

## PREPARO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS DE TIAL POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO<sup>1</sup>

Anna Paula Meneghelli de Oliveira<sup>2</sup>, Abel André Candido Recco<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> Vinculado ao projeto “Obtenção e caracterização de filmes de TiAlN obtidos por deposição reativa via pulverização catódica”<sup>2</sup> Acadêmica do Curso de Física – CCT – Bolsista –PROBIC.

<sup>3</sup> Orientador, Departamento de Física – CCT – [abel.recco@udesc.br](mailto:abel.recco@udesc.br).

A Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) é uma técnica de caracterização de materiais que possibilita determinar a estrutura cristalina do material a partir da difração de elétrons e de imagens de alta resolução (HRTEM). Para filmes finos, o processo de preparo de amostra para caracterização por MET é trabalhoso e demanda muito tempo, por isso a técnica muitas vezes deixa de ser usada. Neste projeto foram produzidos discos de cobre apropriados para caracterização de filmes finos por MET.

Os discos foram produzidos a partir de amostras de cobre de 200  $\mu\text{m}$  de espessura e 1.0 cm de diâmetro. Estas amostras foram lixadas e polidas com lixas de 400, 600 e 1200 MHSE e abrasivo a base de partículas de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) com 1.0  $\mu\text{m}$  de granulação, até a espessura de  $80 \pm 15 \mu\text{m}$ . Para o processo de lixamento, a amostra foi colada a um suporte feito de aço com um adesivo termoplástico, e após serem descoladas elas foram limpas sob ultrassom durante 10 minutos, usando acetona. As medidas de espessura foram feitas utilizando um micrômetro, e a espessura do suporte foi considerada durante o processo.

Após o polimento foi realizado um processo de estampagem que formou discos de 3mm de diâmetro, tamanho necessário para alojara as amostras no porta amostra do microscópio. Os discos foram levados ao equipamento *Dimple Grinder* modelo Gatan 656 e passaram por um processo de abrasão por ação mecânica causada pelo rebolo de latão do equipamento, com frequência de 3RPM, carga de  $20 \pm 10 \text{ g}$ , lubrificação por água e pasta de diamante com 1,0  $\mu\text{m}$  de granulação. Para o processo, os discos foram colados em um suporte de aço com cola termoplástica, e ao fim dele, foram limpos com acetona sob ultrassom. O desbaste formou centro da amostra uma calota esférica com espessura de  $15 \pm 5 \mu\text{m}$  em sua região central.

Para finalizar o preparo do substrato para a deposição, os discos foram polidos utilizando o sistema de polimento iônico de precisão (PIPS) Gatan modelo 691. O equipamento possui dois canhões de feixes de íons de Ar, com angulação e tensão de aceleração ajustáveis. O polimento foi realizado no lado da amostra oposto à calota, apenas nas amostras em que o filme fino foi depositado. Ao todo, foram produzidas em torno de 12 amostras finalizadas e 20 amostras apenas estampadas, que podem ser usadas em outros projetos para deposição e caracterização por MET.

O filme de TiAl foi depositado sobre os substratos de cobre, utilizando o sistema Magnetron Sputtering. Neste sistema, os filmes são depositados dentro de um reator com plasma magneticamente confinado, onde o alvo (catodo) é pulverizado por íons positivos, o que causa a ejeção e deposição de átomos do material nas paredes do reator e na superfície do substrato, localizado abaixo do alvo. A deposição foi realizada em 8 amostras de cobre, com 4 condições de deposição diferentes.

Após a deposição, as amostras foram levadas ao PIPS e passaram por um processo de desbaste iônico para formar uma região fina contendo apenas o filme fino. O desbaste foi realizado no lado com cobre da amostra até o filme aparecer, utilizando ângulo de  $6^\circ$  e tensão de aceleração de 3kV (Figura 1). Após isso, o ângulo e a tensão foram diminuídos para  $3^\circ$  e 2kV, e o lado da

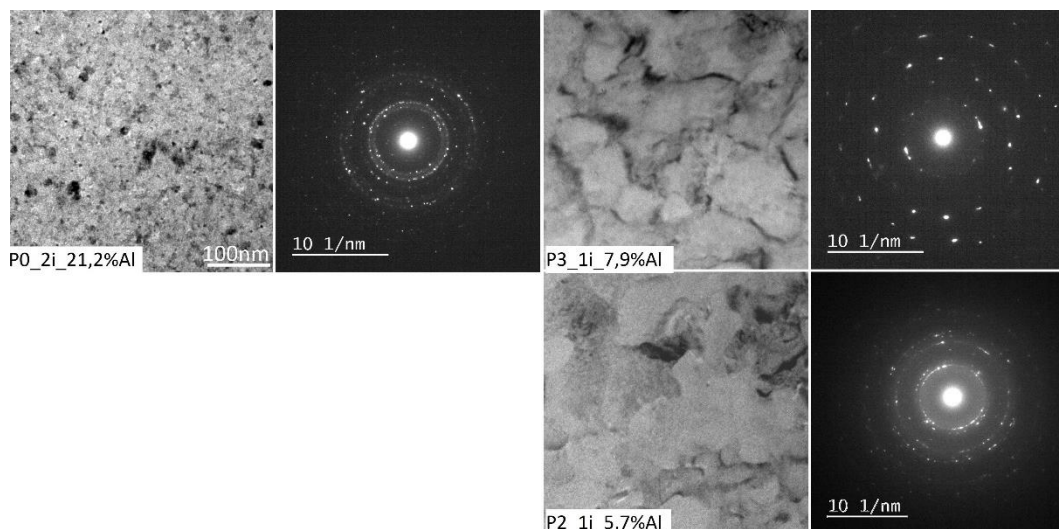
amostra foi alternado até a amostra furar. Este processo foi realizado em 4 amostras, uma para cada condição de deposição.



**Figura 1.** Microscopia ótica da superfície da amostra após preparação para MET.

A caracterização realizada por MET permitiu encontrar a estrutura cristalina do filme e o seu tamanho aparente de grão. As figuras de difração (Figura 2) obtidas possuem padrão de anel, que caracteriza e comprova a estrutura hexagonal compacta (HCP).

A partir da análise dos planos cristalinos obtidos pelo padrão de difração (Figura 2), feita pelo programa Process Diffraction, foi concluído que a amostra P0\_2i possui a estrutura HCP de fase P6\_3/mmc da liga intermetálica  $Ti_3Al$  (ICSD-99779), e as amostras P3\_1i e P2\_1i possuem a estrutura HCP de fase P6\_3/mmc do Ti (ICSD-253841), o que está de acordo com a literatura.



**Figura 2.** Imagens de seção normal da superfície e figuras de difração do filme obtidas por MET.

O tamanho de grão foi calculado a partir das imagens de seção normal do filme, que também foram obtidas por MET. Para cada amostra foram feitas sete medidas, tomando o menor comprimento do grão, em duas imagens distintas. Os resultados obtidos foram tamanhos aparentes de grão de  $(5 \pm 4)$ nm para a amostra P0,  $(42 \pm 14)$ nm para a amostra P3 e  $(55 \pm 18)$  nm para a amostra P2. O tamanho de grão diminuiu com o aumento da concentração de Al no filme.

**Palavras-chave:** Filmes finos. Caracterização. Microscopia Eletrônica de Transmissão.