

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

305 955

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

G01N 23/04 (2006.01)
G01N 23/22 (2006.01)
G01N 23/20 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2014-852**
 (22) Přihlášeno: **03.12.2014**
 (40) Zveřejněno: **18.05.2016**
(Věstník č. 20/2016)
 (47) Uděleno: **06.04.2016**
 (24) Oznámení o udělení ve věstníku: **18.05.2016**
(Věstník č. 20/2016)

(56) Relevantní dokumenty:
 Vanhecke, D., et al: J. Struct. Biol 159 (2007), 443 - 450.
 US 2013/0195242 A; US 2009/0065708 A1; JP 2012 - 43563 A; US 2007/0071164 A1; EP 2 708 874 A1; WO 2014/006443 A2.

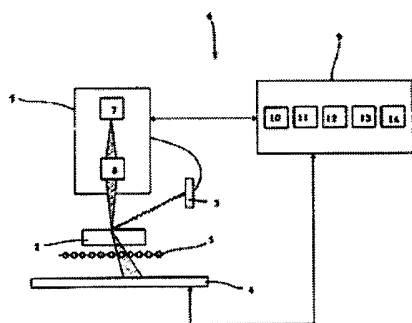
(73) Majitel patentu:
 ADVACAM s.r.o., Praha 3, Žižkov, CZ

(72) Původce:
 Jan Sohar, Hýskov, CZ

(74) Zástupce:
 PatentCentrum Sedlák a Partners s.r.o., Husova 5,
 370 01 České Budějovice

(54) Název vynálezu:
**Způsob rentgenové nanoradiografie a
 nanotomografie a zařízení k provádění
 tohoto způsobu**

(57) Anotace:
 Vynález popisuje způsob a zařízení (6) k provádění způsobu rentgenové nanoradiografie a nanotomografie s pomocí skenovacího elektronového mikroskopu (1) zahrnující fokusaci elektronového svazku z elektronového mikroskopu (1) na jeden bod povrchu sledovaného vzorku (2), emisi brzděného a fluorescenčního záření z ohniska dopadu elektronového svazku, prosvícení snímaného vzorku (2) a zaznamenání obrazu struktury snímaného vzorku (2) na základě změny intenzit brzděného a fluorescenčního záření zobrazovacím plošným detektorem (4) uspořádaným za vzorkem (2).



CZ 305955 B6

Způsob rentgenové nanoradiografie a nanotomografie a zařízení k provádění tohoto způsobu

5 Oblast techniky

Vynález se zabývá způsobem a zařízením pro provádění nanoradiografie a nanotomografie s využitím skenovacího elektronového mikroskopu. Vynález umožňuje vytvoření modelu povrchu, včetně přesného modelu vnitřní struktury, snímaného vzorku.

10

Dosavadní stav techniky

15 Skenovací elektronové mikroskopy se používají k mapování povrchu snímaného vzorku s přesností v řádech nanometrů. Skenovací elektronové mikroskopy zpravidla zahrnují zdroj elektronů, který vytváří elektronový svazek. Elektronový svazek je pomocí elektronové optiky zaostřen do jediného bodu na povrchu snímaného vzorku. Při dopadu elektronového svazku do určeného bodu vzorku dojde k odrazu některých elektronů a/nebo k uvolnění sekundárních elektronů a/nebo k emisi charakteristického rentgenového záření. Tyto částice jsou zaznamenány alespoň jedním
20 detektorem, přičemž ve výsledcích jsou uvedeny hodnoty daného bodu povrchu vzorku odrážet, nebo emitovat sekundární částice. Snímaný povrch vzorku je bod po bodu naskenován celý, takže je z výsledků vytvořen jeho obraz.

25 Při rentgenové transmisní radiografii je sledován útlum intenzity rentgenového záření procházejícího vzorkem. Jako zdroj rentgenového záření je použita rentgenová trubice. Do trasy rentgenového záření je vložen vzorek, který je prosvícen. Následně rentgenové záření dopadá na detektor, který zaznamená jeho intenzity. Výsledkem je obraz, který zachycuje vnitřní strukturu vzorku z hlediska schopnosti tlumit rentgenové záření.

30 Je-li zaznamenán větší soubor obrazů vzorku pořízených pod různými ozařovacími úhly, lze pomocí metod výpočetní tomografie vymodelovat trojrozměrný popis vnitřní struktury snímaného vzorku.

35 Úkolem vynálezu je vytvoření způsobu a zařízení, které umožňuje v rámci jedné pracovní operace provést nanoradiografii, nanotomografii, mikroskopii a eventuálně i topografii povrchu vzorku.

40 Podstata vynálezu

Vytčený úkol je vyřešen vytvořením způsobu a zařízení pro provádění nanoradiografie a nanotomografie s využitím skenovacího elektronového mikroskopu podle tohoto vynálezu.

45 Způsob rentgenové nanoradiografie a nanotomografie s pomocí skenovacího elektronového mikroskopu zahrnuje nejprve usměrnění elektronového svazku vystupujícího ze skenovacího elektronového mikroskopu do bodu na snímaném povrchu vzorku. Následuje detekce odražených a sekundárních částic alespoň jedním detektorem, který rovněž zaznamená data týkající se odrazových a emisních parametrů daného bodu. Způsob zahrnuje opakování snímání pro všechny body snímaného povrchu vzorku.

50

Podstata vynálezu spočívá v tom, že současně s dopadem elektronového svazku do bodu na snímaném povrchu vzorku je emitováno brzdné a fluorescenční rentgenové záření, přičemž bod dopadu je rovněž ohniskem takto emitovaného brzdného a fluorescenčního rentgenového záření. Toto rentgenové záření je emitováno z ohniska do všech směrů a jeho část tedy také proniká do
55 vzorku. Intenzita tohoto záření je ve vzorku částečně absorbována podle rozložení hustoty mate-

riálu v objemu vzorku. Rentgenové záření, které není utlumeno a vystupuje ze vzorku, je detekováno alespoň jedním zobrazovacím plošným detektorem umístěným za vzorkem. Obraz zachycený tímto detektorem zachycuje vnitřní strukturu vzorku, tak že jsou rozlišeny části struktury vzorku podle jejich schopnosti tlumit procházející rentgenové záření. Tento obraz je zaznamenáván opakovaně pro všechny polohy ohniska na povrchu vzorku a pomocí metod výpočetní tomografie je vymodelována vnitřní struktura vzorku ve 3D.

Funkce skenovacího elektronového mikroskopu zůstane nezměněna, neboť je stále detekována schopnost povrchu objektu emitovat nebo odrážet částice v daném bodě. Nově je využito doprovodného jevu, kdy je uvolněno s dopadem elektronového svazku brzdné rentgenové záření. Toto rentgenové záření je pronikavější, nežli elektronový svazek, takže může procházet celým objemem vzorku. Za vzorkem je umístěn zobrazovací plošný detektor, který zaznamená obraz změny intenzity rentgenového záření za různými částmi vzorku. Tím vzniká zvětšený obraz vnitřní struktury vzorku. Zvětšení jednotlivých částí struktury vzorku závisí na jejich vzdálenosti od ohniska. Struktury nacházející se těsně pod povrchem a tedy v těsné blízkosti ohniska jsou zvětšeny nejvíce a rozlišovací schopnost v jejich radiografickém obrazu se v tomto případě blíží rozlišení elektronové mikroskopie a činí jednotky až desítky nanometrů. Proto hovoříme o nanoradiografii.

Pokud jsou takto zaznamenány všechny radiografické obrazy pořízené při mnoha polohách ohniska na povrchu snímaného vzorku, je možné ze souboru dat vypočítat trojrozměrný model struktury vzorku s rozlišením jednotek až desítek nanometrů. V tomto případě hovoříme o nanotomografii. Radiografická data jsou sbírána současně se skenováním elektronovým mikroskopem.

V jiném výhodném provedení způsobu nanoradiografie a nanotomografie podle tohoto vynálezu je umístěn do prostoru mezi vzorkem a zobrazovacím plošným detektorem vzor o známých rozměrech. Tímto vzorem může být například tenká kovová mřížka. V průběhu radiografického snímání je obraz známého vzoru superponován na obraz vzorku, přičemž zvětšení známého vzoru závisí na vzdálenosti ohniska od známého vzoru. Ze zaznamenaných obrazových dat lze zjistit úroveň zvětšení známého vzoru a následně vypočítat vzdálenost ohniska od tohoto vzoru. Tento postup se postupně aplikuje na všechny polohy ohniska v průběhu skenování. Zjištěné vzdálenosti se použijí pro sestavení 3D modelu tvaru povrchu vzorku tj. jeho topografii. Zjištěný tvar povrchu vzorku lze následně použít k vylepšení tomografické rekonstrukce vzorku.

Součástí vynálezu je rovněž i zařízení k provádění výše uvedeného způsobu.

Zařízení pro rentgenovou nanoradiografii a nanotomografii zahrnující skenovací elektronový mikroskop sestává ze zdroje elektronového svazku, z elektronové optiky pro fokusaci elektronového svazku do bodu na povrchu snímaného vzorku, dále z alespoň jednoho detektoru pro detekci odražených a sekundárních částic. Zařízení rovněž zahrnuje řídicí jednotku.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že je za vzorkem umístěn zobrazovací plošný detektor pro detekci utlumení brzdného a fluorescenčního rentgenového záření ve vzorku, který je propojen s řídicí jednotkou.

To je výhodné, protože bod na povrchu snímaného vzorku, do kterého je fokusován elektronový svazek, je ohniskem emise brzdného a fluorescenčního rentgenového záření a zobrazovací plošný detektor je schopen zaznamenat pokles intenzity brzdného rentgenového záření. Výsledky detekce jsou odesílány do řídicí jednotky, která je zpracuje do modelů. Brzdné záření je doprovodným jevem, takže nevyžaduje vlastní zdroj, ani nezávislou optiku.

V jiném výhodném provedení zařízení pro rentgenovou nanoradiografii a nanotomografii podle tohoto vynálezu zahrnuje řídicí jednotka alespoň jeden modul ze skupiny modul pro uložení dat, výpočetní modul, zobrazovací modul, záznamový modul, distribuční modul. Výpočetní jednotka

je tvořena počítačem. Modul pro uložení dat je realizován datovým úložištěm, výpočetní modul je realizován procesorem, záznamový modul je realizován připojenou tiskárnou. Zobrazovací modul je displej počítače a distribuční modul je síťová karta umožňující komunikaci se vzdálenými systémy. Moduly je možné realizovat jako virtuální zařízení v operačním programu počítače.

V dalším jiném výhodném provedení zařízení pro rentgenovou nanoradiografii a nanotomografii podle tohoto vynálezu je mezi vzorkem a zobrazovacím plošným detektorem uspořádán alespoň jeden vzor o známých rozměrech a řídicí jednotka je upravena pro vyhodnocení zvětšení obrazu tohoto vzoru. Obraz tlumení intenzity brzdného rentgenového záření vzoru a jeho známé rozměry umožňují výpočet polohy ohniska. Poloha ohniska je důležitá pro další modelování vzorku, např. topografie povrchu vzorku.

Mezi hlavní výhody vynálezu patří vysoká rozlišovací schopnost a časová úspora na pracovní operace. Během jednoho skenování jsou zajištěna data pro nanotomografii, nanoradiografii, topografii a samotné skenování povrchu elektronovým mikroskopem není nijak ovlivněno.

Objasnění výkresů

Vynález bude blíže osvětlen pomocí následujících vyobrazení, na kterých znázorňují:

obr. 1 schematické vyobrazení změny obrazu intenzity brzdného rentgenového záření k vadě uvnitř vzorku podle ohniska brzdného záření,

obr. 2 schematické vyobrazení zařízení pro topografii povrchu vzorku,

obr. 3 schematické vyobrazení zařízení pro nanoradiografii a nanotomografii.

Příklady uskutečnění vynálezu

Rozumí se, že jednotlivá uskutečnění vynálezu jsou představována pro ilustraci, nikoli jako omezení vynálezu na výčet zde uvedených příkladů provedení. Odborníci znalí stavu techniky najdou nebo budou schopni zjistit za použití rutinního experimentování mnoho ekvivalentů ke specifickým uskutečněním vynálezu, která jsou zde speciálně popsána. I tyto ekvivalenty budou zahrnuty v rozsahu následujících patentových nároků.

Vynález je prezentován na obr. 1, kde je schematicky vyobrazen způsob fungování vynálezu. Způsob používá skenovací elektronový mikroskop 1, uvnitř kterého se generuje svazek elektronů. Elektronový svazek je usměrněn do bodu na povrchu snímaného vzorku 2. Z bodu dopadu je generováno sekundární záření a odražené částice, které se šíří všemi směry. Toto sekundární záření je detekováno alespoň jedním přidruženým detektorem 3 odražených a sekundárních částic, z jehož dat se zjistí charakteristika vzorku 2 v místě dopadu.

Místo dopadu rovněž tvoří takzvané ohnisko brzdného a fluorescenčního záření, ze kterého se brzdné a fluorescenční záření šíří do prostoru. Toto záření má vysokou pronikavost, takže pronikne snímaným vzorkem 2. Za vzorek 2 se do směru postupu brzdného záření uspořádá alespoň jeden zobrazovací plošný detektor 4, který je schopen zaznamenat intenzitu brzdného záření. Jakmile má vzorek 2 nehomogenní strukturu ve smyslu absorpce rentgenového záření, ovlivňuje tato vnitřní struktura výstupní intenzitu záření a na plošném detektoru 4 je zaznamenán obraz vnitřní struktury snímaného vzorku 2.

Pokud se ohnisko posune, viz obr. 1, změní se i výstupní obraz. Ze souboru obrazů získaných při všech polohách ohniska je dopočten metodou výpočetní tomografie model 3D struktury vzorku 2.

- Aby bylo možné modelovat i trojrozměrný model povrchu snímaného vzorku 2, je za snímaný vzorek 2 ve směru postupu brzdného záření od ohniska uspořádán vzor 5 o známých rozměrech. Na zobrazovací plošný detektor 4 je tedy prostupujícím rentgenovým zářením promítnut obraz struktury vzorku 2 i vzoru 5. V takto zachyceném kombinovaném obraze je identifikován obraz vzoru 5 a určeno jeho zvětšení například pomocí metody obrazové korelace. Ze známých rozměrů vzoru 5 a obrazu jeho útlumu intenzit brzdného záření procházejícího vzorem 5 je dopočítána vzdálenost ohniska od vzoru 5 a tedy i výška povrchu vzorku 2 ve snímaném bodě. Uspořádáním všech snímaných bodů vedle sebe je vymodelován 3D model povrchu vzorku 2.
- 10 Zařízení 6 zahrnuje standardní skenovací elektronový mikroskop 1 mající zdroj 7 elektronového svazku, elektronovou optiku 8 pro směřování a fokusaci elektronového svazku a alespoň jeden přidružený detektor 3 odražených a sekundárních částic od snímaného vzorku 2. Dále je za snímaným vzorkem 2 ve směru postupu brzdného záření uspořádána kovová mřížka tvořící vzor 5 o známých rozměrech a vyobrazovací plošný detektor 4. Vyobrazovací plošný detektor 4 může
15 být např. tvořen polem pixelových detektorů Timepix.

Skenovací elektronový mikroskop 1 a zobrazovací plošný detektor 4 jsou propojeny s řídicí jednotkou 9 realizovanou počítačem. Řídicí jednotka 9 zahrnuje modul 10 pro uložení dat. Modul 10 je tvořen datovým úložištěm zapojeným do počítače řídicí jednotky 9. Součástí řídicí jednotky 9 je také výpočetní modul 11, který je tvořen výpočetním softwarovým prostředkem spuštěným v operačním systému řídicí jednotky 9. Výpočetní modul 11 využívá procesorů počítače. Zobra-
20 zovací modul 12 je tvořen displejem počítače a záznamový modul 13 je tvořen tiskárnou propojenou s počítačem. Distribuční modul 14 je tvořen síťovým adaptérem pro připojení k datovým sítím pro sdílení dat.

25

Průmyslová využitelnost

Vynález nalezne uplatnění v biologických a medicínských aplikacích, v aplikacích testujících kvalitu výrobků, v odvětvích zabývajících se novými druhy materiálů, v polovodičovém průmyslu k testování kvality čipů, v archeologii a dalších odvětvích kde je potřeba znát 3D vnitřní strukturu vzorku, aniž by došlo k jeho poškození.

35

PATENTOVÉ NÁROKY

40 **1.** Způsob rentgenové nanoradiografie a nanotomografie s pomocí skenovacího elektronového mikroskopu (1), zahrnující nejprve usměrnění elektronového svazku vystupujícího ze skenovacího elektronového mikroskopu (1) do bodu na povrchu vzorku (2), dále detekci odražených a sekundárních částic alespoň jedním detektorem (3) včetně záznamu dat týkajících se odrazových a emisních parametrů daného bodu, a dále zahrnující opakování snímání pro všechny body snímaného povrchu vzorku (2), **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že současně s dopadem elektronového
45 svazku do bodu na snímaném povrchu vzorku (2) je emitováno brzdné a fluorescenční rentgenové záření, přičemž bod dopadu je rovněž ohniskem emitovaného brzdného a fluorescenčního rentgenového záření, a dále je brzdné a fluorescenční rentgenové záření vystupující ze vzorku (2) detekováno alespoň jedním zobrazovacím plošným detektorem (4) uspořádaným za vzorkem (2),
50 načež je obraz utlumení brzdného a/nebo fluorescenčního rentgenového záření zaznamenán, a po zaznamenání obrazů všech ohnisek je pomocí počítačové tomografie vymodelována vnitřní struktura vzorku (2) ve třech rozměrech.

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že za vzorek (2) s nerovným povrchem je do prostoru nacházejícím se mezi vzorkem (2) a zobrazovacím plošným detektorem (4)
55

5 uspořádán alespoň jeden vzor (5) o známých rozměrech, načež je pro každé ohnisko zaznamenán obraz utlumení brzdného a/nebo fluorescenčního rentgenového záření zachycující strukturu vzorku (2) i známého vzoru (5), z velikosti obrazu utlumení rentgenového záření ve vzoru (5) je pomocí ozařovací geometrie vypočítána vzdálenost ohniska od vzoru a následně je po zaznamenání obrazů všech ohnisek vymodelován třírozměrný model povrchu vzorku (2) a/nebo třírozměrný model objemu vzorku (2).

10 3. Zařízení (6) pro rentgenovou nanoradiografii a nanotomografii s pomocí skenovacího elektronového mikroskopu (1) podle nároku 1 nebo 2, zahrnující skenovací elektronový mikroskop (1) sestávající ze zdroje (7) elektronového svazku, z elektronové optiky (8) pro fokusaci elektronového svazku do bodu na snímaném povrchu vzorku (2), z alespoň jednoho detektoru (3) pro detekci odražených a sekundárních částic, a dále zahrnující řídicí jednotku (9), **v y z n a č u - j í c í s e t í m**, že za vzorkem (2) ve směru šíření usměrněného elektronového svazku je uspořádán alespoň jeden zobrazovací plošný detektor (4) pro detekci utlumení brzdného a fluorescenčního rentgenového záření ve vzorku (2), který je propojen s řídicí jednotkou (9).

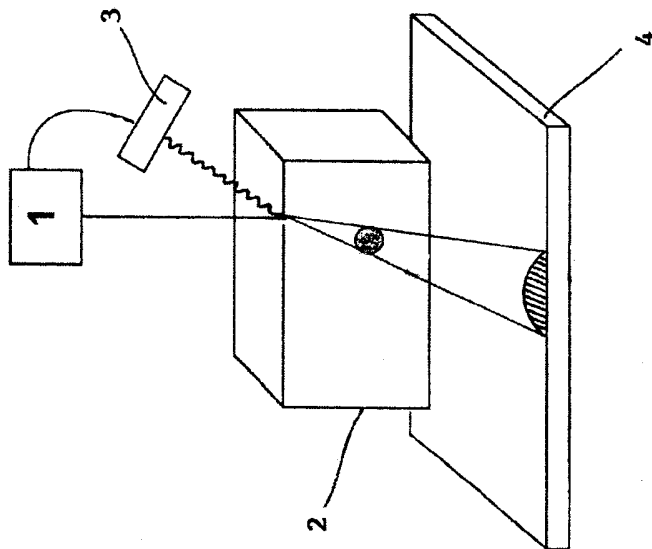
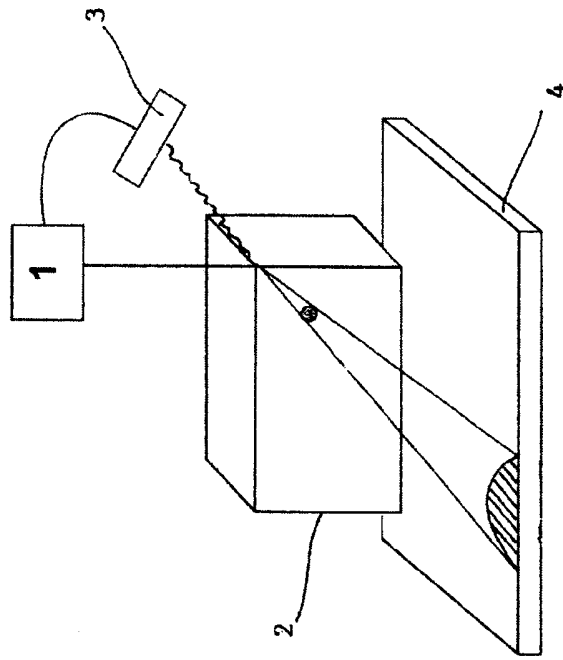
20 4. Zařízení podle nároku 3, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že řídicí jednotka (9) zahrnuje alespoň jeden modul ze skupiny modul (10) pro uložení dat, výpočetní modul (11), zobrazovací modul (12), záznamový modul (13), distribuční modul (14).

25 5. Zařízení podle nároku 3 nebo 4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že mezi vzorkem (2) a zobrazovacím plošným detektorem (4) je uspořádán alespoň jeden vzor (5) o známých rozměrech a řídicí jednotka (9) je upravena pro vyhodnocení zvětšení obrazu tohoto vzoru pořízeného prostřednictvím utlumení intenzity brzdného a fluorescenčního rentgenového záření.

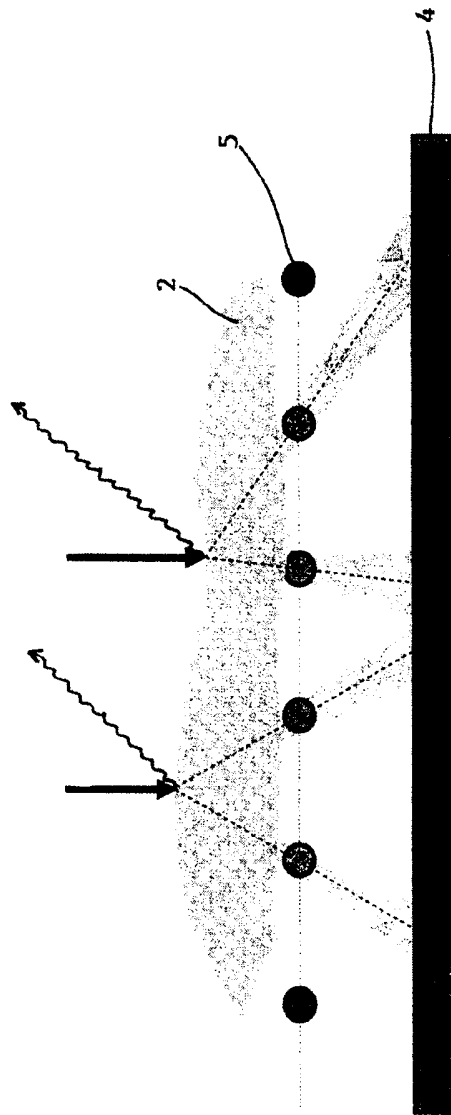
30 3 výkresy

35 Přehled vztahových značek:

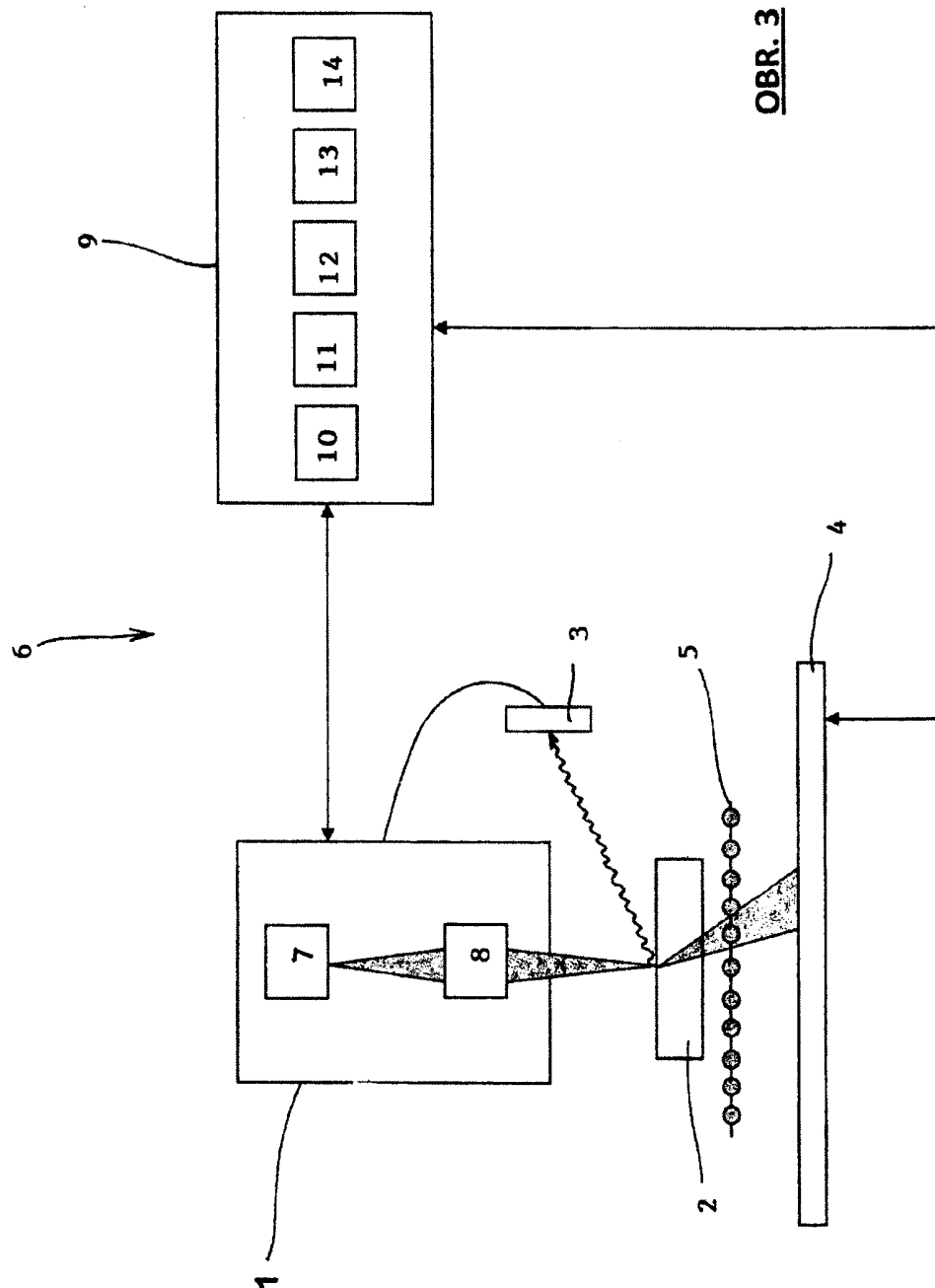
- | | | |
|----|----|---|
| 35 | 1 | skenovací elektronový mikroskop |
| | 2 | vzorek |
| | 3 | detektor odražených a sekundárních částic |
| | 4 | zobrazovací plošný detektor |
| 40 | 5 | vzor o známých rozměrech |
| | 6 | zařízení pro rentgenovou nanoradiografii a nanotomografii s pomocí skenovacího elektronového mikroskopu |
| | 7 | zdroj elektronového svazku |
| | 8 | elektronová optika |
| 45 | 9 | řídicí jednotka |
| | 10 | modul uložení dat |
| | 11 | výpočetní modul |
| | 12 | zobrazovací modul |
| | 13 | záznamový modul |
| 50 | 14 | distribuční modul. |



OBR. 1



OBR. 2



OBR. 3

Konec dokumentu