

Capitolo 4: L'arte della preparazione di provini per la microscopia: dal microscopio ottico al microscopio elettronico a scansione

Introduzione

In questo capitolo analizzeremo i requisiti necessari per creare un buon laboratorio di preparazione di provini in sezioni lucide e sottili per microscopia ottica e campioni planari per microsonda elettronica, oltre agli accessori necessari. Nella scienza dei materiali, le microscopie servono alla qualificazione e quantificazione delle fasi presenti, alla definizione dei parametri fisici (porosità, forme dei grani, difettività) e ottici (indici di rifrazione, colori di interferenza). Fare sezioni lucide o sottili di materiali solidi è una pratica estremamente complessa, per il fatto che i materiali da preparare sono uno diverso dall'altro: ciascuno ha la sua porosità, difetti, resistenza all'abrasione, sfaldature ecc. e ognuno risponde in modo differente alle sollecitazioni del taglio e della lucidatura.

Seguiremo nel testo uno schema di preparazione che prevede diversi stadi:

1. la fase di impregnazione
2. il taglio
3. la lucidatura
4. incollaggio su vetrino
5. lucidatura ottica

La qualità dei preparati per microscopia deve essere adeguata, attraverso l'uso di materiali di prima qualità (resine, colle e vetrini) e di strumenti di elevata precisione (seghe e lappatrici). Per queste attività, GEOMateriali.it distribuisce i prodotti della SCAN-DIA.com, tra i migliori per precisione e qualità in commercio.

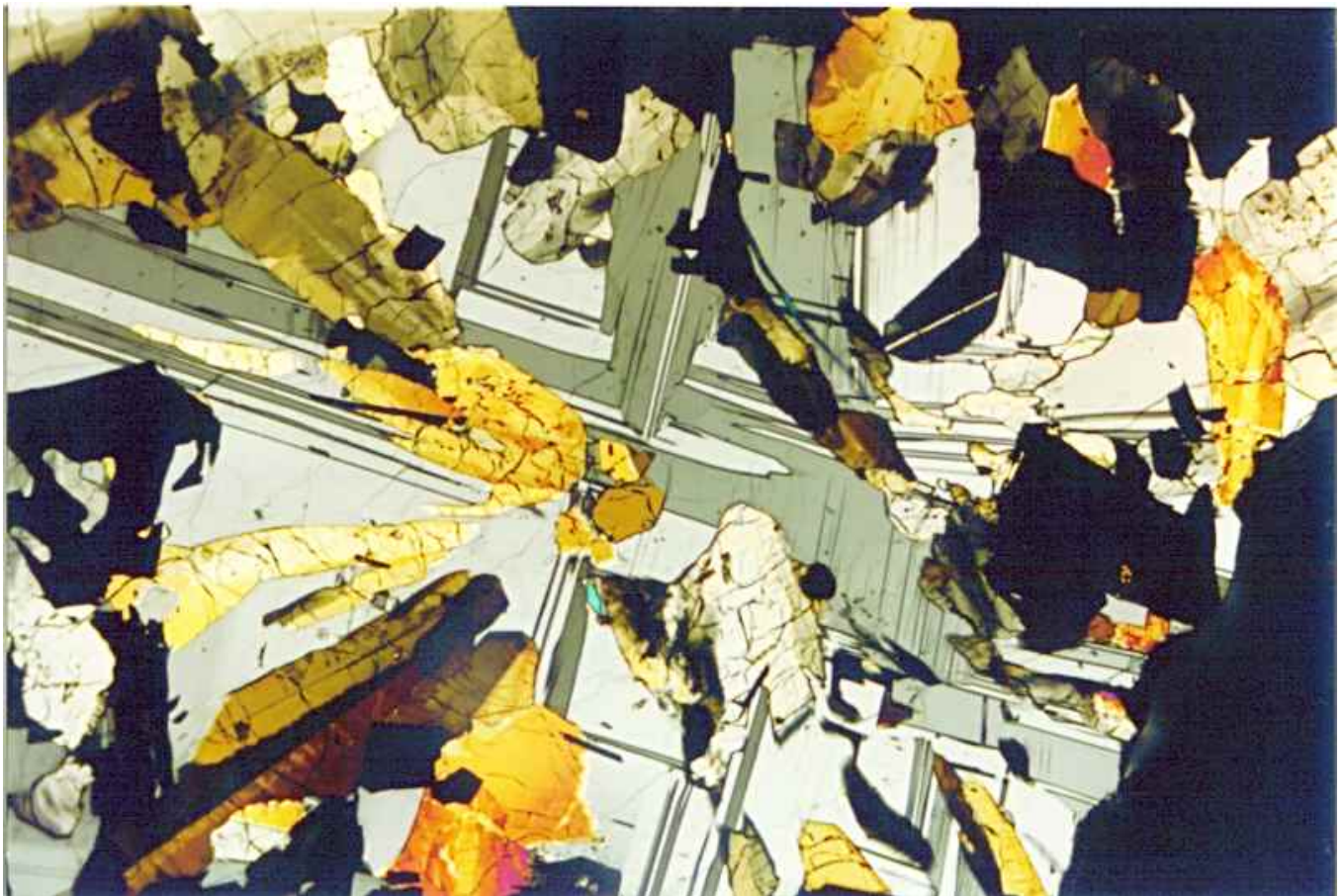


Figura 29: Sezione sottile di basalto, nicols incrociati, 50 X

4.1 Elenco delle attrezzature

Un laboratorio di preparazione di sezioni sottili e lucide deve possedere le seguenti attrezzature:

- una o più unità di impregnazione (inglobamento) con pompa di decompressione
- una o più microseghe con lama diamantata da diversi diametri, raffreddate ad acqua o in olio speciale per taglio di rocce
- una o più unità di riduzione spessore (sgrossatura)
- un piano di riscontro ottico
- una o più unità di lucidatura a dischi, con paste diamantate di diversa granulometria
- un microscopio binoculare per verificare la qualità delle superfici dopo sgrossatura
- un microscopio ottico polarizzatore da insegnamento, per verificare la qualità della preparazione delle sezioni sottili petrografiche (trasmissione) o metallografiche (riflessione)
- un bagno ad ultrasuoni
- una piastra riscaldante fino a 300°C
- una cappa aspirante

Le azioni da compiere per la preparativa sono in tutto otto (figura 30):

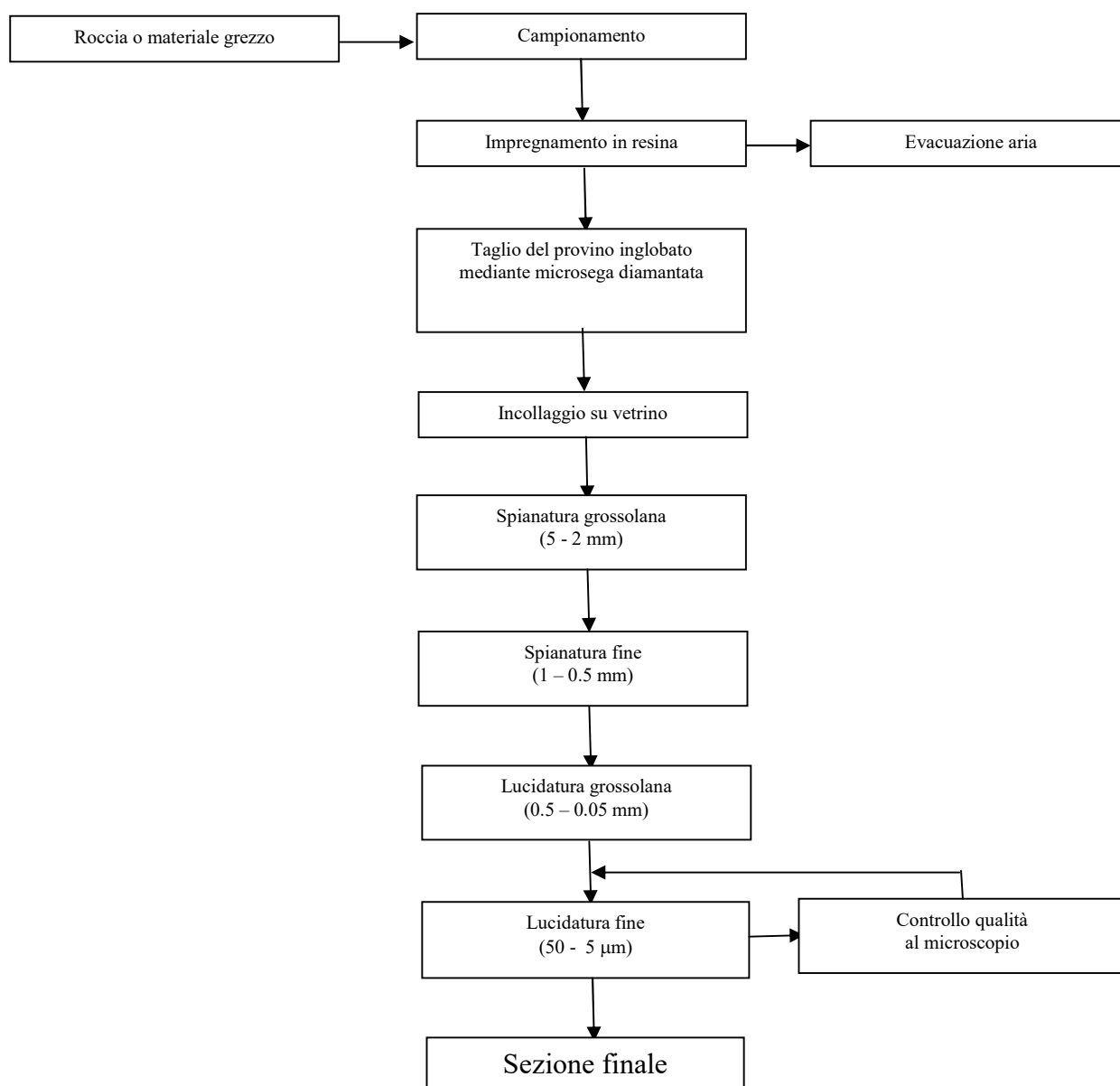


Figura 30: Procedure per la preparazione di sezioni lucide o sottili, per metallografia e microscopia petrografica

Azione n.1: Impregnamento in resina

L'azione più delicata per una buona preparazione è l'inglobamento del campione in resina.

Tale azione viene eseguita per fornire un supporto stabile alle successive operazioni di taglio e lucidatura del campione di materiale. La resina da inglobamento deve penetrare nei macropori e nelle fratture aperte del materiale; deve poter "bagnare" perfettamente la superficie dei grani e legarsi alle superfici con legami abbastanza forti da resistere alle successive sollecitazioni del taglio. Le resistenze meccaniche sono una esigenza imprescindibile delle resine da inglobaggio: in presenza di materiali poco legati viene persa una gran quantità di materia durante il taglio e anche

durante la lucidatura.

In questo caso, un solo granulo che si distacca durante la lucidatura rischia di rigare tutto il preparato e di rovinare così il prodotto finale. In tabella sono indicate le caratteristiche principali delle resine presenti sul catalogo di GEOMateriali.it

Prodotto	Tipologia	Essiccamento / Tempi	Polimero
SCANDIPLAST	Standard trasparente	A freddo, 30 minuti	Poliestere
SCANDIQUICK	Rapida, arancio trasparente	A freddo, 6 minuti	Acrilica
SCANDIPLEX	Di precisione, adatta a montaggi in vuoto, gialla trasparente	A freddo, 50 minuti	Epossidica
EQUIDUR	Regolatore di durezza per campioni di alta precisione		
VARIOPLEX	Agente per ridurre la temperatura di presa consigliato per monaggi di precisione		

Le forme da utilizzare per la preparazione dei provini possono avere dimensioni e forme differenti. SCAN-DIA offre stampi cilindrici in GOMMA SILICONICA da 20 a 60 mm di diametro e da 15 a 70 mm di altezza. Tali stampi possono essere facilmente riutilizzati, dalle 30 volte per le resine acriliche alle 100 volte per le resine in poliesteri.



Figura 31:ampioni inglobati in resina poliestere

I provini di materiale vengono inseriti nelle forme cilindriche o rettangolari, preferibilmente in gomma silconica (figura31), vengono ricoperti con la resina più adatta e posizionati sotto cappa. I provini che vengono realizzati su materiali porosi e/o molto fratturati devono essere impregnati in ambiente sotto vuoto, per evitare che dai pori e dalle fratture si generino bolle d'aria, che comprometterebbero il risultato finale. Può essere utile, in fase di inglobamento, mettere il provino in un contenitore chiuso all'interno di una lavatrice ad ultrasuoni. I tempi di sonicazione sono da provare sperimentalmente, ma l'effetto sarà quello di espellere le sacche di gas insite nel materiale e realizzare un migliore inglobamento nella resina. E' anche importante che il provino venga fatto essiccare in un ambiente evacuato, per ridurre i tempi di ritenzione dei gas disciolti

nella resina. Infine, scegliere sempre resine che abbiano una viscosità limitata: è preferibile avere dei tempi di essiccazione più lunghi piuttosto che avere dei campioni che hanno delle zone non bagnate dalla resina.

MATERIALI PER LA PREPARAZIONE DI SEZIONI E PROVINI LUCIDI E SOTTILI dalla SCAN-DIA

Tecnologia Tedesca per le migliori resine e sistemi di preparazione di sezioni lucide e sottili. Materiali duri, omogenei e privi di composti tossici o aggressivi.

Vi invitiamo a visitare il nostro sito per avere un'idea della vastità di proposte: strumenti, accessori e standard certificati !

Azione n.2: Il taglio dei provini

La preparazione dei provini continua, dopo l'inglobamento, con il taglio. Tale azione si effettua per ridurre la dimensione della sezione e preparare lo strato da lucidare. E' chiaro che un taglio preciso e pulito favorirà non poco la successiva azione di lucidatura. In questo senso sono necessarie macchine di taglio di altissima qualità e precisione. A secondo del tipo di materiale, sono necessari diversi tipi di tagli. Ad esempio, materiali molto duri e fragili, come acciai induriti, cristalli extraduri, ceramici e abrasivi, necessitano di mole in carburo di boro rettificate, velocità medio basse e buona lubrificazione. Materiali mediamente duri, quali leghe, alluminio, rame e ottone, che possono "impastarsi", necessitano di lame diamantate, velocità basse e abbassamento della temperatura per mezzo di una adeguata bagnatura del provino. SCANDIA offre macchine da taglio calibrate e dotate di accessori che riducono le possibilità di errore.



Figura 32: MINICUT 40, macchina a bassa velocità per metalli, ceramici e campioni mineralogici

La macchina da taglio qui presentata è dotata di variatore di velocità digitale da 50 a 1000 RPM, vasca di taglio con liquido di lubrificazione, compensatore del peso del campione (con peso componibile fino a 380 g), viti micrometriche di posizionamento del provino. Può ospitare dischi di taglio fino a 150 mm di diametro e tagliare campioni fino a 33 mm di diametro. Il fratello maggiore, LABCUT 250, ha un motore da 2.3 kW e può sezionare campioni fino a 55 mm di diametro. Ospita dischi fino a 250 mm di diametro.

Un altro elemento fondamentale nel taglio è il cosiddetto “clamp”: la pinza che stringe il campione da tagliare, che deve avere una conformazione adeguata per oggetti con le forme più svariate.



Figura 33: Clamps per forme irregolari



Figura 34: Clamps per forme regolari (a sinistra) e clamps per circuiti stampati o per sezioni lucide (portacampione con aspirazione sotto vuoto)



Azione n.3: Lucidatura

La scelta dei materiali corretti per l'azione di riduzione di spessore e lucidatura dipende dalla qualità che si vuole raggiungere e dal numero di provini da realizzare giornalmente. Sebbene piccole quantità di provini possono essere preparate manualmente, una metodica standardizzata prevede l'impiego di macchine automatizzate. Di norma, la lucidatura viene seguita su dischi rotanti, sui quali vengono appoggiati dischi o "panni" speciali. Due tipologie di panni sono commercialmente diffusi:

- i panni da riduzione dimensionale, i cosiddetti abrasivi, divisi per granulometria delle polveri abrasive, che servono alla prima fase di sgrassatura
- i panni per le paste diamantate, dove vengono spalmate le paste diamantate, in sequenza dalle maggiori alle minori granulometrie, che servono alla lucidatura ottica.

Macrogrits		Microgrits	
Grit designation	Mean diameter in μm	Grit number	Mean diameter ds $50 \mu\text{m}$
P12	1815	P240	58,5
P16	1324	P280	52,2
P20	1000	P320	46,2
P24	764	P360	40,5
P30	643	P400	35,0
P36	538	P500	35,0
P40	425	P600	30,2
P50	336	P800	25,8
P60	269	P1000	21,8
P80	201	P1200	18,3
P100	162	P1500	15,3
P120	125	P2000	12,6
P150	100	P2500	10,3
P180	82		8,4
P220	68		

Tabella 5: Grit size degli abrasivi e dimensioni granulometriche

Come è noto, i fogli abrasivi si distinguono in base alla loro “GRIT SIZE”, che è inversamente correlato con la dimensione dei grani. Un numero piccolo indica una granulometria grossolana, mentre un numero elevato indica una granulometria fine o finissima (Tabella 5). Il catalogo dei prodotti SCAN-DIA porta dischi abrasivi dalla 80 più grossolana alla 2500 extrafine. I composti usati nei dischi abrasivi della SCAN-DIA sono polveri di diamante per il pretrattamento e di carburo di silicio per la finitura (vedi capitolo 1.1).

La sequenza di dischi di abrasione deve passare dalla grossolana (80 – 200) alla fine (1500 – 2000). L’utente deve tenere d’occhio la presenza di frammenti grossolani, o comunque di maggiori dimensioni rispetto alle polveri di abrasione, perché potrebbero rigare il provino, rendendo vano il lavoro fatto.



Figura 33: Lucidatura del provino

Alla fase di abrasione segue la fase di prelucidatura e lucidatura. La fase di pre-lucidatura viene eseguita con panni precaricati da abrasivi finissimi, che abradono ancora una quantità importante di materiale, al fine di eliminare gli scratch dalla superficie del provino. La fase di polishing o lucidatura viene eseguita su panni dove l’abrasivo viene disposto con un distributore o semplicemente dalle bottiglie che ne contengono la pasta abrasiva. **Fare estrema attenzione ad usare un panno per ogni pasta**, per evitare di avere abrasivi diversi per panno. Per questo si usano in genere dei dischi + panni di colore diverso, spesso uguali al colore della pasta diamantata. Le paste diamantate hanno granulometrie diverse e anche in questo caso si passa dalle dimensioni più grossolane (50 micron) alle più fini (0.25 micron). Le paste prodotte da SCAN-DIA sono solubili in alcool, acqua e olio. Sono disponibili sia in dispenser da 250 ml che in bottiglie da 1000 ml. Durante le fasi di pre-polishing e di lucidatura finale, i provini vanno spesso lavati in acqua calda e asciugati con panni in cotone. Per evitare nuovi graffi superficiali i provini andrebbero passati al lavaggio ad ultrasuoni ogniqualvolta vengono estratti e controllati. Il controllo finale viene eseguito usando un microscopio ottico binoculare in luce riflessa. Le sezioni, una volta raggiunta lo spessore di 7 – 10 micron, possono essere già controllate con un microscopio polarizzatore in trasmissione.

In questa fase è altresì importante l'uso di giusti liquidi di lubrificazione. Mentre nella fase di sgrossatura possiamo anche operare a secco, nelle fasi successive si impone l'uso di liquidi di lubrificazione.

Per la parte di sgrossatura e pre-polishing possiamo usare acqua oppure i fluidi a base alcolica, acquosa o in olio della SCAN-DIA, i cosiddetti Extender, in dispenser fino a 2500 ml.

L'operazione di polishing finale viene eseguita con paste estremamente fini, da 2 a 0.25 micron di diametro dei grani. E' il momento più delicato della preparazione delle sezioni e dei provini e va eseguito utilizzando panni separati per ciascuna granulometria.

SCAN-DIA offre un sofisticato range di macchine per la riduzione dimensionale e la lucidatura, che vanno dalla scala dei pochi campioni giornalieri alla produzione in serie di sezioni di elevata qualità ottica. Le macchine di SCAN-DIA sono solide e pronte all'uso. Due soluzioni possono soddisfare le esigenze del piccolo laboratorio:

- SCANDIMATIC 33 per dischi fino a 200 mm
- SCANDIMATIC 37 per dischi fino a 300 mm

Le macchine hanno velocità regolabili da 400 a 600 RPM, possono essere dotate di sistemi di fissaggio con pesi regolabili per ciascun provino, possono ospitare fino a 3 provini per volta e possono essere dotate di sistemi interni di lubrificazione. Nella 37 possiamo ospitare fino a 5 campioni, disposti sui piani di lappatura con i propri pesi.

Al termine di queste fasi le sezioni lucide e sottili vanno conservate in appositi contenitori, per evitare che si righino. I campioni lucidati da metallografia devono essere conservati in essiccatori o contenitori evacuati o comunque contenenti una buona quantità di gel di silice al fine di togliere di mezzo il problema dell'umidità.

MACCHINE PER TAGLIO DI ROCCE E PREPARAZIONE DI SEZIONI E PROVINI LUCIDI E SOTTILI dalla SCAN-DIA

Gli strumenti per il taglio e la lucidatura della SCAN-DIA costituiscono lo "State of the Art" in fatto di preparative di sezioni e provini per la Microscopia.

Vi Invitiamo a visitare il nostro sito per avere un'idea della vastità di proposte: strumenti, accessori e standard certificati !