



# О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 819851

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 02.04.79 (21) 2746092/18-25

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 07.04.81. Бюллетень № 13

Дата опубликования описания 17.04.81

(51) М. Кл.<sup>3</sup>

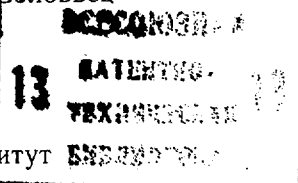
H 01 J 37/26

(53) УДК 620.180.  
.253(088.8)

(72) Авторы  
изобретения

Л. М. Лыньков, А. М. Кравченко, В. В.  
и Н. Н. Коваленко

СОЛОВЬЕВ



(71) Заявитель

Минский радиотехнический институт

## (54) СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ОКСИДНЫХ ПЛЕНОК ДЛЯ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Изобретение относится к препарированию объектов для электронной микроскопии.

Известен способ получения образцов для электронной микроскопии путем нанесения на пленку клеящих веществ (липкой ленты, коллодия, желатина) и отделения ее при помощи механического усилия с последующим растворением клеящего вещества в определенных растворителях [1].

Недостатком этого способа является то, что он неприменим для получения образцов тонких пленок, имеющих высокую адгезию к подложке.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому изобретению является способ, включающий нанесение на подложку металлического подслоя по форме отделяемых образцов, металлической пленки электролитическое анодирование металлической пленки и последующее отделение оксидной пленки путем растворения подслоя [2].

Недостатком этого способа является то, что он не применим при использовании труднорастворимых подложек (стекло, ситалл, керамика и т.д.) без ухудшения качества тонкой оксидной пленки или ее разрушения. Кроме того, в случае подтравливания остат-

ков металлической пленки, находящейся на диэлектрической подложке, на которой получена оксидная пленка, пленка отделяется медленно, кроме того, пленка отделяется в виде образцов очень малых размеров, трудно различимых невооруженным глазом, что затрудняет их использование для исследования структуры.

Цель изобретения — повышение процесса отделения и качества оксидной пленки.

Поставленная цель достигается тем, что в способе приготовления образцов оксидных пленок для электронной микроскопии, включающем нанесение на подложку металлического подслоя по форме отделяемых образцов, металлической пленки; электролитическое анодирование металлической и последующее отделение оксидной пленки путем растворения подслоя в качестве металлического подслоя осаждают пленку переходного металла, а процесс электролитического анодирования проводят в водных электролитах, растворяющих оксид металлического подслоя.

В качестве переходного металла может быть использована медь, при этом в качестве электролита берут 0,1—2%-ный водный

раствор лимонной кислоты. В качестве переходного металла может быть использован также ванадий, при этом в качестве электролита берут 0,1—5%-ный водный раствор перекиси водорода и сульфата натрия.

Описываемый способ реализуется следующим образом.

На очищенную и обезжиренную подложку, выполненную из сапфира, поликора или ситалла, осаждают дополнительную металлическую пленку переходного металла по форме и размерам требуемых образцов, затем осаждают пленку исследуемого металла и производят ее электрохимическое окисление в электролите, растворяющем оксид дополнительной металлической пленки. При достижении фронтом окисления поверхности дополнительной металлической пленки происходит электрохимическое анодирование и последующее растворение оксида дополнительного металлического слоя. В результате образования под исследуемым оксидом раствора оксида дополнительной металлической пленки в электролите происходит отделение исследуемого оксида под действием интенсивного газовыделения на границах их раздела.

Применение технологической операции осаждения дополнительного металлического слоя, имеющего требуемую форму и размеры (2—4 мм<sup>2</sup>), позволяет производить качественное отделение образцов оксидной пленки требуемых размеров.

**Пример 1.** На ситалловую подложку типа СТ50-1 осаждают дополнительную пленку меди толщиной 1000 Å по форме и размерам требуемых образцов, затем осаждают пленку тантала толщиной 500 Å при температуре подложки 200°C и производят ее электрохимическое окисление в 1%-ном водном растворе лимонной кислоты при помощи потенциостата П-5827. В процессе анодирования образуется оксидная пленка тантала Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. При достижении фронтом окисления поверхности дополнительной пленки происходит электрохимическое растворение образующих оксидов меди. Процесс отделения исследуемых образцов оксида Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> происходит в результате образования под ним раствора окислов меди в электролите под действием интенсивного газовыделения на границах их раздела.

Исследуемые образцы оксидной пленки Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> соответствуют требуемой форме и размерам (по площади 2—4 мм<sup>2</sup>) и сохраняют качество отделяемой пленки, что подтверждается при их исследовании на просвет в электронном микроскопе ЭММА-2.

**Пример 2.** На ситалловую подложку типа СТ50-1 осаждают дополнительную пленку ванадия толщиной 1000 Å по форме и раз-

мерам требуемых образцов, затем осаждают пленку ниобия толщиной 500 Å при температуре подложки 200°C и производят ее электрохимическое окисление в 0,1%-ном водном растворе H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> при помощи потенциостата П-5827. В процессе анодирования образуется оксидная пленка ниобия Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. При достижении фронтом окисления поверхности дополнительной пленки происходит электрохимическое растворение образующихся оксидов ванадия. Процесс отделения исследуемых образцов оксида Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> происходит в результате образования под ним раствора окислов ванадия в электролите под действием интенсивного газовыделения на границах их раздела. Исследуемые образцы оксидной пленки Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> соответствуют требуемой форме и размерам (по площади 2—4 мм<sup>2</sup>) и сохраняют качество отделяемой пленки, что подтверждается при исследовании на просвет в электронном микроскопе ЭММА-2.

Таким образом, применение предлагаемого изобретения позволяет существенно повысить эффективность и качество отделения оксидных пленок.

#### Формула изобретения

1. Способ приготовления образцов оксидных пленок для электронной микроскопии, включающий нанесение на подложку металлического подслоя по форме отделяемых образцов, металлической пленки, электролитическое анодирование металлической пленки и последующее отделение оксидной пленки путем растворения подслоя, отличающийся тем, что, с целью повышения эффективности процесса отделения и качества оксидной пленки, в качестве металлического подслоя осаждают пленку переходного металла, а процесс электролитического анодирования проводят в водных электролитах, растворяющих оксид металлического подслоя.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве переходного металла используют медь, а в качестве электролита — 0,1—2%-ный водный раствор лимонной кислоты.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве переходного металла используют ванадий, а в качестве электролита 0,1—5%-ный водный раствор перекиси водорода и сульфата натрия.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе

1. Пилякевич А. Н. Практика электронной микроскопии. М., Машгиз, 1961, с. 42—50.

2. Техника электронной микроскопии. Под ред. Д. Кэя. М., «Мир», 1965, с. 125 (прототип).