



О П И С А Н И Е  
ИЗОБРЕТЕНИЯ  
К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 669253

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 13.01.78 (21) 2567799/25-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 25.06.79. Бюллетень № 23

Дата опубликования описания 28.06.79

(51) М. Кл<sup>2</sup>

G 01 N 1/28//  
H 01 J 37/26

(53) УДК 543.053  
(088.8)

(72) Авторы  
изобретения

В. А. Лабунов, Л. М. Лыньков, В. Ф. Томилин  
и А. М. Кравченко

(71) Заявитель

Минский радиотехнический институт

(54) СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ТОНКОПЛЕНОЧНЫХ  
ОБРАЗЦОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

1

Изобретение относится к технике пре-  
парирования образцов для исследования в  
просвечивающих электронных микроскопах  
и электронографах.

Известен способ, включающий осажде-  
ние пленки на диэлектрическую подложку  
и отделение пленки от подложки в ди-  
электрической ячейке с деионизированной  
водой при подаче импульса напряжения на  
электроды ячейки, одним из которых яв-  
ляется сама пленка [1].

Однако при таком способе возможно ка-  
чественное отделение лишь пленок, облада-  
ющих неплотной структурой, т.е. содержа-  
щих достаточное количество дефектов на-  
пример, типа пор, трещин.

Наиболее близок к предлагаемому изоб-  
ретению способ приготовления тонкопле-  
ночных образцов, включающий насыщение  
поверхности подложки ионами, осаждение  
пленки и последующее ее отделение [2].

Недостатком известного способа явля-  
ется то, что при отделении диэлектричес-  
кой пленки необходима дополнительная

2

операция нанесения подслоя металла и  
это травление после отделения препара-  
руемого образца, что ухудшает качест-  
во последнего. Искажается также струк-  
тура диэлектрической пленки вследствие  
того, что она осаждается не на подложку,  
а на подслой металла.

Цель изобретения - повышение качест-  
ва пленки и эффективности ее отделения.

10 Это достигается тем, что насыщение  
осуществляют галоген-ионами, а отделе-  
ние пленки проводят при нагревании до  
температуры образования галогенсодержа-  
щих летучих соединений.

15 Способ осуществляется следующим об-  
разом.

20 Очищенную и обезжиренную подложку,  
выполненную из ситалла, поликора или  
корунда, помещают в галогенсодержащую  
плазму тлеющего разряда, насыщают по-  
верхность подложки ионами галогенов,  
после чего осаждают тонкую диэлектри-  
ческую пленку исследуемого материала.

Подложку с пленкой диэлектрика нагревают до температуры образования галогенсодержащих летучих соединений на границе раздела подложка-пленка, что приводит к отслаиванию диэлектрической пленки; в виде образцов, пригодных для исследования их структуры методами электронной микроскопии.

**Пример.** Ситалловую подложку типа СТ50-1 помещают в вакуумную камеру модернизированной установки УВН-71Р-2 над генератором плазмы тлеющего разряда постоянного тока. Откачивают вакуумную камеру до давления  $1 \cdot 10^{-5}$  тор, напускают рабочий газ хлор до давления  $5 \cdot 10^{-6}$  тор, зажигают тлею-

щий разряд постоянного тока ( $U_p = 1100$  В,  $I_p = 100$  мА) и насыщают подложку ионами рабочего газа в течение 5 мин. После чего подложку переводят на позицию напыления, прекращают подачу рабочего газа, откачивают вакуумный объем до давления  $5 \cdot 10^{-6}$  тор и напыляют тонкую диэлектрическую пленку  $SiO_2$ . Затем включают нагреватель подложек, нагревают подложку с пленкой до  $55 \pm 5^\circ C$  (температуру контролируют с помощью термпарного датчика), при этом происходит отслаивание пленки.

Таким же образом осаждают некоторые другие диэлектрические пленки. Данные по температуре их отслаивания приведены в таблице.

Материал отслаиваемой пленки	Ионы рабочего газа	Температура отслаивания, $^\circ C$
$SO_2$	$Cl^-$	$55 \pm 5$
$Al_2O_3$	$Cl^-$	$185 \pm 5$
$Ta_2O_5$	$Cl^-, F^-$	$245 \pm 5, 235 \pm 10$
$Nb_2O_5$	$F^-$	$230 \pm 5$
$V_2O_5$	$Cl^-$	$160 \pm 10$

### Формула изобретения

Способ приготовления тонкопленочных образцов для электронной микроскопии, включающий насыщение поверхности подложки ионами, осаждения пленки и последующее ее отделение, отличающийся тем, что, с целью повышения качества и эффективности ее отделения, насыщение осуществляют галоген-ионами, а отделение пленки проводят при нагре-

ванию до температуры образования галогенсодержащих летучих соединений.

35

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Авторское свидетельство СССР № 407204, кл. Н 01 J 37/26, 1971.

40

2. Заявка № 2358691, кл. Н 01 J 37/26, 07.05.76, по которой принято решение о выдаче авторского свидетельства.

Составитель А. Хачатурян  
Редактор Л. Гребенникова Техред М. Петко Корректор С. Патрушева

Заказ 3651/35 Тираж 1089 Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4