

## TÉCNICAS DE PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA OBSERVAÇÃO DE FILMES FINOS DE SILICETOS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO.

H.F.de Paula Jr.-LSI-DEE-Escola Politécnica da USP  
V. Baranauskas -DSIF-FEE-UNICAMP

W.A.Monteiro-Departamento de Metalurgia Nuclear-  
COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR- SP

Recentemente tem sido intensificado o estudo de silicetos visando sua aplicação em VLSIC. A MET tem-se revelado bastante atraente para a caracterização de fases de silicetos e a observação de interfaces entre os materiais envolvidos na sua formação, entre outros aspectos.

Um dos problemas a se enfrentado no estudo de filmes finos de silicetos é a preparação de amostra para MET, pois as amostras devem possuir um diâmetro máximo de 3 mm e uma espessura inferior a 4000 Å na região de interesse. Em nosso estudo podemos nos valer de 3 tipos de amostras, quais sejam:

a) Amostras Longitudinais- regiões da lamina de Si, contendo o siliceto, pode ser afinada por ataque químico pela face oposta ao siliceto, utilizando uma solução de nove partes de  $\text{HNO}_3$  (60%) e uma parte de HF (48%). Como exemplo deste tipo de amostra, mostramos uma micrografia de siliceto de titânio (fig.1)

b) Amostras transversais- a preparação deste tipo de amostras obedece as seguintes etapas: 1- sobreposição de seis a sete pedaços de lâminas de Si contendo o siliceto na superfície; 2- embutimento em epoxy para obtenção de um bloco; 3- corte deste bloco em fatias contendo as interfaces siliceto/Si/epoxy - siliceto/Si/epoxy...; 4- afinamento mecânico das fatias até uma espessura de 50µm; 5- afinamento por feixe iônico até uma espessura de 3000 Å.

c) Obtenção direta de um filme fino de siliceto - para a obtenção deste tipo de amostra adotamos o procedimento: 1- deposição de Si e de metal sobre um substrato de NaCl ou KBr; 2- dissolução do substrato em água; 3- "pescagem" do filme fino em telas de Mo ou W; 4- tratamento térmico "in situ" ao MET. A figura 2 mostra uma micrografia eletrônica do sistema  $\text{SiO}_2/\text{Al}$  sobre telas de Cu.

Cada um destes três tipos de amostras é importante para o estudo de silicetos por microscopia eletrônica de transmissão, sendo que o tipo de amostra a ser utilizado dependerá da característica que se deseja observar.

( A barra em cada micrografia corresponde a 1 $\mu$ m )

