

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS CERÂMICAS PARA MET

Ana H. A. Bressiani
Comissão Nacional de Energia Nuclear - SP
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares

A preparação de lâminas finas de amostras cerâmicas é relativamente recente (a partir da década de 70) e vem se desenvolvendo bastante graças ao surgimento de equipamentos comerciais como canhões de íons e sistemas dimpler. O procedimento básico de preparação dessas lâminas para observação em MET inclui :

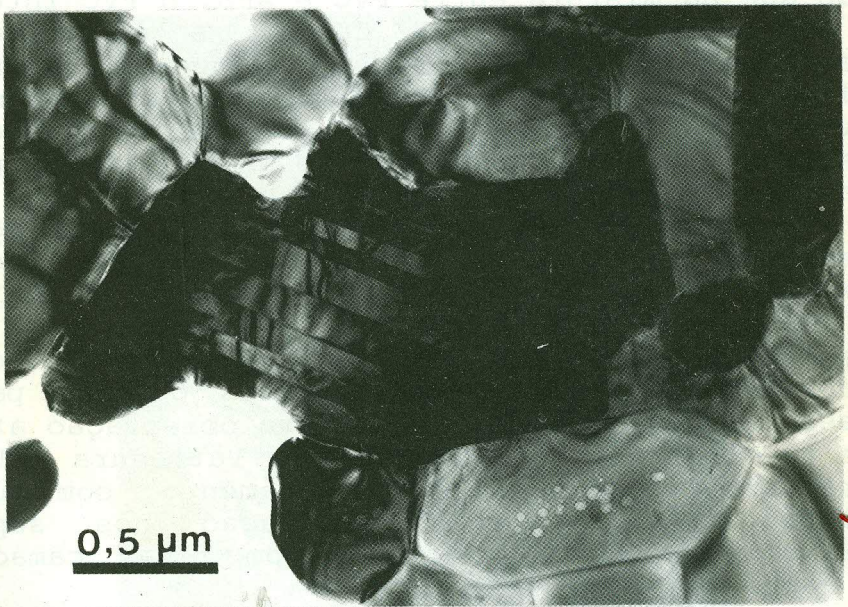
1. Corte ultrassônico no diâmetro desejado
2. Corte desses cilindros em forma de discos com espessura de ~ 200 μm .
3. Polimento em lixas para diminuição da espessura até ~ 100 μm
4. Polimento cuidadoso em pastas de diamante para obtenção de superfícies paralelas e retirada de camada superficial danificada pelo uso de lixas.
5. Afinamento mecânico por dimpler
6. Obtenção de área fina por bombardeamento de íons de argônio, com tensão aceleradora entre 5 e 6 kV e ângulo de incidência de 15 a 25 $^\circ$.

O procedimento acima pode ser adaptado à capacidade e as necessidades de cada laboratório, sendo no entanto, indispensável o uso de canhão de íons. A preparação de amostras deve ser bastante criteriosa, pois pode provocar adulterações, tais como - formação de defeitos, arrancamento preferencial de fases, transformação de fase - prejudicando a análise do material, podendo levar inclusive a conclusões errôneas. Um exemplo bastante típico é o de amostras contendo ZrO_2 que possa sofrer transformação martensítica durante o polimento e desbaste iônico, sendo que a reobtenção das fases originais só é possível em alguns casos. A fig.1 apresenta micrografia de uma região com boa regeneração de uma amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$, onde é possível o estudo da estrutura cristalina original dos grãos em função do seu tamanho. No entanto regiões menos espessas da mesma amostra, apresentam grãos de ZrO_2 que deveriam estar na forma tetragonal, mas que sofrem transformação (fig.2).



784

Fig.1 - Microestrutura de amostra de Al_2O_3/ZrO_2 .



785

Fig.2 - Partícula de ZrO_2 -monoclínica em matriz de Al_2O_3 .