.S.J. Nucl. Mater. 71, 160 (1977).
8. RIGSBEE J.M. y co. 5th. International Conference on Ion and Plasma Assisted Techniques. Ed. Oeschner H.; Conferencia: Structure, Chemistry and adhesion of ion-plated metal/ceramic interfaces. Munich, W. Germany, (1985).
9. SHIRAIISHI K., Tanaka M. P., Aruga T. y Hamada S., Effects of Radiation on Materials (Uth. Conf.) Eds. Brager H. R. y Perrin J.S., ASTM STP No. 782, 927, (1982).
10. SINDELAR R.L., Kulcinski G.L. y Dood R.A. J., Nucl. Mater. 122/123, 246 (1984).
11. SINKLE S.J. y Sindelar R.L., Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B16, 154 (1986).
12. SPURLING R.A. y Rhodes C.G., J. Nucl. Mater. 71, 160 (1972).
13. WHITLEY J.B., Kulcinski G. L., Wilkes P. y Smith H. V. J., Nucl. Mater. 79, 159 (1979).

## AGRADECIMIENTOS

El autor desea agradecer al Centro de Investigaciones, KFA-Julich, Alemania, por permitir el desarrollo de este trabajo en sus instalaciones; al Servicio de Intercambio Académico Alemán (DAAD) y al Instituto Mexicano del Petróleo por el apoyo brindado. A Lilian Ramírez S. por su labor mecanográfica, a W. Fisseler y G. Arcienega por la parte de fotografía, gracias.