



HU000230965B1

(19) **HU**(11) Lajstromszám: **230 965**(13) **B1****MAGYARORSZÁG**
Szellemi Tulajdon Nemzeti Hivatala

SZABADALMI LEÍRÁS

(21) A bejelentés ügyszáma: **P 15 00500**(51) Int. Cl.: **G01N 1/28**

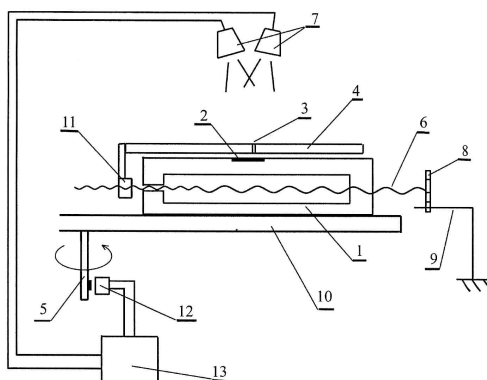
(2006.01)

(22) A bejelentés napja: **2015. 10. 22.**(40) A közzététel napja: **2017. 04. 28.**(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlöny és Védjegyértesítőben: **2019. 06. 28.**(72) Feltaláló(k):
Sáfrán György, Dunakeszi (HU)(73) Jogosult(ak):
**MTA Energiatudományi Kutatóközpont,
Budapest (HU)**(74) Képviselő:
Csalótzkyné Bolgár Andrea, Budapest(54) **Berendezés vékonyrétegek mikro-kombinatorikus növesztésére anyagtudományi célú transzmissziós
elektronmikroszkópos vizsgálatokhoz**

(57) Kivonat

Mikro-kombinatorikus berendezés vékonyrétegek növesztésére transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok céljára, amelynek teste (1), hordozója (2), réssel (3) ellátott fedőlapja (4), tengelye (5), menetes orsója (6) menesztő csillagja (8), csapja (9), alaplappja (10), transzfer eleme (11), érzékelő jeladója (12), vezérlője (13) és legalább egy rétegnövesztő forrása (7) van, oly módon, hogy a menetes orsó (6) egyik felén a testhez (1), a másik felén transzfer elemen (11) keresztül a réssel (3) ellátott fedőlaphoz (4) kapcsolódik, amely a forrás (7) és a hordozó (2) között helyezkedik el, amely úgy van kialakítva, hogy a forrás (7) árama csak a résen (3) keresztül érkezik a hordozóra (2).

1. ábra



Berendezés vékonyrétegek mikro-kombinatorikus növesztésére anyagtudományi célú transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatokhoz

A bejelentés tárgya berendezés vékonyrétegek mikro-kombinatorikus növesztésére anyagtudományi célú transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatokhoz, amellyel vékonyrétegek valamely előállítási paraméter-függő anyagszerkezeti, fizikai, kémiai tulajdonságait a hagyományos módszereknél hatékonyabban, és jobb felbontással lehet vizsgálni.

A bejelentésben leírt találmány alkalmazási területét azok a tudományos kutatási- és technológiafejlesztési tevékenységek jelentik, ahol vékonyrétegek összetétel - és egyéb paraméter - (maradék-gáz, adalékanyag mennyiség, növesztési sebesség, hőmérséklet, stb) függő tulajdonságait vizsgálják analitikai, elsősorban, transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) módszerekkel. A réteg hordozójának megválasztásával pásztázó elektronmikroszkópos, optikai mikroszkópos, Auger elektronspektroszkópos, stb. mérésekre is alkalmazható a berendezéssel készített minta.

A vékonyrétegek, nanoszerkezetek vizsgálata, működésük megértése, gyártástechnológiájuk fejlesztése létfontosságú a jelen és a jövő információs társadalma számára. Az ötvözetek, vegyületek fizikai, kémiai, szerkezeti tulajdonságait alapvetően befolyásolja az összetételük, a komponenseik aránya. A tömbanyagok kétkomponensű ötvözei, fázisai, egyensúlyi fázisdiagramjai már jól felderítettek, kidolgozottak, adattárakban (pl.: *Binary Alloy Phase Diagrams*) hozzáférhetők. A vékonyrétegekben lehetséges fázisok azonban jelentősen eltérhetnek a tömbanyagban ismertektől, az őket leíró koncentrációfüggő fázisdiagramok a legtöbb két- vagy többkomponensű rendszer esetében nem ismertek. A tulajdonságaik feltárására a hagyományos



SZTNH-100127026

eljárás, hogy fizikai/kémiai módszerekkel (vákuumpárologtatás, porlasztás, kémiai gőzfázisú lecsapátás, stb) nagyszámú két összetevős ("A"/ "B") mintát növesztenek - minden egyes CA/CB=1-A összetételre külön mintát, külön hordozóra -, majd ezeket egyenként vizsgálják pl. transzmissziós elektronmikroszkópos, illetve egyéb analitikai módszerekkel. Ez alacsony hatékonyságú, kutatóidőt, gépidőt, energiát pazarló eljárás.

Az eljárás egyszerűsítésére, hatékonyságának növelésére számos kombinatorikus megoldás ismeretes, elsősorban a vegyipari-, biológiai- és gyógyszerkutatásban. A kombinatorikus módszer lényege, hogy nagyszámú, egyedi kísérlet helyett egyetlen folyamatban állítanak elő különböző összetételű, vagy más paraméter (hőmérséklet, háttérnyomás, stb.) szerint változó tulajdonságú anyagokat, mintákat.

A kombinatorikus réteg-előállítást az anyagtudományban új anyagok kifejlesztéséhez, a tulajdonságaik feltérképezéséhez úttörő megoldásként alkalmazta szerzőtársaival Peter Schultz (*P.G. Schultz et al: Science, 1995, Vol. 268 no. 5218 pp. 1738-1740*). Vékonyréteg növesztési eljárással és kettős mechanikus maszk-mozgatással 200x200 mikrométeres különálló mintákat állított elő különböző összetételben, illetve az alkotóelemek különböző sorrendű felvitelével, 10000 minta /in² mintasűrűségben.

TEM vizsgálati célra K.E. Roskov (*K.E. Roskov: J. Comb. Chem., 2008, 10, pp. 966–973*) kombinatorikus úton készítette el a nagyszámú mintát - minden mintát külön TEM hordozóra (mikrostély) - úgy, hogy az összetétel mikrostélyről-mikrostélyra változik de adott mikrostélyon belül állandó.

A fenti mikrostélyokat külön-külön, egymás után kell a mikroszkóp vákuumterébe bezsilipelni, megvizsgálni, és kizsilipelni, ami alacsony hatékonyságú megoldás; csak a minták előállítása kombinatorikus, a vizsgálatuk nem.

Egy már mikro-kombinatorikusnak nevezhető publikált megoldás (*F. Misják et al: Thin Solid Films 516, 2008 pp. 3931–3934*) valójában nem berendezés, hanem kísérleti elrendezés, amelyben egyetlen TEM hordozóra, egy kísérletben többféle összetételű réteget növesztettek, majd vizsgáltak. Statikus elrendezésről volt szó, amely mozgó alkatrészt nem tartalmazott: A 3 mm átmérőjű mikrostély fölött takarólemezt rögzítettek, amelyen 1 mm átmérőjű furat (apertúra) volt. A két enyhén ferdeszögben álló porlasztóforrás az apertúrán keresztül látott rá a hordozóra, így azon két egymással részben átlapoló körben rakódott le a vékonyréteg. Az átlapolási tartományban kétkomponensű (Ag-Cu) réteg nőtt. Az összetétel-változás Ag-ra: 2-63 at%, Cu-ra: 37-98 at% volt, az ezen kívüli összetételek sajnos hiányoznak a mintából.

E megoldás másik változata szerint a TEM mikrostély közepére kb. 1 mm magas élére állított lemezkét rögzítenek, és a forrásokból ferdén érkező anyagáramból a lemezke közelében (félárnyékában) változó összetételű réteg nő a hordozóra.

Ennek a módszernek előnye, hogy mikro-kombinatorikus, vagyis egyetlen TEM hordozón többféle összetételű réteg is előállítható és vizsgálható.

Azonban hátránya, hogy a koncentráció változás tartománya nagyon rövid (100...150 μm), a meredek összetétel-változás miatt a fázisok térben egymásra torlódhatnak, nehezen, ill. egyáltalán nem elkülöníthetők, illetve vizsgálhatók. További hátrány, hogy a változás nem lineáris, illetve a koncentrációváltozás-menete esetleges, nehezen reprodukálható, továbbá az nem választható meg tudatosan.

További hátrány az is, hogy a minta nem tartalmazza a teljes 0-100% koncentráció tartományt. Bár ennek elvi akadálya nincs, a gyakorlatban nagyon nehéz a kísérleti elrendezés precíz beállítása úgy, hogy a teljes összetétel tartomány biztosan rákerüljön a TEM mikrostélyra, és ne maradjon le róla.

Az ismertetett hátrányok megnehezítik, gyakran lehetetlenné teszik elvárható

minőségű kétkomponensű mikro-kombinatorikus vékonyréteg minták előállítását, így a vizsgálatukat is.

A fentiek alapján, a találmány révén megoldandó feladat tehát az ismert megoldások hibáinak kiküszöbölése, olyan berendezéssel, amellyel a kombinatorikus minta-előállítás egyetlen TEM mikrostélyon belül (mikro-kombinatorikus) a teljes összetétel tartományban, elegendő hosszra kiterítve, alkalmas felbontásban és reprodukálhatóan legyen megvalósítható úgy, hogy a létrehozott kétkomponensű fázisok, anyagváltozatok, térben jól elkülönüljenek, és kényelmesen vizsgálhatók legyenek. További cél az időben változó paraméterek vékonyrétegek tulajdonságaira gyakorolt hatásának vizsgálata. Ennek megfelelően a kialakított berendezés legyen alkalmazható kétkomponensű vékonyrétegek, bevonatok mikro-kombinatorikus, összetételfüggő fázistérképezésére.

A találmány szerinti mikro-kombinatorikus berendezés azon a meglepő felismerésen alapul, hogy ha egy fedőlapot és abban levő keskeny rést mozgatunk a TEM hordozó (mikrostély) fölött, miközben az „A” és „B” forrás által kibocsátott anyagáramot a rés mozgásával szinkronban változtatjuk, akkor a vékonyréteg a fenti résen keresztül úgy rakódik le a hordozóra, ami a fedőlap alatt van rögzítve, hogy azon lineáris koncentráció változás alakítható ki kontrollált módon, abban az esetben ha az „A” forrást 100%-os teljesítménnyel indítjuk, és a teljesítményét a rés mozgatásával arányosan 0%-ra csökkentjük, miközben „B” forrás teljesítményét 0%-ról indítva az „A” forrás teljesítményével fordított arányban 100%-ra emeljük. Ezzel az új megoldással mind a minta előállítása, mind a vizsgálata

reprodukálhatóan, mikro-kombinatorikusan végezhető a teljes 0-100% összetétel tartományban. Előnyt jelent, hogy a korábbi megoldásokhoz képest akár nagyságrenddel (50-150 μ m-ről jellemzően akár 1500 μ m-re is) megnövelhető a koncentráció-átmenet hossza, amely tartomány célszerűen a TEM rostély közepére van igazítva. További előny, hogy a források anyagáramának változási sebességét megválaszthatjuk, ami meghatározza a koncentráció profilt, ill. annak gradiensét. Ez jelentősen javítja, a vizsgálati feltételeket illetve egyáltalán lehetővé teszi a mérést, azzal, hogy a berendezéssel a különböző fázisok térben jól szétválaszthatók. E tartomány előtt és után (a rostély szélein) pedig 100% „A”, illetve 100% „B” koncentrációjú anyagot növeszthetők, ezáltal előállítható a teljes 0-100 at% összetételű tartomány.

A találmány szerinti mikro-kombinatorikus berendezés előnyei összefoglalva a következők:

- A találmány szerinti mikro-kombinatorikus berendezéssel egyetlen TEM mikrostélyra egy kísérletben növeszthető változó összetételű kétkomponensű minta.
- - A találmány szerinti mikro-kombinatorikus berendezéssel előállított mintán egyszerűen és gyorsan elvégezhetővé válik a vizsgálat, mert a teljes 0-100% koncentráció tartomány kialakítható egyetlen TEM mikrostélyon, akár nagyságrenddel megnövelt hosszon kiterítve.
- - A tudatosan megválasztható és alkalmasan kicsire állítható koncentráció-gradiens eredményeként az egyes fázisok térben jól elkülönülve vizsgálhatók.
- - Tetszőleges koncentráció-függvény előállítható további egyéb tudományos vagy műszaki célra is.
- - Az időben változó paraméterek hatása is vizsgálhatóvá válik a mintában, mert a berendezés az időskálát helyskálába képezi le.
- - A berendezés működtetése a szokásos vákuum-berendezésekben

egyszerűen megoldható.

A találmány szerinti mikro-kombinatorikus berendezés példakénti kiviteli alakját, és előnyös tulajdonságait ábrákon keresztül ismertetjük, ahol:

1. ábrán a találmány szerinti berendezés vázlata,
2. ábrán a találmány vázlata egy másik nézetben látható

A rétegelőállításra használatos vákuumrendszerek szokásos eleme egy a vákuumtérben függőleges tengely körül forgatható alaplap, amire a források rálátnak és amire általában a hordozót rögzítik. A mikro-kombinatorikus berendezés meghajtását az biztosítja, hogy a berendezés a forgó alaplapra van rögzítve, úgy, hogy ennek mozgatása hajtja meg a mikro-kombinatorikus berendezést az alábbi módon:

A mikro-kombinatorikus berendezést célszerűen (5) függőleges tengely körül forgatható (10) alaplapra rögzítjük. A berendezésnek (4) fedőlapja van, amely alatt a (1) testre van rögzítve a (2) hordozó (pl. TEM rostély). A (4) fedőlap, ill. a rajta lévő (3) rés mozgatását (6) menetes orsó végzi a (11) transzfer elemen keresztül. A (6) menetes orsót a ráerősített (8) csillagkerék lépteti valahányszor a berendezés az (10) alaplap forgása közben elhalad egy a kamra állóréséhez rögzített (9) menesztő csap előtt. Egy előnyös kialakításban az (10) alaplap egy fordulatára a (3) rés elmozdulása $20\mu\text{m}$. A finom elmozdulást differenciál-menetes megoldással érjük el, úgy hogy a (6) menetes orsó (8) csillagkerék felőli- és az azzal ellentétes szakaszán levő menet különböző menetemelkedésű, ezért a (11) transzfer elem és vele a (4) fedőlap elmozdulását a két menetemelkedés különbsége határozza meg. Ez igen finom felbontású koncentráció profil kialakítását teszi lehetővé, úgy, hogy az összetétel változás tartománya pl. $1500\mu\text{m}$ (1.5mm) hosszú. A

lerakódó réteg összetételét a (3) rés elmozdulásával összhangban (szinkron) változtatjuk a (7) források anyagáramának változtatásával (Az egyik forrás sebességét növeljük, a másikat egyidejűleg csökkentjük). A szinkronjelet egy előnyös kialakításban az (10) alaplapp forgását figyelő (12) érzékelő jeladó adja. A (7) források sebességének vezérlése (13) tetszés szerint kézi, vagy számítógépes lehet.

A találmány szerinti berendezés előnye, hogy kétkomponensű vékonyréteg anyagrendszerek az összes lehetséges összetételben előállíthatók vele egyetlen TEM mintán belül. Ezzel mind a minta-előállítás, mind a mikroszkópos vizsgálat mikro-kombinatorikusan végezhető, ami fokozottan hatékony vizsgálatot tesz lehetővé. Az összetétel hely szerinti változását (gradiens) mi határozzuk meg. A berendezéssel nagyon finom felbontásban, akár fokozatmentes koncentráció-változás is megvalósítható, a korábbi megoldáshoz képest akár nagyságrenddel megnövelt hosszúságú átmeneti tartománnyal. Ez biztosítja, hogy a különböző fázisok a teljes 0-100% összetétel tartományban, térben jól elkülönülve, nagy koncentráció-profil pontossággal vizsgálhatók.

Szabadalmi igénypontok

1. Mikro-kombinatorikus berendezés vékonyrétegek növesztésére transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok céljára, amelynek teste (1), hordozója (2), réssel (3) ellátott fedőlapja (4), tengelye (5), menetes orsója (6) menesztő csillagja (8), csapja (9), alaplapja (10), transzfer eleme (11), érzékelő jeladója (12), vezérlője (13) és legalább egy rétegnövesztő forrása (7) van, *azzal jellemezve, hogy* a menetes orsó (6) egyik felén a testhez (1), a másik felén transzfer elemen (11) keresztül a réssel (3) ellátott fedőlaphoz (4) kapcsolódik, amely a forrás (7) és a hordozó (2) között helyezkedik el, amely úgy van kialakítva, hogy a forrás (7) árama csak a résen (3) keresztül érkezik a hordozóra (2).
2. Az 1. igénypont szerinti mikro-kombinatorikus berendezés, *azzal jellemezve, hogy* egy forrást (7) tartalmaz.
3. Az 1. igénypont szerinti mikro-kombinatorikus berendezés, *azzal jellemezve, hogy* legalább két forrást (7) tartalmaz, mely rétegnövesztő forrásokból (7) a hordozóra (2) irányuló gözsugarak árama eltérő.
4. Az 1. igénypont szerinti mikro-kombinatorikus berendezés, *azzal jellemezve, hogy* a hordozó (2) 1...20 mm kiterjedésű, vagy hordozóhártyával ellátott TEM mikrostély.
5. Az 1. igénypont szerinti mikro-kombinatorikus berendezés, *azzal jellemezve, hogy* a menetes orsó (6) a testhez (1), illetve a transzfer elemhez (11) kapcsolódó fele különböző menetemelkedésű szakaszból áll.
6. Az 1. igénypont szerinti mikro-kombinatorikus berendezés, *azzal jellemezve, hogy* a berendezés tengely (5) körül forgó vagy álló alaplapra (10) rögzül.

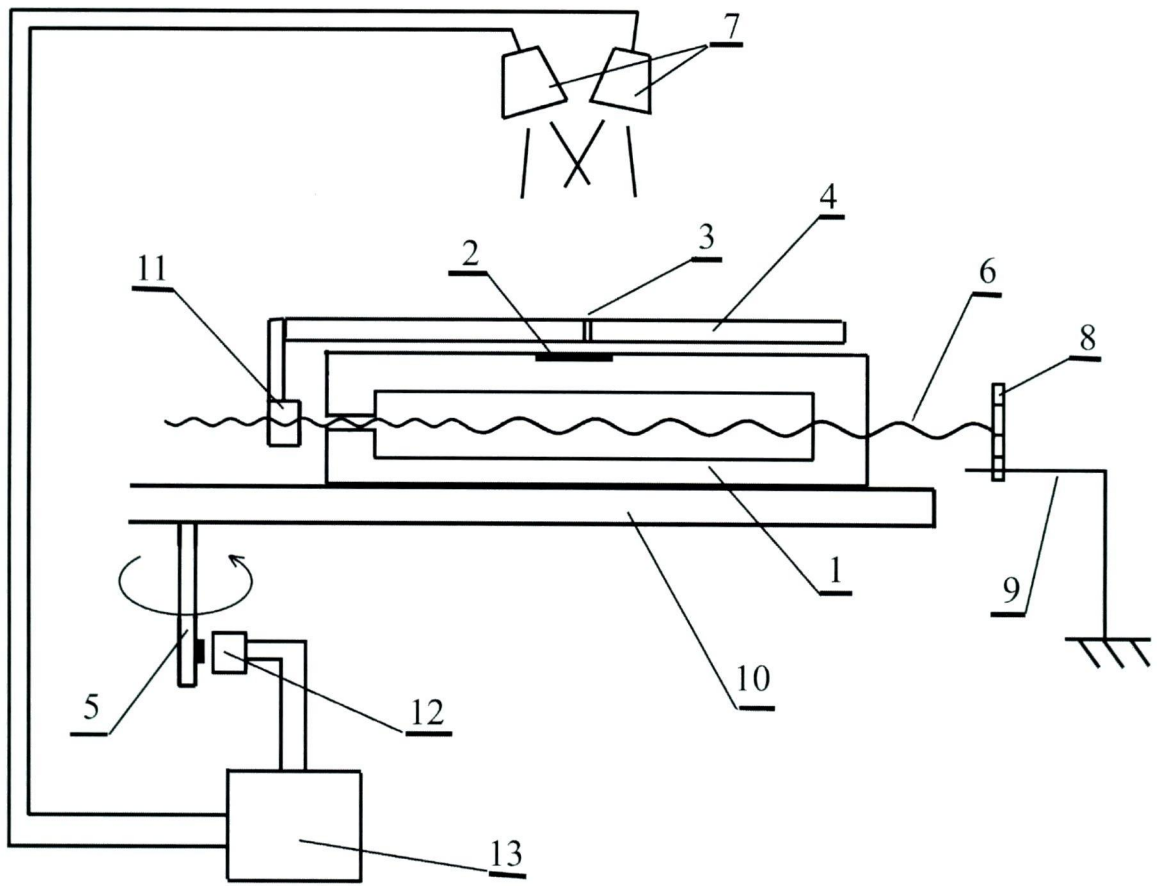


7. A 1. igénypont szerinti mikro-kombinatorikus berendezés, *azzal jellemezve, hogy* a menetes orsó (6) hajtott szerkezet.
8. A 1. igénypont szerinti mikro-kombinatorikus berendezés, *azzal jellemezve, hogy* az érzékelő jeladó (12) térbeli helyzetérzékelő.

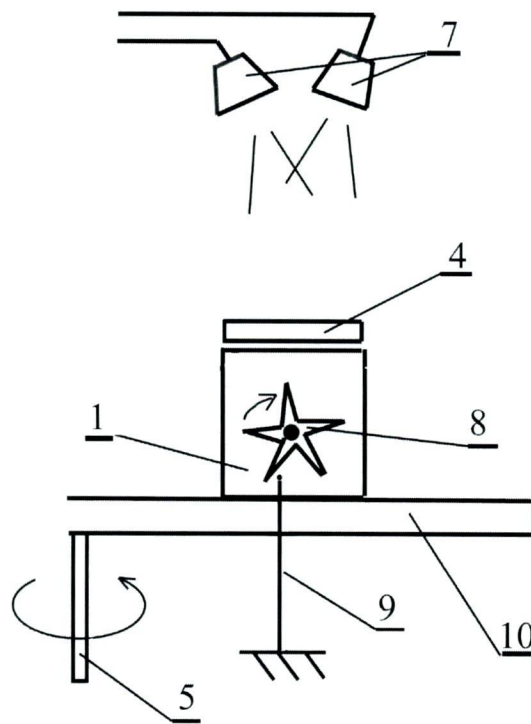
Hivatkozási jelek jegyzéke:

- | | |
|----|------------------|
| 1 | test |
| 2 | hordozó |
| 3 | rés |
| 4 | fedőlap |
| 5 | tengely |
| 6 | menetes orsó |
| 7 | forrás |
| 8 | menesztő csillag |
| 9 | csap |
| 10 | alaplapp |
| 11 | transzfer elem |
| 12 | érzékelő jeladó |
| 13 | vezérlő |





1. ábra



2. ábra

