

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

Zveřejněná podle §31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2022-203

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.:

G01N 23/2055 (2018.01)

G01N 23/20016 (2018.01)

H01J 37/295 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **16.05.2022**

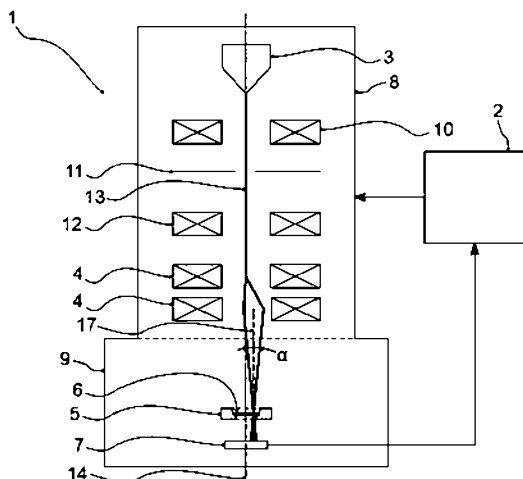
(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **08.11.2023**
(Věstník č. 45/2023)

(71) Přihlašovatel:
TESCAN GROUP, a.s., Brno, Kohoutovice, CZ

(72) Původce:
Ing. Petr Mareš, Rosice, CZ

(54) Název přihlášky vynálezu:
Způsob vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce

(57) Anotace:
Předmětem vynálezu je způsob vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce nevyužívající zarovnání zaznamenaných difrakčních obrazců pomocí soustředovacího zařízení, ovlivňujícího směr hybnosti prošlých elektronů takovým způsobem, že by docházelo k vytváření difrakčních obrazců na záznamovém zařízení (7) soustředně s osou (17) rotačního kuželu (15). Předmět vynálezu spočívá v zarovnání a sloučení zaznamenaných difrakčních obrazců a tím vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce pomocí kontrolního zařízení (2).



Způsob vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce v zařízení neobsahujícím aktivní prvek ovlivňující směr šíření elektronů prošlých vzorkem.

10

Dosavadní stav techniky

Znalost přesné atomární struktury krystalických látek patří k základním podmínkám detailního výzkumu jejich vlastností i praktického využití. Řada látek ovšem tvoří pouze mikroskopické krystaly s rozměry často jen ve stovkách nanometrů. Jedním ze způsobů zkoumání atomárních struktur krystalických látek je metoda precesní elektronové difrakce. Precesní elektronová difrakce je metoda sběru difrakčních obrazců využívaná především v transmisních elektronových mikroskopech. Tato metoda využívá takzvaného precesního pohybu svazku primárních elektronů, který je definován jako pohyb, během kterého svazek primárních elektronů opisuje rotační kužel. Osa rotačního kuželu je rovnoběžná s optickou osou elektronového mikroskopu a často je s ní i shodná. Úhel otočení svazku primárních elektronů okolo základny rotačního kuželu vůči ose rotačního kuželu se nazývá precesní úhel β . Vrchol rotačního kuželu se nachází na povrchu vzorku. Vrcholový úhel α rotačního kuželu je obvykle 13° , maximálně však 20° . Precesní pohyb svazku primárních elektronů je realizován pomocí precesních cívek. Takto pohybující se svazek primárních elektronů projde skrz tenký vzorek a prošlé elektrony jsou pomocí soustředovacího prvku, kterým jsou obvykle deprecesní cívky vráceny zpět na osu rotačního kuželu a dopadají na zařízení pro získání precesních elektronových difrakčních obrazců, kterým je obvykle CCD kamera. Pojem deprecesní cívky označuje cívky, jež plní opačnou funkci než precesní cívky, tedy vrací elektrony prošlé vzorkem na osu rotačního kuželu. Funkce precesních a deprecesních cívek může být nahrazena rastrovacími a derastrovacími cívkami umístěnými před a za vzorkem ve směru pohybu svazku primárních elektronů, pokud je zařízení obsahuje. Pojem derastrovací cívky označuje cívky, jež plní opačnou funkci než rastrovací cívky, tedy vrací elektrony prošlé vzorkem na optickou osu elektronového mikroskopu. Nevýhodou takového řešení je nutnost použití soustředovacího prvku a tím je znemožněno užití takovéto metody na zařízení, které jej neobsahuje, což je typicky rastrovací elektronový mikroskop.

Jedním z řešení výše uvedeného problému je mikroskop popsáný v dokumentu US2021/010956A1. Tento mikroskop obsahuje zařízení pro získání difrakčních obrazců umístěné na opačné straně vzorku, než na kterou dopadá svazek primárních elektronů. Svazek primárních elektronů vykonává precesní pohyb. Svazek primárních elektronů prochází vzorkem a z primárních elektronů ovlivněných difrakcí během průchodu vzorkem se stávají prošlé elektrony, které dopadem na zařízení pro získání difrakčních obrazců vytváří na tomto zařízení difrakční obrazec. Prošlé elektrony, resp. jejich směr hybnosti přitom není před dopadem na zařízení pro získání difrakčních obrazců aktivně ovlivňován, jelikož mikroskop neobsahuje soustředovací zařízení. Jelikož mikroskop nemusí obsahovat soustředovací zařízení je možné, aby jím byl standardní rastrovací elektronový mikroskop, který obvykle soustředovací zařízení v podobě například deprecesních cívek neobsahuje. Důsledkem neovlivňování směru hybnosti prošlých elektronů však je, že prošlé elektrony nedopadají s určitým vzorem (difrakční obrazec) daným vlastnostmi vzorku na střed zařízení pro získání difrakčních obrazců, ale místo jejich dopadu na zařízení pro získání difrakčních obrazců je závislé na vzdálenosti zařízení pro získání difrakčních obrazců od vzorku, aktuálním precesním úhlu a na vrcholovém úhlu rotačního kuželu, který svazek primárních elektronů opisuje. Ze získaných difrakčních obrazců tak není možné vytvořit precesní elektronový difrakční obrazec.

Bylo by tedy vhodné přijít s řešením, které by umožňovalo využití metody precesní elektronové difrakce i na zařízeních neobsahujících soustředovací zařízení, tedy vůbec neobsahující například deprecesní cívky nebo derastrovací cívky umístěné za vzorkem ve směru šíření svazku primárních elektronů nebo obsahující tyto prvky, ale neaktivní, tedy v danou chvíli neovlivňující směr hybnosti prošlých elektronů takovým způsobem, že by docházelo k vytváření difrakčních obrazců na zařízení pro získání difrakčních obrazců soustředně s osou rotačního kuželu.

Podstata vynálezu

Výše uvedeného cíle je dosaženo prostřednictvím prvního způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce pomocí elektronového mikroskopu obsahujícího zdroj primárních elektronů, držák vzorku a vzorek umístěný v držáku vzorku, vychylovací zařízení umístěné mezi zdrojem primárních elektronů a držákem vzorku, záznamové zařízení uzpůsobené pro získávání difrakčních obrazců umístěné za vzorkem ve směru šíření svazku primárních elektronů, a pomocí kontrolního zařízení spojeného s elektronovým mikroskopem uzpůsobeného pro ovládání elektronového mikroskopu a pro získávání difrakčních obrazců ze záznamového zařízení, přičemž svazek primárních elektronů, jež jsou emitovány zdrojem primárních elektronů, je vychylovacím zařízením vychylován tak, aby vykonával precesní pohyb na alespoň jednom bodu vzorku s vrcholovým úhlem α rotačního kuželu, který svazek primárních elektronů opisuje, přičemž osa rotačního kuželu je rovnoběžná s optickou osou elektronového mikroskopu. Průchodem svazku primárních elektronů přes vzorek se z primárních elektronů stanou prošlé elektrony, které vytvářejí na záznamovém zařízení difrakční obrazce, které jsou záznamovým zařízením zasílány do kontrolního zařízení, jehož podstata spočívá v tom, že difrakční obrazce daného bodu vzorku získané z alespoň dvou odlišných precesních úhlů β_y , kde y označuje index difrakčního obrazce, jsou kontrolním zařízením zarovnány a následně sloučeny do jednoho precesního elektronového difrakčního obrazce daného bodu vzorku. Způsob vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce naplňuje výše uvedený cíl tak, že dochází ke zpracování zaznamenaných difrakčních obrazců takovým způsobem, že je nahrazena funkce soustředovacího zařízení. Nahrazení funkce soustředovacího zařízení je způsobeno tím, že pomocí kontrolního zařízení dochází k zarovnání jednotlivých difrakčních obrazců, takže se jeví jako zarovnané na osu rotačního kužele, který opisuje svazek primárních elektronů.

Výše uvedeného cíle je také dosaženo prostřednictvím druhého způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce pomocí elektronového mikroskopu obsahujícího zdroj primárních elektronů, držák vzorku a vzorek umístěný v držáku vzorku, vychylovací zařízení umístěné mezi zdrojem primárních elektronů a držákem vzorku, záznamové zařízení uzpůsobené pro získávání difrakčních obrazců umístěné za vzorkem ve směru šíření svazku primárních elektronů, a pomocí kontrolního zařízení spojeného s elektronovým mikroskopem uzpůsobeného pro ovládání elektronového mikroskopu a pro získávání difrakčních obrazců ze záznamového zařízení, přičemž elektronový mikroskop neobsahuje aktivní soustředovací zařízení umístěné mezi vzorkem a záznamovým zařízením a uzpůsobené pro ovlivnění směru hybnosti prošlých elektronů, přičemž svazek primárních elektronů, jež jsou emitovány zdrojem primárních elektronů, je vychylovacím zařízením vychylován tak, aby vykonával precesní pohyb na alespoň jednom bodu vzorku s vrcholovým úhlem α rotačního kuželu, který svazek primárních elektronů opisuje, přičemž osa rotačního kuželu je rovnoběžná s optickou osou elektronového mikroskopu. Průchodem svazku primárních elektronů přes vzorek se z primárních elektronů stanou prošlé elektrony, které vytvářejí na záznamovém zařízení difrakční obrazce, které jsou záznamovým zařízením zasílány do kontrolního zařízení, jehož podstata spočívá v tom, že difrakční obrazce daného bodu vzorku získané z alespoň dvou intervalů precesních úhlů β_y až $(\beta_y + x)$, kde x nabývá hodnot z intervalu $(0^\circ \text{ až } 360^\circ)$ a y označuje index difrakčního obrazce, s odlišným počátečním precesním úhlem β_y , jsou kontrolním zařízením zarovnány a následně sloučeny do jednoho precesního elektronového difrakčního obrazce daného bodu vzorku. Způsob vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce naplňuje výše uvedený cíl tak, že dochází ke zpracování zaznamenaných difrakčních obrazců takovým způsobem, že je nahrazena funkce

soustředovacího zařízení. Nahrazení funkce soustředovacího zařízení je způsobeno tím, že pomocí kontrolního zařízení dochází k zarovnání jednotlivých difrakčních obrazců tak, že se jeví jako zarovnané na osu rotačního kužele, který opisuje svazek primárních elektronů. Zároveň zaznamenávání intervalů precesních úhlů β_y až $(\beta_y + x)$, kde x je větší než 0° a zároveň menší než 360° , umožňuje získávat difrakční obrazce spojitě mezi danými precesními úhly β_y až $(\beta_y + x)$, nedojde tedy k vynechání některých úhlů, tak jako k tomu dochází při diskrétním zaznamenávání v daných úhlech β_y , a tedy i ke ztrátě žádaných informací.

V první variantě způsobu zarovnání difrakčních obrazců podle prvního způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce je míra posunutí difrakčních obrazců pro jejich zarovnání vypočtena pomocí goniometrické funkce, jejímiž parametry jsou vzdálenost záznamového zařízení od daného bodu vzorku a vrcholový úhel α rotačního kuželu, který svazek primárních elektronů opisuje, a směr posunutí β_y' difrakčních obrazců je vypočten jako precesní úhel $\beta_y - 180^\circ$. Tato varianta zarovnání je výhodná z důvodu výpočetní jednoduchosti, jelikož všechny vstupní parametry jsou známy, protože se jedná o vstupní parametry pro ovládání elektronového mikroskopu.

Ve druhé variantě způsobu zarovnání difrakčních obrazců podle druhého způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce je míra posunutí difrakčních obrazců pro jejich zarovnání vypočtena pomocí goniometrické funkce, jejímiž parametry jsou vzdálenost záznamového zařízení od daného bodu vzorku a vrcholový úhel α rotačního kuželu, který svazek primárních elektronů opisuje, a směr posunutí β_y' difrakčních obrazců je vypočten jako precesní úhel $\beta_y + (x / 2) - 180^\circ$. Tato varianta zarovnání je výhodná z důvodu výpočetní jednoduchosti, jelikož všechny vstupní parametry jsou známy, protože se jedná o vstupní parametry pro ovládání elektronového mikroskopu.

Ve třetí variantě způsobu zarovnání difrakčních obrazců podle kteréhokoliv způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce je zarovnání difrakčních obrazců provedeno podle bodu pozičně sesouhlasitelného (tj. bodu, který pozičně souhlasí) v alespoň dvou difrakčních obrazcích. Tato varianta zarovnání difrakčních obrazců je výhodná z důvodu eliminace možných nepřesností vzniklých mezi nastavenými a reálnými hodnotami vzdálenosti záznamového zařízení od daného bodu vzorku, velikosti vrcholového úhlu α rotačního kuželu, který primární elektronový svazek opisuje a velikosti precesního úhlu β_y nebo intervalu precesních úhlů β_y až $(\beta_y + x)$.

Objasnění výkresů

Podstata vynálezu je dále objasněna na příkladech jeho uskutečnění, které jsou popsány s využitím připojených výkresů, kde na:

obr. 1 je schematicky znázorněn elektronový mikroskop a kontrolní zařízení;

obr. 2 je schematicky znázorněn pohled na vzorek se zaznačenou základnou rotačního kuželu, který svazek primárních elektronů opisuje;

obr. 3 až 7 znázorňují difrakční obrazce zaznamenané v precesních úhlech β_y ;

obr. 7 až 12 znázorňují zarovnané difrakční obrazce zaznamenané v precesních úhlech β_y ;

obr. 13 znázorňuje precesní elektronový difrakční obrazec vytvořený sloučením zarovnaných difrakčních obrazců zaznamenaných v precesních úhlech β_y ;

obr. 14 až 18 znázorňují difrakční obrazy zaznamenané v intervalech precesních úhlů β_y až $(\beta_y + 72^\circ)$;

obr. 19 až 23 znázorňují zarovnané difrakční obrazce zaznamenané v intervalech precesních úhlů β_y až $(\beta_y + 72^\circ)$;

- 5 obr. 24 znázorňuje precesní elektronový difrakční obrazec vytvořený sloučením zarovnaných difrakčních obrazců zaznamenaných v intervalech precesních úhlů β_y až $(\beta_y + 72^\circ)$.

Příklady uskutečnění vynálezu

10

Uvedená uskutečnění znázorňují příkladné varianty provedení vynálezu, která však nemají z hlediska rozsahu ochrany žádný omezující vliv. Jednotlivá příkladná provedení se mohou vhodně vzájemně kombinovat, pokud to jejich podstata nevyklučuje.

- 15 Příkladem provedení vynálezu je způsob vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce pomocí elektronového mikroskopu 1 a kontrolního zařízení 2 viditelných na obr. 1. Elektronový mikroskop 1 obsahuje zdroj 3 primárních elektronů, držák 5 vzorku 6 a vzorek 6 umístěný v držáku 5 vzorku 6, vychylovací zařízení 4 a záznamové zařízení 7. Podél optické osy 14 elektronového mikroskopu 1 jsou ve směru šíření svazku 13 primárních elektronů jednotlivé
20 zmíněné prvky uspořádány tak, že za zdrojem 3 primárních elektronů je umístěno vychylovací zařízení 4, za kterým je držák 5 vzorku 6 se vzorkem 6 a za kterým je záznamové zařízení 7.

- Vychylovacím zařízením 4 je jakékoliv zařízení schopné provádět alespoň precesní pohyb svazku 13 primárních elektronů viz obr. 2. Svazek 13 primárních elektronů se při provádění
25 precesního pohybu otáčí okolo daného bodu 16 vzorku 6. Osa 17 rotačního kuželu 15 je rovnoběžná s optickou osou 14 elektronového mikroskopu 1. V prvním příkladném provedení vychylovacího zařízení 4 je vychylovacím zařízením 4 kombinace precesní soustavy a rastrovací soustavy, kdy precesní soustava působí na svazek 13 primárních elektronů takovým způsobem, že svazek 13 primárních elektronů vykonává precesní pohyb a rastrovací soustava působí na
30 svazek 13 primárních elektronů takovým způsobem, že svazek 13 primárních elektronů je rastrován přes vzorek 6. Ve druhém příkladném provedení vychylovacího zařízení 4 je vychylovací zařízení 4 tvořeno rastrovací soustavou, která na svazek 13 primárních elektronů působí takovým způsobem, že svazek 13 primárních elektronů vykonává precesní pohyb a zároveň je rastrovací soustavou rastrován přes vzorek 6. Ve třetím příkladném provedení
35 vychylovacího zařízení 4 je vychylovací zařízení 4 tvořeno precesní soustavou, která na svazek 13 primárních elektronů působí takovým způsobem, že svazek 13 primárních elektronů vykonává precesní pohyb. Rastrovací soustava a precesní soustava jsou tvořeny elektrostatickými nebo magnetickými deflektory například cívkami nebo elektrodami.

- 40 Elektronový mikroskop 1 dále neobsahuje aktivní soustředovací zařízení umístěné mezi vzorkem 6 a záznamovým zařízením 7. Soustředovacím zařízením je myšlena deprecesní soustava, derastrovací soustava nebo jakékoliv jiné zařízení plnící obdobnou funkci, kterou je v jejím aktivním stavu ovlivnění směru hybnosti prošlých elektronů takovým způsobem, aby docházelo k vytváření difrakčních obrazců na záznamovém zařízení 7 soustředně s osou 17
45 rotačního kuželu 15, který opisuje svazek 13 primárních elektronů. Derastrovací soustava a deprecesní soustava jsou tvořeny elektrostatickými nebo elektromagnetickými deflektory například cívkami nebo elektrodami. Pojmem derastrovací soustava je myšlena soustava mající opačnou funkci než rastrovací soustava. Pojmem deprecesní soustava je myšlena soustava mající opačnou funkci než precesní soustava. Aktivním soustředovacím zařízením je myšleno, že
50 soustředovací zařízení se v elektronovém mikroskopu 1 může nacházet, ale nesmí být ve stavu, při kterém dochází k ovlivnění směru hybnosti prošlých elektronů, takovým způsobem, aby docházelo k vytváření difrakčních obrazců na záznamovém zařízení 7 soustředně s osou rotačního kuželu.

Záznamovým zařízením 7 je jakékoliv zařízení, které je schopné zaznamenat elektronové difrakční obrazce na něm vytvořené dopadem prošlých elektronů. Pojmem vytvořené difrakční obrazce na záznamovém zařízení 7 je myšleno, že dopadající prošlé elektrony interagují se záznamovou částí záznamového zařízení 7, která je následně vyčítána vyčítací částí záznamového zařízení 7 a je tak vytvořen snímek, ve kterém je intenzita jednotlivých bodů přímo závislá na množství prošlých elektronů, a tento snímek je následně předán na výstup záznamového zařízení 7. Záznamovou část záznamového zařízení 7 tvoří například kombinace scintilátoru a CCD senzoru, interakcí je v tomto případě myšleno vyzáření fotonů scintilátorem v závislosti na dopadu prošlých elektronů a zaznamenání vyzářených fotonů na CCD senzoru. V prvním příkladném způsobu vyčítání je záznamové zařízení 7 uzpůsobeno tak, že umožňuje kontinuální zaznamenávání snímků a jejich předávání na výstup záznamového zařízení 7, tedy bez prodlevy mezi jednotlivými snímky. Ve druhém příkladném způsobu vyčítání je záznamové zařízení 7 uzpůsobeno tak, že vyčítací část záznamového zařízení 7 obsahuje zásobník umožňující kontinuální vyčítání záznamové části záznamového zařízení 7 a následně předávání alespoň dvou snímků najednou na výstup záznamového zařízení 7, umožňuje tedy opět zaznamenávání difrakčních obrazců bez prodlevy mezi jednotlivými snímky následované dávkovým předáváním snímků na výstup záznamového zařízení 7. Ve třetím příkladném způsobu vyčítání se v případě zaznamenávání celého rozsahu precesních úhlů β nezaznamenávají snímky ze všech po sobě jdoucích precesních úhlů β během jednoho opisu rotačního kuželu 15 svazkem 13 primárních elektronů, ale zaznamenává se například každý druhý snímek a při dalším opisu rotačního kuželu 15 svazkem 13 primárních elektronů se zaznamenávají snímky z těch precesních úhlů β , které se nezaznamenaly při předcházejících opisech rotačního kuželu 15, dochází tedy k postupnému zaznamenávání snímků ze všech precesních úhlů β , čehož se využije v případě, že vyčítání záznamové části záznamového zařízení 7 je pomalé vůči rychlosti precesního pohybu a docházelo by tak k vynechání zaznamenání z některých precesních úhlů β . Ve čtvrtém příkladném způsobu vyčítání v případě zaznamenávání celého rozsahu precesních úhlů, dojde při každém vyčítání záznamové části záznamového zařízení k zastavení ozařování bodu 16 vzorku 6 svazkem 13 primárních elektronů nebo k zastavení provádění precesního pohybu svazku 13 primárních elektronů, tohoto se využije v případě, že vyčítání záznamové části záznamového zařízení 7 je pomalé vůči rychlosti precesního pohybu a docházelo by tak k vynechání zaznamenání z některých precesních úhlů β a zároveň při požadavku na zaznamenání snímků z celého rozsahu precesních úhlů během jednoho opisu rotačního kuželu 15 svazkem 13 primárních elektronů. Záznamovým zařízením 7 může být například kterékoliv zařízení ze skupiny CCD kamera, CMOS kamera, kamera s přímou detekcí elektronů nebo jakékoliv jiné zařízení schopné plnit výše popsanou funkci záznamového zařízení. Součástí záznamového zařízení 7 je v jednom z příkladných provedení také aktuátor uzpůsobený pro nastavení vzdálenosti záznamové části záznamového zařízení 7 od daného bodu 16 vzorku 6.

Držák 5 vzorku 6 má takový tvar, který umožňuje do něj umístit vzorek 6 a zároveň takový, že umožňuje průchod svazku 13 primárních elektronů skrz vzorek 6. V příkladném provedení držáku 5 vzorku 6 je držák vzorku uzpůsoben pro naklápění kolem alespoň jedné osy kolmé na optickou osu 14 elektronového mikroskopu 1.

Kontrolním zařízením 2 je jakékoliv zařízení ze skupiny zahrnující alespoň osobní počítač, mikropočítač nebo vestavěný systém. Kontrolní zařízení 2 je elektricky spojené se zdrojem 3 primárních elektronů, vychylovacím zařízením 4, držákem 5 vzorku 6 a záznamovým zařízením 7. Přes elektrické spojení mezi kontrolním zařízením 2 a záznamovým zařízením 7 se do kontrolního zařízení 2 zasílají ze záznamového zařízení 7 zaznamenané difrakční obrazce. Kontrolní zařízení 2 je uzpůsobené pro vytváření precesního elektronového difrakčního obrazce z obdržených difrakčních obrazců dle způsobu popsaného níže. V jednom z příkladných provedení kontrolního zařízení 2 jsou přes elektrické spojení mezi kontrolním zařízením 2 a záznamovým zařízením 7 do záznamového zařízení 7 z kontrolního zařízení 2 zasílány pokyny k nastavení vzdálenosti mezi záznamovou částí záznamového zařízení 7 a daným bodem 16 vzorku 6. Kontrolní zařízení 2 je uzpůsobené pro ovládání elektronového mikroskopu 1.

prostřednictvím elektrického spojení se zdrojem 3 primárních elektronů, vychylovacím zařízením 4 a držákem 5 vzorku 6.

Elektronový mikroskop 1 dále obsahuje komoru, ve které je vytvořen tlak nižší, než je tlak okolního prostředí a ve které jsou výše zmíněné prvky umístěny. V příkladném provedení komory se komora může dále rozdělovat na části pracovní komora 9 a tubus 8, které jsou navzájem spojeny. V tomto příkladném provedení je v pracovní komoře 9 umístěn držák 5 vzorku 6 se vzorkem 6 a záznamové zařízení 7 a v tubusu 8 je umístěn zdroj 3 primárních elektronů a vychylovací zařízení 4.

Elektronový mikroskop 1 může dále obsahovat kterýkoliv z prvků ze skupiny objektivová čočka 12, aperturní clona 11, kondenzorová čočka 10 a statické deflektory umístěné mezi vzorkem 6 a záznamovým zařízením 7. Kondenzorová čočka 10 a aperturní clona 11 slouží k regulaci proudu svazku 13 primárních elektronů. Objektivová čočka 12 slouží pro další zaostřování svazku 13 primárních elektronů. Statické deflektory umístěné mezi vzorkem 6 a záznamovým zařízením 7 slouží k posouvání prošlých elektronů mimo osu rotačního kuželu 15, který opisuje svazek 13 primárních elektronů a neplní tak funkci soustředovacího zařízení.

Elektronovým mikroskopem 1 je transmisní elektronový mikroskop, rastrovací transmisní elektronový mikroskop, rastrovací elektronový mikroskop nebo mikroskop kombinující iontový svazek a elektronový svazek a obsahující zmíněné prvky a uzpůsobený pro vykonávání způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce. Mikroskop kombinující fokusovaný iontový svazek a elektronový svazek je možné použít také pro přípravu vzorku 6 pro získávání precesních difrakčních obrazců, bez nutnosti přemísťování vzorku 6 ze zařízení pro přípravu vzorku do elektronového mikroskopu 1.

Difrakční obrazce, ze kterých je následně sloučením vytvořen precesní elektronových difrakční obrazec, jsou získávány následujícím postupem. Zdrojem 3 primárních elektronů vygenerovaný svazek 13 primárních elektronů se šíří směrem k vychylovacímu zařízení 4, kde je vychylován alespoň tak, že vykonává precesní pohyb na alespoň jednom bodu 16 vzorku 6, přičemž vrcholový úhel α rotačního kuželu 15, který svazek 13 primárních elektronů opisuje je z intervalu $(0 \text{ až } 20^\circ)$. Následně takto vychýlený svazek 13 primárních elektronů dopadá na vzorek 6, kterým primární elektrony prochází a stávají se z nich tak prošlé elektrony. Tyto prošlé elektrony dále dopadají na záznamové zařízení 7, kde vytváří difrakční obrazce. Záznamové zařízení 7 tyto difrakční obrazce zaznamená a zašle je do kontrolního zařízení 2.

Dle způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce jsou difrakční obrazce daného bodu 16 vzorku 6 získané alespoň ze dvou odlišných precesních úhlů β_y nebo dvou intervalů precesních úhlů β_y až $(\beta_y + x)$, kde x nabývá hodnot z intervalu $(0^\circ \text{ až } 360^\circ)$ a y označuje index difrakčního obrazce, kontrolním zařízením 2 zarovnány a sloučeny do jednoho precesního elektronového difrakčního obrazce daného bodu 16 vzorku 6. Obvykle však x nabývá hodnot ne větších než 20° , jelikož při větších hodnotách dochází ke snížení množství získatelných informací o vzorku. V příkladném stanovení intervalů precesních úhlů je interval precesních úhlů stanoven tak, že interval precesních úhlů krát počet žádaných difrakčních obrazců se rovná 360° , tedy například $x = 20^\circ$ a počet žádaných difrakčních obrazců je 18 nebo $x = 0,36^\circ$ a počet žádaných difrakčních obrazců je 1000.

V prvním příkladném způsobu zarovnání difrakčních obrazců je zarovnání provedeno tak, že míra posunutí difrakčních obrazců se vypočte pomocí goniometrické funkce, kde vstupními hodnotami jsou vzdálenost záznamové části záznamového zařízení 7 od daného bodu 16 vzorku 6 a vrcholový úhel α rotačního kuželu 15, který svazek 13 primárních elektronů opisuje. Směr posunutí difrakčních obrazců se v tomto příkladném provedení v případě, že jsou zaznamenávány difrakční obrazce z jednotlivých precesních úhlů β_y vypočte jako precesní úhel $\beta_y - 180^\circ$. V případě, že jsou zaznamenávány difrakční obrazce z intervalů precesních úhlů β_y až $(\beta_y + x)$, se směr posunutí vypočte jako precesní úhel $\beta_y + (x / 2) - 180^\circ$. Bodem od kterého se určuje směr

posunutí β_y' je osa 17 rotačního kuželu 15, který opisuje svazek 13 primárních elektronů. Vzdálenost záznamové části záznamového zařízení 7 může nabývat libovolných hodnot daných konkrétním typem záznamového zařízení 7 a konkrétním uspořádáním všech částí elektronového mikroskopu 1. Ve druhém příkladném provedení způsobu zarovnání difrakčních obrazců je zarovnání provedeno tak, že se jednotlivé difrakční obrazce zarovnají podle bodu pozičně sesouhlasitelného v alespoň dvou difrakčních obrazcích. K tomuto je možné využít strojového rozpoznávání obrazu na základě databáze difrakčních obrazců surčenými body, které se nacházejí vždy v alespoň dvou difrakčních obrazcích. Bodem, který je pozičně sesouhlasitelný je například středový bod difrakčního obrazce nebo kombinace určitých bodů difrakčního obrazce.

V prvním konkrétním příkladném provedení způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce je svazek 13 primárních elektronů rastrován přes vzorek 6 tak, že je nejprve nasnímán jeden řádek bodů 16 vzorku 6 a na konci řádku se postoupí na jiný řádek bodů 16 vzorku 6 rovnoběžný s právě nasnímáným řádkem bodů 16 vzorku 6 a snímají se jednotlivé body 16 dalšího řádku na vzorku 6, takto se postupuje do chvíle, než je nasnímána celá oblast zájmu. Během rastrování svazku 13 primárních elektronů přes vzorek 6 jsou z každého snímaného bodu 16 vzorku 6 zaznamenány difrakční obrazce z precesních úhlů $\beta_1 = 0^\circ$ viz obr. 3, $\beta_2 = 72^\circ$ viz obr. 4, $\beta_3 = 144^\circ$ viz obr. 5, $\beta_4 = 216^\circ$ viz obr. 6 a $\beta_5 = 288^\circ$ viz obr. 7. a to při vrcholovém úhlu $\alpha = 5,5^\circ$ rotačního kuželu 15. Vzdálenost záznamové části záznamového zařízení 7 od daného bodu 16 vzorku 6 je 5 cm. Zaznamenané difrakční obrazce jsou ze záznamového zařízení 7 zasílány do kontrolního zařízení 2. Kontrolní zařízení 2 pro každý bod 16 vzorku 6 vytvoří z pěti difrakčních obrazců precesní elektronový difrakční obrazec a to tak, že difrakční obrazce zarovná a sloučí. Míra posunutí pro zarovnání je vypočtena jako $a = \tan(\alpha/2) \cdot b$, kde a je míra posunutí, α je vrcholový úhel rotačního kuželu 15, který svazek 13 primárních elektronů opisuje a b je vzdálenost záznamové části záznamového zařízení 7 od daného bodu 16 vzorku 6. Míra posunutí je tedy 2,4 mm. Směr posunutí je vždy $\beta_y' = \beta_y - 180^\circ$, kde β_y' je směr posunutí a β_y je precesní úhel. Pro difrakční obrazec, jehož precesní úhel $\beta_1 = 0^\circ$ je směr posunutí $\beta_1' = 180^\circ$. Pro difrakční obrazec, jehož precesní úhel $\beta_2 = 72^\circ$ je směr posunutí $\beta_2' = 252^\circ$. Pro difrakční obrazec, jehož precesní úhel $\beta_3 = 144^\circ$ je směr posunutí $\beta_3' = 324^\circ$. Pro difrakční obrazec, jehož precesní úhel $\beta_4 = 216^\circ$ je směr posunutí $\beta_4' = 36^\circ$. Pro difrakční obrazec, jehož precesní úhel $\beta_5 = 288^\circ$ je směr posunutí $\beta_5' = 108^\circ$. Všechny difrakční obrazce jsou tedy zarovnány o příslušný směr posunutí β_y' a míru posunutí 2,4 mm viz obr. 8 až 12. Takto zarovnané difrakční obrazce jsou sloučeny a je tak vytvořen precesní elektronový difrakční obrazec daného bodu 16 vzorku 6 viz obr. 13. Tento proces se opakuje pro každý snímaný bod 16 vzorku 6.

Ve druhém konkrétním příkladném provedení způsobu vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce je svazek 13 primárních elektronů zaměřen na určitý bod 16 vzorku 6 a je zaznamenáno pět difrakčních obrazců tohoto bodu 16 vzorku 6 z precesních úhlů β_y až $(\beta_y + 72^\circ)$ a to při vrcholovém úhlu $\alpha = 5,5^\circ$ rotačního kuželu 15. Jinými slovy to znamená, že difrakční obrazce jsou zaznamenány při kontinuálním precesním pohybu svazku 13 primárních elektronů v intervalech $\beta_1 = 0^\circ$ až 72° viz obr. 14, $\beta_2 = 72^\circ$ až 144° viz obr. 15, $\beta_3 = 144^\circ$ až 216° viz obr. 16, $\beta_4 = 216^\circ$ až 288° viz obr. 17 a $\beta_5 = 288^\circ$ až 0° viz obr. 18. Vzdálenost záznamové části záznamového zařízení 7 od daného bodu 16 vzorku 6 je 5 cm. Zaznamenané difrakční obrazce jsou ze záznamového zařízení 7 zasílány do kontrolního zařízení 2. Kontrolní zařízení 2 vytvoří z pěti difrakčních obrazců jeden precesní elektronový difrakční obrazec a to tak, že difrakční obrazce zarovná a sloučí. Míra posunutí pro zarovnání je vypočtena jako $a = \tan(\alpha/2) \cdot b$, kde a je míra posunutí, α je vrcholový úhel rotačního kuželu 15, který svazek 13 primárních elektronů opisuje a b je vzdálenost záznamové části záznamového zařízení 7 od daného bodu 16 vzorku 6. Míra posunutí je tedy 2,4 mm. Směr posunutí je vždy $\beta_y' = (\beta_y + (x / 2)) - 180^\circ$, kde β_y' je směr posunutí, β_y je precesní úhel a x je velikost intervalu po který difrakční obrazec zaznamenáván. Pro difrakční obrazec zaznamenaný v intervalu precesních úhlů $\beta_1 = 0^\circ$ až 72° je směr posunutí $\beta_1' = 216^\circ$. Pro difrakční obrazec zaznamenaný v intervalu precesních úhlů $\beta_2 = 72^\circ$ až 144° je směr posunutí $\beta_2' = 288^\circ$. Pro difrakční obrazec zaznamenaný v intervalu precesních úhlů $\beta_3 = 144^\circ$ až 216° je směr posunutí $\beta_3' = 0^\circ$. Pro difrakční obrazec zaznamenaný v intervalu

- precesních úhlů $\beta_4 = 216^\circ$ až 288° je směr posunutí $\beta_4' = 72^\circ$. Pro difrakční obrazec zaznamenaný v intervalu precesních úhlů $\beta_5 = 288^\circ$ až 0° je směr posunutí $\beta_5' = 144^\circ$. Všechny difrakční obrazce jsou tedy zarovnány o příslušný směr posunutí β_y' a míru posunutí 2,4 mm viz obr. 19 až 23. Takto zarovnané difrakční obrazce jsou sloučeny a je tak vytvořeny precesní elektronový difrakční obrazec daného bodu 16 vzorku 6 viz obr. 24.
- 5

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob vytvoření precesního elektronového difrakčního obrazce pomocí elektronového mikroskopu (1) obsahujícího zdroj (3) primárních elektronů, držák (5) vzorku (6) a vzorek (6) umístěný v držáku (5) vzorku (6), vychylovací zařízení (4) umístěné mezi zdrojem (3) primárních elektronů a držákem (5) vzorku (6), záznamové zařízení (7) uzpůsobené pro získávání difrakčních obrazců umístěné za vzorkem (6) ve směru šíření svazku (13) primárních elektronů, a pomocí kontrolního zařízení (2) spojeného s elektronovým mikroskopem (1) uzpůsobeného pro ovládání elektronového mikroskopu (1) a pro získávání difrakčních obrazců ze záznamového zařízení (7), přičemž svazek (13) primárních elektronů, jež jsou emitovány zdrojem (3) primárních elektronů, je vychylovacím zařízením (4) vychylován pro vykonávání precesního pohybu na alespoň jednom bodu (16) vzorku (6) s vrcholovým úhlem α rotačního kuželu (15), který svazek (13) primárních elektronů opisuje, přičemž osa (17) rotačního kuželu (15) je rovnoběžná s optickou osou (14) elektronového mikroskopu (1), průchodem svazku (13) primárních elektronů přes vzorek (6) se z primárních elektronů stanou prošlé elektrony, které vytvářejí na záznamovém zařízení (7) difrakční obrazce, které jsou záznamovým zařízením (7) zasílány do kontrolního zařízení (2), **vyznačující se tím**, že difrakční obrazce daného bodu (16) vzorku (6) získané a) z alespoň dvou odlišných precesních úhlů β_y , kde y označuje index difrakčního obrazce nebo b) z alespoň dvou intervalů precesních úhlů β_y až $\beta_y + x$, kde x nabývá hodnot z intervalu 0° až 360° a y označuje index difrakčního obrazce, s odlišným počátečním precesním úhlem β_y , jsou kontrolním zařízením (2) zarovnány a následně sloučeny do jednoho precesního elektronového difrakčního obrazce daného bodu (16) vzorku (6), přičemž zarovnání difrakčních obrazců je v případě varianty a) provedeno tak, že je vypočtena míra posunutí difrakčních obrazců pro jejich zarovnání pomocí goniometrické funkce, jejímiž parametry jsou vzdálenost záznamového zařízení (7) od daného bodu (16) vzorku (6) a vrcholový úhel α rotačního kuželu (15), který svazek (13) primárních elektronů opisuje, a směr posunutí β_y , difrakčních obrazců je vypočten jako precesní úhel $\beta_y - 180^\circ$ a v případě varianty b) tak, že je vypočtena míra posunutí difrakčních obrazců pro jejich zarovnání pomocí goniometrické funkce, jejímiž parametry jsou vzdálenost záznamového zařízení (7) od daného bodu (16) vzorku (6) a vrcholový úhel α rotačního kuželu (15), který svazek (13) primárních elektronů opisuje, a směr posunutí β_y , difrakčních obrazců je vypočten jako precesní úhel $\beta_y + (x/2) - 180^\circ$, nebo je zarovnání difrakčních obrazců v případě varianty a) nebo b) provedeno podle bodu, který pozičně souhlasí v alespoň dvou difrakčních obrazcích.

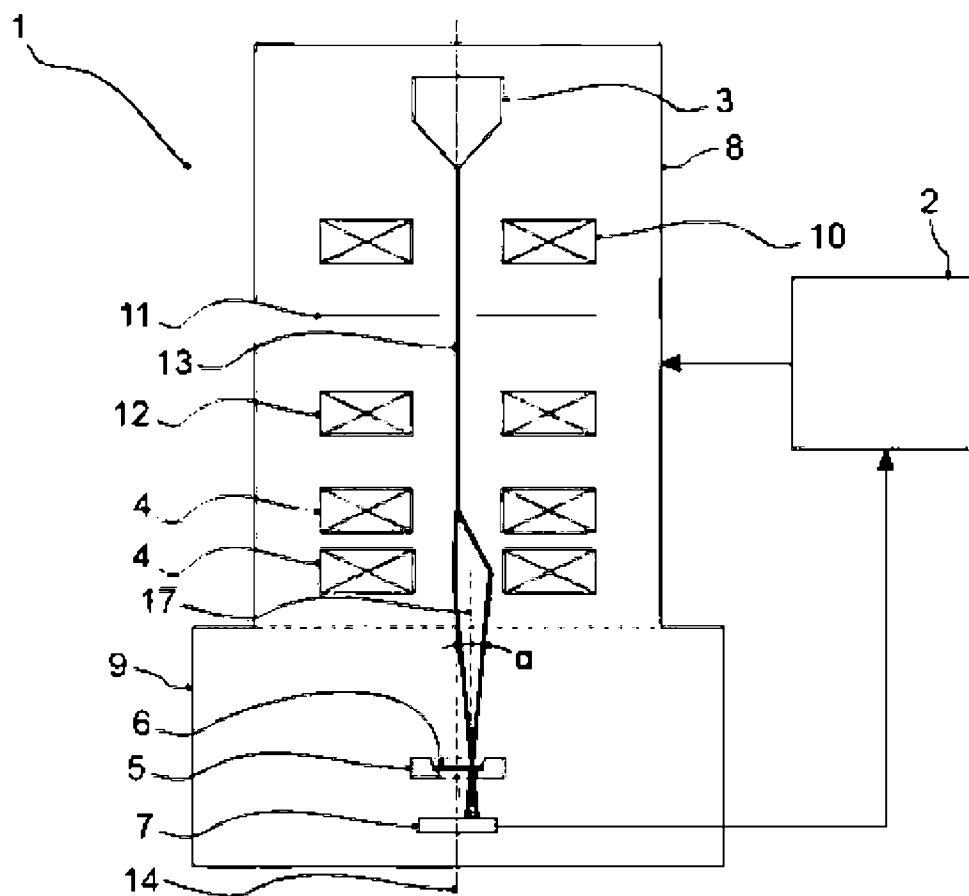
9 výkresů

Seznam vztahových značek:

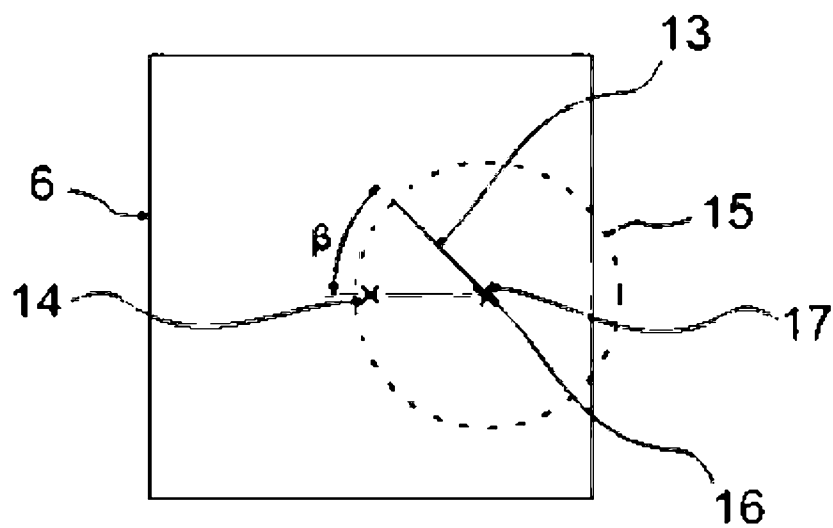
- 1 - elektronový mikroskop
- 2 - kontrolní zařízení
- 3 - zdroj primárních elektronů
- 4 - vychylovací zařízení
- 5 - držák vzorku
- 6 - vzorek
- 7 - záznamové zařízení
- 8 - tubus
- 9 - pracovní komora
- 10 - kondenzorová čočka
- 11 - aperturní clona
- 12 - objektivová čočka
- 13 - svazek primárních elektronů
- 14 - optická osa
- 15 - rotační kužel

16 - bod vzorku

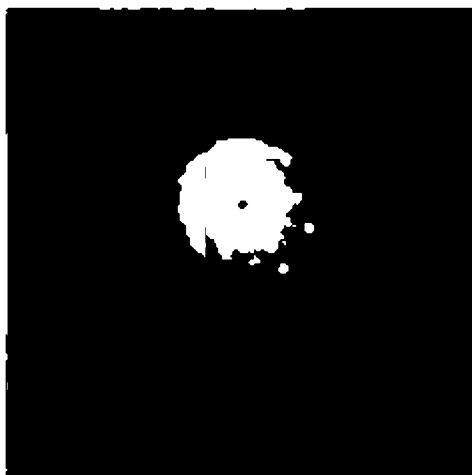
17 - osa rotačního kuželu



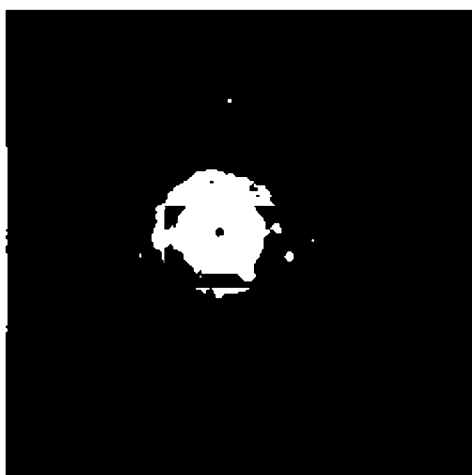
Obr. 1



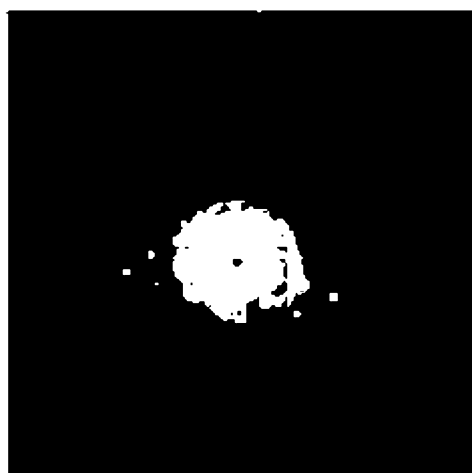
Obr. 2



Obr. 3



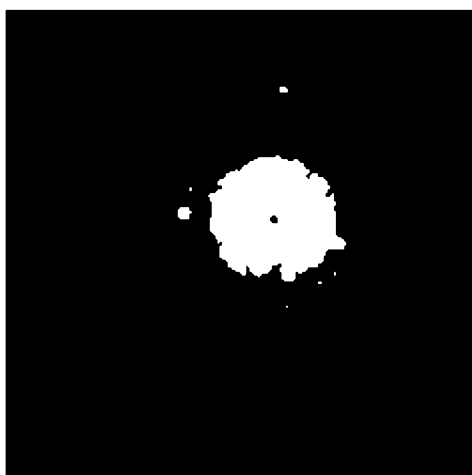
Obr. 4



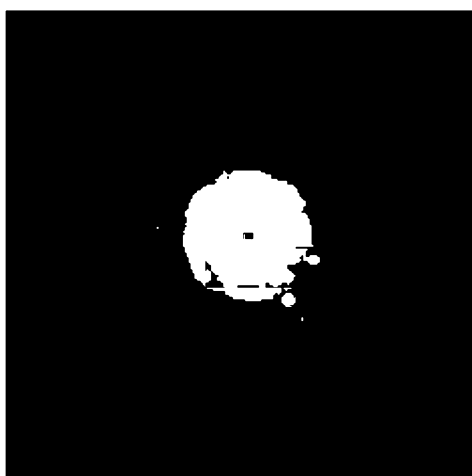
Obr. 5



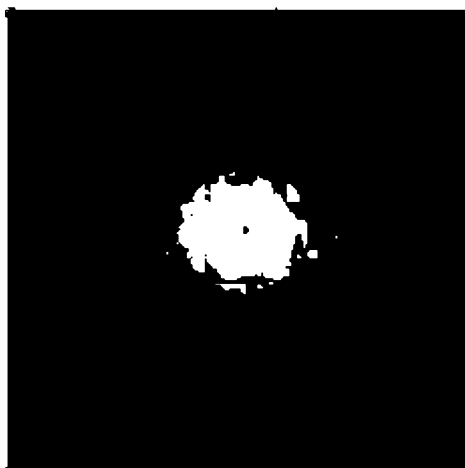
Obr. 6



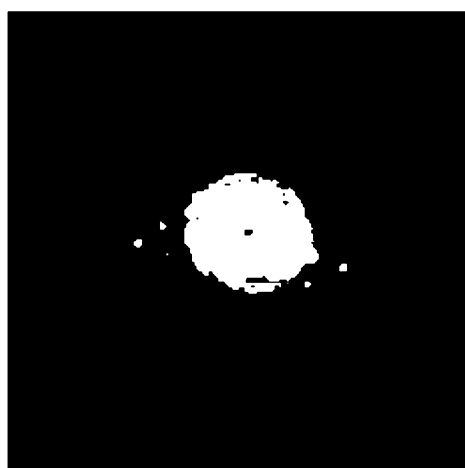
Obr. 7



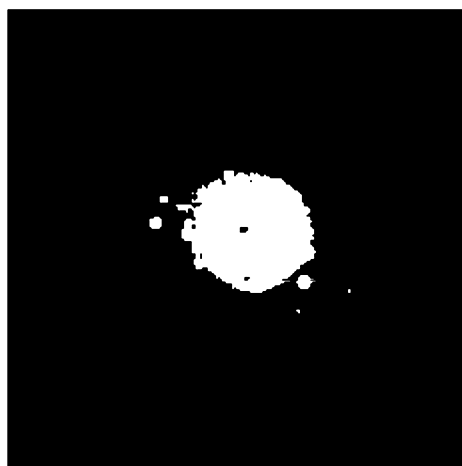
Obr. 8



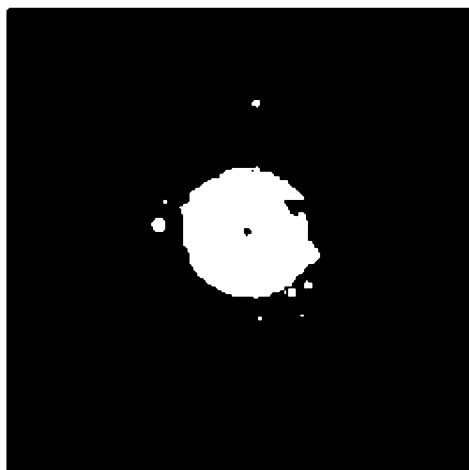
Obr. 9



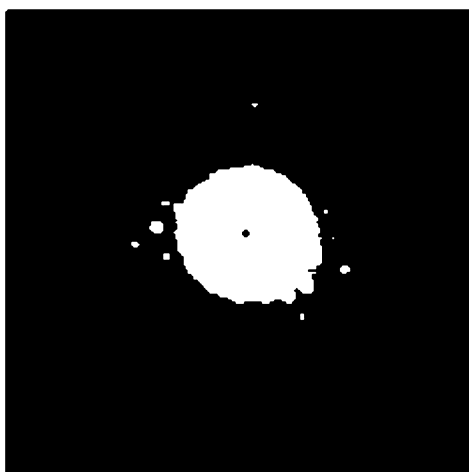
Obr. 10



Obr. 11



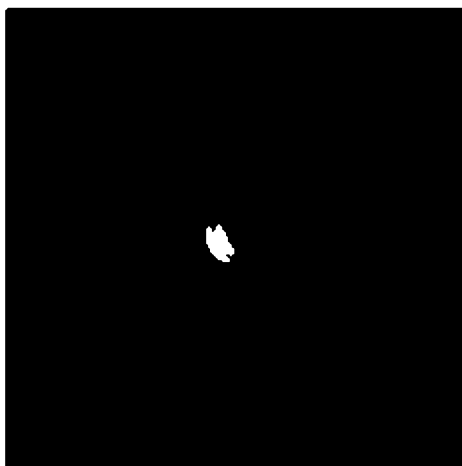
Obr. 12



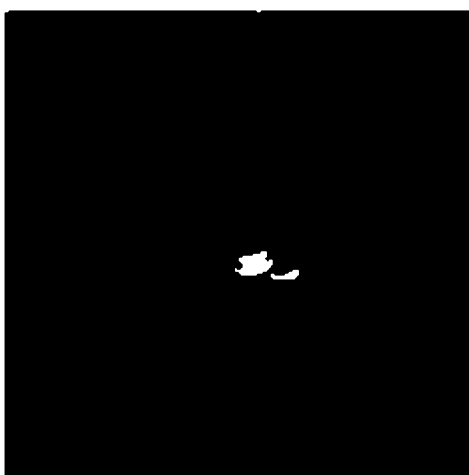
Obr. 13



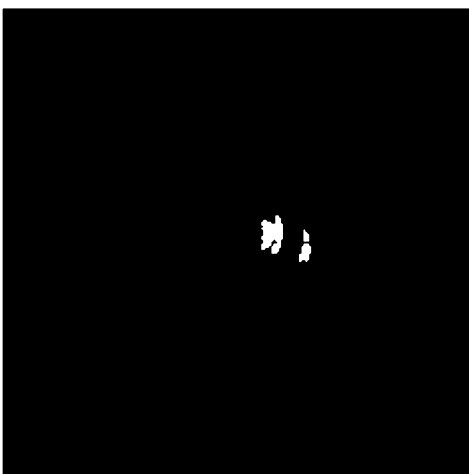
Obr. 14



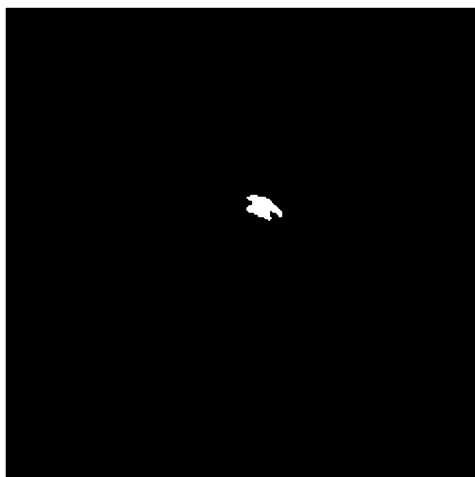
Obr. 15



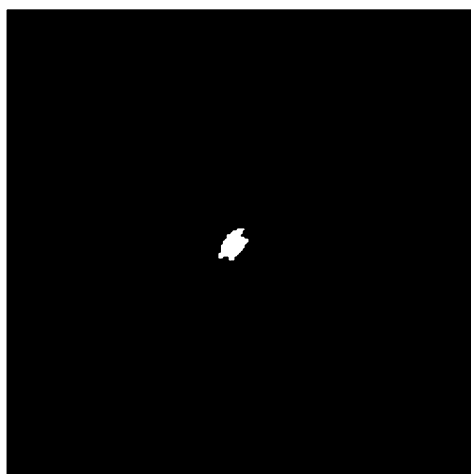
Obr. 16



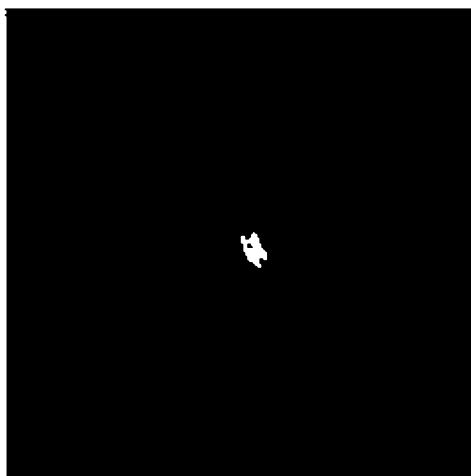
Obr. 17



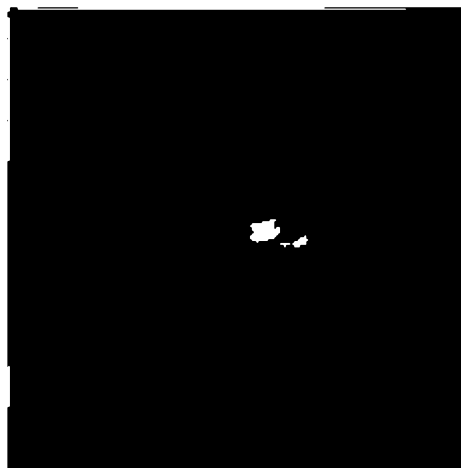
Obr. 18



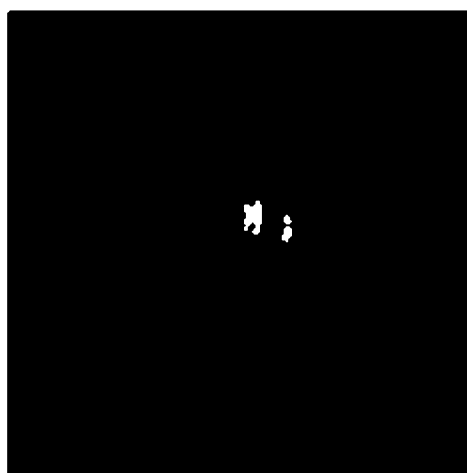
Obr. 19



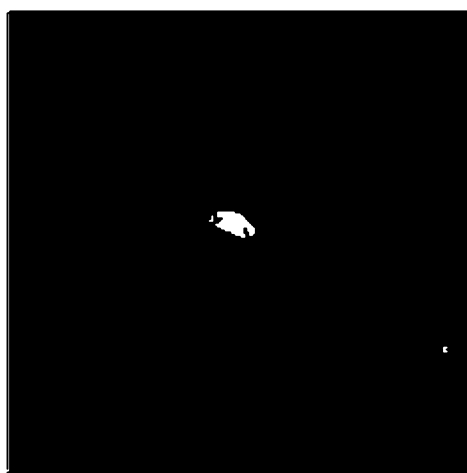
Obr. 20



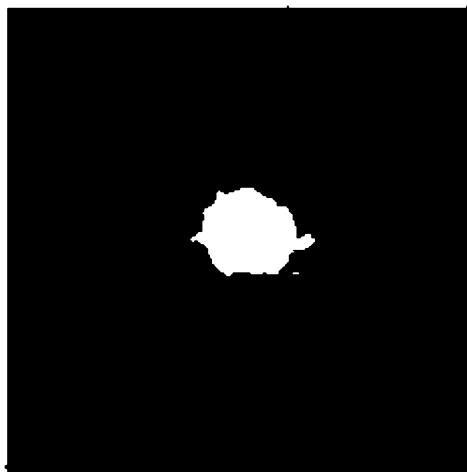
Obr. 21



Obr. 22



Obr. 23



Obr. 24