

Procedimento para Preparação de Amostras de Interfaces (“Cross-Section”) para TEM através do DuoMill

1 - Para a preparação de amostras na geometria chamada de “cross-section” utilizada para semicondutores (Si, Ge, GaAs, InGaP, etc) onde deseja-se analisar interfaces. A primeira etapa do procedimento é o corte, através de disco de diamante ou da serra de fio, de uma chapa de $\sim 500 \mu\text{m}$ de espessura;

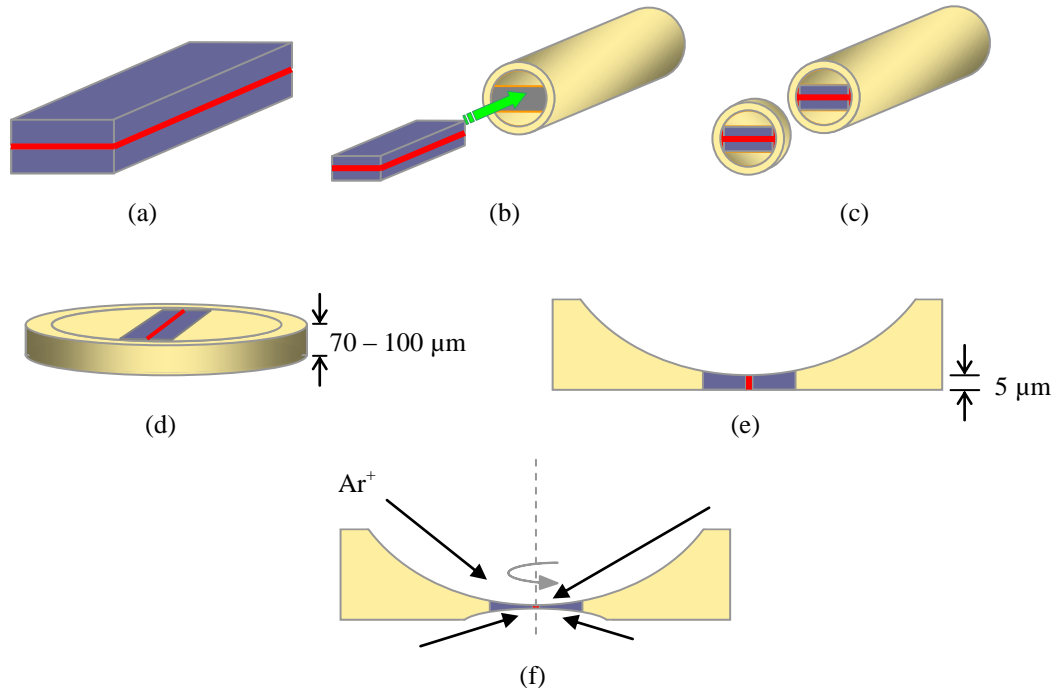


Figura 1. Seqüência esquemática do processo de preparação de amostras de *HRTEM* na geometria “*cross-section*”. (a) duas amostras com substrato de silício são coladas na face do filme amorfo, (b) o sanduíche é introduzido e colado dentro de um tubo de latão, (c) é cortada uma fatia de aproximadamente $500 \mu\text{m}$ de espessura, (d) o disco é polido até ficar com $70 - 100 \mu\text{m}$ de espessura, (e) a parte central do disco é desbastada (“*dimpling*”) até ficar no meio com uma espessura menor que $5 \mu\text{m}$ e (f) finalmente é feito um pequeno buraco com bombardeamento iônico (*ion milling*).

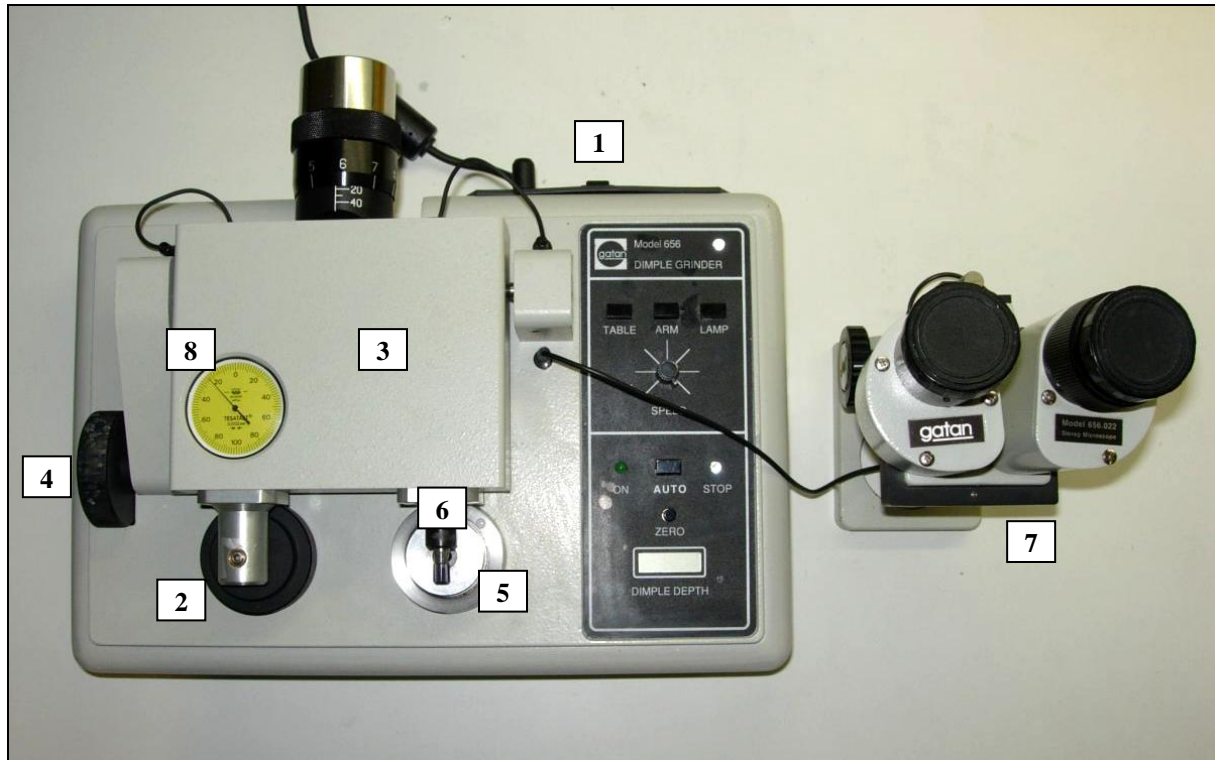
2 - Nesta técnica duas amostras (ou dois pedaços da mesma amostra) são coladas da face do filme amorfo com um adesivo a base de resina epóxi (G1) amorfo e invisível ao feixe de elétrons formando um sanduíche, logo ele é introduzido dentro de um tubo, depois é cortada uma fatia de $\sim 500 \mu\text{m}$ com um disco de corte de diamante ou serra de fio;

3 - Após o corte é feito o lixamento e polimento nas duas faces (através do suporte “Disc Grinder”) para manter as faces paralelas e até atingir uma espessura da amostra de $70 - 100 \mu\text{m}$. Depois de polida a amostra, é realizado o “*dimpling*” (desbastamento da parte central com um disco em rotação e pasta de diamante);



- 4 - Finalmente é feito um pequeno buraco na parte central com um feixe de íons à um baixo ângulo utilizando o equipamento PIPS (Precision Ion Polishing System) ou DuoMill da marca Gatan.
- 5 - A vantagem do PIPS frente ao DuoMill é a possibilidade de bombardear a amostra com ângulos baixos (até $<1^\circ$) o que garante uma camada amorfizada mais fina ($\sim 200 \text{ \AA}$), no entanto o DuoMill permite bombardear a amostra à 77 K.
- 6 - A amostra deve chegar ao laboratório de preparação de amostras com espessura de 120-150 μm , para que possa ser feito o “disc punching” que é a obtenção de um disco de $\varnothing = 3\text{mm}$ (diâmetro) da amostra. O disco de 3mm é obtido através de uma estampagem utilizando-se a ferramenta abaixo, inserindo a chapa de 120-150 μm no vão da ferramenta mostrado em detalhe à direita.
- 7 - O disco de $\varnothing = 3\text{mm}$ é colado por aquecimento a um “stub” (cilindro) de alumínio utilizando-se a placa de aquecimento. O “stub” com a amostra é acoplado ao “disc grinder” (figura abaixo) simplesmente pelo encaixe na base do suporte para lixamento e polimento.
- 8 - A amostra deve ser posicionada no mesmo plano da base do suporte (figura à direita) e em seguida é feito um ajuste da exposição da amostra à superfície em passos finos de 5 em 5 μm (figura à esquerda). A amostra deve ser lixada até a grana #2000 e posteriormente polida com suspensão de alumina (Al_2O_3) de 1 μm em ambas as faces até a espessura de $\sim 80\mu\text{m}$.
- 9 - A amostra permanece colada ao “stub” para a etapa subsequente do “dimpling” através do equipamento ilustrado na figura abaixo. A espessura da amostra deve ser controlada com o auxílio do microscópio ótico (MO) e da medida de espessura através do micrômetro digital acoplado a ele.
- 10 - Ligar o “dimpler” na chave posicionada na parte de trás à direita (1). Encontrar o limite inferior de Z (altura) girando o disco preto (2) no sentido horário até encostar-se à base.

- 11 - Em seguida erguer a mesa (3) e girar o disco vertical preto (4) para frente, para garantir que ao descer a mesa esta não atinja a amostra. Posicionar a amostra com o “stub” na base metálica (5). Colocar a roda de cobre mais larga para o desbaste da amostra no suporte (6) sempre com a mesa (3) em pé, retirando-se o parafuso e posicionando a roda de cobre com a parte cônica virada pra baixo.



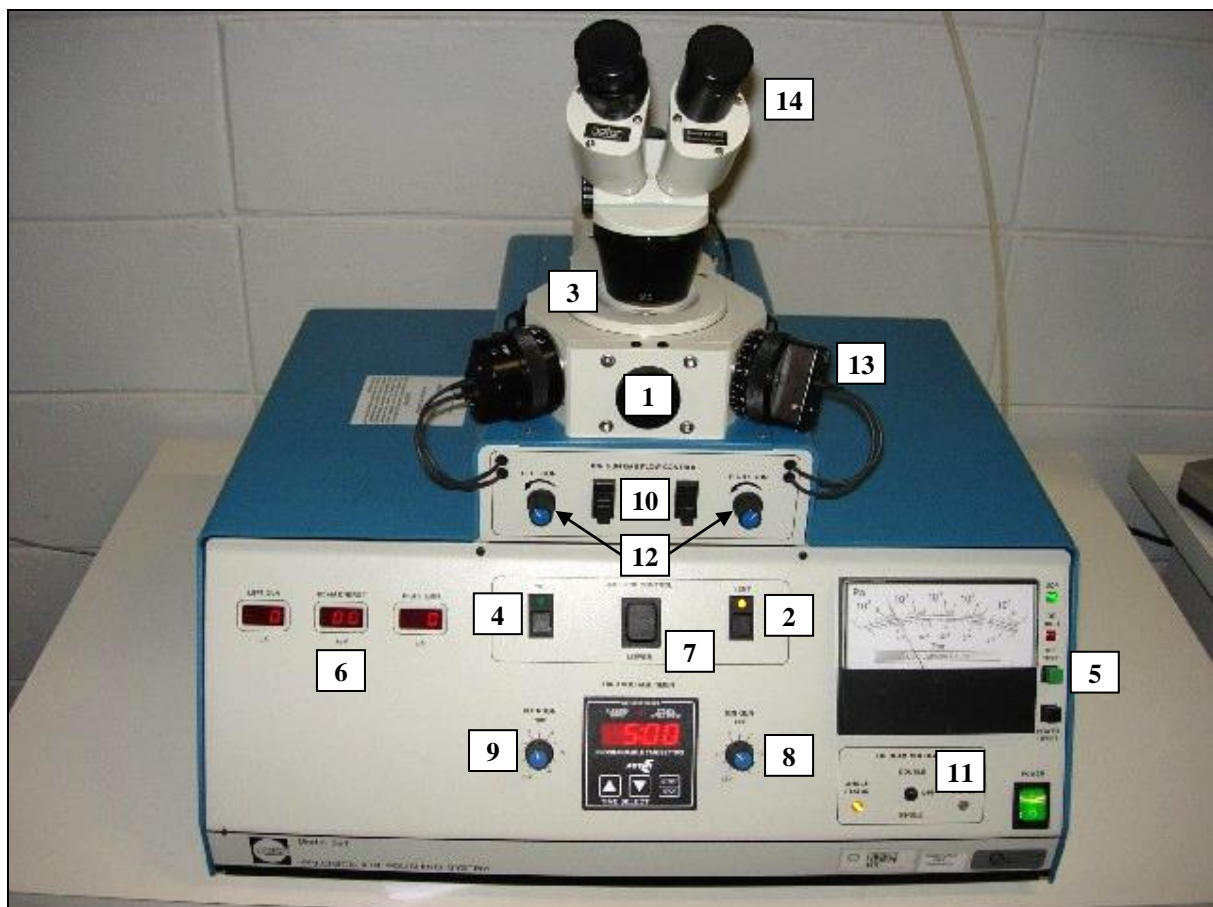
- 12 - Posicionar o estereoscópio (7) sobre a amostra encaixando-o na base metálica (5) e centralizar a amostra movendo a base com a mão. Girar a base apertando o botão TABLE no painel do “dimpler” e fixar um ponto no centro da amostra pra ver se ele se mantém no centro. Se não estiver simétrico apertar TABLE para cessar a rotação e centralizar novamente a base com a mão até achar o ponto certo.
- 13 - Para zerar a altura da amostra no mostrador digital baixar a mesa, girar o disco preto vertical para trás descendo o disco de cobre até a amostra. Girar o disco preto (2) no sentido anti-horário até que o ponteiro do mostrador analógico (8) passe uma vez pelo zero e chegue a zero novamente. Posicionar o ponteiro com cuidado para que esteja coincidindo exatamente. Apertar o botão ZERO no painel duas vezes (2 x) para zerar o mostrador digital. Girar o disco preto regulador da altura (2) no sentido horário controlando o quanto vai ser consumido da espessura da amostra. Ex: Se a amostra tem 80 μ m, consumir 70 μ m para restar 10 μ m. Erguer a mesa.
- 14 - Com a ponta de um palito de dente, pegar uma pequena quantidade de pasta de diamante (2-4 μ m) apertando a seringa e colocar sobre a amostra. Colocar uma gota de água com a seringa na roda de cobre, acionar os botões TABLE e ARM do painel, baixar a mesa, girar o disco preto vertical para trás descendo o disco de cobre até a amostra. Desbastar a amostra por 10s e parar (erguendo a mesa e apertar os botões

TABLE e ARM). Verificar com o estereoscópio se a calota está sendo feita exatamente no centro da amostra.

- 15 -Se a calota estiver centralizada, repetir o processo e continuar o desbaste até consumir a espessura programada (ex: 70 μ m). Conferir a espessura da amostra no MO de tempos em tempos para confirmar se está correta e para evitar que a amostra fure.
- 16 -Adicionar uma gota d'água quando começar a aparecer a superfície da roda de cobre (linha no centro longitudinal da roda) Ao atingir a espessura desejada na base da calota (ex: 10 μ m), submeter a amostra ao polimento com suspensão de alumina (Al₂O₃) por 2 min, substituindo a roda de cobre pela roda de feltro.

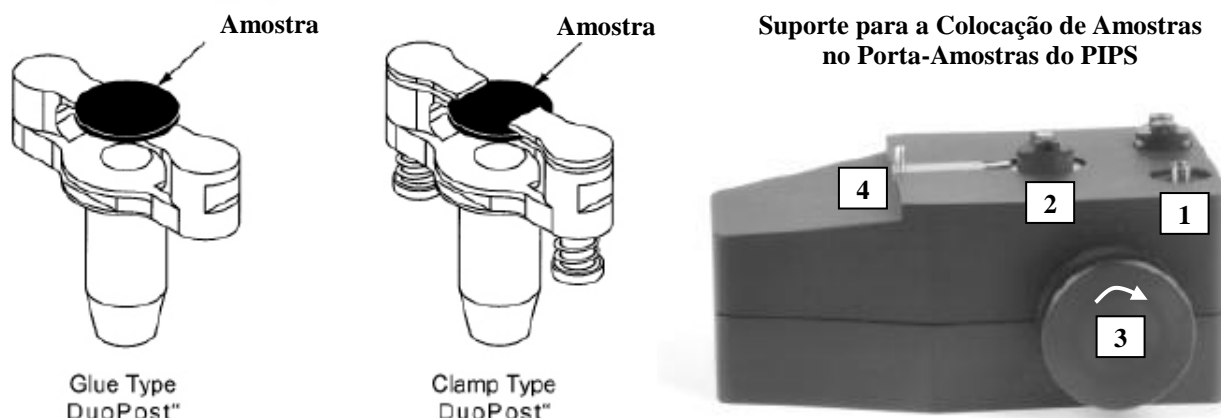
Polimento Iônico através do PIPS

- 14 -A última etapa para obter área fina na amostra (figura 1) é o polimento iônico através do PIPS (Precision Ion Polishing System) da GATAN ilustrado na figura abaixo. O equipamento permanece sempre ligado devido ao alto vácuo do sistema.
- 15 -Conferir se a pressão do gás argônio Ar(g) está em 25 psi (linha à esquerda acima do PIPS).



Elaborado: Conrado R. M. Afonso
Revisado: Jefferson Bettini
Versão 1 – Atualizado 14/07/08

- 16 -Antes de colocar a sua amostra, faça o alinhamento dos feixes com a tela de fósforo que está na gaveta do PIPS. Para quebrar o vácuo da câmara (1), apertar o botão VENT (2) no painel frontal do PIPS até que a tampa (3) da câmara se solte. Retirar a tampa, colocar o porta-amostras com a tela de fósforo (usando a pinça apropriada) e posicionar a tampa para fechar a câmara.
- 17 -Para fazer vácuo na câmara segurar a tampa e apertar o botão VAC (4) com toques bem rápidos. Quando a tampa estiver fixa, segurar apertado o botão verde DP TEST (5) e continuar apertando VAC sem que o valor no mostrador BEAM ENERGY keV (6) passe de 10. Pressionar VAC até que o “led” verde acima do botão se acenda, indicando que o vácuo atingiu o nível desejado.
- 18 -Apertar o botão LOWER em AIRLOCK CONTROL (7) para abaixar o porta-amostras até o nível dos canhões. Regular a voltagem desejada no botão ION GUN keV (8) e a velocidade de rotação da amostra em ROTATION rpm (9). Manter o ângulo de incidência dos feixes em 10° (positivo) por cima. Habilitar os canhões de feixe de íons em ION GUN GAS FLOW CONTROL erguendo, um de cada vez, os interruptores pretos (10). Colocar a chave ION BEAM MODULATOR na posição central em OFF (11).
- 19 -Programar no visor TIME SETTING o tempo para o polimento (ex: 10 min). Pressionar START para começar o polimento iônico. Após acionar um dos canhões, colocar sobre o visor o suporte preto plástico para escurecer o ambiente e visualizar melhor o feixe de íons para facilitar o alinhamento. Acionar a chave seletora à direita do visor para visualizar a tela de fósforo. Com o respectivo botão de ajuste de fluxo LEFT e RIGHT GUN (12) variá-lo até encontrar o feixe o mais “focado” possível.
- 20 -Para alinhar o feixe nos eixos X e Y, utilizar uma chave Allen e variar as posições na parte de trás e lateral da base dos canhões (13). Repita o mesmo procedimento para o outro canhão. Terminado o alinhamento dos canhões, desligar os interruptores dos mesmos (10) e erguer o porta-amostras passando a chave AIRLOCK CONTROL para cima. Para quebrar o vácuo da câmara (1), apertar o botão VENT (2) no painel frontal do PIPS até que a tampa (3) da câmara se solte.
- 21 -Retirar a tampa, colocar o porta-amostras com a amostra tela de fósforo (usando a pinça apropriada) e posicionar a tampa para fechar a câmara. Para colocar a amostra no porta-amostras do PIPS (vide Figura abaixo) deve-se usar um estereoscópio para enxergar em melhor detalhe com a ajuda de uma pinça fina para lâminas de TEM.



- 22 - Normalmente lâminas finas metálicas são colocadas no porta-amostras do tipo PINÇA (CLAMP). O porta-amostras mais adequado para materiais frágeis como intermetálicos ou cerâmicas seria o de colagem da amostra (GLUE). Primeiro, coloca-se o porta-amostras do tipo PINÇA (CLAMP) no suporte para a colocação de amostras no Porta-Amostras do PIPS (1).
- 23 - Colocar a amostra (lâmina fina) na base do suporte (2) com o auxílio de uma pinça ou sugador. Abaixar o porta-amostras girando o botão lateral (3) para frente no sentido horário até que a pinça se abra. Inserir a amostra através da plataforma (4) entre as hastes da pinça para que fique bem centralizada. Erguer o porta-amostras girando o botão lateral (3) para trás no sentido anti-horário até que a pinça prenda a amostra.
- 24 - Com o auxílio da pinça adequada, retirar o porta-amostras do suporte e levá-lo até o suporte do PIPS. Repetir os passos de 16 a 20 até que amostra fure, monitorando através das oculares periodicamente.
- 25 - Para quebrar o vácuo da câmara (1), apertar o botão VENT (2) no painel frontal do PIPS até que a tampa (3) da câmara se solte. Retirar a tampa, colocar o porta-amostras com a tela de fósforo (usando a pinça apropriada) e posicionar a tampa para fechar a câmara.
- 26 - Para fazer vácuo na câmara segurar a tampa e apertar o botão VAC (4) com toques bem rápidos. Quando a tampa estiver fixa, segurar apertado o botão verde DP TEST (5) e continuar apertando VAC sem que o valor no mostrador BEAM ENERGY keV (6) passe de 10. Pressionar VAC até que o "led" verde acima do botão se acenda, indicando que o vácuo atingiu o nível desejado.
- 27 - Apertar o botão LOWER em AIRLOCK CONTROL (7) para abaixar o porta-amostras até o nível dos canhões. Regular a voltagem desejada no botão ION GUN keV (8) e a velocidade de rotação da amostra em ROTATION rpm (9). Escolher o ângulo de incidência dos feixes (ex: 10°) colocando um canhão no positivo $+10^{\circ}$ C e outro no sentido negativo -10° . Acionar os canhões de feixe de íons em ION GUN GAS FLOW CONTROL erguendo os interruptores pretos (10). Colocar a chave ION BEAM MODULATOR para cima na posição DOUBLE (11).

- 28 -Programar no visor TIME SETTING o tempo para o polimento (ex: 10 min). Pressionar START para começar o polimento iônico. Após acionar os canhões, monitorar a amostra (a cada 2 min) através das oculares periodicamente para verificar se foi atingido o furo. Para isso, acionar a chave seletora à esquerda (da frente) para acender a luz refletida e a de trás para acender a luz transmitida (por baixo da amostra). Acionar a chave seletora à direita do visor para manter o visor transparente de vidro sempre protegido.
- 29 -Imediatamente após furar a amostra, abaixe o ângulo de incidência dos feixes para 5° e deixe fazer o polimento iônico por mais 2 min. Terminado o polimento iônico, desligar os interruptores dos canhões (10) e erguer o porta-amostras passando a chave AIRLOCK CONTROL para cima. Para quebrar o vácuo da câmara (1), apertar o botão VENT (2) no painel frontal do PIPS até que a tampa (3) da câmara se solte.
- 30 -Retirar a tampa, colocar o porta-amostras com a amostra tela de fósforo (usando a pinça apropriada) e posicionar a tampa para fechar a câmara.
- 31 -Para fazer vácuo na câmara segurar a tampa e apertar o botão VAC (4) com toques bem rápidos. Quando a tampa estiver fixa, segurar apertado o botão verde DP TEST (5) e continuar apertando VAC sem que o valor no mostrador BEAM ENERGY keV (6) passe de 10. Pressionar VAC até que o “led” verde acima do botão se acenda, indicando que o vácuo atingiu o nível desejado.