

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS CERÂMICAS

Ana Helena de A. Bressiani

Departamento de Metalurgia Nuclear, IPEN-CNEN/SP, São Paulo/SP.

O estudo de materiais cerâmicos densos por microscopia eletrônica de transmissão é bastante recente (a partir da década de 70) devido a dificuldade de preparação de amostras, já que a obtenção de áreas finas por ataque químico é bastante difícil. Este problema só foi resolvido com o aparecimento em escala comercial de canhões de íons, que permitem o desbaste da amostra através de íons acelerados.

O processo mais utilizado de preparação de amostras consiste em cortar cilindros do material cerâmicos com 3 mm (2,3 mm) de diâmetro com aparelhos de corte por ultra-som, utilizando-se abrasivos, tais como B_4C ou SiC , ou em cortar com disco de diamante áreas pouco maiores do que a dos círculos desejados e posterior polimento com lixas de SiC até a área tornar-se aproximadamente circular com o diâmetro desejado. Esses cilindros são então cortados em formato de discos de $200 \mu m$ de espessura, que são então polidos em placas impregnadas de diamante utilizando glicerina como lubrificante. Para o polimento normalmente é usado um sistema especial adaptado a politriz Minimet da Buehler onde esferas com igual diâmetro formam o rolamento suporte que permite o polimento por igual.

Após a amostra estar com espessura de $\leq 100 \mu m$ é feito polimento com pasta de diamante de 6 ou $3 \mu m$ até atingir a espessura de $50 \mu m$.

O desbaste da região central da amostra é feito por bombardeamento de íons de argônio com tensão acelerada de -6 kV e ângulo de incidência de 15 a 20°. Quando há o surgimento de um pequeno furo na região central da amostra, a mesma está pronta para ser observada em MET, já que deve possuir áreas finas circundando o furo. Para maior estabilidade mecânica as amostras são em geral coladas a um suporte de cobre com 3 mm de diâmetro, e para evitar cargas eletrostáticas durante a observação em MET é feita deposição de uma fina camada de carbono ou ouro.