

## **PREPARACIÓN DE LÁMINAS DELGADAS POR FOCUSED ION BEAM PARA MICROSCOPIA DE TRANSMISIÓN**

Pablo N. Granell (1), M. Florencia Giordana (2), Mario F. Moreno (3), Eugenia Zelaya (3), Maria E. Varela (4), Nestor Haberkorn (3), Adriana Condó (3), Federico Golmar (5)

(1) INTI-CMNB, San Martín, Argentina. (2) IFIR-CONICET, 2000 Rosario, Argentina. (3) CONICET, Centro Atómico Bariloche, CNEA, S.C. de Bariloche, Argentina. (4) ICATE- CONICET, San Juan, Argentina. (5) CONICET, INTI-CMNB y ECyT-UNSAM, San Martín, Argentina

Email: [pgranell@inti.gob.ar](mailto:pgranell@inti.gob.ar)

El microscopio de doble haz FIB/SEM (Focused Ion Beam/Scanning Electron Microscope) es una herramienta fundamental para la ciencia de materiales que permite caracterizar virtualmente cualquier tipo de material en la nanoescala, incluyendo materiales bulk, películas delgadas y nanopartículas. En este trabajo se describe el proceso de preparación de láminas delgadas (lamellas) utilizando el microscopio de doble haz, y se mencionan tres ejemplos de muestras preparadas por esta técnica que pudieron ser caracterizadas con éxito por microscopía de transmisión. La preparación de lamellas involucra varias etapas y se realiza íntegramente en la cámara de vacío del Dual Beam, insuñiendo un tiempo total entre 3 y 4 horas, dependiendo de la complejidad que presente la muestra. El primer paso consiste en depositar una capa protectora de platino en el área de interés de la muestra por EBID (Electron Beam Induced Deposition), con un espesor de 2µm. Esta capa define las dimensiones de la lámina que típicamente tiene una longitud de 15µm y una profundidad máxima de 10µm, con un espesor final de alrededor de 50nm en el área prevista para visualización por transmisión. A continuación se cavan trincheras a ambos lados de la protección de platino por ion milling, con la energía máxima del haz en 30kV. El objetivo es aislar una lámina lo suficientemente delgada (aproximadamente 1µm de espesor) para poder extraerla del volumen de la muestra. En un paso siguiente se socava el fondo de la lámina, la cual queda débilmente adherida al sustrato, lista para ser extraída. Para ello se utiliza un microposicionador piezoeléctrico, que permite ubicar una punta de tungsteno muy cerca de la lamella. Mediante un nuevo depósito de platino por EBID, se produce la unión entre la lamella y la punta del manipulador. Finalmente se rompen las uniones remanentes por ion milling y la lámina queda suspendida para ser trasladada dentro de la cámara de vacío hasta ubicarla próxima a una “media” grilla de cobre, como las utilizadas comúnmente en microscopía de transmisión. Con la lámina ubicada en su posición final en la grilla, se realiza un nuevo depósito de platino por EBID para fijarla, y se libera la punta de tungsteno por corte con ion milling. El siguiente paso consiste en adelgazar la lámina hasta un espesor aproximado de 50nm, con el objetivo de tener transparencia al haz de electrones y obtener imágenes de alta resolución por microscopía de transmisión. En el último paso se realiza un pulido de la superficie en ambas caras de la muestra para minimizar la capa amorfa generada durante la preparación, para lo cual es fundamental reducir la energía del haz de iones hasta 5kV. Como casos de éxito se presentan tres ejemplos representativos, con el objeto de mostrar la diversidad de materiales con la que es posible trabajar. En el primer caso se estudió una probeta de acero ferrítico-martensítico P91 (Fig.1), la cual había sido sometida a pruebas de microdureza para caracterizar su comportamiento mecánico. Se extrajeron tres lamellas a lo largo del espesor de la probeta, que posteriormente fueron observadas por microscopía de transmisión para comparar su microestructura. El segundo ejemplo es un estudio realizado sobre un meteorito hallado en Vaca Muerta, Chile (Fig.2). El área de interés tenía una matriz metálica que presentaba unas trazas de grafito. Con el Dual Beam fue posible extraer una lamella de la muestra y caracterizarla por microscopía de transmisión, lo cual no había sido posible antes ya que las técnicas de preparación convencionales (pulido mecánico) provocaban la rotura de la muestra debido a que ambos materiales presentan durezas muy diferentes. El tercer caso involucró la extracción de una lamella de una película epitaxial superconductora de SmBCo sobre un sustrato metálico (Fig.3). Se pudo observar tanto su estructura cristalina mediante microscopía de transmisión de alta resolución (HRTEM), como también el patrón de difracción de electrones.

FIGURAS

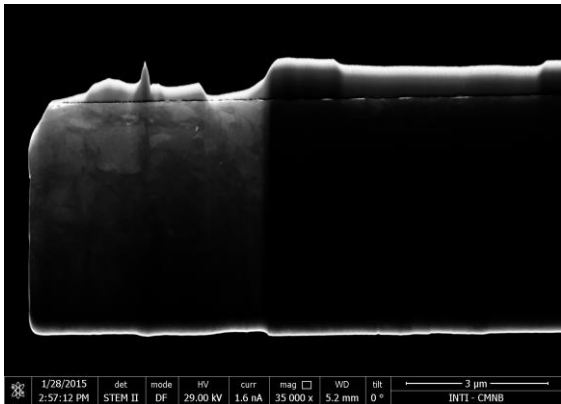


Fig.1 Lamella de acero ferrítico-martensítico P91

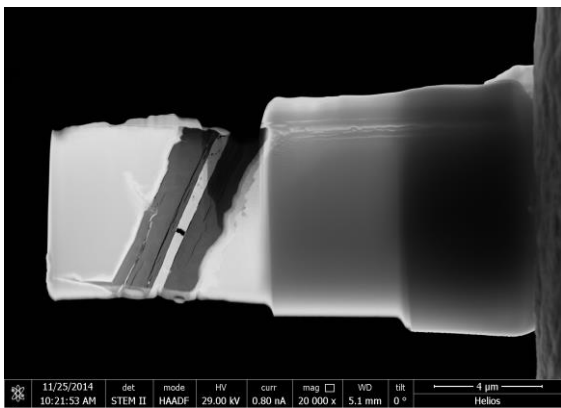


Fig.2 Lamella de un meteorito, mostrando trazos de carbono incluidas en la matriz metálica

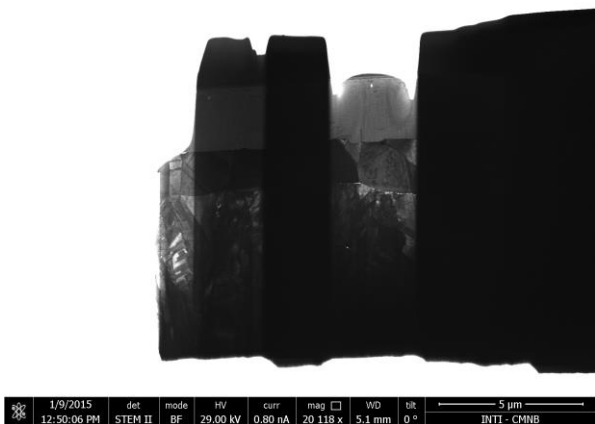


Fig.3 Lamella de una película superconductora de SmBCo sobre una cinta metálica.

