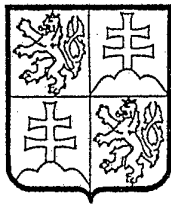


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

PATENTOVÝ SPIS 276 342

(11) Číslo dokumentu :

(21) Číslo přihlášky : 5722-85

(22) Přihlášeno : 06 08 85

(30) Prioritní data :

(13) Druh dokumentu : 86

(51) Int. Cl.⁵ :
G 01 N 23/02

(40) Zveřejněno : 19 02 92

(47) Uděleno : 20 03 92

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 13 05 92

(73) Majitel patentu : ÚSTAV EXPERIMENTÁLNEJ FYZIKY SAV, KOŠICE

(72) Původce vynálezu : CSACH KORNEL RNDr. CSc., MOLDAVA NAD BODVOU,
MIŠKUF JOZEF CSc.,
KAREL VOJTECH prof. ing. DrSc., KOŠICE

(54) Název vynálezu : Spôsob prvkovej mikroanalýzy vrstevnatých
štruktúr

(57) Anotace : Využitie zmien podmienok mikroanalýzy charakteristického röntgenového žiarenia v rastrovacom elektrónovom mikroskope pre získanie informácií o prvkovej distribúcii nehomogenných vrstevnatých štruktúr. To sa zisťuje v hĺbke 0,5 μm , pri uhle snímania do 30° pri náklone vzorky nad 45° a urýchľovacom napätí do dvojnásobku excitačnej energie prvku. Spôsob mikroanalýzy je možné použiť všade tam, kde je potrebné zistiť hĺbkovú distribúciu prvkov vrstevnatých štruktúr v intervale hĺbky 1 nm až 0,5 μm od povrchu.

Vynález sa týka spôsobu prvkovej mikroanalýzy vrstevnatých štruktúr.

Zo zmeny podmienok mikroanalýzy pomocou charakteristického röntgenového žiarenia na rastrovacom elektrónovom mikroskope sa získajú informácie o prvkovej distribúcii nehomogénnych vrstevnatých štruktúr.

Pre získanie informácií o hĺbkovej distribúcii prvkov v pevných látkach sa používajú predovšetkým chemické a fyzikálne postupy spočívajúce v analýze tenkých povrchových oblastí pri postupnom odstraňovaní povrchových vrstiev. Spoločným nedostatkom týchto metód je ich deštruktívny charakter spočívajúci v odstraňovaní analyzovanej oblasti. Použitie kolmých, resp. šikmých rezov vrstevnatého materiálu je viazané na použitie lokálnej mikroanalýzy o veľmi malom analyzovanom objeme.

Uvedené nevýhody sú odstránené použitím prvkovej mikroanalýzy vrstevnatých štruktúr pre získanie informácií o hĺbkovej distribúcii prvkov v nehomogénnych vrstevnatých štruktúrach podľa vynálezu.

Jeho podstatou je spôsob prvkovej mikroanalýzy vrstevnatých štruktúr pri ktorom sa zisťuje hĺbková distribúcia prvkov vrstevnatých štruktúr v hĺbke do $0,5 \mu\text{m}$ pri uhle snímania do 30° , pri náklone vzorky do 45° a urýchľovacej energii elektrónového zväzku do dvojnásobku excitačnej energie sledovaného prvku.

Využíva sa tak zmena geometrických podmienok a energie primárnych elektrónov pri mikroanalýze. Pri zmene urýchľovacieho napätia primárneho elektrónového lúča, uhla dopadu primárnych elektrónov a uhla snímania emitovaného röntgenového žiarenia sa zákonitým spôsobom mení intenzita snímaného charakteristického röntgenového žiarenia sledovaných prvkov. Z charakteru týchto zmien možno usudzovať na distribúciu sledovaných prvkov od povrchu pevných látok smerom dovnútra vzorky, predovšetkým v oblasti 1 nm až $0,5 \mu\text{m}$.

Príklad

Pomocou rastrovacieho elektrónového mikroskopu Tesla BS 300 a EDX analyzátoru EDAX 9100/60 bola meraná závislosť intenzity $P_{K\alpha}$ žiarenia emitovaného z povrchu vzorky ocele s iónovo implantovaným fosforom dávky 10^{17} iónov/cm² od urýchľovacieho napätia elektrónového zväzku v intervale 7 až 20 kV, pri prúde zväzku $6,5 \cdot 10^{-10}$ A. Pri konštantnom urýchľovacom napätí 12 kV bola meraná uhlová závislosť intenzity žiarenia. Zmena uhla snímania emitovaného žiarenia bola dosiahnutá rotovaním vzorky okolo zvislej osi. Uhol medzi rovinou vzorky a osou rotácie bol zhodný s elevačným uhlom detektora (v danom prípade 35°). Týmto spôsobom bol určený koncentračný gradient fosforu do hĺbky $0,3 \mu\text{m}$ od povrchu vzorky.

Uvedený spôsob analýzy podľa vynálezu možno využiť všade tam, kde je potrebné nedeštruktívnym spôsobom zistiť hĺbkovú distribúciu prvkov, ktoré sú detekovateľné využívanou metódou. Využíva sa najdená možnosť plynulej zmeny uhla snímania emitovaného röntgenového žiarenia aj keď detektor žiarenia je v elektrónovom mikroskope fixne zabudovaný.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

Spôsob prvkovej mikroanalýzy vrstevnatých štruktúr pre nedeštruktívne zistenie prvkovej distribúcie nehomogénnych vrstevnatých štruktúr zmenou geometrických podmienok a energie, vyznačujúci sa tým, že hĺbková distribúcia prvkov sa zisťuje v hĺbke do $0,5 \mu\text{m}$ pri uhle snímania do 30° , pri náklone vzorky do 45° a urýchľovacom napätí elektrónového zväzku do dvojnásobku excitačnej energie prvku.