

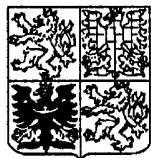
UŽITNÝ VZOR

(11) Číslo dokumentu:

6007

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **6407-97**

(22) Přihlášeno: **13. 03. 97**

(47) Zapsáno: **25. 04. 97**

(13) Druh dokumentu: **U1**

(51) Int. Cl.⁶:
H 01 J 37/28

(73) Majitel:

PRECIOSA A.S., Jablonec n. N., CZ;
AUTRATA Rudolf prof. Ing. DrSc., Brno, CZ;
JIRÁK Josef doc. ing., Brno, CZ;
ŠPINKA Jiří ing., Brno, CZ;

(72) Původce:

Autrata Rudolf prof. Ing. DrSc., Brno, CZ;
Jirák Josef doc. ing., Brno, CZ;
Špinka Jiří ing., Brno, CZ;
Blažek Karel ing., Turnov, CZ;

(74) Zástupce:

Janko Vladimír Ing., Opletalova 17,
Jablonec n.N., 46667;

(54) Název užitého vzoru:

**Detekční systém rastrovacího elektrono-
vého mikroskopu**

CZ 6007 U1

Detekční systém rastrovacího elektronového mikroskopu

Oblast techniky

Technické řešení se týká rastrovacího elektronového mikroskopu pro pozorování vzorků a procesů ve vlhkém nebo kapalném prostředí.

Dosavadní stav techniky

Rastrovací elektronový mikroskop s odděleným tubusem od vzorkové komory pomocí diferenciální komory umožňující pozorování vzorku pomocí elektronového svazku a detekce odražených nebo emitovaných signálních elektronů při tlaku vyšším než je vakuum v tubusu mikroskopu a než je tlak v diferenciální komoře je např. popsán v EP 022 356 a EP 330 310 a označován jako environmentální rastrovací elektronový mikroskop. Tímto mikroskopem lze dosáhnout vysokého rozlišení elektronových obrazů vlhkých, případně nevodivých vzorků, jako např. biologických a rostlinných tkání, potravin, plastů a keramik, které mohou být těžko zobrazeny v obvyklém vakuovém prostředí rastrovacího elektronového mikroskopu. Environmentálním rastrovacím elektronovým mikroskopem lze rovněž pozorovat dynamické děje, např. tok kapalin, chemické reakce, krystalizaci, rozpouštění a jiné procesy probíhající v relativně vysokých tlacích vodních par.

Oddělení tubusu mikroskopu od vzorkové komory, která obsahuje plyn s relativně vysokým tlakem, je popsáno v US patentu číslo 4 992 662 a 4 596 928. Oddělení vysokého vakua od velmi nízkého vakua a současná detekce signálních elektronů a iontů pomocí aperturní clony a k ní připojené elektrody v objektivové čočce umístěné v tubusu mikroskopu je popsáno v US patentu číslo 4 823 006. Použití plynného prostředí vzorkové komory jako media pro zesílení sekundárních elektronů emitovaných ze vzorku po dopadu svazku primárních elektronů na vzorek je popsáno v US patentu číslo 4 785 182. Dále v US patentu číslo 4 897 545 je popsáno uspořádání pro detekci signálních elektronů a iontů použitím několika kruhových elektrod s různým napětím. Jeho nevýhoda je v tom, že neřeší sběr nežádoucích signálů a případné potlačení šumu. Rovněž neřeší oddělení sekundárních elektronů od zpětně odražených elektronů, což způsobuje menší rozlišovací schopnost mikroskopu. Při umístění elektrody nad vzorkem podle US patentu číslo 4 880 976 je pro detekci sekundárních elektronů využívána emise iontů vzniklých srážkou sekundárních elektronů s molekulami plynů. Nevýhodou je, že nejsou separovány ionizované molekuly plynů generované odraženými elektrony, což má negativní vliv na rozlišovací schopnost mikroskopu. V US patentu číslo 5 362 964 je uvedena elektroda integrovaná s aperturní clonou umístěná nad kruhovou drátkovou elektrodou, pod níž je vzorek. Sekundární elektrony generované ze vzorku jsou detekovány kruhovou drátkovou elektrodou, zatímco nežádoucí sekundární elektrony generované po srážce zpětně odražených elektronů s molekulami plynů jsou detekovány elektrodou integrovanou s aperturní clonou. Výsledkem však není čistý obraz sekundárních elektronů, ale obraz tvořený větším podílem sekundárních elektronů a menším podílem zpětně odražených sekundárních elektronů, což působí pouze zvýšení topografického kontrastu.

Detektor zpětně odražených elektronů je dále řešen uspořádáním dle EP 022 356, kde předmětem nároků je aperturní clona tvořená scintilačním materiálem nebo polovodičovým detektorem, která odděluje vakuové a tlakové prostředí. Nevýhodou tohoto vynálezu je záznam pouze materiálového kontrastu, nikoliv topografického kontrastu. Rovněž je znám scintilační detektor rozdělený na dvě poloviny pro odečítání signálů, což umožňuje získat topografického kontrastu, ale snižuje signál zpětně odražených elektronů v důsledku jejich stínění materiálem clony. Nevýhodou polovodičových detektorů zpětně odražených elektronů je rovněž to, že trpí snadnou kontaminací jejich povrchu, která se zvyšuje zejména s tlakem a vlhkostí ve vzorkové komoře, čímž je negativně ovlivněna účinnost detektorů.

Podstata technického řešení

Výše uvedené nedostatky do značné míry odstraňuje detekční systém v rastrovacím elektronovém mikroskopu s odděleným tubusem od vzorkové komory pomocí diferenciální komůrky. Detekční systém sestává z monokrystalických scintilátorů tvořících aperturní clonu a rozdělených na dvě poloviny. Monokrystalické scintilátory na bázi podvojných ytritohlinitých oxidů nebo na bázi ytritých silikátů aktivovaných trojmocným cérem mají ve svém středu konický otvor, jehož menší základna tvoří aperturní clonu, jsou opatřeny na stykových plochách obou polovin reflexní kovovou vrstvou a jsou uspořádány souose nad sebou do dvou pater. Monokrystalický scintilátor druhého patra opatřený z odvrácené strany k dopadu svazku primárních elektronů prstencem reflexní vrstvy dielektrika a těžkého kovu je umístěn v diferenciální komoře mezi levým a pravým světlovodem druhého patra. Monokrystalický scintilátor druhého patra má větší základnu konického otvoru na straně k dopadu svazku primárních elektronů a na své spodní podstavě je opatřen kruhovou elektrodou. Monokrystalický scintilátor prvního patra s konickým otvorem majícím na vnitřní ploše reflexní vrstvu dielektrika a těžkého kovu, přičemž menší základna konického otvoru je na straně k dopadu svazku primárních elektronů, je umístěn mezi levým a pravým světlovodem ve vzorkové komoře nad pozorovaným vzorkem. Monokrystalický scintilátor prvního patra, který je opatřen ze strany uložení vzorku kruhovým elektrodovým systémem symetrickým kolem osy svazku primárních elektronů a sestávajícím nejméně ze dvou elektrod, odděluje od vnějšího dna diferenciální komory těsnění. Pod monokrystalickým scintilátorem prvního patra je umístěna jednopólová magnetická čočka.

Monokrystalický scintilátor prvního a druhého patra je s výhodou vytvořen z kruhové, čtvercové nebo obdélníkové desky symetricky rozdělené na dvě poloviny.

Pro správnou funkci detekčního systému je výhodné provedení, jestliže konický otvor v monokrystalickém scintilátoru prvního a druhého patra má úhel 40° - 70° .

Dokonalejší průnik světla přes rozhraní monokrystalický scintilátor - světlovod zajišťuje výhodné provedení, kdy obvodové pláště polovin monokrystalického scintilátoru prvního a druhého patra jsou opatřeny antireflexní dielektrickou vrstvou.

Každá polovina monokrystalického scintilátoru prvního nebo druhého Patra může být dále ze shodných nebo různých látek, což umožňuje materiálovou variabilitu a využití specifických vlastností jednotlivých materiálů.

Pro zabránění pronikání světla z jedné poloviny scintilátoru do jeho druhé poloviny je výhodné provedení, kdy stykové plochy polovin prvního a druhého patra mají pod reflexní kovovou vrstvou reflexní dielektrickou vrstvu.

Z hlediska správné funkce je také výhodné, jsou-li elektrody kruhového elektrodového systému monokrystalického scintilátoru prvního patra a kruhová elektroda umístěná na spodní podstavě monokrystalického scintilátoru druhého patra tvořeny vodivou oxidovou vrstvou.

Z hlediska optimální funkce je dále výhodné, má-li reflexní vrstva dielektrika a těžkého kovu tloušťku 100 - 1000 nm a vodivá oxidová vrstva kruhové elektrody a kruhového elektrodového systému tloušťku 0,5 - 10 nm.

Detekčním systémem podle tohoto technického řešení jsou dostatečně odlišeny nežádoucí signály, což má kladný vliv na zvýšení materiálového kontrastu a na potlačování šumu. Předností technického řešení je dále to, že ionizované molekuly plynů jsou separovány odraženými elektrony, čímž je podstatně zvýšena rozlišovací schopnost mikroskopu. Další výhodou provedení podle technického řešení je dosažený čistý obraz sekundárních elektronů projevující se dosažením vysokého podílu topografického kontrastu při zachování plného signálu zpětně odražených elektronů. Neméně důležitou předností technického řešení je i to, že kontaminace povrchu detekčního systému má velmi malý vliv na účinnost detektorů.

Přehled obrázků na výkrese

Technické řešení je blíže znázorněno pomocí výkresů, kde na obr. 1 je schematický náčrt detekčního systému, na obr. 2 je detail monokrystalického scintilátoru druhého patra a na obr. 3 je znázorněn průběh detekce.

Příklady provedení

Detekční systém podle obr. 1 sestává z monokrystalických scintilátorů druhého a prvního patra 4, 6 rozdělených na dvě poloviny. Monokrystalický scintilátor druhého a prvního patra 4, 6 je připojen k odpovídajícím světlovodům 16, 17, 17, 18, 19 pomocí optického lepidla 40. Monokrystalický scintilátor druhého patra 4 tvořící levý a pravý monokrystalický scintilátor druhého patra 20, 21 má ve svém středu průchozí konický otvor 42, jehož větší základna 43 je na straně k dopadu 44 svazku primárních elektronů 33. Monokrystalický scintilátor druhého patra 4 je umístěn mezi levým a pravým světlovodem 17, 16 v diferenciální komoře 2 a je opatřen na své spodní podstavě kruhovou elektrodou 5 a na protilehlé straně prstencem 35 reflexní vrstvy dielektrika a zlata o tloušťce 300 nm. Diferenciální komora 2 je oddělena od pólového nástavce 1 neznázorněné objektivové čočky tubusu mikroskopu aperturní clonou 15. Souose pod monokrystalickým scintilátorem druhé-

ho patra 4 je umístěn ve vzorkové komoře 11 mezi levým a pravým světlovodem prvního patra 19, 18 monokrystalický scintilátor prvního patra 6 rozdělený na dvě poloviny tvořící levý a pravý monokrystalický scintilátor prvního patra 23, 22. Ve středu monokrystalického scintilátoru prvního patra 6 je konický průchozí otvor 46 s aperturní clonou 9 tvořenou jeho menší základnou na straně k dopadu 44 svazku primárních elektronů 33. Konický otvor 46 má na vnitřní ploše systém reflexní vrstvy 34 dielektrika a zlata o tloušťce 300 nm. Monokrystalický scintilátor prvního patra 6, který odděluje od vnějšího dna 3 diferenciální komory 2 těsnění 45, je umístěn ve vzorkové komoře 11 a opatřen ze strany uložení vzorku 10 kruhovým elektrodovým systémem 7 symetrickým kolem osy 47 svazku primárních elektronů 33 a sestávajícím z elektrody 26, střední elektrody 27 a vnější elektrody 28. Pod monokrystalickým scintilátorem prvního patra 6 je umístěna jednopólová magnetická čočka 8. Vakuové čerpání diferenciální komory 2, pólového nastavce 1 a vzorkové komory 11 je zajištěno pomocí přírub 12, 13 a 14.

Obvodový plášť levého i pravého monokrystalického scintilátoru druhého patra 20, 21 je podle obr. 2 opatřen antireflexní dielektrickou vrstvou 39. Stykové plochy levého a pravého monokrystalického scintilátoru druhého patra 20, 21 vzájemně spojených lepidlem 38 jsou opatřeny reflexní dielektrickou vrstvou 36 a na ni přilehlou reflexní kovovou vrstvou 37.

Svazek primárních elektronů 33 podle obr. 3 prochází pólovým nastavcem 1, aperturní clonou 15 a diferenciální komorou 2 do vzorkové komory 11 se vzorkem 10 umístěným ve středové ose magnetického pole jednopólové magnetické čočky 8. Pólový nastavec 1, diferenciální komora 2 a vzorková komora 11 jsou diferenciálně čerpány tak, že např. v oblasti pólového nastavce 1 je tlak 10^{-3} Pa, v diferenciální komoře 2 je tlak 10 Pa a ve vzorkové komoře 11 je tlak 1 000 Pa. Interakcí svazku primárních elektronů 33 v místě dopadu 44 na vzorek 10 dochází ke generaci signálních elektronů tvořených sekundárními elektrony 29 a zpětně odraženými elektrony ve vysokém a nízkém úhlu snímání 24, 25. Světlovody 16, 17, 18, 19 odvádějí generované fotony k fotoelektrickému násobiči, kde jsou zpracovány na obrazovou informaci. Sekundární elektrony 29, které se v magnetickém poli jednopólové magnetické čočky 8 šíří spirálovitě kolem osy 47 svazku primárních elektronů 33, procházejí aperturní clonou 9 do diferenciální komory 2, v níž se odchyľují od své původní spirálové dráhy v důsledku snižujícího se magnetického pole jednopólové magnetické čočky 8. Elektrostatickým polem vznikajícím kladným potenciálem na kruhové elektrodě 5 jsou sekundární elektrony 29 urychlovány ke kruhové elektrodě 5 monokrystalického scintilátoru druhého patra 4, v němž jsou detekovány, přičemž výsledkem je topografický obraz. Sekundární elektrony 29 ionizují molekuly plynů a ionty 30 se pohybují rovněž spirálovitě do prostoru diferenciální komory 2.

Zpětně odražené elektrony, které mají svoji dráhu jen velmi málo ovlivňovanou magnetickým polem jednopólové čočky 8, procházejí elektrodovým systémem 7 a dopadají na monokrystalický scintilátor prvního patra 6 a jsou detekovány tak, že výsledkem je materiálový kontrast vzorku 10. Odečítáním signálu z levého a pravého monokrystalického scintilátoru prvního patra 23, 22 se dosahuje topografický kontrast vzorku 10. Zpětně odražené elek-

trony od vzorku 10 ve vysokém úhlu snímání 24 procházejí aperturní clonou 9 a kruhovou elektrodou 5 monokrystalického scintilátoru druhého patra 4, v němž jsou detekovány. Výsledkem této detekce je materiálový kontrast a v případě odečítání signálu z levého a pravého monokrystalického scintilátoru druhého patra 20, 21 je výsledkem topografický kontrast.

Přivedením kladného napětí na elektrodový systém 7 monokrystalického scintilátoru prvního patra 6 jsou ionty 30 generované srážkami sekundárních elektronů 29 a ionty 31 generované srážkami zpětně odražených elektronů v nízkém úhlu snímání 25 s molekulami plynů urychlovány k elektrodovému systému 7, čímž je zajištěna jejich detekce.

Výsledná obrazová informace je řízena polohou vzorku 10, magnetickým polem jednopólové magnetické čočky 8, sběrem sekundárních elektronů 29 kruhovou elektrodou 5, elektrodovým systémem 7, sběrem zpětně odražených elektronů monokrystalickým scintilátorem prvního a druhého patra 6, 4 a sběrem iontů elektrodovým systémem 7.

Průmyslová využitelnost

Technické řešení může být využito v průmyslových odvětvích, ve kterých je potřebné metodou elektronové mikroskopie pozorovat s velkým zvětšením povrchovou strukturu materiálu obsahujícího vodu nebo těžké kapaliny, případně pozorovat s velkým zvětšením a s velkým rozlišením povrchovou strukturu elektricky nevodivých materiálů. Využitelnost vynálezu je např. v elektrotechnologii, polovodičové technice, průmyslu keramiky, skla a textilních vláken, gumárenství, farmaceutickém a chemickém průmyslu, v oboru zpracování plastů, biologii a lékařství.

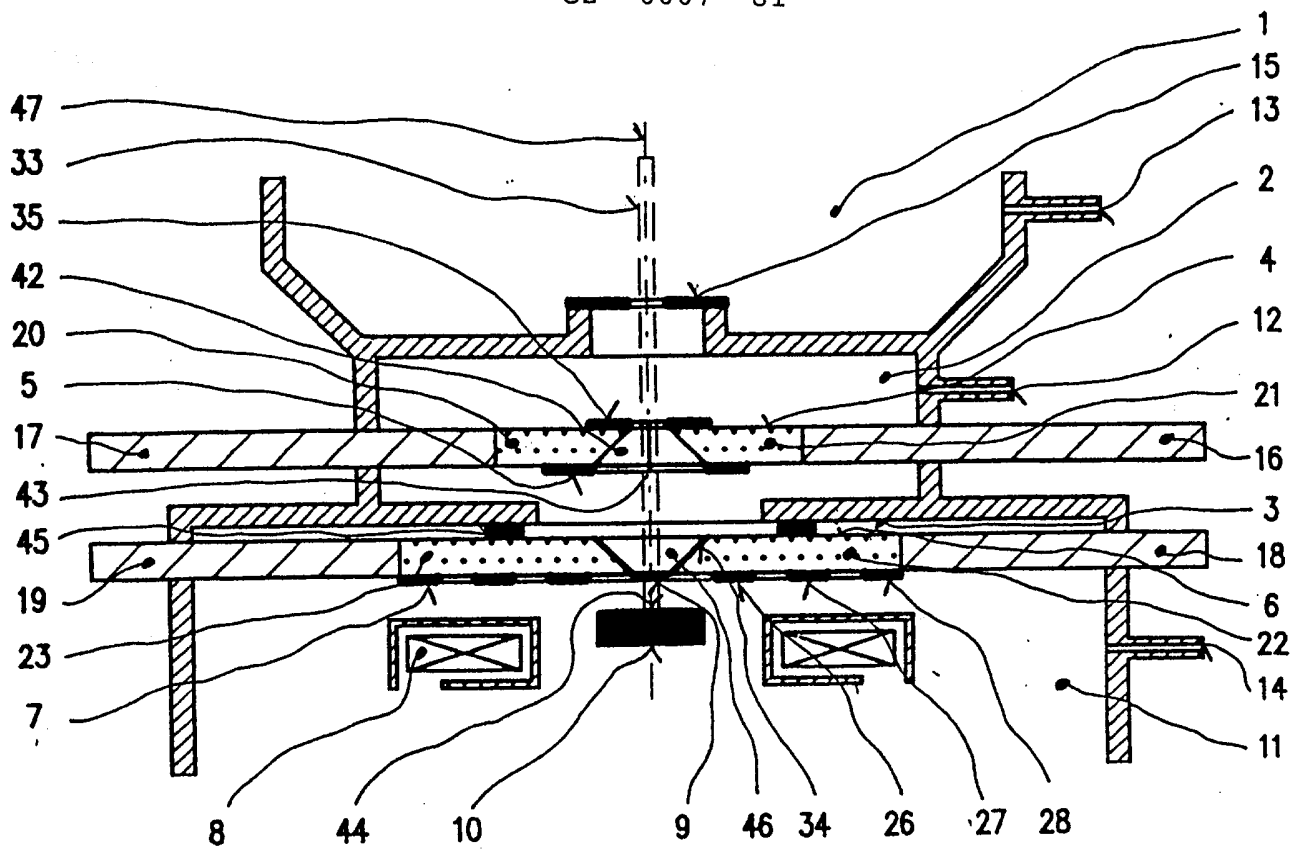
N Á R O K Y N A O C H R A N U

1. Detekční systém rastrovacího elektronového mikroskopu s odděleným tubusem od vzorkové komory pomocí diferenciální komory sestávající z monokrystalických scintilátorů s aperturními clonami rozdělených na dvě poloviny, v y z n a č u j í c í s e t í m, že monokrystalické scintilátory na bázi podvojných yttritohlinitých oxidů nebo na bázi yttritých silikátů aktivovaných trojmocným cérem mající ve svém středu konický průchozí otvor (42,46), jehož menší základna tvoří aperturní clonu (9), jsou opatřeny na stykových plochách obou polovin reflexní kovovou vrstvou (37) a jsou uspořádány souose nad sebou do dvou pater (4, 6), kde monokrystalický scintilátor druhého patra (4) opatřený z odvrácené strany dopadu (44) svazku primárních elektronů (33) prstencem (35) reflexní vrstvy dielektrika a těžkého kovu a mající větší základnu konického otvoru (42) na straně k dopadu (44) svazku primárních elektronů (33), je umístěn mezi levým a pravým světlovodem (17,16) v diferenciální komoře (2) a je opatřen na spodní podstavě kruhovou elektrodou (5) a monokrystalický scintilátor prvního patra (6) s konickým otvorem (46) majícím na vnitřní ploše reflexní vrstvu (34) dielektrika a těžkého kovu, přičemž menší základna konického otvoru (46) je na straně k dopadu svazku primárních elektronů (33), je umístěn mezi levým a pra-

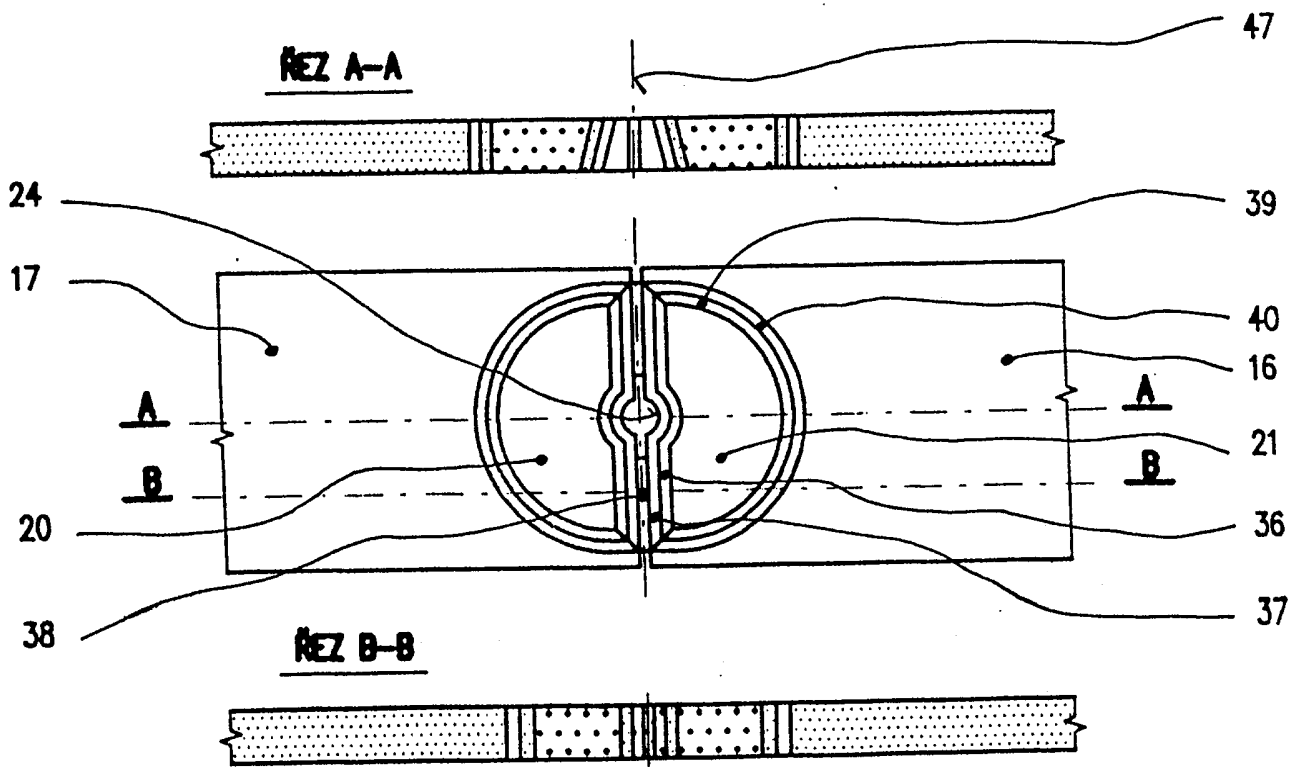
vým světlovodem (19, 18) ve vzorkové komoře (11) nad vzorkem (10), přičemž od vnějšího dna (3) diferenciální komory (2) jej odděluje těsnění (36) a ze strany uložení vzorku (10) je opatřen kruhovým elektrodovým systémem (7) nejméně ze dvou elektrod symetrickým kolem osy (47) svazku primárních elektronů (33), přičemž pod monokrystalickým scintilátorem prvního patra (6) je umístěna jednopólová magnetická čočka (8).

2. Detekční systém podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že monokrystalický scintilátor prvního patra (6) a druhého patra (4) je vytvořen z kruhové, čtvercové nebo obdélníkové desky symetricky rozdělené na dvě navzájem spojené poloviny.
3. Detekční systém podle nároku 1 a 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že konický průchozí otvor (42,46) má úhel 40° – 70° .
4. Detekční systém podle nároku 1 a 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obvodové pláště polovin monokrystalického scintilátoru prvního patra (6) a monokrystalického scintilátoru druhého patra (4) jsou opatřeny antireflexní dielektrickou vrstvou (39).
5. Detekční systém podle nároku 1 a 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že každá polovina monokrystalického scintilátoru prvního nebo druhého patra (6, 4) je ze shodných nebo různých látek.
6. Detekční systém podle nároku 1, 2 a 4, v y z n a č u j í c í s e t í m, že levý monokrystalický scintilátor prvního patra (23) a pravý monokrystalický scintilátor prvního patra (22) a/nebo levý monokrystalický scintilátor druhého patra (20) a pravý monokrystalický scintilátor druhého patra (21) mají na stykových plochách pod reflexní kovovou vrstvou (37) reflexní dielektrickou vrstvu (36).
7. Detekční systém podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že kruhová elektroda (5) je tvořena vodivou oxidovou vrstvou.
8. Detekční systém podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že elektrody kruhového elektrodového systému (7) jsou tvořeny vodivou oxidovou vrstvou.
9. Detekční systém podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že reflexní vrstva (34) dielektrika a těžkého kovu má tloušťku 100 - 1000 nm.
10. Detekční systém podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že prstenec (35) reflexní vrstvy (34) dielektrika a těžkého kovu má tloušťku 100 - 1000 nm.
11. Detekční systém podle nároku 7 a 8, v y z n a č u j í c í s e t í m, že vodivá oxidová vrstva kruhové elektrody (5) a kruhového elektrodového systému (7) má tloušťku 0,5 - 10 nm.

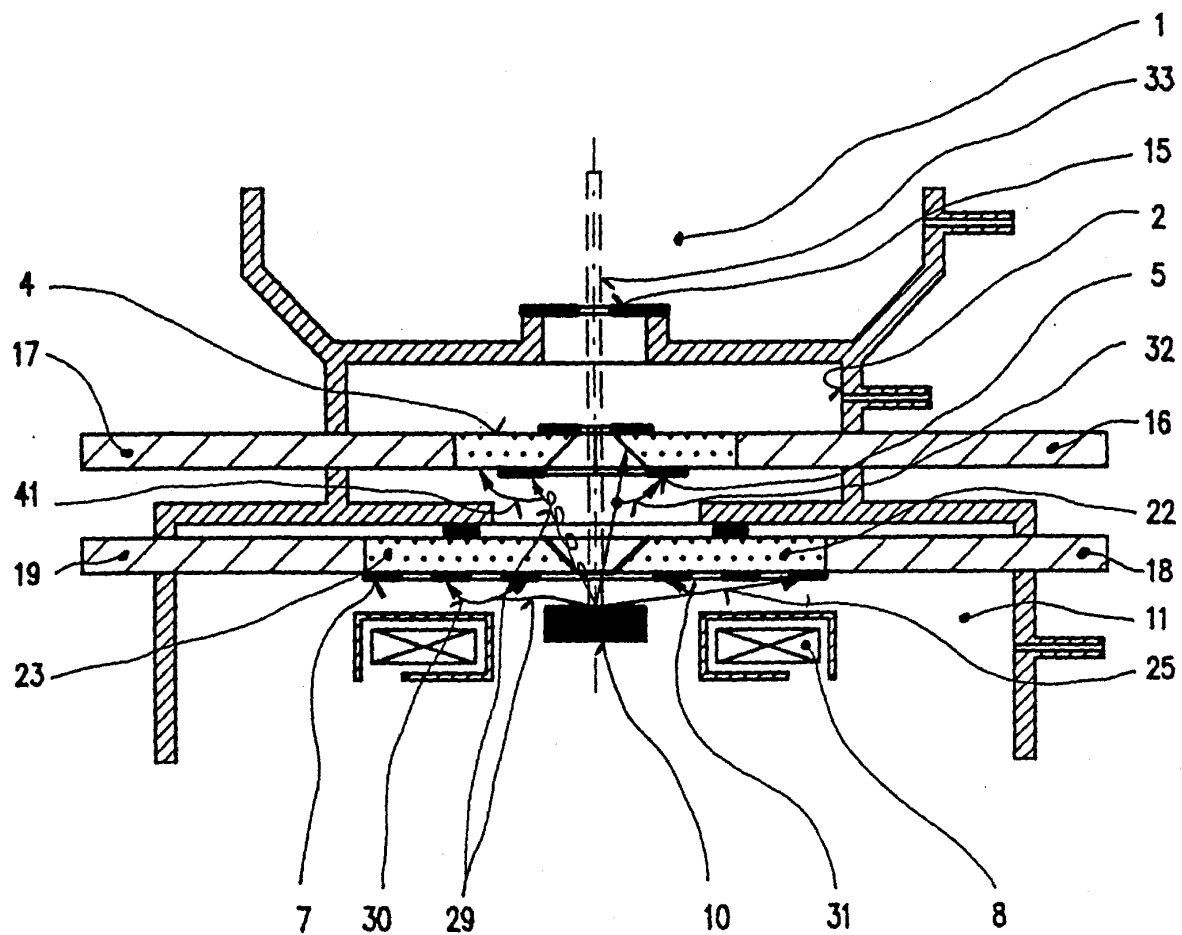
2 výkresy



Obr.1



Obr.2



Obr.3

Konec dokumentu