

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS COMPLEXAS PARA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

Aluno: Renato Valente
Orientador: Guillermo Solórzano

Introdução

É bem conhecida a importância de se observar materiais inorgânicos no microscópio eletrônico de transmissão (MET), principalmente quando procura caracterizar a estrutura com elevada resolução espacial. Uma adequada preparação das amostras é crucial no sucesso da análise, onde os procedimentos devem se adequar as propriedades de cada material. O objetivo final é maximizar a área de observação da amostra que demanda espessura transparente ao feixe de elétrons, isto é de poucas dezenas de nanômetros, dependendo do número atômico local.

Materiais metálicos homogêneos respondem facilmente a um processo de preparação eletroquímico, desde que se otimize os parâmetros operacionais. No entanto quando se estuda materiais não metálicos ou heterogêneos este processo se torna inadequado, sendo mais crítico em amostras multicamadas, não metálicas ou amorfas. Neste presente trabalho esta descrita uma rota que visa aperfeiçoar a preparação de amostras por um processo que combina procedimentos de desbaste micro-mecânicos com feixe de íons.

Objetivos

Estudar a preparação de amostras complexas para microscopia eletrônica de transmissão, por métodos de desbaste micro mecânico e feixe de íons. Reproduzir o procedimento com uma diversa gama de materiais a fim de se familiarizar com as inúmeras propriedades e parâmetros observados. Fazer a caracterização de algumas destas amostras no MET.

Metodologia

No processo de preparação de amostras, o microscópio de transmissão exige que a amostra esteja limitada a um disco de 3 mm de diâmetro e 200 μ m de espessura na borda, além da região transparente ao feixe de elétrons. Para alcançar esta morfologia pelas técnicas estudadas neste trabalho, seguimos os seguintes estágios.

Obtenção por meio de desbaste mecânico de uma placa de 200 μ m de espessura, e com auxílio de um pulsão manual tirar discos de 3 mm de diâmetro. Utilizando uma politriz automática Buehler de desbaste fino foi possível garantir que as faces fiquem perfeitamente paralelas. A partir deste disco passamos para um procedimento conhecido como “dimpling” no qual um equipamento remove material do centro da amostra promovendo uma cavidade. Este equipamento trabalha fazendo uma leve fricção entre a amostra, presa a uma mesa giratória, e um disco também giratório, alinhado perpendicularmente a amostra. O atrito é facilitado com pastas de diamante abrasivas. Ao final temos um gradiente de espessura a partir do centro de apenas 5 μ m. Neste momento a amostra já está bastante frágil para continuarmos um desbaste mecânico, passando então para um afinamento iônico. Com um outro equipamento chamado Íon Mill Gatan entramos em um estágio ao qual este aparelho produz um bombardeio iônico que expulsa material da amostra e vai desbastando as camadas atômicas. Os canhões são posicionados de forma que os íons colidam com um ângulo

controlado de 10 a 12° com a amostra. Desta forma quando começam a atravessá-la temos um orifício onde em suas bordas podem ser encontradas regiões transparentes ao feixe de elétrons.

Este procedimento foi feito com uma gama de materiais a fim de explorar e familiarizar com as mais diversas propriedades de cada um deles, tanto no processo de preparação quanto na caracterização. Materiais metálicos e não metálicos cristalinos e amorfos assim como amostras com morfologia heterogêneas foram preparadas pelo processo descrito. Entre estes materiais os mais explorados foram: Um silicato de Lanthanum com partículas nanométricas amorfas (Langasite), Superliga de Ni-Mo-Cr com precipitados nanométricos nos contornos de grão, resultado de processos termomecânicos. Outras superligas de Níquel como a Monel e a Inconel. Um material multicamadas de InGaAs e InP, ligas Cu-Co, Al-Ag, Ni-Ti nano estruturadas.

A caracterização de alguns destes materiais foi posteriormente realizada por outros pesquisadores da equipe, em um microscópio eletrônico de transmissão, onde se podem observar diversas estruturas, em alta resolução. Muitas destas estruturas, que são da ordem de nanômetros, fazem parte do motivo pelo quais estes materiais só poderiam ser preparados pela rota mecânica e iônica descrita no presente trabalho. Qualquer outra técnica, de preparação afetaria no sucesso da observação destas nano estruturas, que muitas vezes são o objeto de estudo destes materiais por influenciarem em suas propriedades.

Conclusões

O estudo do processo de preparação de amostras para microscopia de transmissão, utilizando uma técnica que combina o desbaste mecânico a um feixe de íons, foi bastante interessante não somente por ter proporcionado um bom conhecimento dos equipamentos e técnicas laboratoriais exigidas no processo mais também pela oportunidade de se estudar diversos materiais.

As amostras preparadas para MET apresentam dimensões bastante peculiares, e foi observado que nem todos os materiais podem ser preparados por um só processo. O estudo de diversas técnicas é de extrema importância principalmente no momento que a cada dia temos novos materiais de interesse científico. Este processo de preparação descrito no presente trabalho também pode ser combinado a outras técnicas mais conhecidas a fim de expandir as possibilidades na preparação e qualidade das amostras.

O acompanhamento da caracterização feita no MET foi de muito interessante, onde o contato como microscópio proporcionou um conhecimento básico de operação e de seus fundamentos, como o contraste por difração, análise das imagens em campo claro e escuro. Foi possível notar também que a qualidade da preparação da amostra é de extrema importância na interpretação das informações extraídas do microscópio.

Foi verificado que inúmeras propriedades dos materiais influenciam nos parâmetros de preparação de amostras, e por ter sido explorado diversos materiais, pode-se fazer uma correlação segura entre cada uma destas propriedades e parâmetros operacionais de preparação

Referências

- 1 - David B. Williams e C. Barry Carter, Transmission Electron Microscopy 157/170 (1994), Kluwer Academic/ Plenum Publishers, New York
- 2 - ASM Metals Handbook – Materials Characterization Vol 10 9th Edition (1986)