



SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA
XXVIII SIC

paz no plural



| | |
|-------------------|---|
| Evento | Salão UFRGS 2016: SIC - XXVIII SALÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UFRGS |
| Ano | 2016 |
| Local | Campus do Vale - UFRGS |
| Título | Utilização do Focused Ion Beam para preparação de amostras de microscopia eletrônica de transmissão |
| Autor | LETÍCIA OST STEIN |
| Orientador | RUTH HINRICHS |

Utilização do *Focused Ion Beam* para preparação de amostras de microscopia eletrônica de transmissão

Letícia Ost Stein

Orientadora: Ruth Hinrichs

Instituto de Geociências – UFRGS

O microscópio eletrônico de transmissão (MET) é uma ferramenta poderosa para determinar a cristalografia e a microtextura de minerais, através de imagens e padrões de difração. A dificuldade para análise com MET é a necessidade de preparar amostras transparentes ao feixe de elétrons. Em minerais (número atômico médio ~10), esta espessura é de 0,1 μm . A transparência eletrônica pode ser alcançada por afinamento em cunha, porém a região transparente é pequena, possui espessura variável e é virtualmente impossível preparar regiões de interesse, onde ocorram, p. ex., inclusões ou defeitos.

Quando um detalhe de escala micrométrica, detectado por microscopia óptica ou por microscopia eletrônica de varredura (MEV), deve ser examinado no MET, é necessário o desbastamento controlado desta região, denominado de "*target preparation*". Para isto é utilizado um feixe focalizado de íons de gálio de alta energia (FIB, do inglês *focused ion beam*), que remove o entorno do detalhe a ser observado, preparando uma lamínula com 0,1 μm de espessura e 5 μm x 10 μm de extensão lateral. Esta lamínula não é manuseável e precisa ser soldada a um porta amostras apropriado para MET através de nano-solda e com auxílio de um nanomanipulador.

Neste trabalho está sendo desenvolvida a metodologia de preparação de amostras para MET de uma opala azul do tipo C (cristobalita), proveniente do município de Salto do Jacuí, RS, com o objetivo de determinar a extensão dos domínios de cristobalita e a inclusão de minerais como KCl e até Au, observados anteriormente com MEV nesta opala.

A metodologia consiste em inicialmente preparar um fragmento da amostra, embutindo-o em resina e fazendo o polimento metalográfico. A superfície é metalizada com carbono e o detalhe de interesse é selecionado no MEV/FIB do equipamento *dual beam* (Jeol JIB4500), instalado no Laboratório de Conformação Nanométrica do IF-UFRGS. Para a preparação do detalhe para MET, a amostra é inclinada por 52°, para ficar perpendicular ao feixe de íons e são recortadas 2 trincheiras paralelas de tal forma que o detalhe a ser observado fique preservado em uma folha vertical de aproximadamente 1 μm de espessura. Em seguida são utilizados inclinação e rotação do porta amostras, para poder recortar a base desta lamínula, formando uma "ponte" presa em um lado. O próximo passo é a aproximação do nanomanipulador, cuja ponteira é soldada na amostra através da decomposição de gases organometálicos sob o feixe de íons. Depois de cortar o lado que ainda prende a lamínula na amostra, o nanomanipulador está livre para transportar a lamínula para a grade do porta amostras do MET, onde ela é soldada e separada da ponteira do nanomanipulador. O último passo é o afinamento final da lamínula para a espessura de 0,1 μm , utilizando um feixe de íons de baixa corrente, que tenha uma taxa de desbaste pequena, para não provocar danos à lamínula ultra fina.

Desta forma se obtém uma amostra, cuja extensão transparente abrange toda área de 50 μm^2 , e que mostra o entorno do detalhe específico a ser examinado com resolução atômica possível no MET.