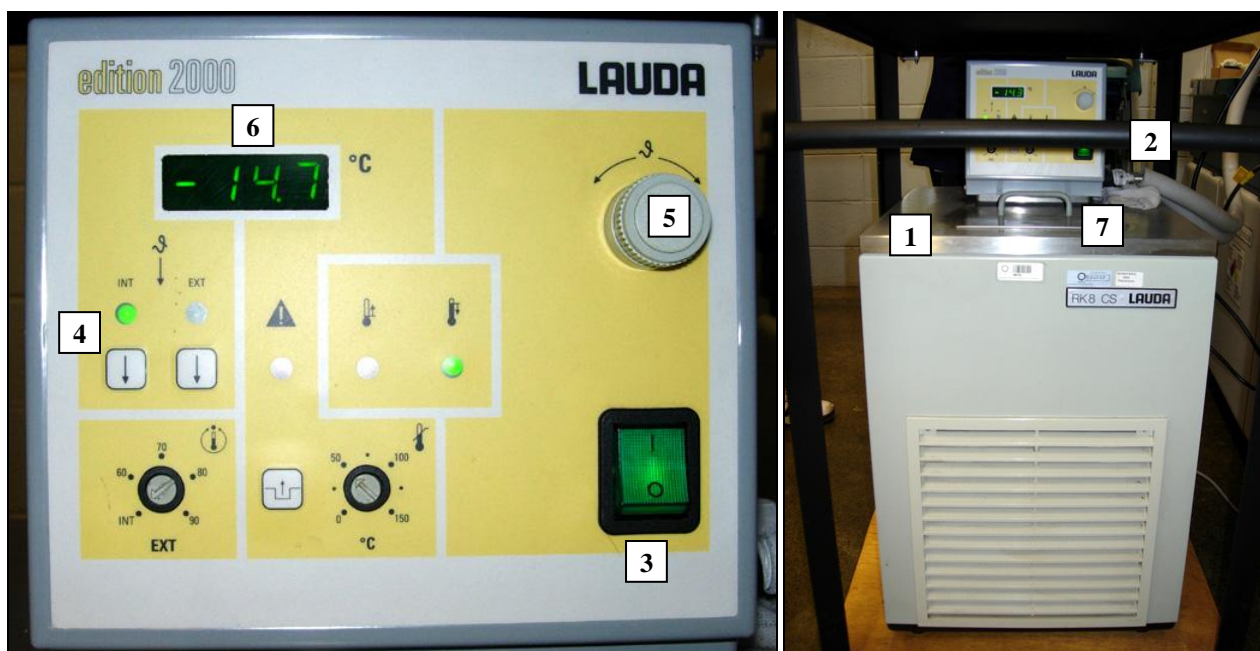
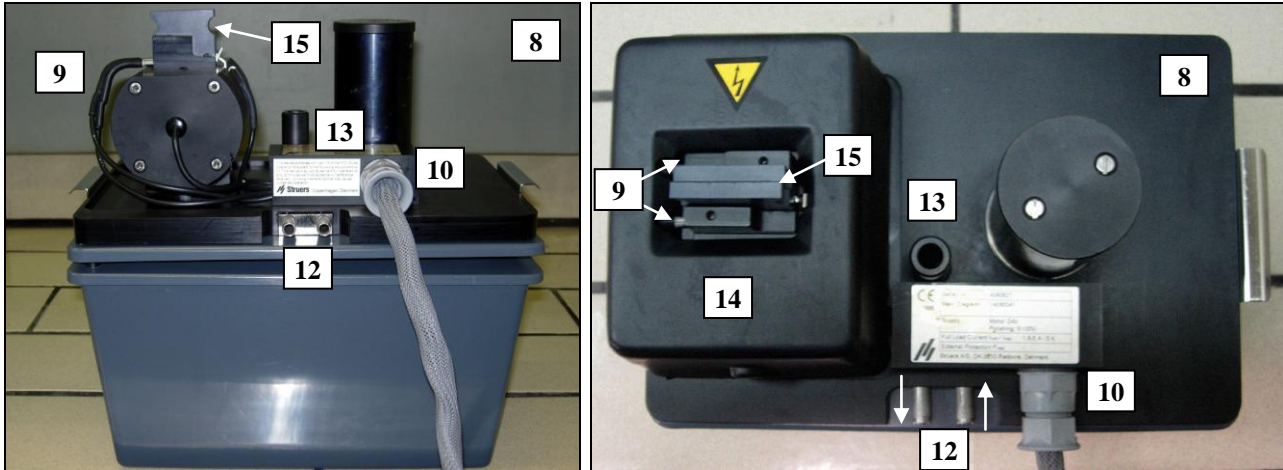


Polimento Eletrolítico de Amostras para TEM - TENUPOL

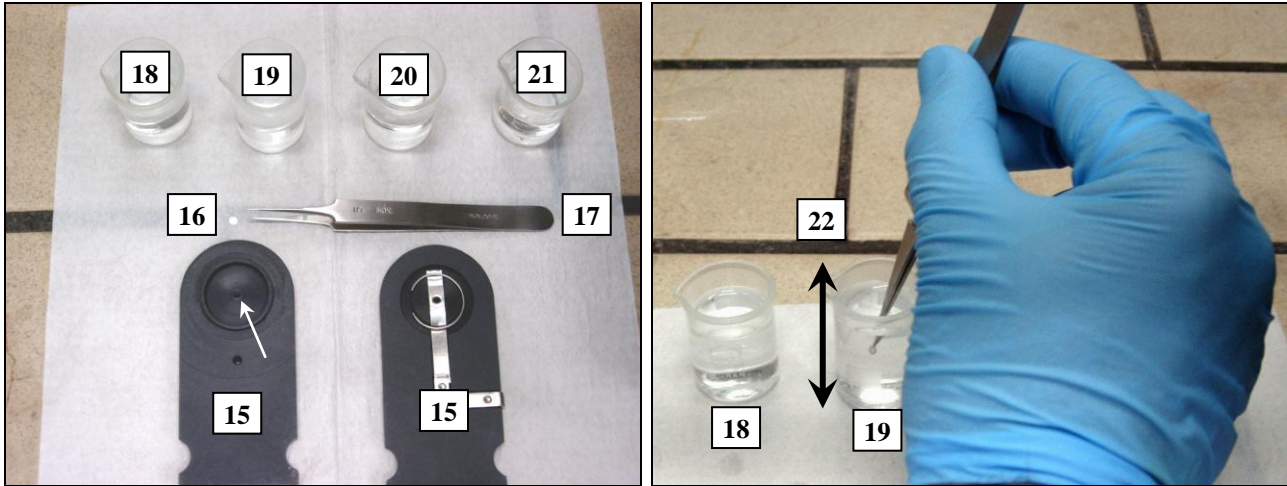
- 1 - Para fazer o polimento eletrolítico de amostras para TEM (discos $\varnothing = 3\text{mm}$) em baixas temperaturas pode-se utilizar duas rotas: i) controlar a temperatura através do banho LAUDA acoplado ao equipamento TENUPOL da STRUERS; ii) colocar $\text{N}_2(\text{liq})$ na solução e controlar, através de um termômetro, a temperatura desejada.
- 2 - O polimento eletrolítico de materiais metálicos é favorável para amostras com composição química homogênea (metal puro, ligas com apenas uma fase) ou para ligas metálicas com mais de uma fase, mas que propiciem a corrosão homogênea das fases simultaneamente. No caso de fases com resistências à corrosão muito diferentes, a amostra pode resultar em regiões com área fina e outras não.
- 3 - Antes de ligar o banho LAUDA [1], conecte a mangueira (tubo de silicone) [2] para recircular no próprio banho conectando a mesma mangueira nas posições de entrada e de saída.



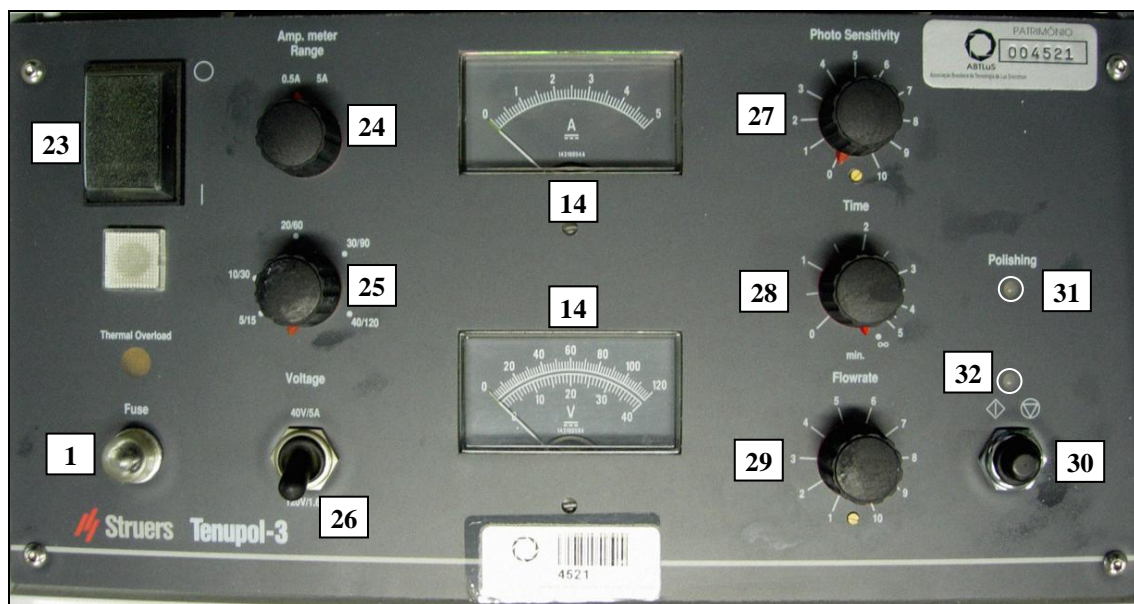
- 4 - Para controlar a temperatura através do banho LAUDA [1], conforme a figura abaixo, ligue o mesmo na chave verde [3] passando de 0 \rightarrow 1. Em seguida, ajuste a temperatura desejada apertando o botão INT com seta pra baixo [4] e girando o botão [5] no sentido anti-horário (p/ esquerda) até a temperatura desejada, segundo o mostrador digital [6].
- 5 - Aguarde cerca de 1 hora para que a temperatura programada se estabilize no banho, conferindo de tempos em tempos (15 min.) para que não haja o congelamento do banho, abrindo a tampa do banho [7]. No caso de congelamento em temperaturas muito baixas, adicionar mais Etileno Glicol ao banho (1 litro).
- 6 - Enquanto o banho estiver esfriando, deve-se fazer a preparação do TENUPOL [8], colocando a solução que será utilizada para o polimento eletrolítico (~ 1 litro). Para manusear a solução contendo produtos químicos (ácidos, etc) procure sempre a orientação de um técnico do LME. **Use sempre avental, óculos de proteção, luvas de borracha e use calçado fechado.**



- 7 - Normalmente o TENUPOL encontra-se desmontado. Para montá-lo conecte os contatos nas posições indicadas pelas flechas [9]. Conectar o cabo de força [10] ligando a cuba do TENUPOL até o painel de controle [11] na parte lateral.
- 8 - Para utilizar o banho LAUDA para diminuir a temperatura da solução do TENUPOL tirar a mangueira da recirculação do banho. Conectar a mangueira de **saída** do banho LAUDA na posição **entrada** da cuba do TENUPOL e a mangueira de **saída** da cuba do TENUPOL na **entrada** do banho LAUDA conforme indicado pelas setas [12].
- 9 - O termômetro (que mede temperaturas de até -50°C) deve ser colocado no suporte [13] para a verificação da temperatura da solução de polimento no TENUPOL periodicamente até atingir a temperatura desejada.
- 10 - Depois de montado o TENUPOL, pode-se colocar a tampa de proteção [14] na parte superior do TENUPOL. O último passo antes do polimento eletroquímico é a colocação da amostra de TEM (discos $\varnothing = 3\text{mm}$) no porta-amostras [15]. Para isso, secar bem a amostra, porta-amostras e a pinça. Seque a amostra da lâmina fina com o auxílio de um papel de filtro dobrado ao meio, colocando a amostra entre as duas camadas do papel sem pressionar, apenas encostando.
- 11 - Pegar a amostra da lâmina fina metálica [16] com uma pinça de ponta bem fina [17] e posicioná-la no centro do porta-amostras na parte de plástico [15] à esquerda na figura. Pegar a outra parte do porta-amostras (direita) e encaixá-la sobre a parte que já está com a amostra. Deve haver o encaixe entre as partes, e deve-se tomar cuidado para que a amostra não se desloque do centro do porta-amostras.
- 12 - Após encaixar as partes do porta-amostras pressione a parte central do mesmo (que é móvel) para que a amostra fique bem fixa e para que não haja frestas e a solução incida apenas sobre a região exposta da amostra.
- 13 - Deixar preparado 4 béqueres pequenos com soluções 0,1 molar de HCl [18] (para aços, dependendo do metal ou liga, usar uma solução mais adequada), água destilada [19], água destilada [20] e álcool etílico [21], respectivamente, para fazer a limpeza adequada da amostra e remover possíveis resíduos da solução de polimento na superfície da amostra.



- 14 -Ao retirar a amostra do porta-amostras, após o polimento e a obtenção do furo na amostra, passá-la em cada uma das soluções com o auxílio da pinça invertida, fazendo movimentos apenas na vertical, para não danificar a área fina obtida.
- 15 -Para dar início ao polimento eletroquímico, ligar o painel de controle do Tenupol STRUERS® no botão preto com uma cobertura plástica na parte superior esquerda [23] passando de 0 → I. Regular os parâmetros de polimento (de acordo com a literatura): corrente (Amp) [24] selecionando o fundo de escala como 0.5 ou 5 A; voltagem (V) [25] de acordo com o botão seletor do fundo de escala [26] em 40 ou 120 V; sensibilidade [27] regulada no máximo no sentido horário; tempo [28] regulado no máximo no sentido horário ou em um tempo pré-determinado em minutos; e o fluxo da solução [29] que dependerá da viscosidade da solução de polimento e da temperatura do banho.



- 16 -Para dar início ao polimento, encaixar o porta-amostras [15] montado conforme a Figura 2 abaixando-o até encostar para fazer o contato metálico. Apertar o botão preto na parte inferior direita e verificar se a luz em “polishing” [31] está acesa.
- 17 -Quando a amostra furar, a luz [32] acender-se-á. Retira-se rapidamente o porta-amostras deixando debaixo de água corrente da torneira, faz-se o desencaixe das

partes, deve-se pegar a amostra com a pinça invertida e faz-se o procedimento de lavagem e secagem da amostra.

18 -Para polir uma nova amostra ou dar continuidade no polimento, repetir os passos de 10 a 17.