

## Introdução:

O microscópio eletrônico de transmissão (MET) permite determinar a micro textura e cristalografia através de imagens e padrões de difração de elétrons (Figura 1).

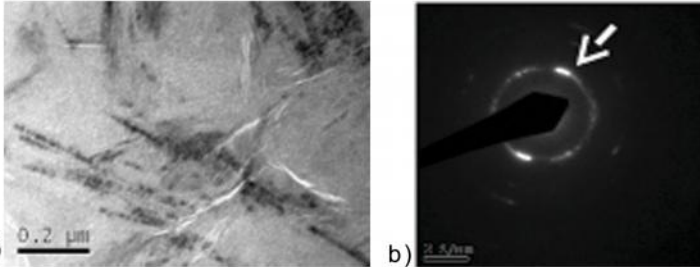


Figura 1: a) Nano textura de uma opala do tipo cristobalita/tridimita; b) padrão de difração de elétrons da mesma área.

Para MET é necessário preparar amostras com espessura de aproximadamente 100 nm. Na preparação convencional, uma lâmina delgada é afinada com pasta diamantada e polida com íons de argônio, porém não se pode escolher a área específica a ser observada.

Para poder visualizar uma determinada área micrométrica (Figura 2) é realizado um processo chamado “*target preparation*”, que consiste em um desbaste controlado em torno desta área utilizando um feixe focalizado de íons de gálio (FIB, do inglês *focused ion beam*).

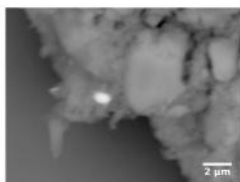


Figura 2: Visualização da amostra no MEV para seleção da área de interesse.

## FIB:

O FIB (Figura 3) é utilizado para desbaste com resolução nanométrica de estruturas em amostras sólidas. É um equipamento semelhante a um microscópio eletrônico de varredura (MEV), que, porém, varre a superfície da amostra com um feixe focalizado de íons de gálio. Esta varredura é destrutiva, dependendo da energia dos íons e da intensidade de corrente utilizados. Para cada tipo de material são definidos parâmetros para estabelecer a profundidade a ser esculpida na superfície.

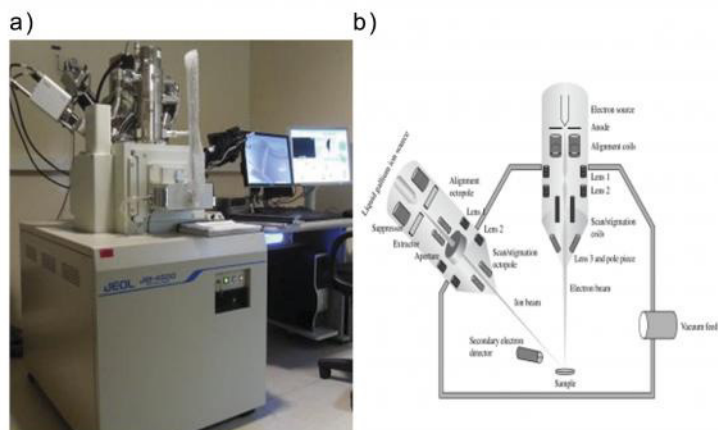


Figura 3: a) FIB-MEV do Laboratório de Conformação Nanométrica do IF-UFRGS; b) esquema do feixe de íons (inclinado) e do feixe de elétrons (MEV).

## Metodologia:

A amostra é metalizada e visualizada no MEV acoplado com o FIB, para selecionar a área de interesse. A amostra é inclinada por 52° para que fique perpendicular ao feixe de íons. São recortadas duas trincheiras paralelas, de modo que o detalhe a ser observado fique entre elas, dentro de uma lâmina com espessura aproximada de 1 μm, uma profundidade de 5 μm e uma largura de 10 μm. Após é utilizada a rotação do porta amostra, para recortar a base e uma lateral da lamínula.

Com auxílio da ponteira do nanomanipulador, que é soldada na amostra através da decomposição de gases organometálicos sob o feixe de íons (Figura 4.a), a lamínula é desacoplada da amostra e transportada para a grade do porta amostras do MET (Figura 4.b), onde ela é soldada e então desacoplada da ponteira. Já na grade, a lamínula é afinada para a espessura de 100 nm, utilizando um feixe de íons de baixa corrente, com baixa taxa de desbaste, para não provocar danos à amostra ultra fina.

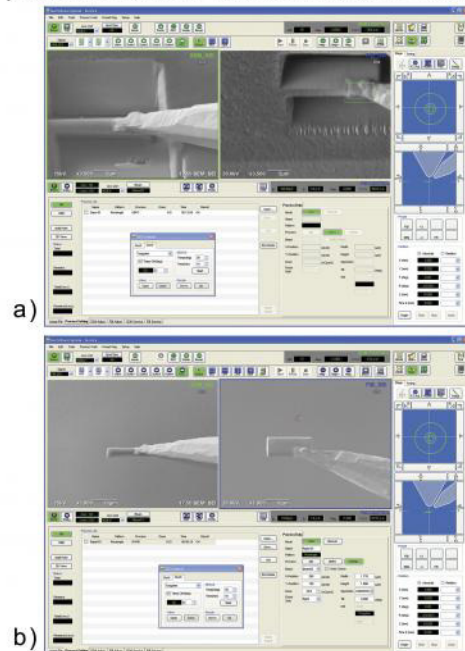


Figura 4. a) Ponteira do nanomanipulador soldada na lamínula, antes do corte da base; b) transporte da lamínula. (Imagens MEV à esquerda e FIB à direita).

## Conclusões:

Foi desenvolvida a metodologia de fabricação de amostras para MET, com estabelecimento dos parâmetros de corte para remoção eficaz da matriz da opala, além do aprendizado da manipulação da lamínula e sua fixação e afinamento no porta amostra do MET.

## Referências:

- [1] Técnicas instrumentais não destrutivas aplicadas a gemas do Rio Grande do Sul./ [Org.] Ruth Hinrichs. - Porto Alegre: IGEO/UFRGS, 2014.
- [2] FOCUSED ION BEAM SYSTEMS Basics and Applications; editado por NAN YAO, Cambridge University Press, Cambridge, 2007.

## Agradecimentos:

Ao Laboratório de Conformação Nanométrica e ao professor Marcos Vasconcelos, responsável pelo FIB.

