



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е И З О Б Р Е Т Е Н И Я

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 524259

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 29.11.74 (21) 2079725/25

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

(43) Опубликовано 05.08.76. Бюллетень № 29

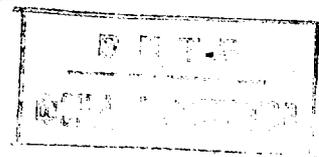
(45) Дата опубликования описания 23.11.76

(51) М. Кл.²
H 01 J 37/26

(53) УДК 621.385.833
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

А. П. Достанко, Н. А. Королев, В. В. Баранов,
В. В. Шаталов и М. И. Пикуль



(71) Заявитель

Минский радиотехнический институт

(54) СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

1

Изобретение относится к технике подготовки образцов к исследованию в просвечивающих электронных микроскопах электронагревах.

Известны способы приготовления объектов для электронной микроскопии, включающие отделение тонких слоев многослойного исходного объекта с использованием вспомогательной пленки, основанные на химическом травлении слоев изучаемого образца.

Эти способы имеют следующие недостатки: загрязнение объектов продуктами химического травления, растравливание объекта в химических реагентах и, следовательно, искажение изучаемого рельефа, большая продолжительность процесса препарирования.

Предложенный способ позволяет устранить указанные недостатки благодаря тому, что исходный объект со вспомогательной пленкой, изготовленной до толщины, равной четырем-шести толщинам отделяемого слоя, подвергают двум или более термическим ударам путем нагрева и охлаждения со скоростью не менее 80°С/мин в интервале температур 200-600°С, а затем для отделения

2

пленки от слоя последний переохлаждают относительно пленки путем нанесения на него жидкости с низкой температурой кипения, например спирта или эфира.

5 Сущность изобретения заключается в том, что изучаемый образец, например пластину кремния с относительно тонким слоем SiO₂ и нанесенной на слой SiO₂ вспомогательной пленкой из переходного металла или их сплавов, подвергают двум и более термическим ударам. В результате происходит отделение тонкого верхнего слоя, т.е. объекта, от подложки, например слоя SiO₂ от пластины кремния и отделение слоя от напыленной на него пленки.

10 20 Способ осуществляется следующим образом. При напылении пленки переходного металла на исходный объект в ней возникают внутренние напряжения, величина которых возрастает с толщиной пленки. Исходный объект при этом испытывает усилие растяжения или сжатия со стороны пленки в зависимости от знака сил внутренних напряжений в пленке, действующих главным образом тангенциально к поверхности. Усилия растя-

жения или сжатия увеличиваются при быстром нагреве и охлаждении исходного объекта с нанесенной пленкой ввиду различия их термических коэффициентов линейного расширения. Так как изучаемый образец жестко закреплен в подложкодержателе и исключается возможность его изгиба, ведущего к релаксации этих напряжений, то в направлениях, параллельных поверхности, появляются трещины и происходит скалывание отдельных слоев, поскольку кристаллохимическая связь на границе раздела слоев наименее прочна. Количество таких термических ударов и их сила определяются видом изучаемого образца. При этом сколы лишь обозначаются, а разделение отдельных слоев происходит при снятии образца с подложкодержателя, когда он под действием напряжений изгибается в ту или иную сторону. Скорейшему расслоению изучаемого объекта способствует нанесение на него быстроиспаряющегося в нормальных условиях спирта или эфира, вследствие чего происходит его переохлаждение по отношению к вспомогательной пленке.

Способ был реализован при следующих параметрах препарирования. Пластины Si толщиной 300 мкм, ориентированную в плоскости (111), со слоем SiO₂ толщиной 0,8 мкм жестко закрепляют в подложкодержателе так, чтобы периметр пластины был плотно прижат к поверхности подложкодержателя, и помещают в рабочую камеру на предметный столик. В вакууме не хуже 10 мм рт.ст. нагревают подложкодержатель с пластиной до 210–230 °С и напыляют вспомогательную пленку в течение 2 мин со скоростью около 300 Å/сек. Затем по трубопроводу в подложкодержатель подают холодную воду или жидкий азот и охлаждают исходную

пластину с пленкой до минимально возможной температуры со скоростью более 80 °С/мин, после чего подачу охлаждающего агента прекращают и нагревают подложкодержатель до температуры 210–230 °С не менее чем за 3–4 мин. Затем его вновь охлаждают до комнатной температуры, выпускают в камеру воздух или инертный газ и извлекают пластину из подложкодержателя. Легким усилием при помощи пинцета отделяют пленку с требуемым слоем по намечившимся по краям изогнутой пластины с пленкой расслоениям. Для отделения изучаемого слоя от пленки на слой наносят спирт или эфир и отделяют последний. Отделенный слой можно исследовать в электронном микроскопе.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ приготовления объектов для электронной микроскопии, включающий отделение тонких слоев многослойного исходного объекта с использованием вспомогательной пленки, наносимой на поверхность отделяемого слоя, отличающийся тем, что, с целью уменьшения степени загрязнения поверхности отделяемых слоев, сохранения рельефа их поверхности и ускорения процесса препарирования, исходный объект со вспомогательной пленкой, изготовленной до толщины, равной 4–6 толщинам отделяемого слоя, подвергают, по крайней мере, двум термическим ударам путем нагрева и охлаждения со скоростью не менее 80 °С/мин в интервале температуры 200–600 °С, а затем для отделения пленки от слоя последний переохлаждают относительно пленки путем нанесения на него жидкости с низкой температурой кипения, например спирта или эфира.

Составитель Н. Ефремова

Редактор Т. Орловская Техред О. Луговая

Корректор Н. Бугакова

Заказ 4975/420

Тираж 963

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР
по делам изобретений и открытий
Москва, 113035, Раушская наб., 4

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