

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**



**Otimização do sistema óptico da linha de microfeixe de íons do Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS**

**Deiverti de Vila Bauer**

**Dezembro de 2015**



## **Otimização do sistema óptico da linha de microfeixe de íons do Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS**

**Deiverti de Vila Bauer**

Trabalho de Conclusão de Curso realizado sob orientação do Prof. Dr. Johnny Ferraz Dias e co-orientação da Dra. Cláudia Telles de Sousa, pós-doutoranda do Instituto de Física da UFRGS, apresentado a esta mesma instituição para obtenção do grau de Bacharelado em Física - Pesquisa Básica.

**Dezembro de 2015**

## **Nunca Desistir**

“O sucesso nasce do querer, da determinação e persistência em se chegar a um objetivo. Mesmo não atingindo o alvo, quem busca e vence obstáculos, no mínimo fará coisas admiráveis.”

José de Alencar

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço primeiramente a meus pais pelo apoio incondicional, mesmo em momentos de dificuldades puderam me encorajar a seguir em frente. O gosto por agir para descobrir vem devido a vocês por serem o meu referencial.

A esta universidade, seu corpo docente, direção e administração agradeço pela oportunidade em realizar este curso. Em especial à Pró-Reitoria de Assuntos Estudantis (PRAE) da UFRGS, por oferecer assistência estudantil durante toda a minha graduação.

Devo agradecer aos meus orientadores pelo convívio diário. A constante dedicação que vocês praticaram ao longo dessa jornada pode contribuir não somente por terem me ensinado, mas por terem me feito aprender.

Meus agradecimentos à equipe técnica do LII pelo excelente trabalho e por poder conviver durante a realização deste estudo. Ficarão na lembrança os momentos de muita risada. Espero que novos trabalhos ainda mais desafiantes possam surgir e claro com a minha presença!

A minha gratidão aos meus amigos e colegas que me ajudaram a superar os desafios oferecidos por um curso como este. A vocês, o mais sincero respeito.

# SUMÁRIO

|  |           |
|--|-----------|
| <b>RESUMO</b> .....  | <b>I</b>  |
| <b>ABSTRACT</b> .....  | <b>II</b> |
| <b>1. INTRODUÇÃO</b> .....   | <b>10</b> |
| <b>2. OBJETIVOS</b> .....  | <b>12</b> |
| <b>2.1 OBJETIVO GERAL</b> .....  | <b>12</b> |
| <b>2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS</b> .....   | <b>12</b> |
| <b>3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....  | <b>13</b> |
| <b>3.1 ACELERADORES DE ÍONS</b> .....  | <b>13</b> |
| 3.1.1 <i>Fonte de Íons</i> .....   | <b>14</b> |
| 3.1.2 <i>Sistemas de Seleção de Massas</i> .....                                 | <b>14</b> |
| 3.1.3 <i>Sistema de Aceleração</i> .....   | <b>15</b> |
| <b>3.2 A LINHA DO MICROFEIXE DE ÍONS</b> .....                                   | <b>16</b> |
| 3.2.1 <i>Sistema de focalização</i> .....  | <b>18</b> |
| 3.2.2 <i>Sistema de varredura</i> .....  | <b>21</b> |
| <b>3.3 MICROFEIXE DE ÍONS APLICADO A ESTRUTURAÇÃO- PROTON BEAM WRITING</b> ..... | <b>21</b> |
| <b>3.4 INTERAÇÃO DE ÍONS COM A MATÉRIA</b> .....                                 | <b>22</b> |
| <b>4. EXPERIMENTAL</b> .....   | <b>24</b> |
| <b>4.1 AMOSTRA</b> .....   | <b>24</b> |
| <b>4.2 IRRADIAÇÃO</b> .....  | <b>24</b> |
| 4.2.1 <i>A linha de microfeixe de íons</i> .....                                 | <b>25</b> |
| 4.2.2 <i>A câmara de irradiação</i> .....  | <b>26</b> |
| 4.2.3 <i>O porta-amostra</i> .....   | <b>27</b> |
| 4.2.4 <i>A determinação do tamanho do feixe</i> .....                            | <b>28</b> |
| 4.2.5 <i>Padrão de estruturação</i> .....  | <b>29</b> |
| <b>4.3 ATAQUE QUÍMICO</b> .....  | <b>30</b> |
| <b>4.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO</b> .....                                      | <b>30</b> |
| 4.4.1 <i>Emissão de Raio X por Indução de Partículas (PIXE)</i> .....            | <b>31</b> |
| 4.4.2 <i>Microscopia Iônica de Varredura por Transmissão (STIM)</i> .....        | <b>31</b> |
| <b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....   | <b>33</b> |
| <b>5.1 A FENDA OBJETO</b> .....  | <b>33</b> |
| <b>6. CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....   | <b>41</b> |
| <b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....  | <b>42</b> |

## LISTAS DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 1: Representação do desvio das partículas, com energia cinética T quando sentem a presença do eletroímã atuando. [adaptado de 2] .....  | 15 |
| Figura 2: Esquema mostra o processo de aceleração no interior da unidade de aceleração do Tandetron. [adaptado de 2].....  | 15 |
| Figura 3: Esquema do acelerador Tandetron da UFRGS, juntamente com as suas linhas de trabalho. [adaptado de 3].....  | 16 |
| Figura 4: Esquema da ótica geométrica do sistema de microfioxe de íons. A fenda objeto, responsável pela primeira redução do feixe; a fenda imagem com o princípio reduzir ainda mais o tamanho do feixe e as lentes magnéticas posicionadas, a fim de convergir às partículas em um único eixo. [adaptado de 6,7]. .....  | 17 |
| Figura 5: Ilustração de dois quadrupolos magnéticos e a atuação do campo magnético na focalização de íons. Em (a) esboça o feixe de íons no primeiro quadrupolo. Em (b) exhibe os campos magnéticos 1-2 no sentido da convergência vertical, deflexão horizontal e focalização no eixo z, representado pelo ponto vermelho. Em (c) a distorção no sentido horizontal é corrigida por meio do segundo quadrupolo. A distorção desenhada em (d) logo é corrigida pela ação dos campos 3-4 no segundo quadrupolo magnético e mantém a convergência na direção z, resultando em um feixe simétrico e menor. [adaptado de 3,4,6]..... | 19 |
| Figura 6: Mostra a comparação da trajetória do próton durante o processo de <i>Proton Beam Writing em (a) e (b) a do elétron no processo EBL</i> . [adaptado em 11] .....  | 21 |
| Figura 7: Imagem panorâmica da linha de microfioxe pertencente ao LII -UFRGS. ....   | 25 |
| Figura 8: Representação do arranjo das lentes magnéticas da linha de microfioxe da <i>Oxford Microbeam LTDA</i> ®. Na qual a lente 1 trabalha independentemente na formação do foco horizontal, enquanto as lentes 2 e 3 trabalham de forma conjunta para a formação do foco vertical.[adaptado de 3].....   | 25 |
| Figura 9: Imagem da câmara de irradiação da linha de microfioxe de íons, do LII-UFRGS.....   | 27 |
| Figura 10: Representação do interior da câmara de irradiação e a posição dos detectores $\mu$ -RBS, $\mu$ -NRA, STM <i>off-axis</i> , STM <i>on-axis</i> referente ao feixe incidente e do copo de Faraday. [adaptado de 8]. .....   | 27 |
| Figura 11: Desenho do porta amostra com <i>grids</i> de cobre e quartzo fixado e o local onde as amostras são posicionadas. [adaptado de 3]. .....   | 28 |
| Figura 12: A imagem fotografada da varredura submetida ao grid de cobre de 2000 mesh. Em (a) mostra a trajetória configurada em “L” invertida a mover-se sob o grid de cobre e (b) visualização do pico representativo a passagem do feixe pelas barras do grid e a curva gaussiana formada para determinação do diâmetro do feixe, tanto no sentido horizontal quanto vertical..  | 29 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 13: Padrão utilizado para otimização do sistema de microfexa de íons.....  | 30 |
| Figura 14: Ilustra o resultado de uma estruturação com feixe de prótons de uma membrana polimérica, que utilizou como padrão uma matriz de pontos com 1 pixel <sup>2</sup> , onde a relação pixel/micrometro era igual a 1..... | 34 |
| Figura 15: Ilustra o resultado de estruturação após a inversão dos valores da fenda objeto.....   | 35 |
| Figura 16: Ilustra o resultado de estruturação após a inversão dos valores da fenda objeto.....   | 36 |
| Figura 17: A imagem de MEV ilustra o resultado provocado pela inversão das aberturas da fenda objeto. Em (a) as aberturas 670 µm em “X e 640 µm em “Y, e em (b) as aberturas 670 µm em “X e 650 µm em “Y” da fenda objeto. .... | 38 |

## LISTA DE SÍMBOLOS

|                 |  |
|-----------------|--|
| °C              | Graus Celsius                                      |
| cm <sup>2</sup> | Centímetros Quadrados                              |
| IUPAC           | União internacional da Química pura e Aplicada     |
| keV             | Quilo eletrônvolt                                  |
| LII             | Laboratório de implantação iônica                  |
| MEV             | Microscopia eletrônica de varredura                |
| mm              | Milímetro  |
| NaOH            | Hidróxido de sódio                                 |
| nm              | Nanômetro  |
| NRA             | Análise por reação nuclear                         |
| OMDAQ           | Software de aquisição de dados                     |
| PET             | Poli(tereftalato de etileno)                       |
| PIXE            | Emissão de raio -X induzida por partículas         |
| RBS             | Espectroscopia de Espalhamento Rutherford          |
| μ               | Micro  |
| MV              | Mega volts   |
| H               | Hidrogênio   |
| He              | Hélio  |
| α               | alfa   |
| STIM            | Espectroscopia de varredura por transmissão iônica |
| m               | Metro  |
| Q               | Carga  |
| Si              | Silício  |
| Li              | Lítio  |
| PS              | Poliestireno                                       |
| YAG             | Granada de ítrio e alumínio                        |
| μm <sup>2</sup> | Micrometro quadrado                                |
| μm              | Micrometro   |
| PBW             | <i>Proton beam writing</i>                         |
| EBL             | <i>Electron-beam lithography</i>                   |
| SI              | Sistema Internacional                              |



## RESUMO

Este trabalho de conclusão de curso foi desenvolvido com o objetivo de otimizar a linha de microfeixe de íons existente no Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS. O microfeixe de íons consiste de um feixe de prótons focalizado e da ordem de alguns micrômetros.

O sistema de microfeixe consiste em duas fendas responsáveis pela demagnificação do feixe, um sistema de varredura, um de focalização e uma câmara de irradiação. O trabalho consiste em otimizar o sistema óptico do microfeixe de íons, por via da modificação dos parâmetros que compõem o sistema de demagnificação.

Para atingir tal fim, amostras de poli(tereftalato de etileno) foram irradiadas com íons  $H^+$  de 2.2 MeV de energia e em seguida submergidas em uma solução corrosiva. Após esse processo de irradiação e ataque químico, microestruturas são evidenciadas em 2D com alta razão de aspecto e observadas por microscopia eletrônica de varredura. A análise das amostras pela técnica de microscopia eletrônica de varredura permite correlacionar o tamanho das microestruturas com as aberturas do sistema de demagnificação e focalização do microfeixe.

São descritos, nesse trabalho, as causas que regem o alargamento do feixe e os complexos efeitos de aberração, problemas tais como vibrações mecânicas em torno da câmara de irradiação e desalinhamentos dos quadrupolos do sistema de focalização.

São discutidas as vantagens de um feixe de íons em um processo de litografia e a dependência dos parâmetros associados a alta razão de aspecto no processo de demagnificação de um feixe altamente energético.

## ABSTRACT

The aim of the present work is to optimize the microprobe beamline of the Ion Implantation Laboratory (IF-UFRGS). In short, an ion microprobe consists of charged particles focused to the dimensions of a few micrometers.

The focusing system is made of two slits for demagnification, a set of magnetic lenses with scanning capability and a reaction chamber. By changing the parameters related to this system, one can optimize the features of the beam.

To that end, samples of poly(terefalate etylene) were irradiated with 2.2 MeV  $H^+$  ions and etched, yielding 2D microstructures with high aspect ratio. The analysis of the structures with Scanning Electron Microscopy proved to be an important tool in order to establish a correlation between the size of the microstructures and the parameters of the focusing system.

In this work, the causes leading to a beam enlargement are discussed, as well as the aberrations which affect the system. Finally, the advantages of using ions for lithography purposes is pointed out.

## 1. INTRODUÇÃO

A produção de feixes de íons em aceleradores é muito utilizada para pesquisas nas áreas de física e materiais, mas também pode ser utilizada para aplicações no setor tecnológico e industrial, como no caso de fabricações de dispositivos eletrônicos.

Atualmente, a técnica de microfeixe de íons vem sendo bastante utilizada neste contexto, pois se trata de uma técnica que possibilita a nano e micro-fabricação de diferentes dispositivos, 2D e 3D, com alta razão de aspecto, através de litografia direta.

O microfeixe de íons, como o próprio nome diz, nada mais é do que um feixe de íons com dimensões micrométricas, obtido através de um sistema de demagnificação e focalização. O sistema de demagnificação, composto por duas fendas, chamadas de objeto e imagem, é responsável por reduzir as dimensões do feixe, que inicialmente são da ordem de centenas de micrômetros, a cerca de dezenas de micrometros. Neste ponto, o feixe já com tamanho bastante reduzido, é direcionado para um conjunto de lentes magnéticas, que compõem o sistema de focalização que tem a finalidade de focalizar esse feixe em um único ponto, no plano focal, com uma dimensão de poucos micrômetros.

Desta forma, com o objetivo constante de reduzir as dimensões desse feixe às menores possíveis, torna-se essencial o estudo de otimização das partes que compõem esse sistema óptico, tornando possível o desenvolvimento de estruturas cada vez menores para diferentes aplicações.

O Laboratório de Implantação Iônica da Universidade Federal do Rio Grande do Sul possui um acelerador do tipo Tandatron de 3MV, no qual há, dentre outras linhas de trabalho, a linha de microfeixe de íons, responsável por analisar e modificar materiais. A aquisição do microfeixe ocorreu em meados de 2007 e a linha começou suas operações a partir de 2009. Atualmente, já operante de forma sistemática, busca-se

otimizar o sistema óptico acoplado à linha, com a finalidade de obter feixe com dimensões menores do que  $2,5 \mu\text{m}^2$  (menor dimensão obtida até o momento).

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

Este trabalho tem como principal objetivo otimizar o sistema óptico do microfeixe de íons, através da modificação dos parâmetros que compõem o sistema de demagnificação e focalização da linha de microfeixe de íons.

### **2.2 Objetivos Específicos**

Os objetivos específicos deste trabalho são:

- Variar o tamanho da fenda objeto que compõe o sistema de demagnificação da linha de microfeixe de íons.
- Irradiar amostras de poli (etileno tereftalato) com microfeixe de íons e analisar, por microscopia eletrônica de varredura (MEV), o tamanho das dimensões obtidas para cada tamanho de abertura.
- Correlacionar o tamanho da abertura da fenda objeto com o tamanho das dimensões dos orifícios criados pela irradiação.
- Variar o tamanho da fenda imagem que compõe o sistema de demagnificação da linha de microfeixe de íons.
- Determinar quais os melhores valores de abertura das fendas objeto e imagem para se obter o menor tamanho de feixe possível.

### 3. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

#### 3.1 Aceleradores de Íons

Aceleradores de íons são instrumentos essencialmente constituídos por uma fonte de íons e um sistema de aceleração e direcionamento do feixe <sup>1,2</sup>. Todos os tipos de aceleradores, independentemente de seu grau de avanço tecnológico, obedecem aos mesmos princípios básicos. Devido à disposição geométrica dos campos eletromagnéticos responsáveis pela aceleração das partículas, basicamente são classificados em dois tipos: cíclicos e lineares <sup>2</sup>.

Os aceleradores cíclicos possuem basicamente uma fonte geradora de partículas carregadas. Os aceleradores circulares são também chamados de síncrotrons<sup>2</sup>. Além de síncrotron existem também os cíclotrons. Uma vez em ressonância, a partícula recebe um ganho de energia cada vez que passa pelo campo elétrico oscilante. A corrente dos aceleradores cíclicos é elevada e pulsante. E a medida que a partícula ganha energia, a trajetória é descrita em forma espiral ou circular, controlada por meio de fortes campos magnéticos <sup>1,2</sup>.

Os aceleradores lineares fazem a partícula carregada seguir uma trajetória reta onde a energia final obtida é proporcional à soma das diferenças de potencial geradas a partir dos mecanismos de aceleração dispostos ao longo da trajetória<sup>1</sup>. Supondo aceleradores de íons, tais aceleradores são compostos essencialmente por: uma fonte geradora de íons, um sistema de análise, um sistema de seleção de massa e uma unidade de aceleração que serão descritos a seguir <sup>1,2</sup>.

### 3.1.1 Fonte de Íons

É o local onde se encontra o material que formará o feixe de íons. As fontes que geram íons negativos, podem ser de dois tipos: sputtering ou duoplasmatron, que são utilizadas de acordo com o íon a ser acelerado <sup>1,2</sup>. No caso de prótons, a fonte de sputtering é composta de um alvo sólido de TiH que é irradiado com césio ionizado a 4KeV <sup>3</sup>. As partículas extraídas deste alvo capturam elétrons devido à presença do césio, produzindo íons negativos de H.

A produção de íons H<sup>-</sup> através de elétrons ocorre na fonte de duoplasmatron através de um filamento de platina. Os elétrons são direcionados e confinados a uma cavidade blindada por um forte campo magnético e posteriormente, gás de hidrogênio é introduzido nessa cavidade para formar então íons negativos <sup>1,2</sup>.

### 3.1.2 Sistemas de Seleção de Massas

Os íons negativos, produzidos pelas fontes discutidas anteriormente, são pré-concentrados e direcionados por um campo elétrico para o seletor de massas. O sistema de seleção de massa funciona como um espectrômetro de massa <sup>1,2</sup>. O seletor possui um eletroímã cujo campo magnético atua sobre as partículas, fazendo com que elas sofram um desvio de trajetória, devido à relação entre a velocidade  $V$ , a massa  $m$  e a carga elétrica  $q$ , como mostra a Figura 1<sup>2,3</sup>. À medida que as partículas passam perpendicularmente pelo campo magnético  $B$ , uma força magnética de módulo  $qVB$  é então exercida, equivalente a:

$$\frac{mV^2}{R} = qVB \quad (1)$$

Conhecendo o campo magnético  $B$  e a velocidade  $V$  da carga  $q$ , medida em Coulomb, é possível determinar a trajetória e o sentido da força magnética<sup>2</sup>. Dessa maneira, a carga elétrica lançada no campo magnético realizará um movimento circular de raio  $R$  <sup>2</sup>.

A necessidade deste sistema ser instalado em um acelerador torna-se importante, pois o feixe que sai da fonte apresenta impurezas, que não chegarão ao sistema de

aceleração, pois não realizarão de forma correta o desvio causado pelo campo magnético <sup>2,3</sup>.

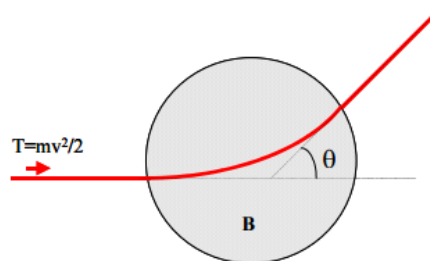


Figura 1: Representação do desvio das partículas, com energia cinética  $T$  quando sentem a presença do eletroímã atuando. [adaptado de 2]

### 3.1.3 Sistema de Aceleração

É composto por uma série de eletrodos cilíndricos que geram em seu interior um campo elétrico uniforme. A energia máxima de operação do acelerador Tandetron do LII, da universidade, é proporcional a 3 MV e apresenta a particularidade em acelerar íons em dois estágios <sup>1</sup>. Inicialmente a fonte geradora produz íons negativos. Esse feixe entra então no primeiro estágio de aceleração (conhecido como região de baixa energia), cuja entrada está aterrada. Esses íons são atraídos até o terminal de alta tensão, sofrendo a primeira aceleração. No terminal, um trocador de cargas constituído por um alvo gasoso de nitrogênio (stripper) faz com que uma vez interagindo com o gás, as partículas do feixe possam perder um ou mais elétrons, tornando o feixe íons carregado positivamente <sup>1</sup>. No segundo estágio de aceleração, conhecido com região de alta energia (HE), a extremidade também é aterrada, de forma que os íons positivos serão novamente acelerados <sup>1,3</sup>. Um esquema mostrando interior do tubo de aceleração, bem como, o processo de aceleração é apresentado na Figura 2.

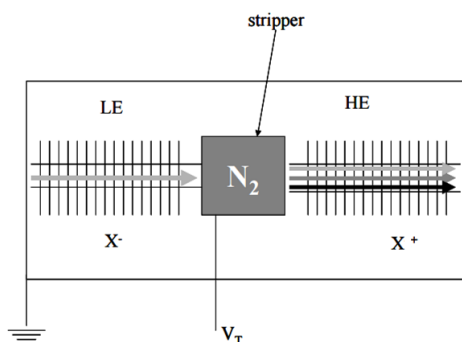


Figura 2: Esquema mostra o processo de aceleração no interior da unidade de aceleração do Tandetron. [adaptado de 2]



Ao final do tubo de aceleração há ainda um sistema de deflexão que possui a função de direcionar as partículas carregadas para a linha de interesse.

A Figura 3 mostra um esquema completo do acelerador Tandatron, do Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS, juntamente com as linhas de trabalho existentes.

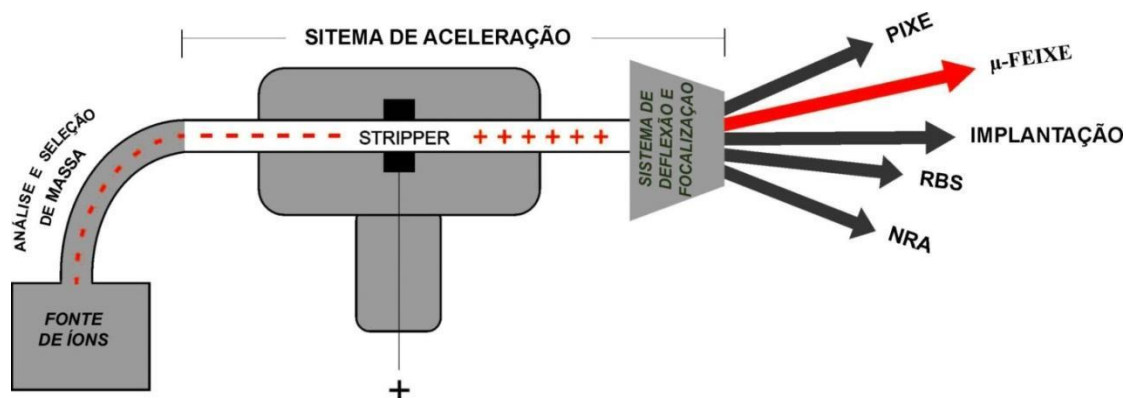


Figura 3: Esquema do acelerador Tandatron da UFRGS, juntamente com as suas linhas de trabalho. [adaptado de 3]

### 3.2 A linha do microfeixe de íons

Como já mencionado anteriormente, microfeixe de íons ou feixe de íons focalizado nada mais é do que um feixe de íons com dimensões da ordem de poucos micrômetros. Isso é possível graças a um sistema óptico de demagnificação e focalização presente na linha. O sistema de demagnificação tem por objetivo principal reduzir as dimensões iniciais do feixe de íons que sai do acelerador<sup>4</sup>.

O sistema de demagnificação é composto por duas fendas (aberturas): a fenda objeto e a fenda imagem<sup>4,5</sup>. A fenda objeto tem como principal função colimar o feixe de íons incidente. Como a linha de microfeixe é muito longa, o feixe de íons sofre uma divergência depois que passa pela fenda objeto. Por isso, torna-se necessário utilizar outra fenda, a fenda imagem, posicionada antes do sistema de focalização, que tem como objetivo evitar a entrada de feixes muito divergentes. Esse processo tende a favorecer a redução de aberrações ópticas nos sistema<sup>4,5</sup>.

Localizado imediatamente após o sistema de demagnificação, encontra-se o sistema de focalização. O sistema de focalização irá reduzir ainda mais o feixe e concentrá-lo em um plano focal<sup>4</sup>. O sistema de focalização da linha de microfioxe de íons do LII – UFRGS é composto por um sistema, chamado triplo de Oxford, que consiste basicamente de três lentes magnéticas, na forma de cilindro e centradas ao longo do feixe de íons<sup>4</sup>. Em cada lente, também conhecidas como quadrupolos magnéticos, existem 4 bobinas que estão posicionados com campos magnéticos nas direções norte-sul alternadamente<sup>4,5</sup>.

A Figura 4 apresenta um esquema da ótica geométrica do sistema de demagnificação e focalização da linha de microfioxe, com as respectivas distâncias entre cada um dos componentes e ao final o plano focal, no caso, a amostra.

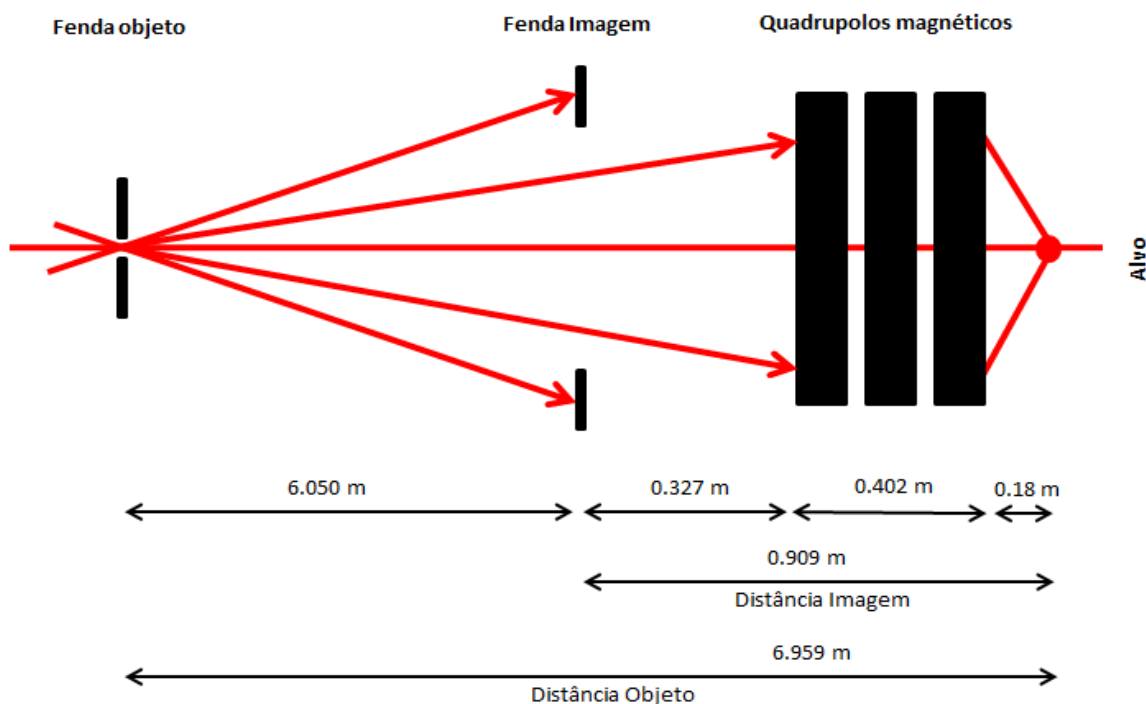


Figura 4: Esquema da ótica geométrica do sistema de microfioxe de íons. A fenda objeto, responsável pela primeira redução do feixe; a fenda imagem com o princípio de reduzir ainda mais o tamanho do feixe e as lentes magnéticas posicionadas, a fim de convergir as partículas em um único eixo. [adaptado de 6,7].

As diferentes formas de combinação entre as aberturas das fendas objeto e imagem podem resultar no aumento das aberrações e conseqüentemente alterar o

tamanho final do feixe <sup>5</sup>. A capacidade de demagnificar um feixe não só depende dos parâmetros relacionados às aberrações cromáticas e esféricas do sistema óptico, mas também de efeitos externos que serão abordados mais adiante <sup>5</sup>. A capacidade do feixe alcançar um ponto específico dentro do alvo somada à contribuição do sistema de focalização do microfeixe define a razão de aspecto<sup>3</sup>. A capacidade de alcance está associada a energia presente do feixe e à massa da partícula incidente<sup>6</sup>. Quanto maior for a energia do feixe e menor a massa da partícula, mais elevado será o poder de alcance e razão de aspecto do feixe, conseqüentemente a demagnificação será elevada <sup>5,6,7</sup>.

### 3.2.1 Sistema de focalização

#### - Lentes Magnéticas

Uma forma adequada a diminuir a dimensão do feixe, sem perda de corrente, é associar à linha de microfeixe, um sistema de lentes magnéticas. Por isso, é dito que o conjunto de lentes magnéticas é a parte mais relevante de toda a linha de microfeixe, pois suas configurações influenciam tanto nas aberturas das fendas objeto e imagem quanto no espaçamento entre elas <sup>5</sup>.

O quadrupolo magnético, como dito anteriormente, é um conjunto de solenoides formado por quatro polos N-S-N-S em torno do feixe <sup>4</sup>. Esse conjunto de solenoides permite que um fortes campos magnéticos atuem nos íons com finalidade de focalizá-los. Um quadrupolo magnético tem a propriedade em focalizar em um plano e defletir no plano ortogonal. Dessa forma torna-se fundamental o acoplamento de, no mínimo, dois quadrupolos a fim de reduzir o feixe em ambas direções <sup>4,5</sup>.

O desenho esquematizado na Figura 5 representa a associação de dois quadrupolos magnéticos e ilustra a atuação do campo magnético na focalização de íons. Em (a) esboça a incidência do feixe de íons no primeiro quadrupolo. A representação em (b) exhibe os campos magnéticos 1-2 no sentido da convergência vertical, deflexão horizontal e focalização no eixo z, representado pelo ponto vermelho. Em (c) a distorção no sentido horizontal é exemplificada e corrigida por meio do segundo quadrupolo. Essa distorção, esboçada em (d), logo é corrigida pela ação dos campos 3-4

no segundo quadrupolo magnético e mantem a convergência na direção z, resultando em um feixe simétrico e menor.

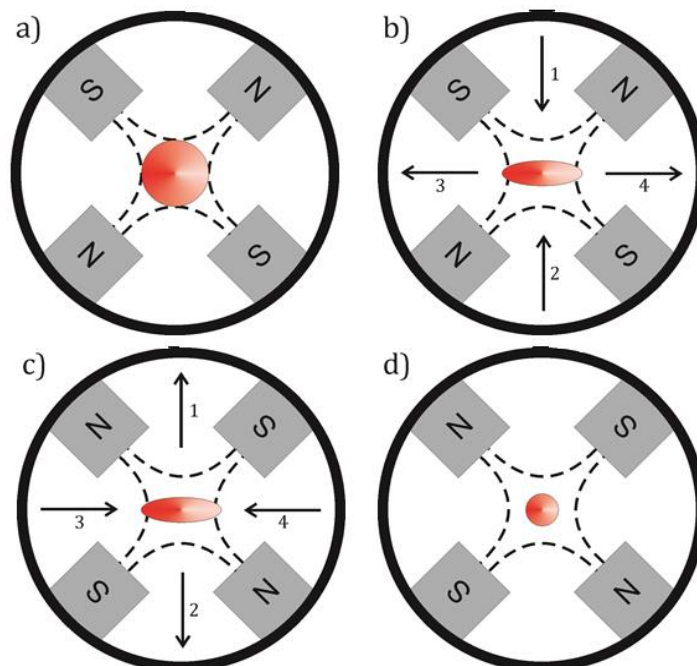


Figura 5: Ilustração de dois quadrupolos magnéticos e a atuação do campo magnético na focalização de íons. Em (a) esboça o feixe de íons no primeiro quadrupolo. Em (b) exhibe os campos magnéticos 1-2 no sentido da convergência vertical, deflexão horizontal e focalização no eixo z, representado pelo ponto vermelho. Em (c) a distorção no sentido horizontal é corrigida por meio do segundo quadrupolo. A distorção logo é corrigida pela ação dos campos 3-4 no segundo quadrupolo magnético e mantém a convergência na direção z, resultando em um feixe simétrico e menor em (d). [adaptado em 3,4,6]

#### - Aberrações das lentes

Há outros fatores que influenciam no tamanho do feixe. Dentre estes fatores citam-se as aberrações. O sistema de focalização pode oferecer desde complexos efeitos de aberração, até problemas mais evidentes, tais como vibrações mecânicas em torno da câmara de irradiação. As aberrações mais comuns são: a aberração cromática e esférica e também o astigmatismo<sup>5</sup>. A pureza do material de fabricação das lentes, bem como, o desalinhamento rotacional e translacional dos quadrupolos favorece o alargamento do feixe e por isso devem ser minimizados para obter alto proveito do sistema de focalização<sup>4,5</sup>.

O **astigmatismo** é uma aberração que faz com que o feixe apresente um formato cilíndrico<sup>5</sup>. Esse efeito pode ser reduzido por meio de ajustes na fonte de alimentação do próprio quadrupolo, até que as coordenadas x e y do plano focal coincidam<sup>2</sup>. Na prática, a minimização do astigmatismo é adquirida por meio da visualização da

fluorescência induzida pelo feixe em alvos luminescentes. A qualidade e a estabilidade da fonte de alimentação do quadrupolo também apresentam grande importância na redução do astigmatismo. É recomendável que a fonte seja estável, evitando oscilações na corrente, que podem provocar uma modificação do plano focal da amostra <sup>5</sup>.

A **aberração cromática** é causada pela instabilidade da energia do feixe e provoca o aumento das dimensões do feixe. Esse efeito ocorre porque a ampliação do feixe é diferente nos planos “X” e “Y” devido às diferentes velocidades das partículas do feixe.

A **aberração esférica** está relacionada ao ângulo de incidência que o feixe passa pelas lentes magnéticas<sup>2</sup>. A minimização desse efeito torna-se pertinente quando se pretende obter um feixe de pequeno diâmetro e elevada corrente.

O **desalinhamento rotacional** é considerado um efeito associado às lentes magnéticas do tipo quadrupolar. Geralmente, o desalinhamento no sistema de quadrupolos pode resultar em um feixe fora do eixo. Além disso, qualquer desalinhamento translacional nas lentes pode contribuir no surgimento desta aberração <sup>5</sup>.

#### *-Alargamento do Feixe de Devido a Fontes Externas*

Além dos efeitos das aberrações, presentes no sistema de focalização, fatores externos, podem contribuir para o alargamento do feixe. Fatores como a boa estabilidade da fonte íons, utilização de fendas de boa qualidade, eliminar a presença de campos eletromagnéticos presentes no ambiente e evitar vibrações mecânicas podem reduzir o risco de alargamento do feixe devido às fontes externas.

Outros fatores que causam o alargamento do feixe são dispositivos externos, que somados contribuem fortemente na interferência do campo magnético associado na linha do microfeixe. É o caso dos transformadores, motores de passo e fontes de alimentação elétrica em volta do ambiente de trabalho.

Mecanismos que provocam vibração também podem contribuir para o efeito de alargamento. Uma forma de amenizar a vibração na linha é apoiar a câmara de irradiação e a fenda objeto, separadamente, em blocos de concreto<sup>5</sup>. Além disso, a

manutenção de um bom sistema de vácuo também ajuda na obtenção de um feixe de boa qualidade.

### 3.2.2 Sistema de varredura

O sistema de varredura é composto por dois conjuntos de placas magnéticas ou eletrostáticas localizadas antes ou depois do sistema de focalização de acordo com a necessidade. É mais conveniente usar um sistema de varredura eletrostático, pois em princípio é mais rápido do que associar campos magnéticos<sup>3,5</sup> Entretanto, o uso de uma varredura eletrostática exige que o sistema de varredura esteja em vácuo<sup>5</sup>.

### 3.3 Microfeixe de Íons Aplicado a Estruturação- *Proton Beam Writing*

*Proton Beam Writing* (PBW) é um processo litográfico que permite a fabricação de microestruturas com alta razão de aspecto<sup>9,10</sup>.

A litografia por feixe de prótons é muito semelhante à litografia por feixe de elétrons (EBL), porém a utilização de prótons ao invés de elétrons permite produzir estruturas mais bem definidas. Isso ocorre porque, em geral, a energia utilizada na técnica de EBL é bem menor do que a utilizada na técnica de PBW devido às características da interação do elétron com a matéria. O alcance projetado para o feixe de prótons é muito maior do que o de elétrons, apesar do próton interagir mais com o material.<sup>6</sup>

Na figura 6, em (a) é mostrado a comparação da trajetória do próton durante o processo de PBW e em (b) a do elétron no processo de EBL no mesmo material.

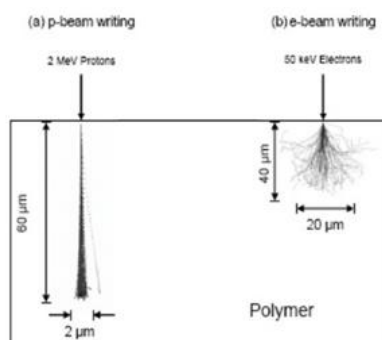


Figura 6: Mostra a comparação da trajetória do próton durante o processo de *Proton Beam Writing* em (a) e (b) a do elétron no processo EBL. [adaptado de 11]

### 3.4 Interação de íons com a matéria

De forma geral, a tendência de íons é diminuir sua energia cinética à medida que penetram no material e interagem com os átomos da amostra <sup>6</sup>.

A taxa de energia perdida pela partícula, ou neste caso pelo íon, em função da distância percorrida ao longo do interior do alvo,  $\left(\frac{\Delta E}{\Delta x}\right)$  depende da velocidade do projétil e da composição elementar do alvo<sup>6</sup>. Assim, a perda de energia por unidade de comprimento pode ser definida como:

$$\lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{\Delta E}{\Delta x} = \frac{dE}{dx} (E) \quad (2)$$

A interação de íons com a matéria é definida em dois processos: as colisões elásticas entre íons e átomos vizinhos pertencentes do alvo; e colisões inelásticas entre íons e a eletrosfera dos átomos alvo.

O mecanismo de interação e perda de energia em materiais é bem conhecido e a deposição de energia pode ser descrita através do freamento eletrônico (Se) e freamento nuclear (Sn), de tal maneira mostrada na Equação 3 <sup>6</sup>:

$$S = S_e (E) + S_n (E) \quad (3)$$

O primeiro termo da Equação 3 representa o poder de freamento eletrônico (Se) relativo a transferência de energia do íon para o alvo, por meio de colisões entre a partícula carregada e elétrons presentes no alvo <sup>12</sup>. À medida que o elétron interage com a partícula iônica, ele pode atingir estados de maior energia, de forma que o átomo alvo se torne excitado ou mesmo ionizado <sup>6,12</sup>.

Em contrapartida, o freamento nuclear (Sn) é a parte complementar da interação e perda de energia. O freamento nuclear está associado a transferência de momento entre íon incidente e átomo do alvo <sup>3,6</sup>.

A identificação da massa dos átomos do alvo torna-se cada vez mais difícil à medida que o feixe penetra no interior do alvo, devido à energia do feixe deixar de ser monoenergética antes de uma colisão, em uma certa profundidade, no interior do alvo <sup>6</sup>. É por essa razão, que calcular o transporte de íons se torna importante na caracterização do trajeto da partícula <sup>13</sup>. Existem vários programas computacionais que permitem simular a trajetória do feixe no interior da amostra. Um deles é o SRIM (*The Stopping and Range of Ions in Matter*) <sup>13</sup>. O SRIM é uma coleção de pacotes de software que calculam as trajetórias do feixe para qualquer combinação de energia, elementos do alvo, espessura e tipo de projétil. Também é possível obter, no SRIM, o *stragglings* a energia  $e$  o alcance longitudinal do feixe, bem como, o espalhamento de íon em uma visão transversal. O *stragglings* estabelece a flutuação de energia nos sentidos, vertical da simulação e horizontal do feixe <sup>6,13</sup>. No sentido vertical da simulação, o espalhamento do feixe é chamado de *stragglings* lateral. Do mesmo modo, o *stragglings* longitudinal determina a diferença de energia ao longo da profundidade <sup>3, 6, 7,13</sup>. Já o alcance longitudinal é definido como alcance projetado, e estima quanto o feixe pode penetrar em um determinado material <sup>7,13</sup>.



## **4. EXPERIMENTAL**

Nesta seção são descritas as condições em que os experimentos foram realizados.

Para controle do tamanho do feixe, depois de modificado o tamanho das aberturas, amostras de poli (etileno tereftalato) (PET) foram irradiadas seguindo um padrão de estruturação de pontos e submetidas a ataque químico para remoção das zonas modificadas. Os orifícios criados pela irradiação são representativos do tamanho do feixe e foram analisados utilizando técnicas de caracterização como Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Emissão de Raio X Induzida por Partículas (PIXE) e Microscopia de Transmissão Iônica (STIM).

### **4.1 Amostra**

Para a realização das medidas foram utilizadas folhas de poli (tereftalato de etileno) (PET) com espessura de 12  $\mu\text{m}$  limpas e cortadas em tamanhos de 1 $\text{cm}^2$  de área.

### **4.2 Irradiação**

As irradiações ocorreram no Laboratório de Implantação Iônica (LII) do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, utilizando um acelerador linear Tandetron, com tensão nominal máxima de 3 MV.

Para a realização dos experimentos foi utilizado um feixe de prótons, com energia de 2,2 MeV. A fluência utilizada foi de  $1 \times 10^{14}$  íons/ $\text{cm}^2$ , em todos os casos.

#### 4.2.1 A linha de microfexa de íons

A linha de microfexa de íons pertencente ao acelerador conta com um sistema de focalização da *Oxford Microbeam LTDA*<sup>®</sup>. Esse sistema é composto por três quadrupolos magnéticos (lentes magnéticas), conectados em fontes de tensão (PS). A corrente aplicada à lente 1 é responsável pela formação do foco horizontal, enquanto que as lentes 2 e 3 encontram-se acopladas e são responsáveis pelo foco no sentido vertical. A Figura 8 mostra a imagem panorâmica da linha de microfexa de íons do LII – UFRGS, enquanto que a Figura 8, apresenta um esquema do arranjo das lentes magnéticas que compõem o sistema de focalização da linha.

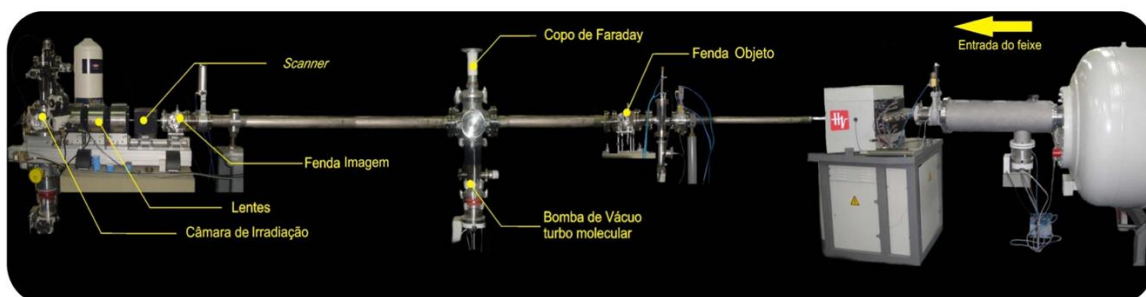


Figura 7: Imagem panorâmica da linha de microfexa pertencente ao LII -UFRGS.

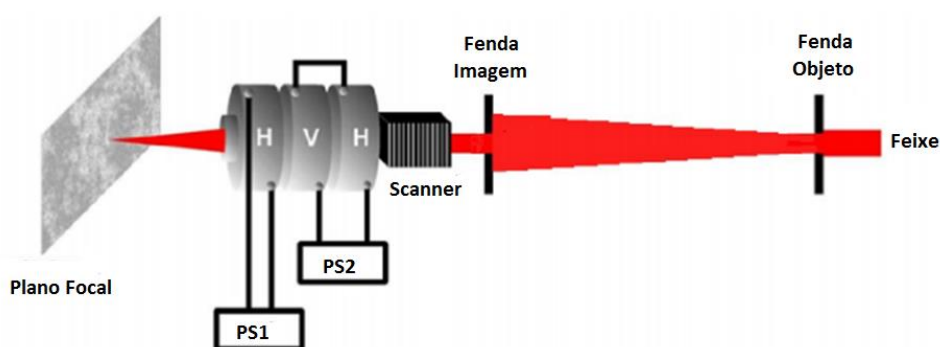


Figura 8: Representação do arranjo das lentes magnéticas da linha de microfexa da *Oxford Microbeam LTDA*<sup>®</sup>. Na qual a lente 1 trabalha independentemente na formação do foco horizontal, enquanto as lentes 2 e 3 trabalham de forma conjunta para a formação do foco vertical.[adaptado de 3]

#### 4.2.2 A câmara de irradiação

A câmara de irradiação do sistema de microfeixe opera em vácuo ( $10^{-6}$  mbar). É comum a realização de análises simultâneas utilizando a técnica de microfeixe iônico. Devido a este motivo, no interior da câmara de irradiação de uma linha de microfeixe iônico pode haver diferentes detectores. Na câmara de irradiação da linha de microfeixe de íons do LII, há quatro detectores (3 do tipo barreira de superfície e 1 do tipo Si(Li)). O detector de Si de barreira de superfície é utilizado para detecção de partículas carregadas ( $\mu$ -RBS,  $\mu$ -NRA e STIM), enquanto que o detector de Si(Li) é utilizado para a detecção de raios-X (utilizado em análises de  $\mu$ -PIXE). Além disso, dentro dessa câmara está o copo de Faraday, responsável pela determinação da corrente que passa pela amostra e o porta amostras posicionado no centro da câmara de irradiação.

A Figura 9 apresenta uma imagem da câmara de irradiação da linha de microfeixe iônico do LII-UFRGS e a

Figura 10 mostra um esquema desta câmara com o posicionamento de cada um dos detectores existentes. Os detectores de  $\mu$ -RBS,  $\mu$ -NRA e STIM *off-axis*, estão posicionados a  $135^\circ$ ,  $158^\circ$  e  $23^\circ$ , respectivamente, tendo como referência o ângulo de incidência do feixe. A  $0^\circ$  encontra-se posicionado o detector de STIM *on-axis*, juntamente com o copo de Faraday<sup>3,8,14</sup>.



Figura 9: Imagem da câmara de irradiação da linha de microfície de íons, do LII-UFRGS.

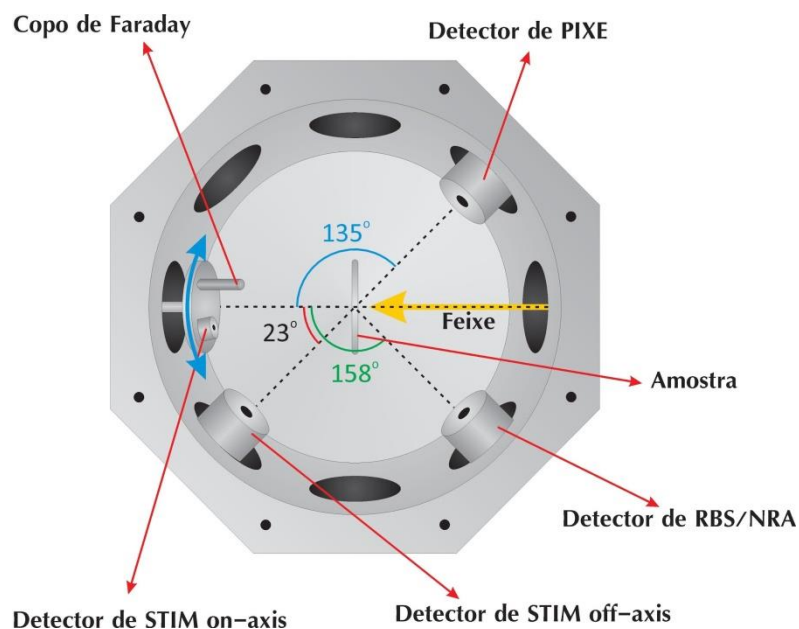


Figura 10: Representação do interior da câmara de irradiação e a posição dos detectores  $\mu$ -PIXE,  $\mu$ -RBS,  $\mu$ -NRA, STM *off-axis*, STM *on-axis* referente ao feixe incidente e do copo de Faraday. [adaptado de 8].

#### 4.2.3 O porta-amostra

Para realizar as medidas, é necessária a existência de um porta amostra posicionado na parte central da câmara de irradiação. O porta-amostra que compõe a câmara de irradiação da linha de microfície iônico foi confeccionado em aço inoxidável e possui cinco espaços onde são colocados suportes de alumínio com as amostras, conforme ilustra a Figura 11. Em uma dessas posições, há um suporte com quatro *grids*

de cobre, uma lâmina de quartzo e um pequeno cristal (YAG), utilizado para realizar a focalização do feixe. Os *grids* possuem tamanhos de 75, 600, 1500 e 2000 *mesh*. A posição do porta-amostra é controlada de forma precisa por intermédio de uma plataforma eletrônica, via computador, orientada sob referencial cartesiano <sup>3</sup>.

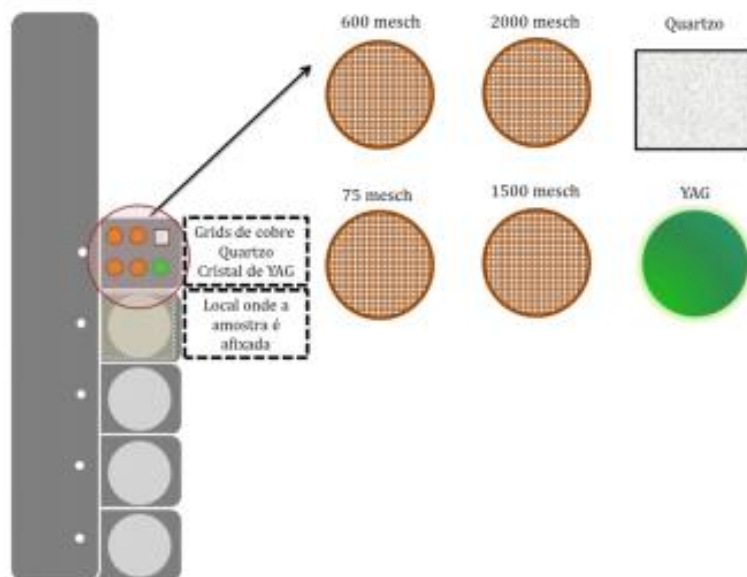


Figura 11: Desenho do porta amostra com *grids* de cobre e quartzo fixado e o local onde as amostras são posicionadas. [adaptado de 3].

#### 4.2.4 A determinação do tamanho do feixe

A dimensão do feixe tem papel indispensável na otimização do sistema óptico de uma linha de microfio. Na prática, é necessário visualizá-lo. A visualização do feixe é obtida por meio da luz emitida quando este passa a ter contato com quartzo ou cristal YAG, colocado junto ao porta-amostra. Para determinar o diâmetro do feixe é necessário realizar uma varredura em cima do grid de 2000 mesh, em uma área equivalente a  $25 \times 25 \mu\text{m}$ , de tal maneira que passe no grid apenas por uma barra horizontal e vertical. A preferência em utilizar o grid de 2000 mesh está associada aos furos e largura das grades possuírem separações pequenas<sup>3</sup>. Segue abaixo a relação do tamanho dos furos e largura da grade de cada *grid* no Quadro 1.

Quadro 1: Valor do tamanho da fenda e largura de cada *grid* utilizado para estabelecer a dimensão do feixe.

| <b>Grid (mesh)</b> | <b>Dimensão do Furo (<math>\mu\text{m}</math>)</b> | <b>Largura da Grade (<math>\mu\text{m}</math>)</b> |
|--------------------|--|--|
| Grid 75 mesh       | 285.00   | 5  |
| Grid 600 mesh      | 37.00  | 5  |
| Grid 1500 mesh     | 11.50  | 5  |
| Grid 2000 mesh     | 7.50   | 5  |

A estimativa da qualidade e do tamanho do feixe é realizada de forma qualitativa, através da criação de mapas 2D, utilizando as técnicas de  $\mu$ -PIXE e/ou STIM. A escolha de uma técnica em relação à outra ocorre unicamente pelo tempo de análise, sendo que a técnica de STIM apresenta as imagens mais rapidamente. Posteriormente é feita uma medição do centro de um buraco a outro, em ambos os sentidos, vertical e horizontal (em formato de “L” invertido), conforme mostra a Figura 12 (a). A seguir, obtém-se um espectro alusivo a esta medição, que apresenta dois perfis de linha na forma de picos. O primeiro pico é referente ao perfil no sentido horizontal enquanto que o segundo pico é relativo ao perfil do sentido vertical (Figura 12 (b)). Por fim, a dimensão do feixe para cada sentido pode ser estimado através da diferença entre do ponto mínimo e do ponto máximo do pico correspondente.

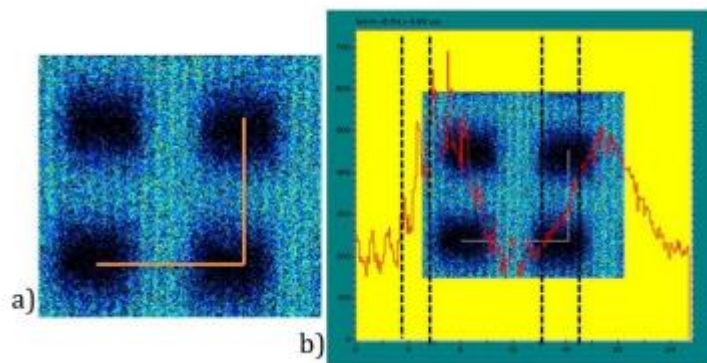


Figura 12: A imagem fotografada da varredura submetida ao grid de cobre de 2000 mesh. Em (a) mostra a trajetória configurada em “L” invertida a mover-se sob o grid de cobre e (b) visualização do pico representativo da passagem do feixe pelas barras do grid e a curva gaussiana formada para determinação do diâmetro do feixe, tanto no sentido horizontal quanto vertical.

#### 4.2.5 Padrão de estruturação

O padrão de estruturação é uma figura que será reproduzida no material durante a estruturação. Em teoria, qualquer figura é possível, desde que o arquivo em que ela esteja presente 2D, seja monocromática (P&B) e quando salva, estar em formato

bitmap com dimensões de 256 x 256 pixels. O padrão P&B é muito importante, pois é através dele que o programa irá saber qual o desenho a ser reproduzido. Toda a parte preta da imagem não será irradiada, enquanto que a zona branca será demarcada como a área a ser modificada.

O tamanho nominal de cada pixel ( $T_{\text{pixel}}$ ) é um parâmetro que pode ser facilmente modificado, uma vez que depende diretamente da área de varredura selecionada e da quantidade de pixels existentes no arquivo de bitmap, escolhido como matriz para o processo de estruturação, como pode ser visto através da equação abaixo:

$$T_{\text{pixel}} = \frac{\text{área do scan } (\mu\text{m}^2)}{256 \times 256 \text{ pixels}} \quad (3)$$

Para verificar o real tamanho do feixe durante a estruturação e poder mensurá-lo de forma mais precisa, utilizamos uma área de varredura de  $256 \times 256 \mu\text{m}^2$ . Neste caso, temos uma relação onde 1 pixel equivale a  $1 \mu\text{m}^2$  na amostra. Neste trabalho, utilizamos durante a estruturação, um padrão de pontos de  $1\text{pixel}^2$ , conforme ilustra a Figura 13.

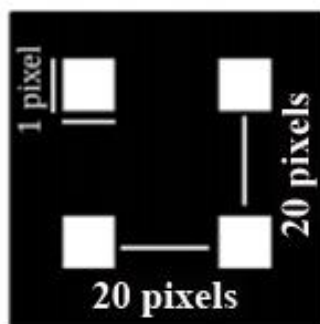


Figura 13: Padrão utilizado para otimização do sistema de microfeixe de íons.

### 4.3 Ataque Químico

Após o procedimento de irradiação foi realizado um ataque químico para remoção das zonas modificadas pela ação do feixe. As amostras de PET, foram submergidas a uma solução de hidróxido de sódio 6 M ( NaOH Merck 99% P.A) a  $60^\circ\text{C}$  durante 30 s, afim de promover a remoção das zonas irradiadas pelo microfeixe <sup>3,15</sup>.

### 4.4 Técnicas de Caracterização

Nesta seção serão apresentados os princípios básicos de funcionamento das técnicas analíticas utilizadas neste trabalho e a importância de cada uma delas neste estudo.

#### 4.4.1 Emissão de Raio X Induzida por Partículas (PIXE)

A emissão de raios-X induzida por partículas (PIXE) consiste na identificação de um elemento através da emissão de raios-X característicos pela desexcitação dos átomos do material <sup>4,5,16</sup>.

A análise de PIXE pode ocorrer também através da incidência de um feixe de prótons focalizado, ou seja, o  $\mu$ -PIXE. Graças ao sistema de varredura presente na linha do microfeixe iônico, é possível criar mapas elementares ao longo de uma determinada região, ou que identifique a distribuição de um elemento na amostra.

Neste trabalho, a técnica de  $\mu$ -PIXE permite realizar uma análise qualitativa do tamanho do feixe. Como utilizamos um grid de cobre para realizar a medição do tamanho do feixe, criamos um mapa elementar do cobre (Figura 12 a), que utilizaremos para estimar o tamanho do feixe de prótons.

#### 4.4.2 Microscopia Iônica de Varredura por Transmissão (STIM)

A microscopia iônica de varredura por transmissão (STIM) permite a descrição de um material baseado na perda de energia de um íon à medida que atravessa o material. A técnica resulta na formação de um mapa alusivo à perda de energia <sup>3,7,8</sup>. O STIM permite a microanálise, em forma de mapas do material em estudo e podem ser obtidas informações com relação a distribuição da densidade ao longo do material, bem como a espessura <sup>3,5,7,8</sup>.

A técnica pode ser utilizada de duas diferentes formas: *on-axis* e *off-axis*. O STIM *on-axis*, consiste em colocar detector de íons alinhado ao feixe incidente e posiciona-lo atrás da amostra. Já, o STIM *off-axis* utiliza um detector posicionado, geralmente entre 15 e 45° em relação ao ângulo de incidência do feixe <sup>3,5,8</sup>.

A aquisição da imagem utilizando a técnica de STIM é mais rápida e neste trabalho o STIM *on-axis* foi utilizado com o mesmo objetivo da técnica de  $\mu$ -PIXE, ou seja, estimar o tamanho do feixe de forma qualitativa.



#### 4.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é um recurso muito utilizado pelos cientistas para análise microestrutural de amostras em forma sólida. O resultado da análise é a formação de uma imagem, obtida pela detecção de elétrons secundários ou retroespalhados, de acordo com o objetivo do experimento<sup>17</sup>. A detecção de elétrons secundários, emitidos pela interação do feixe de elétrons com o material, fornece ao analista uma imagem topográfica de alta resolução, enquanto que a detecção de elétrons retroespalhados fornece informações referentes à composição da amostra (contraste em função do número atômico)<sup>17,18</sup>.

Neste trabalho a técnica de MEV foi utilizada para mensurar o tamanho dos orifícios criados pela ação do feixe de prótons. Com isso, foi possível obter com mais precisão a variação do tamanho do feixe, durante o processo de otimização do sistema óptico do microfeixe.

Devido ao fato das amostras serem isolantes, antes da análise foi necessário submeter às amostras a um processo de metalização. A metalização consiste em recobrir a superfície da amostra, com um material condutor da ordem de nanômetros.

As medidas de MEV neste trabalho foram por meio de um microscópio da ZEISS modelo JIB4500, situado no Laboratório de Implantação Iônica. Foram medidas, através do programa IMAGE J<sup>®</sup> <sup>19</sup>, as dimensões vertical e horizontal dos orifícios criados por meio das irradiações, bem como a área. Para cada valor de abertura da fenda objeto, foram medidos mais de 20 pontos, o que permitiu ter um valor médio e o desvio padrão do mesmo.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste trabalho, pretendeu-se realizar o processo de otimização do sistema de demagnificação da linha de microfeixe de íons do LII, basicamente através do processo de modificação dos valores das aberturas da fenda objeto e da fenda imagem.

Devido a problemas na fonte do acelerador de íons durante o andamento dos experimentos, não foi possível realizar a otimização da fenda imagem. Sendo assim, para essa parte serão relatados os procedimentos de otimização previstos, bem como os resultados esperados.

### 5.1 A Fenda objeto

Os processos de estruturação utilizando como ferramenta o microfeixe de prótons iniciaram em meados de 2010. Ao longo de 3 anos, percebeu-se uma discrepância significativa da figura inserida como padrão de estruturação e a estrutura formada após a irradiação. De forma geral, as figuras não apresentavam a simetria prevista no padrão, nem as dimensões esperadas. A figura 14, ilustra o resultado de uma estruturação com feixe de prótons de uma membrana polimérica, que utilizou como padrão uma matriz de pontos com  $1 \text{ pixel}^2$ , onde a relação pixel/micrometro era igual a 1. Descartadas hipóteses de processo, começou então a investigação da importância de otimização do sistema óptico da linha de microfeixe.

Depois de um estudo teórico sobre os valores das aberturas da fenda objeto, concluiu-se que tais valores encontravam-se invertidos. Nessa oportunidade, o valor da abertura em X da fenda objeto encontrava-se em  $640 \mu\text{m}$  e a abertura em Y, encontrava-se em  $670 \mu\text{m}$ .

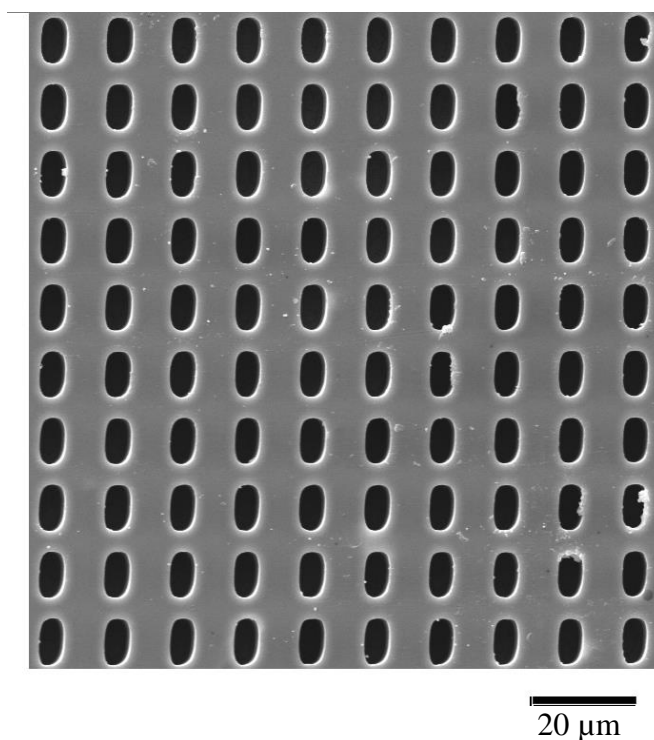


Figura 14: Ilustra o resultado de uma estruturação com feixe de prótons de uma membrana polimérica, que utilizou como padrão uma matriz de pontos com  $1 \text{ pixel}^2$ , onde a relação pixel/micrometro era igual a 1.

Segundo a literatura, para o sistema de focalização do triplo de Oxford, a demagnificação do sistema ocorre de forma diferenciada nos eixos “X” e “Y”, sendo que no eixo “X” a demagnificação é mais elevada. Desta forma, a falta de simetria observada nas estruturas produzidas pelo microfeixe estava associada a esta inversão dos valores de abertura da fenda objeto.

Após a mudança dos valores das aberturas da fenda objeto, a leitura da corrente teve um acréscimo significativo. Antes desse ajuste, o intervalo dos valores de corrente de trabalho ficavam entre 10 e 100 pA, depois da inversão dos valores, esse valores chegaram a atingir 1nA. Porém, é importante lembrar que a corrente de íons tem forte dependência com os parâmetros de ajuste da fonte de íons.

Os resultados de estruturações após a inversão dos valores são ilustrados na figura 15 e 16. E mostra a redução do tamanho da área estruturada.

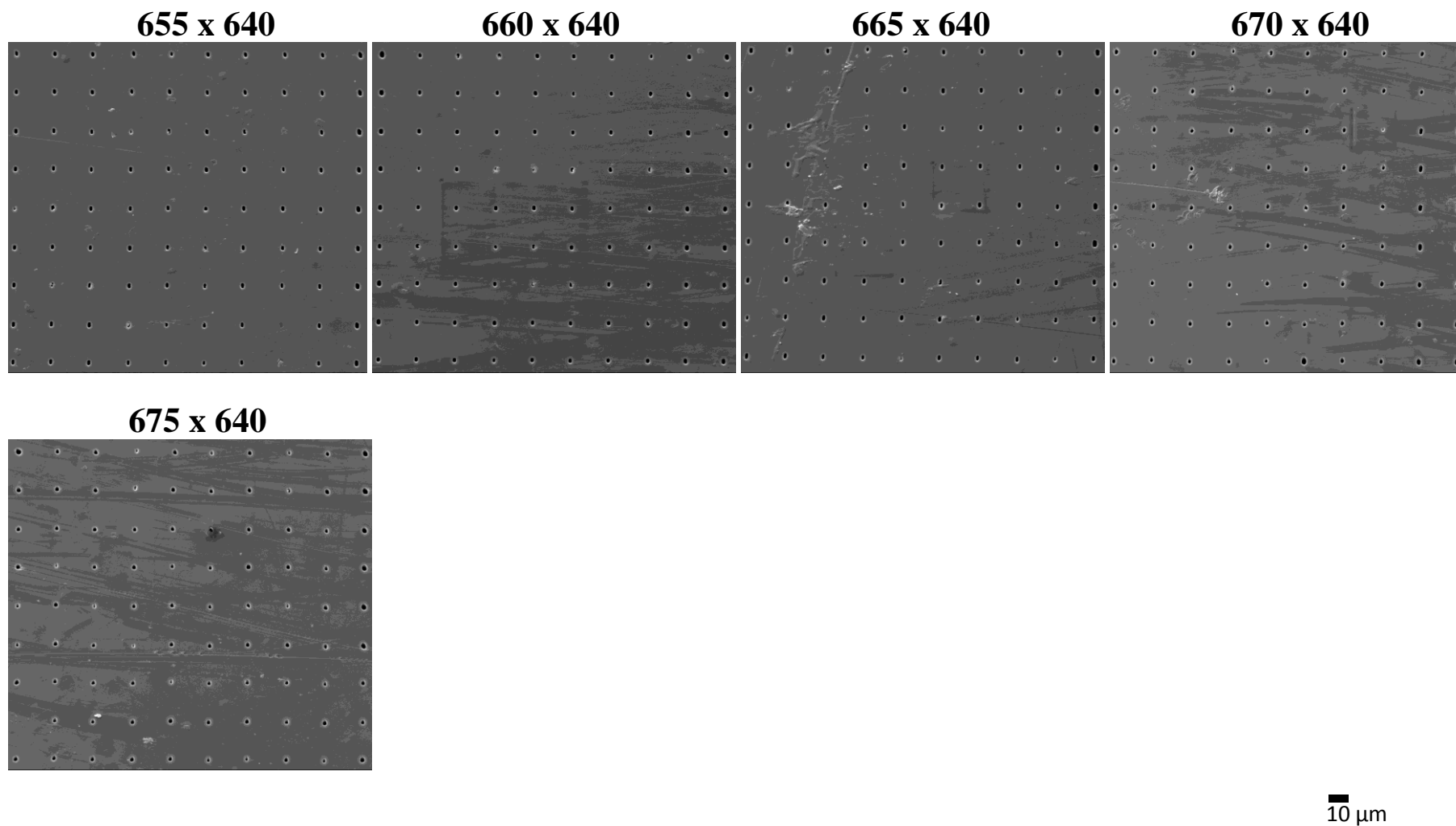


Figura 15: Ilustra o resultado de estruturação após a inversão dos valores da fenda objeto.

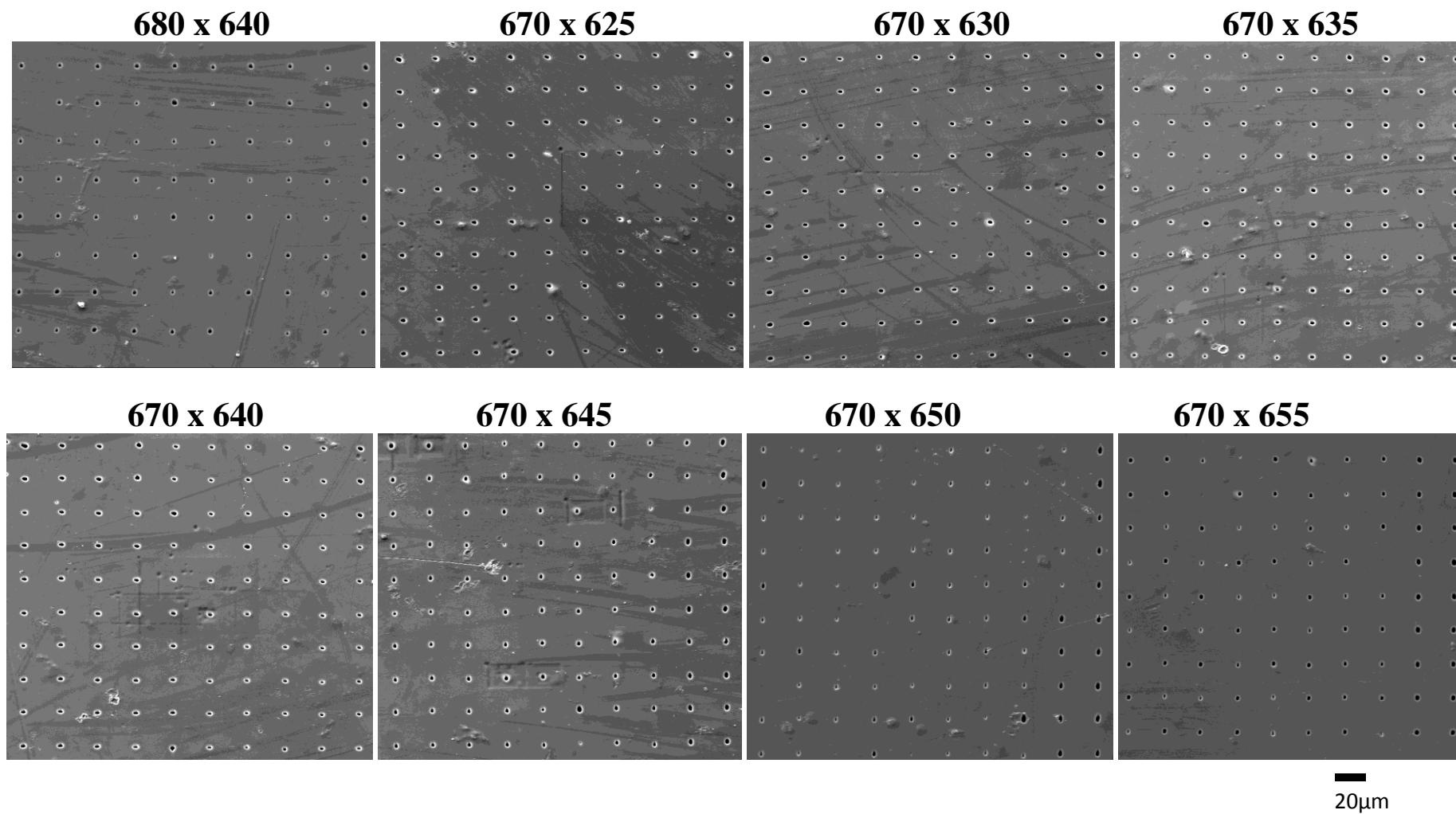


Figura 16: Ilustra o resultado de estruturação após a inversão dos valores da fenda objeto.

Com o objetivo de reduzir ainda mais as dimensões do feixe verificou-se se pequenas variações nos valores das aberturas apresentariam modificações de tamanho de feixe significativas. Para tanto, variou-se 15  $\mu\text{m}$  para mais e para menos em cada um dos eixos, em intervalos de 5  $\mu\text{m}$ . Os resultados estão expostos a seguir na Tabela 1, onde é comparado o valor de feixe medido no início de cada medida, através dos mapas de PIXE e STIM, com o valor de área medido para as variações de abertura.

Percebe-se que mesmo a inversão dos valores das fendas não é suficiente para ter uma reprodução fidedigna dos tamanhos do feixe estimado qualitativamente através de PIXE e STIM e os tamanhos medidos por MEV. Além disso, nota-se em alguns casos, uma grande diferença entre os tamanhos de feixe estimados e obtidos. Por fim, para seguir com os demais ajustes, se tomará como tamanho de abertura para fenda objeto os valores de 670  $\mu\text{m}$  em “X” e 650  $\mu\text{m}$  em “Y” (figura 17 (B)), que mesmo não apresentando a menor razão entre os tamanhos de feixe estimados e medidos, apresenta o menor tamanho de feixe medido.

Tabela 1: Valores de área estimada e área medida em função dos valores de aberturas para os eixos “X” e “Y” da fenda objeto. Em destaque é apresentada os valores de referência das aberturas da fenda objeto e o tamanho da abertura que apresenta o menor orifício estruturado.

| Valor das Aberturas ( $\mu\text{m}$ ) |            | Área estimada do feixe ( $\mu\text{m}^2$ ) | Área medida do feixe ( $\mu\text{m}^2$ ) | Razão entre a área estimada e medida |
|---------------------------------------|------------|--|--|--------------------------------------|
| Eixo “x”                              | Eixo “y”   |  |  |                                      |
| 685                                   | 640        | 1,69                                       | $5,46 \pm 0,18$                          | 3,23                                 |
| 680                                   | 640        | 2,40                                       | $6,23 \pm 0,13$                          | 2,59                                 |
| 675                                   | 640        | 2,89                                       | $6,74 \pm 0,37$                          | 2,33                                 |
| 665                                   | 640        | 2,40                                       | $6,01 \pm 0,21$                          | 2,50                                 |
| 660                                   | 640        | 1,32                                       | $6,06 \pm 0,19$                          | 4,59                                 |
| 655                                   | 640        | 1,82                                       | $5,84 \pm 0,35$                          | 3,20                                 |
| 670*                                  | 640*       | 3,24                                       | $6,86 \pm 0,22$                          | 2,11                                 |
| 670                                   | 655        | 0,64                                       | $6,39 \pm 0,31$                          | 9,98                                 |
| <b>670</b>                            | <b>650</b> | <b>0,99</b>                                | <b><math>4,25 \pm 0,35</math></b>        | 4,29                                 |
| 670                                   | 645        | 1,92                                       | $6,28 \pm 0,18$                          | 3,27                                 |
| 670                                   | 635        | 2,50                                       | $6,08 \pm 0,32$                          | 2,43                                 |
| 670                                   | 630        | 2,70                                       | $5,49 \pm 0,25$                          | 2,03                                 |
| 670                                   | 625        | 2,24                                       | $5,70 \pm 0,17$                          | 2,54                                 |

- **Valores de referência**

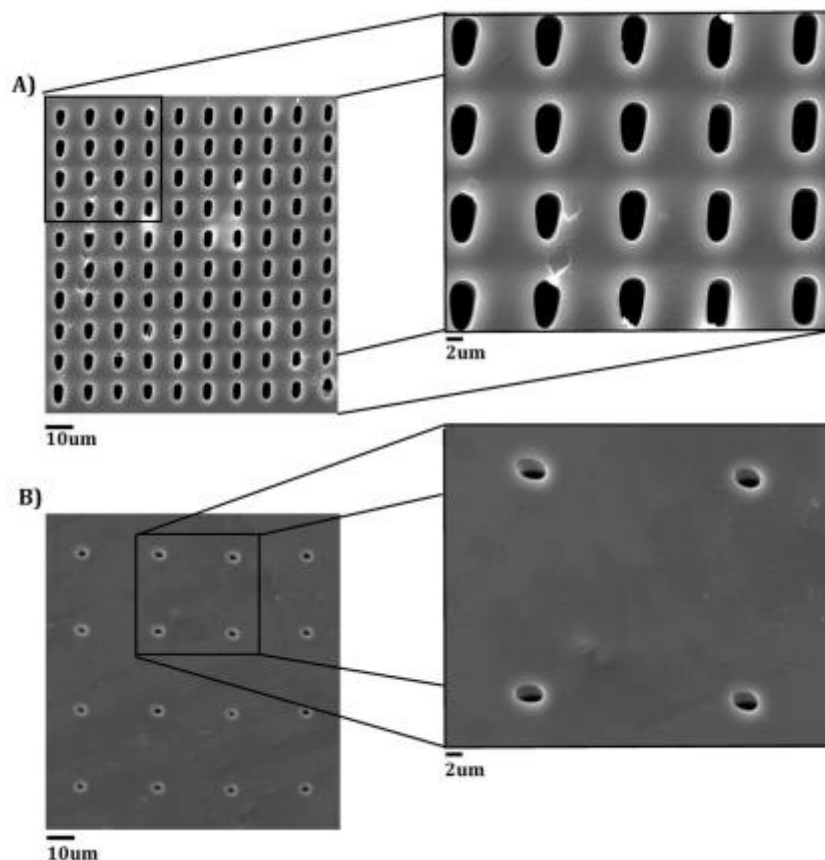


Figura 17: A imagem de MEV ilustra o resultado provocado pela inversão das aberturas da fenda objeto. Em (a) as aberturas 670  $\mu\text{m}$  em “X” e 640  $\mu\text{m}$  em “Y”, e em (b) as aberturas 670  $\mu\text{m}$  em “X” e 650  $\mu\text{m}$  em “Y” da fenda objeto.

## 5.2 A fenda imagem

Devido a problemas técnicos com o acelerador Tandatron do LII, não foi possível realizar os experimentos que permitiriam otimizar os valores de abertura para a fenda imagem. Desta forma, desta seção em diante serão descritos os procedimentos que seriam adotados para os experimentos, bem como, os resultados esperados.

Primeiramente, realizaríamos uma centralização do feixe, abrindo toda a fenda, em ambos os sentidos e verificaríamos o valor da corrente detectado pelo copo de Faraday. Posteriormente, fecharíamos um lado da abertura em um dos sentidos, até que a corrente chegasse a metade do valor inicial observado. Fechando a abertura no outro sentido, quando a corrente chegasse ao valor de zero, teríamos chegado ao centro da fenda.

Após identificar a posição central da fenda imagem, as coordenadas “X” e “Y” dessa fenda seriam variadas em 15  $\mu\text{m}$  para mais e para menos, com intervalo de 5  $\mu\text{m}$ . Dessa forma, para cada valor “X” e “Y” da fenda imagem uma irradiação seria realizada na amostra e em seguida esta seria mergulhada em uma solução corrosiva, a fim de remover as zonas modificadas pela ação do feixe. As microestruturas formadas pelo processo de irradiação e ataque químico seriam então analisadas por MEV e comparadas com as medidas qualitativas feitas no microfeixe.

### **5.3 Sistemas de focalização**

Após a realização da otimização da fenda imagem, novos valores para a focalização do feixe deverão ser estimados, variando assim as correntes associadas às bobinas magnéticas.

### **5.4 Alargamentos do feixe devido a fontes externas**

Os casos relacionados à vibrações mecânicas, campos eletromagnéticos em torno do ambiente de trabalho e instabilidade do alvo também são fontes externas que contribuem na irregularidade do feixe e devem ser minimizadas para que haja a redução do tamanho do feixe.

A câmara de irradiação e a fenda objeto são apoiados, separadamente, em blocos de concreto para amenizar vibrações<sup>5</sup>.

O ângulo de incidência do feixe recém saído do acelerador também é um fator que contribui no alargamento do feixe, pois quanto maior o ângulo de deflexão mais difícil é torna-lo estável, sem perda de corrente.

Além disso, introduzir em uma linha de microfeixe fendas de boa qualidade pode resultar em um feixe mais regular. Por esta razão, deve ser levada em conta a geometria das aberturas, como também garantir um bom acabamento submicrométrico, de modo a remover o espalhamento do feixe<sup>5</sup>. Nesse caso o sistema de microfeixe possui fendas de ótima qualidade.

Outros fatores que causam problemas no alargamento são dispositivos externos, que somados contribuem fortemente na interferência do campo magnético associado na



linha do microfeixe. É o caso dos transformadores, motores de passo, fontes de alimentação elétrica e ventilador em volta do ambiente de trabalho.

## **6. CONSIDERAÇÕES FINAIS**

Este trabalho de conclusão de curso teve como ênfase averiguar, na linha de microfeixe, os problemas do feixe causados por diferentes formas de combinação de tamanho entre fenda objeto e fenda imagem com o sistema de focalização do microfeixe. De acordo com o propósito, o tamanho e formato evidenciado dos orifícios em amostras de poli (etileno tereftalato) permitem determinar os melhores valores de aberturas das fendas objeto e imagem no sistema de microfeixe existente no Laboratório de Implantação de Iônica da UFRGS.

Com um embasamento mais experimental, pode-se apresentar tópicos referentes às partes do funcionamento do sistema de microfeixe de íons, assim como uma melhor compreensão sob a ação das lentes magnéticas na convergência do feixe, amplamente abordada na literatura científica.

Em vista do que foi apresentado, será dado prosseguimento das atividades propostas, após a conclusão dos reparos no sistema de aceleração. Devido a manutenção inesperada do acelerador Tandatron, a perspectiva da otimização do sistema de microfeixe é obter um feixe mais bem definido.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Thompson.S.M.W Particle acceleration and detection Ion Beams in Nanoscience and technology, Lund University, (1965).
- [2] [http://www.if.ufrj.br/~mms/lab4/Capitulo\\_08\\_Aceleradores.pdf](http://www.if.ufrj.br/~mms/lab4/Capitulo_08_Aceleradores.pdf) (acessado em 25/10/2015)
- [3] SOUZA, C. T. Microestruturação de Membrans de Poli(Tereftalato de Etileno) por Microfeixe de Íons. Porto Alegre. 153 p. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil (2013).
- [4] Grime G. W, et al.Beam Optics of Quadrupole Probe-Forming Systems . Adam Hilger; Bristol, (1983).
- [5] Llabador, Y. et al. Applications of Nuclear Microprobes in the life Science-An Efficient Analytical Technique for Research in Biology and Medicine. World Scientific Publishing (1996).
- [6] Chu, W.K. Energy Loss of Charged Particles: Material Characterization Using Ions Beams. Pergamon Press: New York, (1985).
- [7] Wang, Y., et Al. Hanbook of Modern Ion Beam Analysis – ed. Materials Research Society : Warrendale, (2009).
- [8] Stori, E. M. Utilização da Técnica de Microscopia Iônica de Varredura por Transmissão para Estudos de Películas Poliméricas Microestruturadas por Feixe de Prótons. Porto Alegre,79 p. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, (2014).
- [9] Furuta, Y., et al. Applications of microstructures fabricated by proton beam writing to electric-micro filters. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 267(12-13), p. 2285–2288, (2009).
- [10] Chiam, S. Y., et al. Sidewall quality in proton beam writing. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 260, 260. p. 455–459, (2007).

- [11] <http://www.pbeamwriting.com/theory.php> (acessado 06/11/2015)
- [12] Steckenreiter, T., et al. Chemical modifications of PET induced by swift heavy ions. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 131, p. 159- 166, (1997).
- [13] [www.srim.org](http://www.srim.org) acessado em (21/10/2015)
- [14] NIEKRASZEWICZ, L.B , Microanálise com feixes de íons : caracterização de elementos leves em materiais via micro-NRA e micro-PIXE, Porto Alegre. 50 p. Tese (Doutorado em Ciências dos Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Brasil, (2014).
- [15] SOUZA, C. T. Formação de nanoporos em folhas de policarbonato pelo método de track etching. Porto Alegre. 82 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais). Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Brasil, (2009).
- [16] Johansson S.A.E., et al. Particle-Induced X-ray emission spectrometry (PIXE). John Wiley: New York, (1995).
- [17] Teixeira, F.S. Microscopia Eletrônica de Varredura, disponível em <http://www.pucrs.br/edipucrs/online/microscopia.pdf> . (acesso em 21/09/2015).
- [18] Malika, A.M. Microscopia Eletrônica de Varredura, disponível em [http://www.usp.br/nanobiodev/wp-content/uploads/MEV\\_Apostila.pdf](http://www.usp.br/nanobiodev/wp-content/uploads/MEV_Apostila.pdf) (acesso em 21/09/2015).
- [19] ImageJ. at <http://imagej.nih.gov/ij/> (acessado 06/10/2015).