

Artefatos causados pelo feixe de íons Ga durante o preparo de amostras de silício no microscópio de íons focalizados (FIB)

Artifacts caused by Ga ions during the preparation of silicon samples in the focused ion beam microscope (FIB)

Fabio Zuim

*Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF
Rua Dr. Xavier Sigaud, 150, 22290-180, RJ, Brasil*

André Linhares Rossi

*Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas – CBPF
Rua Dr. Xavier Sigaud, 150, 22290-180, RJ, Brasil*

Submetido: 23/03/2017 Aceito: 23/08/2017

Resumo: O FIB ou Dual-Beam com feixes de gálio e elétrons é um equipamento versátil com muitas possibilidades de caracterização e fabricação de materiais da escala micrométrica à nanométrica. Contudo, artefatos produzidos durante os processos de caracterização e fabricação podem ocorrer, e consequentemente, modificar a estrutura e as propriedades dos materiais. Neste sentido, faz-se necessário investigar as propriedades do feixe de íons e sua interação com a matéria. O presente trabalho busca analisar diferentes parâmetros do feixe de íons, como energia, corrente e ângulo de convergência do feixe no microscópio Lyra3/Tescan e seus efeitos na amostra. O formato do feixe e a interação com a amostra foi avaliado usando experimentos de desfocalização e tomografia de elétrons de regiões previamente expostas ao feixe. Os resultados mostraram que o feixe de menor energia apresentou maior variação de tamanho em função da desfocalização. A contaminação de gálio e platina (utilizados durante a preparação da amostra) foi avaliada após polimento das amostras realizado com o feixe de íons. Os resultados mostraram que feixes de íons gálio com a mesma energia mas correntes menores geram menor contaminação. Os dados adquiridos neste trabalho foram discutidos e relacionados com as técnicas de preparação de amostras disponíveis no equipamento e serão utilizados para adaptar os protocolos de preparação existentes de modo a minimizar os problemas nas preparações.

Palavras chaves: Microscopia de íons focalizados, Microscopia eletrônica, artefatos na preparação de amostras, íons gálio, tomografia de elétrons.

Abstract: FIB or Dual-Beam with gallium and electron beams is a versatile equipment with many possibilities of characterization and fabrication of materials from the micrometric to the nanometric scale. However, artifacts produced during characterization and manufacturing processes may occur, and consequently, modify the structure and properties of materials. In this sense, it is necessary to investigate the ion beam properties and its interaction with matter. The objective of this paper was to analyze different parameters of the ion beam, such as energy, current and beam convergence angle of the Lyra3/Tescan microscope and its effects in the sample. The beam shape and interaction with sample were evaluate using beam defocalization and tomography experiments from regions previously exposed to the beam. The results showed that the beam with lower energy presented greater size variation after defocalization. The gallium and platinum contamination (used during sample preparation) was evaluated after polishing the samples with the ion beam. The data acquired in this work

were discussed and related to the techniques available in the equipment and will be used to adapt the existing preparation protocols in order to minimize the problems and artifacts during sample preparations.

Keywords: Focused ions beam, Electron microscopy, sample preparation artifacts, gallium ions, electron tomography.

1. INTRODUÇÃO

Estudos em nanociência e nanotecnologia têm crescido significativamente no mundo, impulsionados pelo desenvolvimento de técnicas de nanomanipulação e caracterização. Os temas estudados são cada vez mais interdisciplinares e incluem áreas da física, engenharia, química, biomedicina, dentre outras [1]. No ano de 2009 foi inaugurado o LABNANO (Laboratório Multiusuário de Nanociência e Nanotecnologia) no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), com o objetivo de impulsionar a pesquisa em nanociência e nanotecnologia no Brasil, em especial, no estado do Rio de Janeiro. Em 2015, o LABNANO adquiriu um microscópio de íons focalizados (*Focused ion beam* - FIB), também chamado de *Dual-Beam* (Duplo-Feixe), da marca Lyra3/Tescan, com uma coluna de íons de Gálio (Ga^+) além da coluna de elétrons do tipo emissão de campo (Schottky). O *Dual-Beam* possui inúmeras utilidades, como por exemplo a edição de circuitos elétricos, a preparação de amostras para Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Tomografia de Elétron. O feixe de íons, além de formar imagens de alta resolução ($\sim 2,5$ nm para o feixe de Ga) é usado frequentemente para depositar ou remover materiais da superfície das amostras conferindo uma grande versatilidade ao equipamento.

O presente trabalho busca compreender os diferentes parâmetros do feixe de íons como energia, corrente e ângulo de convergência no microscópio Lyra3/Tescan e seus efeitos na amostra (precisão para remover materiais e implantação de Gálio na amostra). Este estudo é fundamental para otimizar os processos de preparação de amostras para MET, litografia de íons e Tomografia de Elétrons, no FIB recentemente instalado no LABNANO/CBPF.

1.1 FIB

Por mais de duas décadas o FIB vem sendo utilizado na indústria de semicondutores e em diversos campos da pesquisa em ciências de materiais. O primeiro relato de uso desta técnica, foi retratado no final da década de 1980 para reparo e edição de circuitos [1,2]. O seu uso em outras áreas da ciência deslançou quando o FIB passou a ser acoplado a um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) [1].

A arquitetura do FIB se assemelha à de um MEV. No entanto, enquanto o MEV utiliza um feixe de elétrons focalizado por lentes eletromagnéticas para obter imagem da superfície da amostra, o FIB utiliza um feixe de íons focalizado, através de uma coluna com lentes eletrostáticas. A instrumentação do FIB pode ser incorporada a um MEV formando um microscópio com duas colunas (*Dual-Beam*), permitindo a utilização simultânea dos dois feixes. Além disso, os FIB são geralmente equipados com nanomanipuladores e sistemas de injeção de gases para depósito de ma-

teriais (ex. platina e tungstênio) sobre a amostra, a partir de organometálicos precursores.

A capacidade do FIB de escavar amostras (remover material) com grande precisão, aquisição de imagens e deposição de materiais, depende fundamentalmente da interação íon-matéria. Quando um feixe de íons incide na amostra (geralmente espessa), inúmeros eventos ocorrem, desacelerando e espalhando os íons, até que toda sua energia seja perdida. Estes eventos podem ser subdivididos em duas categorias gerais: (i) interações do íon com o núcleo dos átomos da amostra correspondendo ao espalhamento elástico (sem perda de energia), (ii) interações com os elétrons das camadas eletrônicas dos átomos da amostra com perdas de energia, correspondendo às interações inelásticas. As interações inelásticas geram diferentes sinais secundários como elétrons secundários além de “plasmons” e “phonons”. Assim como no MEV, os elétrons secundários gerados pelo bombardeamento com íons podem ser utilizados para formação de imagens da superfície da amostra utilizando detectores de elétrons secundários.

O íon Ga^+ é muito maior do que o elétron, ou seja, a seção de choque do primeiro é muito superior, conferindo uma maior taxa de perda de energia por distância percorrida na amostra aumentando a taxa de *sputtering* na amostra. O *sputtering*, ou a capacidade de ejeção de átomos da superfície da amostra, quando em grandes taxas, pode ser usado para realizar litografia, com grande resolução espacial sobre a amostra. Diferente de outras técnicas como a litografia com feixe de elétrons, onde é necessário um resiste (após exposição ao feixe de elétrons o resiste deve ser processado para remover as regiões onde ocorreu interação), com o FIB é possível editar o material diretamente.

1.2 Danos e Artefatos

Além de realizar *sputtering*, retirando material da superfície da amostra, como visto anteriormente, o feixe de íons causa inúmeros processos que podem alterar a estrutura da amostra, tais como o aquecimento local através da transferência de energia do íon à rede atômica, a amorfização de estruturas cristalinas e a implantação de íons. A implantação de íons será estudada neste trabalho usando diferentes condições do feixe de íons. Em escalas maiores, a redeposição de material ejetado durante o processo de *sputtering* pode ocorrer sobre a própria amostra. Outro aspecto determinante para o processo de litografia com alta resolução é o formato do feixe que interage com a amostra. Feixes com ângulos de convergência relativamente grandes podem gerar desenhos e superfícies (*cross-section*) irregulares. Com isso, estudaremos em detalhes a implantação de íons Ga^+ em amostras de silício e a interação feixe de íons com a amostra usando diferentes condições de corrente e energia do feixe. Em seguida, será discutido como as características do feixe influenciam nas técnicas de nanofabricação e preparação de

amostras no FIB.

2. METODOLOGIA

Nos microscópios *Dual-Beam*, a coluna de elétrons fica geralmente na posição vertical no equipamento enquanto que a coluna de íons fica inclinada em relação à primeira. No caso do microscópio Lyra3/Tescan utilizado no presente trabalho, essa inclinação é de 55° . Em geral, para trabalhar com o feixe de íons, a amostra é inclinada de 55° de modo que sua superfície fique a 90° do feixe de íons. Com esta disposição, o feixe de íons registra imagens, escava e deposita materiais em uma superfície normal ao feixe enquanto que o feixe de elétrons registraria imagens de uma superfície inclinada de 35° . Para trabalhar com os dois feixes simultaneamente, ambos devem ser focalizados no mesmo ponto na amostra. Para que isso aconteça a amostra deve ser posicionada em altura precisa, determinada pelo fabricante, denominada “ponto de interseção”. No modelo Lyra3 este ponto está localizado a uma distância de 9 mm da lente objetiva do canhão de elétrons e 12 mm da lente objetiva do canhão de íons.

A energia e a corrente do feixe de íons devem ser ajustadas para cada atividade a ser realizada. Por exemplo, para escavar a amostra, correntes altas devem ser utilizadas enquanto que correntes baixas são usadas para depositar organometálicos sobre a amostra. No presente trabalho utilizamos as seguintes configurações de feixe de íons, sugeridas pelo fabricante (tabela 1).

Tabela 1: Corrente e energia do feixe de íons para determinados procedimentos.

Procedimento	Energia (keV)	Corrente (nA)
Escavar a amostra	30	5,00
Polimento bruto	30	1,10
Deposição de organometálicos	30	0,10
Polimento fino	10	0,10
Polimento fino	5	0,01
Polimento final	3	0,01

Antes de realizar os experimentos, ambos os canhões foram devidamente alinhados. As seguintes partes do equipamento foram ajustadas: canhões, aberturas (no canhão de elétrons a abertura é virtual), altura da amostra (distância de trabalho), e astigmatismo.

2.1 Efeito do feixe de íons na amostra

Para avaliar o efeito do feixe de íons do microscópio Lyra3/Tescan no material, em função das condições de trabalho utilizadas, foram utilizadas duas abordagens: (1) alteração da altura da amostra sem modificação do foco do feixe e (2) reconstrução 3D da amostra após a interação do

feixe estacionário com a amostra.

Para a primeira parte do experimento do efeito do feixe (1), o foco do feixe de íons foi fixado no ponto de interseção e o porta-amostras foi movido propositalmente para gerar uma condição de desfocalização do feixe de íons. Com isso foi possível verificar o efeito causado na amostra pelo feixe de íons, em função das condições físicas escolhidas para produzi-lo (condição *underfocus* e *overfocus*). Isto foi obtido medindo o tamanho de cada furo produzido na superfície da amostra.

2.1.1 Desfocalização do feixe de íons

Uma amostra plana de silício (substrato de Si) foi colocada a $Z=9$ mm do canhão de elétrons (ponto de interseção entre as colunas) e os feixes de íons e elétrons foram devidamente focalizados em sua superfície. A amostra foi exposta ao feixe de íons por um segundo (1s) criando um pequeno furo no substrato. As imagens foram registradas com o feixe de elétrons (10–kV e 13,5–nA) para análises das dimensões dos furos. Em seguida, a distância da amostra ao canhão de íons foi alterada em $25 \mu\text{m}$ sem variar o foco do feixe de íons causando assim uma desfocalização do feixe sobre a amostra (Δf) de $25 \mu\text{m}$. Uma nova exposição de 1s do feixe de íons (agora desfocalizado de $25 \mu\text{m}$) foi realizada sobre outra região da amostra e registrada com o feixe de elétrons. O objetivo dessa análise era determinar o diâmetro aproximado do feixe no foco e em diferentes distâncias acima e abaixo do foco e com isso estimar a geometria do contorno do feixe em diferentes planos transversais e os efeitos da desfocalização sobre a amostra. O experimento foi repetido usando diferentes condições do feixe de íons (Tabela 1) e desfocalizações (Δf) de 0, ± 25 , ± 50 , ± 75 e $\pm 100 \mu\text{m}$.

As imagens obtidas com diferentes Δf foram analisadas com o software ImageJ/Fiji para medida do diâmetro médio dos furos. As imagens obtidas com o feixe de elétrons foram corrigidas geometricamente no software do microscópio para anular na imagem o efeito da inclinação do porta-amostras (55°) em relação a coluna de elétrons. Cada medida foi realizada 15 vezes para obter uma média confiável dos dados. A barra de calibração foi utilizada como referência para a conversão das mediadas de pixel para nanômetros.

2.1.2 Tomografia de elétrons da interação íon-amostra

Uma tomografia de elétrons usando a técnica de “*Slice and View*” (cortar e visualizar) foi realizada em uma região da amostra onde havia ocorrido previamente uma interação do feixe de íons com a superfície da amostra de modo a determinar a área de *sputtering* e indiretamente a geometria do contorno do furo causado pelo feixe de íons. Um feixe de íons de 30kV e 0,2 nA foi exposto por 1s sobre o substrato de Si. O furo foi em seguida parcialmente preenchido e recoberto por uma camada de platina. Trincheiras foram cavadas na frente e nas laterais como mostrado no esquema da Figura 1 (plano normal ao feixe de íons) guardando as devidas proporções de tamanho.

As trincheiras devem ser feitas para permitir a visualização do plano transversal à superfície da amostra (*cross-section*) pelo feixe de elétrons e para não haver redeposição de material sobre a face revelada durante o processo de cortar e visualizar (*Slice and View*). O feixe de íons de 30–kV e 0,2–nA

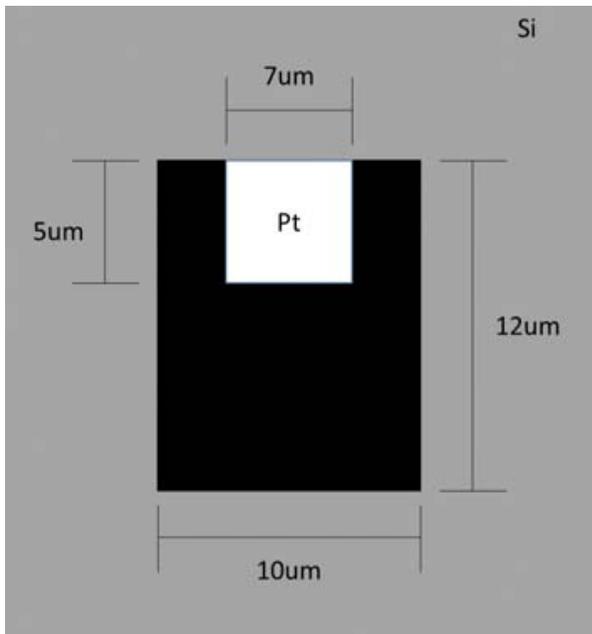


Figura 1: Modelo de trincheira para a técnica de Tomografia de Elétrons com feixe de íons. Cinza: superfície da amostra de silício. Preto: trincheira. Branco: depósito de platina.

foi usado para "fatiar" (cortar e polir) a amostra e o feixe de elétrons (10–kV e 13,5–nA) para visualizar e registrar a face revelada. O ângulo entre o feixe de elétrons e a face revelada (*cross-section*) era de 35°. Correções geométricas controladas pelo software do microscópio foram feitas para corrigir a inclinação da face ou superfície da amostra em relação ao feixe de elétrons nas imagens. A correção geométrica para inclinação modifica a varredura do feixe de elétrons de modo que a imagem seja alongada no eixo Y e preserve as medidas corretas entre as distâncias na direção x e y quando a amostra é inclinada. O eixo de inclinação deve ser paralelo ao eixo x da varredura. Imagens da superfície da amostra inclinada a 55° devem ser corrigidas em 55° enquanto imagens da face *cross-section* (plano perpendicular a superfície) da amostra inclinada a 55° deve ser corrigidas de 35°. Os cortes com o feixe de íons foram feitos a cada 10 nm quando uma imagem com o feixe de elétrons era registrada. Um total de 127 imagens foram registradas com detectores de elétrons secundários e retroespalhados simultaneamente.

As imagens foram gravadas e processadas no software ImageJ/Fiji. A sequência de 127 imagens foi compilada em um único arquivo (*stack*) onde o brilho e o contraste foram ajustados para evidenciar a estrutura do furo (causado pela interação do feixe com a amostra). Em seguida, as imagens do *stack* foram alinhadas utilizando um processo de translação geométrica [3]. Este método utiliza pontos de referência das imagens e realiza translações para alinhá-las. Após o alinhamento, as imagens foram cortadas digitalmente para evidenciar somente a região do furo e registradas no formato TIFF. O arquivo foi em seguida analisado no programa 3D-Slicer [4] onde as imagens foram segmentadas e um modelo 3D do furo foi construído.

A segmentação das intensidades das imagens digitais do furo foi realizada em duas etapas: (1) selecionando a área da Pt

através da diferença do contraste e brilho em relação ao substrato de silício e (2) trabalho manual de completar as áreas não selecionadas automaticamente e que correspondiam ao furo. O volume e a geometria do furo foram determinados no mesmo programa a partir da área segmentada e do modelo correspondente gerado pelo software.

2.2 Implantação de gálio

Um dos artefatos mais críticos do FIB é a implantação de íons gálio na amostra. Neste experimento foi avaliada a concentração de íons de gálio em amostras de silício (substratos planos de Si) com diferentes condições de feixe de íons.

As amostras de silício foram recobertas por uma camada de platina de 1 μm e uma trincheira foi cavada como descrito anteriormente (Figura 1) e uma face transversal à superfície da amostra (*cross-section*) de 1 μm de largura e 5 μm de profundidade foi revelada. A face transversal foi em seguida polida usando o feixe de íons de 30kV/1,1nA e 30kV/0,2nA e diferentes números de passagens. As condições escolhidas são geralmente utilizadas no processo de preparo de amostra para microscopia de transmissão e tomografia com feixe de íons (*Slice and View*). A concentração relativa de gálio na amostra foi determinada usando o detector de raio-x Silicon Drift Detector (SDD) (Oxford). O processamento dos espectros e a determinação da proporção Ga/(Ga+Si) e Pt/(Pt+Si) em % de massa foi realizada no programa AZTEC (Oxford). Para cada polimento um mapa de raio-x da face polida foi coletado. A proporção de gálio também foi avaliada em função da profundidade da face exposta. As linhas utilizadas para determinar o percentual de massa, foram a M da Pt (2,048 KeV), a L do Ga (1,098 keV) e K do Si (1,739 keV). Todas as análises foram realizadas no centro da face e sempre considerando a interface platina-silício como a profundidade 0.

3. RESULTADOS

3.1 Formato do feixe de íons

A interação do feixe de íons com diferentes condições de energia e corrente com a amostra foi avaliada usando os experimentos de desfocalização do feixe de íons e reconstrução 3D.

3.1.1 Desfocalização do feixe de íons

Para cada condição de energia do feixe de íons (30kV/0,2 nA; 30kV/1,1nA; 10kV/0,1 nA) foi obtida uma imagem do furo gerado pela interação do feixe de íons com a amostra em diferentes distâncias (Δf) (ver exemplo na Figura 2).

A Figura 3 mostra um gráfico com os diâmetros médios em cada condição de feixe e Δf assim como os eixos maiores e menores que foram utilizados para realizar as médias. As condições 30kV/0,2nA e 30kV/1,1 nA apresentaram pequena variação de tamanhos do furo em função de Δf enquanto que o feixe de 10kV/0,1 nA apresentou grande variação do tamanho médio em função de Δf . Após Δf de -25 μm o feixe 10kV/0,1nA teve um diâmetro médio maior que o feixe 30kV/1nA e após Δf de -75 μm o mesmo feixe apresentou um diâmetro médio de 1 μm superando o tamanho

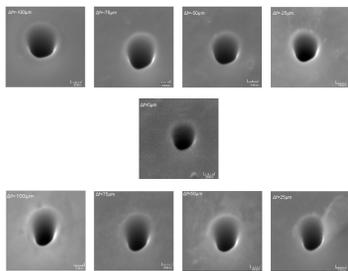


Figura 2: imagens do furo gerado pela interação do feixe de íons 30kV/0,2 nA com a amostra de Si. As imagens foram obtidas com o feixe de elétrons (10kV), magnificação de 90kx e detector de elétrons secundários (Everhart Thornley).

médio do feixe 30kV/1,1nA. Para desfocalizações positivas a variação do tamanho médio do feixe 10kV/0,1nA não foi tão acentuada e não ultrapassou 400 nm. Os feixes de 30kV não variaram significativamente seu tamanho ao longo das desfocalizações indicando um pequeno ângulo de convergência. O tamanho do furo no foco ($\Delta f=0$) não era similar ao tamanho do feixe (*spot size*) indicado pelo software como podemos ver na tabela 2. A partir dos resultados apresentados na Figura 3 foi calculado um ângulo de convergência médio dos feixes: 30kV/0,2nA (4°), 30kV/1,1nA (5°) e 10kV/0,1nA (10°). Este valor não representa o ângulo de convergência real do feixe de íons (ver discussão abaixo).

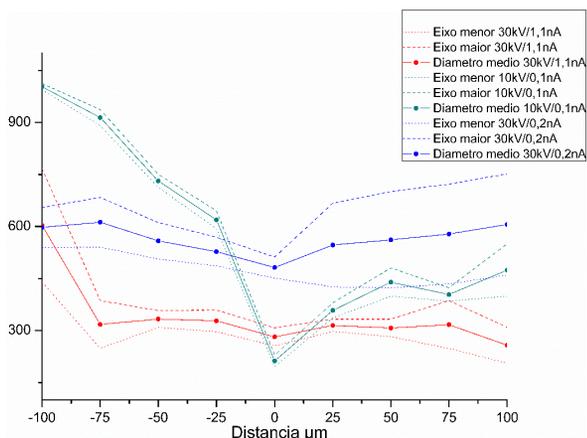


Figura 3: Diâmetro médio (nm), eixos maior e eixo menor do furo gerado pela interação do feixe de íons em diferentes desfocalizações (Δf), energia e corrente

Tabela 2:

Energia/Corrente	Tamanho médio do furo em $\Delta f = 0$	Spot size (indicado pelo software do microscópio)
30kV/0,2 nA	481,3 nm	144,90 nm
30kV/1,1 nA	281,7nm	150,80 nm
10kV/0,1 nA	212,2 nm	46,48 nm

3.1.2 Tomografia de elétrons da interação do feixe de íons

com a amostra

A interação do feixe de íons de 30kV/1,1nA com a amostra de Si foi estudada por tomografia de elétrons usando a técnica de *Slice and View*. O feixe foi exposto por 1s na superfície da amostra gerando *sputtering*. A geometria do furo foi determinada após a reconstrução 3D de sua estrutura e processamento das imagens (Figura 4). Como observado no experimento de desfocalização, o formato do furo não foi de um cone com diâmetro regular. Na base do cone de interação (superfície do substrato de Si) por exemplo, os diâmetros máximo e mínimo foram de 780 e 775 nm, respectivamente. A profundidade total foi de 1,7 μm e o ângulo de convergência foi de 13° .

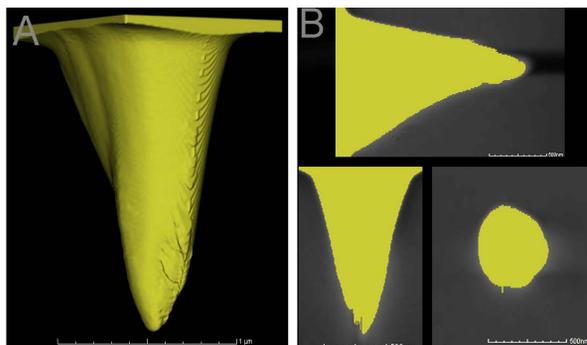


Figura 4: Reconstrução 3D da interação do feixe de íons 30kV/2nA com o substrato de Si B) Cortes do volume 3D em diferentes orientações.

3.2 Contaminação de Gálio e Platina na amostra

A contaminação de Ga e Pt na amostra de Si preparada pela técnica de *Slice and View* foi estudada usando um detector de raio-x característico e duas condições de feixe de íons. Uma face transversal de $6 \times 6 \mu\text{m}$ na amostra de silício (face perpendicular a superfície) contornada por trincheiras e protegida por uma camada de 1 μm de platina foi construída e em seguida polida com um feixe de íons de 30kV/1,1nA e 30kV/0,2nA. A Figura 5 mostra uma imagem obtida com o feixe de elétrons (detector de elétrons retroespalhados) de uma face transversal. A região clara é a platina depositada na superfície da amostra e as regiões mais escuras são a trincheira. Cada etapa de polimento removia 250 nm de espessura da face exposta. Espectros de raio-x da face foram obtidos no modo imagem (spectral image) (Figura 6A, o retângulo sobre a face indica a região onde foi capturado o mapa de raio-x. Em seguida, a concentração relativa dos elementos foi determinada no centro da face (linha na Figura 6A).

Depois de cada polimento com feixe de íons na face exposta, um mapa de raio-x (onde cada pixel contém um espectro) era capturado para determinar as concentrações relativas de contaminantes de Ga e Pt. Análises em linha (line-scan) foram obtidas no software da oxford (AZtec) a partir dos mapas de raio-x. Antes de iniciar os polimentos com o feixe de 30kV/1,1–nA, um mapa de raio-x (Figura 6) foi realizado para evidenciar o efeito do feixe 30kV/5nA usado para construir as trincheiras. A porcentagem em massa do gálio (Ga/(Si+Ga)) foi de 1,75% próximo à platina e 1,20% a 5 μm da superfície. Após 500 nm de polimento com o



Figura 5: Imagem obtida com feixe de elétrons (30 kV e detector de elétrons retroespalhados) da face transversal (perpendicular à superfície da amostra) construída na amostra de Si. A região superior clara é a Pt. Regiões laterais escuras são a trincheira.

feixe 30kV/1,1 nA, a proporção de Ga na face diminuiu para 1,00% próximo à platina e 0,75% a 5 μm da superfície. Após 1000 μm de polimento a concentração de Ga estagnou próximo de 0,5% e não mais variou ao longo da profundidade da face.

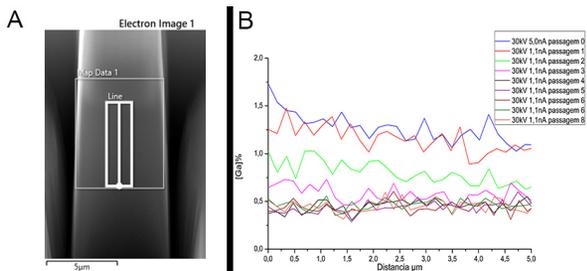


Figura 6: A) Face transversal à superfície da amostra. O retângulo branco indica a área onde os espectros foram capturados. A concentração relativa de Ga e Pt foi determinada na linha situada no centro da face. A imagem foi obtida com o detector de elétrons retroespalhados e com feixe de elétrons de 30kV; B) porcentagem em massa de Ga ($Ga/(Ga+Si)$) na face em função da profundidade após polimento com o feixe de íons de 30kV/1,1 nA e 30kV/5,0 nA.

A Figura 7 mostra a implantação de gálio quando a mesma face passou a ser polida com o um feixe de corrente mais baixa e mesma energia (30kV/0,2 nA). O gráfico mostra 5 polimentos de 250 nm. A proporção de Ga foi de aproximadamente 0,5% em todos os polimentos e não diminuiu em relação ao feixe anterior.

Os mapas de raio-x utilizados para as análises de Ga (Figuras 6B e 7) foram usados para as análises da platina. Durante o polimento da amostra (ex. técnicas de *Slice and View* ou preparação de amostras para MET) a platina que fica na superfície da amostra e pode "escorrer" para a face contaminando a amostra. A Figura 8 mostra uma diminuição de 3 para 1,8% de Pt ($Pt/(Pt+Si)$) próximo a superfície da amostra ao longo dos 8 polimentos de 250 nm (total de 2 μm). A região mais profunda apresentou uma proporção de platina menor que a superfície em todos os polimentos. Os polimentos com corrente menor (30kV/0,2nA) seguiu a mesma tendência: diminuição da proporção de platina e variação entre a região próxima a superfície e mais profunda da face (Figura 9).

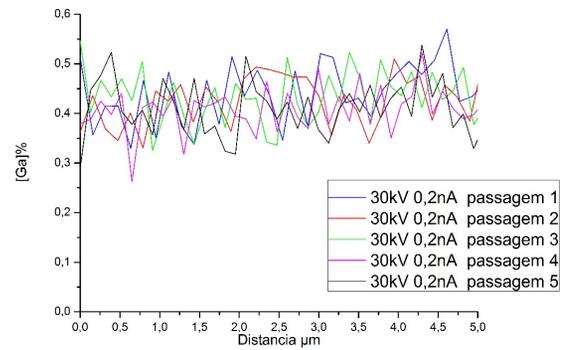


Figura 7: porcentagem em massa de Ga ($Ga/(Ga+Si)$) na face em função da profundidade após polimento como feixe de íons de 30kV à 0,2 nA.

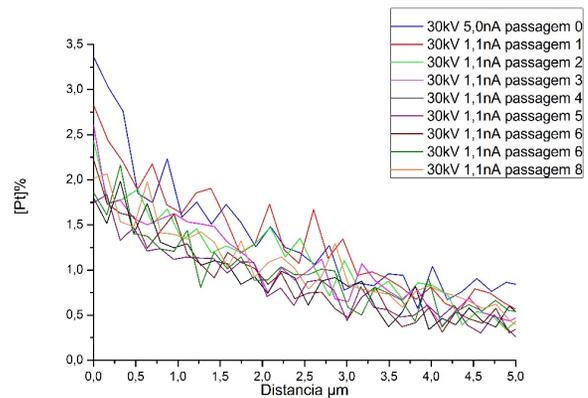


Figura 8: Porcentagem em massa de Pt ($Pt/(Pt+Si)$) na face em função da profundidade após polimento com feixe de íons 30kV/1,1nA. Os raio-x característicos foram gerados pela interação do feixe de elétrons (30-kV) com a face exposta e detectados com um detector SDD.

4. DISCUSSÕES

O FIB, ou Dual-Beam, é um equipamento versátil com muitas possibilidades de caracterização e fabricação de materiais. Contudo, um grande período de formação é necessário aos usuários para operar o equipamento adequadamente. No processo de preparação de amostras para MET, muitas são danificadas ou contaminadas durante o aprendizado e mesmo com aprendizes em treinamento avançado. Neste sentido, faz-se necessário compreender as propriedades do feixe de íons e a sua interação com a amostra. As escolhas da energia e corrente são fundamentais para cada aplicação e para o sucesso da preparação. Neste trabalho, mostramos que o gálio e a platina contaminaram as amostras, mesmo que em baixas concentrações. Desta forma ao entender as propriedades do feixe e a interação do mesmo com a amostra, será possível adaptar os protocolos existentes para minimizar os problemas nas preparações.

4.1 Interação do feixe de íons com a amostra

O ângulo de convergência do feixe de íons é determinado pelo tamanho da abertura da lente objetiva e a distância entre

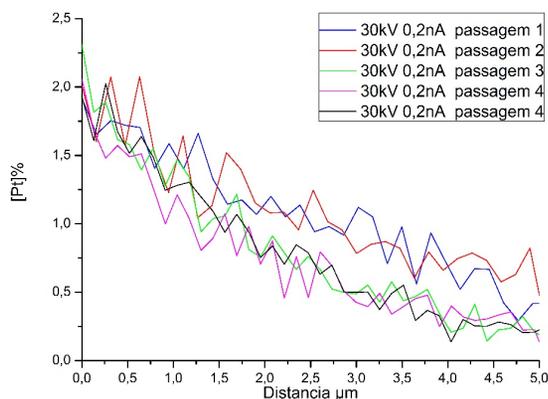


Figura 9: Porcentagem em massa de Pt ($Pt/(Pt+Si)$) na face em função da profundidade após polimento com feixe de íons 30kV/0,2nA.

a lente e a amostra que no caso do microscópio utilizado é de 12 mm (distância de trabalho). Quanto menor a abertura, menor será o ângulo de convergência. Pequenos ângulos de convergência aumentam a profundidade de campo, ou seja, uma grande profundidade da amostra será observada em foco considerando uma determinada resolução. A profundidade de campo é um importante parâmetro para fabricar uma face transversal (normal a superfície da amostra) como na Figura 5. O feixe focalizado na superfície da amostra atinge a parte inferior da face, que pode ter 10 μm de profundidade, com uma condição desfocalizada (ex. Δf de 10 μm). O resultado é um face irregular com mostrado na Figura 10. A parte superior da face foi mais atingida pelos íons que a parte inferior (Figura 10).

Como esperado, houve uma discrepância entre o valor do diâmetro do feixe informado pelo microscópio e as medidas do furo causado pela interação do feixes de íons com a amostra (Tabela 2). Os experimentos de desfocalização não dão uma medida direta do tamanho do diâmetro do feixe mas permitem avaliar indiretamente seu formato e compreender as consequências da desfocalização para certas preparações. Preparações de amostras de MET utilizam os feixes de 30kV/0,2nA e 10kV/0,2nA para diminuir a espessura e realizar o polimento da amostra, respectivamente. Os íons retiram material da amostra formando um buraco no formato de um cone como mostrado na tomografia de elétrons. O furo observado na superfície da amostra (Figura 2) é a base do cone. Quanto maior é a desfocalização, maior é o tamanho do feixe e menor é a densidade de corrente.

Os resultados desse trabalho mostraram que o efeito da desfocalização é mais importante na condição 10kV/0,1nA. O feixe ficou duas vezes maior após a primeira desfocalização de $\Delta f = 25 \mu\text{m}$. Muitas amostras são danificadas durante o polimento de amostra para MET usando essa energia possivelmente devido a grande convergência do feixe. Os feixes de 30 kV não variaram consideravelmente o tamanho em função da desfocalização. Outro aspecto importante observado no gráfico da Figura 3 foi o astigmatismo do feixe. Diferenças entre o eixo menor e maior do furo indicam astigmatismo. O feixe 10kV/0,2nA

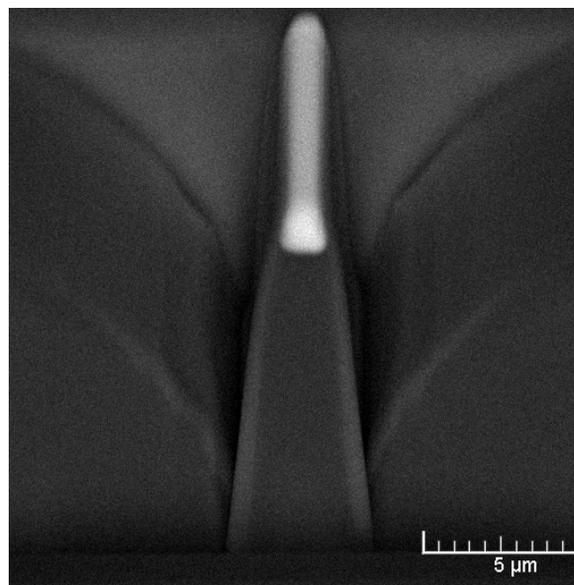


Figura 10: Visão lateral de duas faces preparada lado a lado no FIB. A amostra foi girada de 90° em relação ao feixe de íons para visualizar a inclinação da face. As faces estão voltadas para as direções perpendicular à direção de observação. A região clara é a platina depositada na superfície da amostra.

apresentou um pequeno astigmatismo em $\Delta f=0$. Em outras desfocalizações, principalmente positivas, o astigmatismo aumentou. Nos feixes de 30keV o astigmatismo se foi mais acentuado nas desfocalizações positivas (Figura 3). A tomografia de elétrons da Figura 4 também evidenciou a presença de astigmatismo do feixe no cone formado pela interação do feixe com a amostra.

4.2 Contaminação de gálio e platina

A contaminação de gálio e platina nas amostras pode amorfizar materiais cristalinos assim como modificar propriedades de materiais condutores. No presente trabalho, foi avaliada a presença destes elementos em faces perpendiculares à superfície (Figura 5) após polimento com feixe de íons. A direção do feixe de íons era aproximadamente paralela à face. As análises dos elementos foram feitas em linha na parte central da face para diminuir a absorção de raio-x pela amostra (Figura 6A). A avaliação dos elementos foi feita de forma relativa utilizando o método de correção ZAF (número atômico, absorção de raio-x e fluorescência de raio-x) no software da Oxford. Os experimentos foram realizados com feixes de íons com a mesma energia (30 kV) e com correntes diferentes (5 nA, 2 nA e 1,1 nA). Cada passagem do feixe mostrado nos gráficos das Figuras 6B, 7, 8 e 9 removiu 250 nm de espessura da face. Os resultados mostraram que houve maior implantação de Ga com o feixe com uma maior corrente. O feixe de 30keV/5nA implantou aproximadamente 1,5% de Ga na superfície da face. Três passagens de 250 nm (total de 750 nm) do feixe 1,1 nA foram necessários para reduzir a proporção de Ga para 0,5%. A proporção de Ga não variou entre os feixes de 1,1 e 0,2 nA. A proporção de Ga não variou com a profundidade da amostra.

As concentrações relativas de platina foram maiores próximo à superfície da amostra que em regiões mais profundas. O recobrimento de platina é usualmente utilizado para proteger a superfície da amostra dos íons de gálio durante o polimento. A platina removida da superfície pelo feixe de íons

era redepositada, principalmente na região superior na face próximo à superfície da amostra (Figuras 8 e 9). A proporção de platina na região superior era 2x maior do que na região inferior da face.

-
- [1] L.A. Giannuzzi and F. A. Stevie, Introduction to focused ion beams-instrumentation, Theory, Techniques and Practice, Nova York: Springer Science, 2005.
- [2] C.A. Volkert e A.M. Minor, MRS Bulletin, (32) 389-399, 2007.
- [3] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras and E. Frise, Fiji: an open-source platform for biological-image analysis, Nature Methods, 2012.
- [4] Fedorov A, Beichel R, Kalpathy-Cramer J, Finet J, Fillion-Robin J-C, Pujol S, et al. 3D Slicer as an image computing platform for the quantitative imaging network, Magnetic Resonance Imaging, (30) 1323-41, 2012.