

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS DE  $ZrO_2$  PARA OBSERVAÇÃO EM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE TRANSMISSÃO

Ana Helena de Almeida Bressiani

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares  
IPEN-CNEN/SP - Departamento de Metalurgia Nuclear

C.Postal 11049 - Pinheiros, S.Paulo, S.P.

RESUMO

Para o estudo de diversas propriedades de  $ZrO_2$  - parcialmente estabilizada é necessária a determinação do tamanho médio dos grãos, das fases existentes (tetragonal, monoclínica e cúbica), e a distribuição destas. A distribuição de fases é observável através de microscopia eletrônica de transmissão, no entanto, durante a preparação das amostras pode ocorrer transformação de fase, descaracterizando a distribuição original. Neste trabalho é apresentado o método apropriado para preparação dessas amostras.

PREPARATION OF  $ZrO_2$  SPECIMENS FOR TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY

ABSTRACT

The determination of average grain size, of the presence of monoclinic, tetragonal and cubic phases, as well as their relative distributions are necessary for the study of several partially stabilized zirconia properties. However, the phase distributions can be changed during the preparation of specimens for transmission electron microscopy, yielding misleading results. In this work suitable preparation method is reported.

## 1. INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas muitos trabalhos estão sendo feitos na área de desenvolvimento de zircônia parcialmente estabilizada (PSZ) devido a suas propriedades mecânicas, elétricas e térmicas. A PSZ é vista como cerâmica estrutural por causa de sua alta resistência mecânica e alta tenacidade comparativamente às outras cerâmicas<sup>(1)</sup>, e pode ser usada como revestimento térmico devido à sua boa resistência ao choque térmico<sup>(2)</sup> e como sensor de oxigênio graças a sua alta condutividade iônica<sup>(3)</sup>. Atualmente sabe-se que todas essas propriedades são bastante afetadas por mudanças microestruturais<sup>(4)</sup>. A análise microestrutural de cerâmicas à base de zircônia pode ser feita através de microscópio eletrônico de varredura, microsonda, microscópio eletrônico de transmissão e difração de raios-X.

A microscopia eletrônica de transmissão (MET) permite a observação da distribuição das fases existentes (cúbica, tetragonal e monoclinica), assim como a determinação do tamanho médio de grãos e existência de fase vítrea em pontos triplos e contornos de grão. No entanto, a preparação de amostras é bastante delicada e pode causar a descaracterização do material a ser estudado.

## 2. MÉTODO EXPERIMENTAL

As amostras a serem observadas em MET são cortadas com discos de diamante e tem suas arestas desbastadas através de polimento em lixas de SiC, obtendo-se assim tarugos cilíndricos com 3 mm de diâmetro. Os tarugos são cortados em discos de ~ 400  $\mu\text{m}$ , não tendo sido possível cortar discos mais finos, devido à fragilidade do material. As amostras são coladas em pequenas placas de vidro e desgastadas em placas impregnadas com diamante (15  $\mu\text{m}$ ), tendo como lubrificante glicerina e álcool. Após o desgaste dos dois lados, as amostras devem possuir ~ 60  $\mu\text{m}$  de espessura e superfícies paralelas, o que é obtido utilizando-se sistema de polimento com rolamento (Fig. 1).

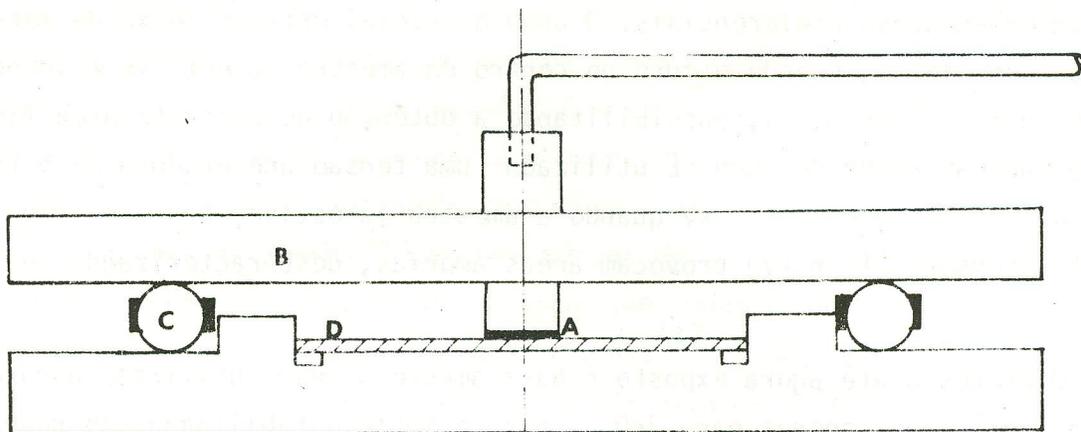
O polimento final é feito utilizando-se pasta de diamante de 6  $\mu\text{m}$ , tendo-se as amostras coladas à placa de vidro colocada em suporte de PVC adaptável a uma politriz (no caso, Minimet da Buehler). As amostras devem ter após o polimento, superfícies paralelas e polidas, e espessura entre 40 e 50  $\mu\text{m}$ , passando-se então para a obtenção de áreas finas através de desgaste por bombardeamento de íons de argônio.

Esse bombardeamento é feito em canhão de íons comercial, tendo-se um vácuo melhor do que  $10^{-6}$  torr antes da abertura do fluxo de gás, e melhor do que

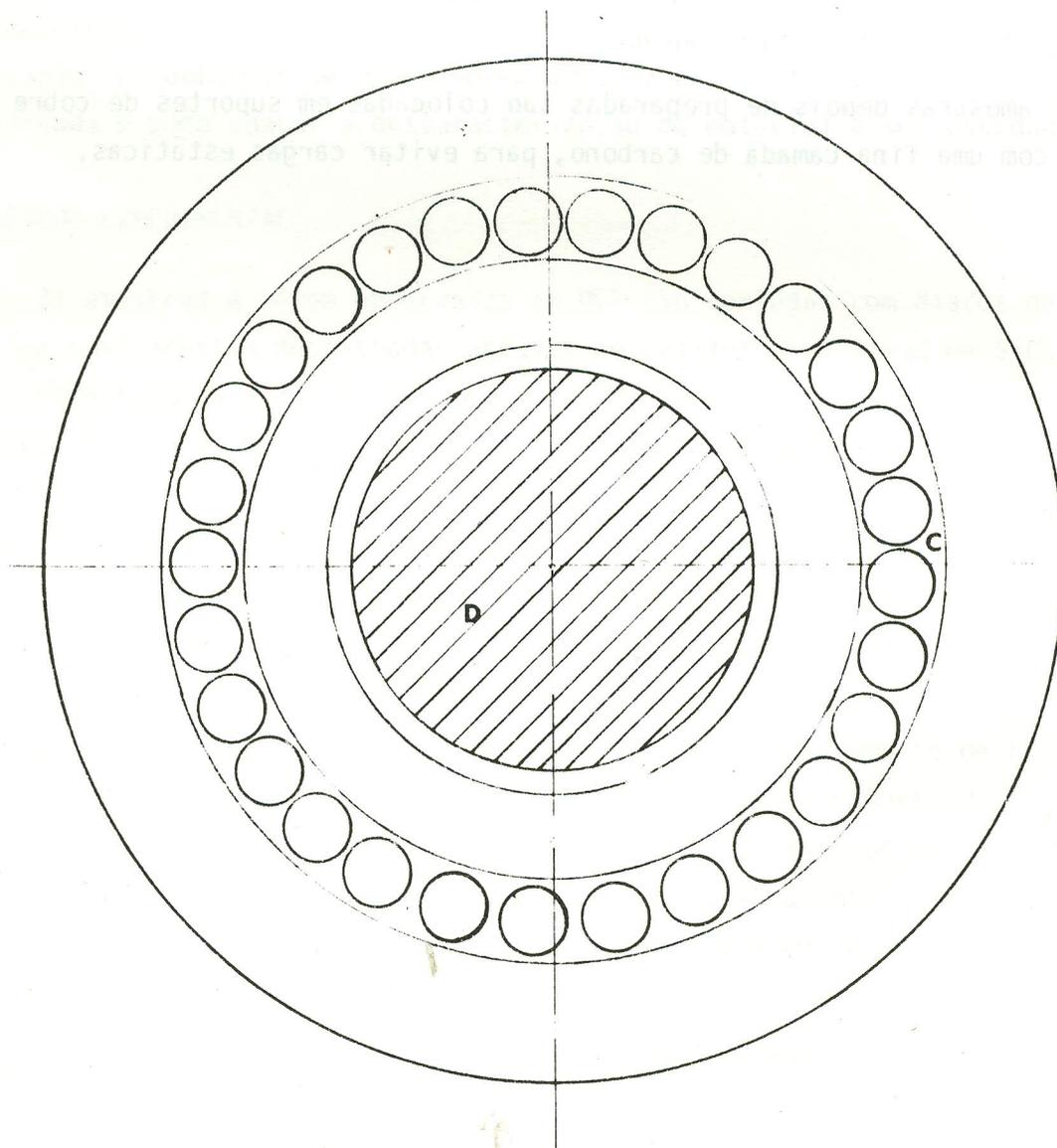
$3 \times 10^{-4}$  torr durante o bombardeamento. A amostra é colocada no canhão de íons em suporte giratório, o que permite diminuir a influência de tendências de desgaste em orientações preferenciais. O ângulo inicial entre o feixe de íons e a amostra é de  $\sim 18^\circ$  e, quando o furo no centro da amostra já está se evidenciando, passa-se para  $15^\circ$  (Fig. 2), possibilitando a obtenção de bastante área fina no cone formado ao redor do furo. É utilizada uma tensão aceleradora de 6 kV no início do desgaste, e de 5,5 kV quando a amostra já estiver bastante fina, já que altas tensões ( $\geq 6$  kV) provocam áreas amorfas, descaracterizando o material.

O processo até agora exposto é basicamente o mesmo utilizado para outras amostras cerâmicas, apenas para  $ZrO_2$  - parcialmente estabilizada são necessários maiores cuidados, como - não aplicação de pressão durante o polimento, corte lento das amostras, etc..., mas mesmo assim a transformação da fase tetragonal para monoclínica ocorre, como previsto na literatura<sup>(5)</sup>, sendo necessário um tratamento térmico acima da temperatura onde ocorre a transformação martensítica, seguido de resfriamento rápido.

As amostras depois de preparadas são colocadas em suportes de cobre e recobertas com uma fina camada de carbono, para evitar cargas estáticas.



a



b

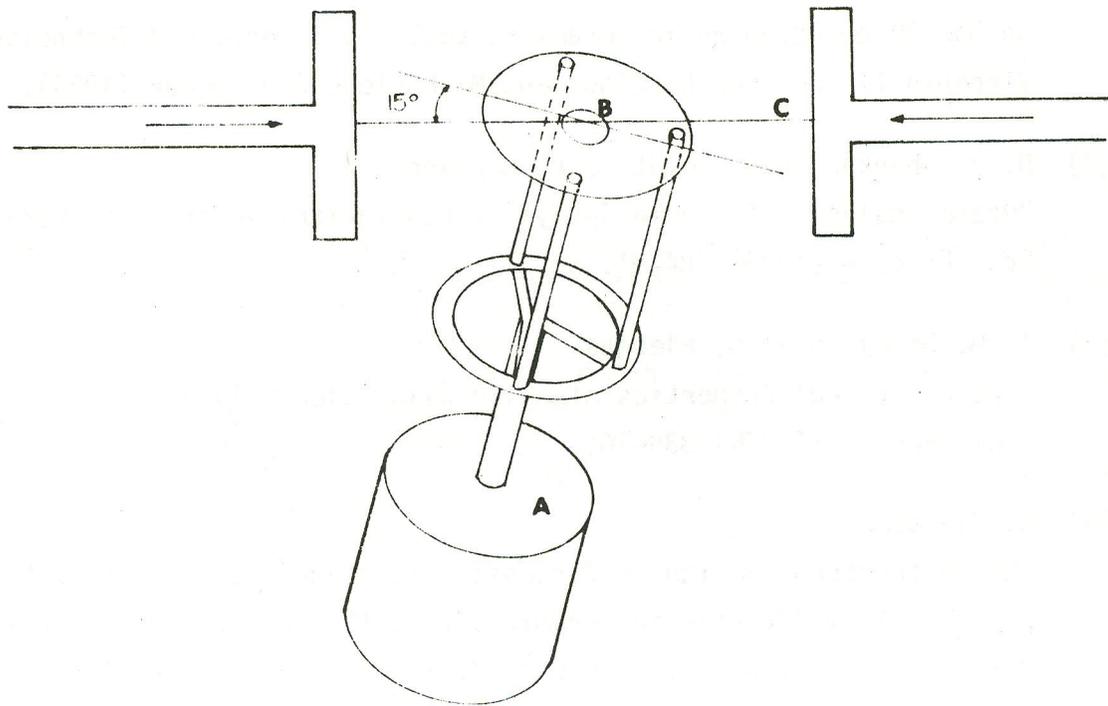


FIGURA 1.a) Corte transversal, b) Corte longitudinal do sistema para polimento de amostras com 3 mm de diâmetro, constituído de: A. Vidro onde são coladas as amostras; B. Suporte de PVC adaptável à politriz, C. Rolamento de aço, que permite obter amostras com superfícies paralelas, D. disco impregnado com diamante.

FIGURA 2 - Esquema do bombardeamento de íons: A. Suporte giratório para amostra; B. Amostra de 3 mm de diâmetro, com superfícies paralelas e polidas, C. Feixe de íons.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) M. Rühle, N. Claussen e A. H. Heuer  
"Microstructural Studies of  $Y_2O_3$  - Containing Tetragonal  $ZrO_2$  Polycrystals (Y-TZP)"  
pg 352-70 em Advances in Ceramics, vol. 12, Science and Technology of Zirconia II. Ed. por N. Claussen, M. Rühle e A.H. Heuer (1984).
- (2) N. R. Shankar, E.C. Bemdt e H. Hermann  
"Phase Analysis of Plasma-Sprayed Zirconia-Ytria Coatings", Ceram. Eng. Sci. Proc. 4 (1983) 784-91.
- (3) T. H. Etsell e S. N. Flengas  
"The Electrical Properties of Solid Oxide Electrolytes"  
Chem. Rev. 70 (1970) 339-76.
- (4) N. Claussen  
"Microstructural Design of Zirconia - Toughened Ceramics (ZTC)"  
pg 325-351 em Advances in Ceramics, vol. 12, Science and Technology of Zirconia II. Ed. por N. Claussen, M. Rühle e A.H. Heuer (1984).
- (5) N. Claussen e M. Rühle  
"Design of Transformation - Toughened Ceramics"  
pg 137-63 em Advances in Ceramics vol. 3  
Ed. por A.H. Heuer e L.W. Hobbs (1981)