

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 2009-169
(22) Přihlášeno: 17.03.2009
(40) Zveřejněno: 26.05.2010
(Věstník č. 21/2010)
(47) Uděleno: 16.04.2010
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: 26.05.2010
(Věstník č. 21/2010)

(11) Číslo dokumentu:

301 692

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.:
H01J 37/26 (2006.01)
H01J 37/30 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 2004188610 A; US 7154106 B; US 7326942 B; US 2006097166 A; US 7342225 B; EP 1710828 A; JP 2005302600 A.

(73) Majitel patentu:

TESCAN, s. r. o., Brno, CZ

(72) Původce:

Zadrazil Martin Ing. Ph.D., Brno, CZ
Lopour Filip Ing. Ph.D., Brno, CZ
Tichopádek Petr Ing. Ph.D., Brno, CZ
Hrnčič Tomáš Mgr. Ph.D., Litoměřice, CZ
Dokulilová Silvie RNDr. Ph.D., Brno, CZ

(74) Zástupce:

Ing. Hana Dušková, Na Kočově 180, Chotutice, 28103

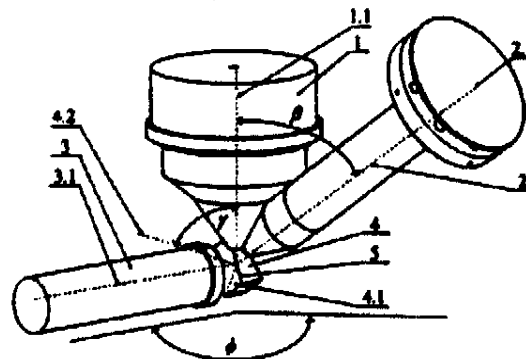
(54) Název vynálezu:

Způsob optimalizace sestavení a nastavení systému pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci zpětně difraktovaných elektronů a takto navržený systém

(57) Anotace:

Způsob spočívá v tom, že se stanoví úhel (α), který svírá první směr rastrování (5) s rovinou (7), tak, že tento úhel leží v rozmezí 0° až 90° . V rámci tohoto rozmezí velikosti úhlu (α) a s ohledem na rozměrové parametry celého systému se určí pomocí konstrukčního softwaru, výpočtem a/nebo graficky taková kombinace úhlu (α) a polohy detekční plochy (3.2) EBSD detektoru (3), při níž kolmice (4.2) k odprašovanému povrchu (4.1) vzorku (4) vedená průsečíkem podélné osy SEM (1.1) tubusu SEM (1) s odprašovaným povrchem (4.1) svírá s podélnou osou SEM (1.1) tubusu SEM (1) úhel (γ) ležící ve shora otevřeném intervalu (50° ; 90°). Zároveň je detekční plocha (3.2) EBSD detektoru (3) orientována do prostorového úhlu s dostatečnou hustotou zpětně difraktovaných elektronů. Takto navržený systém se sestaví a nastaví tak, že EBSD detektor (3) s detekční plochou (3.2) se umístí do zjištěné polohy. V zařízení FIB se pootočí první směr (5) rastrování fokusovaným iontovým svazkem o navržený úhel (α) vůči rovině (7) pro následnou operaci odprašení povrchové vrstvy pomocí zařízení FIB a následnou detekci zpětně difraktovaných elektronů pomocí EBSD detektoru (3) při neměnné poloze vzorku (4). U systému svírá podélná osa FIB (2.1) tubusu FIB (2) s podélnou osou SEM (1.1) tubusu SEM (1) úhel $\beta=55^\circ$. Průměty podélné osy FIB (2.1) a libovolné

kolmice (3.1) na detekční plochu (3.2) EBSD detektoru (3) zpětně difraktovaných elektronů do roviny kolmé na podélnou osu SEM (1.1) svírají úhel $\phi=101,8^\circ$. Povrch (4.1) vzorku (4) odprašený fokusovaným iontovým svazkem, od jehož povrchové vrstvy jsou detektovány difraktované elektrony, svírá úhel $\alpha=20^\circ$ s rovinou (7) danou podélnou osou SEM (1.1) a zdrojem iontů na podélné ose FIB (2.1).



CZ 301692 B6

Způsob optimalizace sestavení a nastavení systému pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci zpětně difraktovaných elektronů a takto navržený systém

5

Oblast techniky

Předkládaný vynález se týká způsobu optimalizace sestavení a nastavení systému pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci zpětně difraktovaných elektronů z oblasti blízké odprašenému povrchu a konkrétního systému sestaveného a nastaveného tímto způsobem.

Navrhovaný způsob a systém umožňují provádět odprašování povrchu vzorku pomocí fokusovaného iontového svazku, dále jen FIB, a následnou analýzu difrakce zpětně odrazených elektronů, dále jen analýzu EBSD, z oblasti blízké odprašenému povrchu bez nutnosti změny polohy vzorku mezi operací odprašení a operací analýzy EBSD.

Dosavadní stav techniky

20

Analýza EBSD je důležitým nástrojem pro studium krystalové struktury materiálů, viz např. US 6 326 619. Samotná analýza EBSD však nepostačuje tam, kde je třeba získat informace o krystalové struktuře materiálů napříč vzorkem. V tom případě se výhodně uplatňuje postupné odprašování vzorku pomocí FIB v rámci rastrovacího elektronového mikroskopu, dále jen SEM, vybaveného EBSD detektorem zpětně difraktovaných elektronů, dále jen EBSD detektor. V tomto kombinovaném zařízení má podélná osa tubusu SEM svislý směr, přičemž podélná osa FIB s ní obvykle svírá úhel kolem 55° . Přesná hodnota úhlu závisí na rozměrech zařízení. V doposud používaných zařízeních jsou přitom směry rastrování svazku FIB, a tedy směry, v nichž dochází k odprašování vzorku, následující: svazek rastrující v prvním směru vytíná v rovinách kolmých na podélnou osu tubusu FIB přímky rovnoběžné s rovinou danou podélnými osami SEM a FIB, svazek rastrující ve druhém směru vytíná v rovinách kolmých na podélnou osu tubusu FIB přímky kolmé na rovinu danou podélnými osami SEM a FIB.

Pomocí FIB se takto postupně odprašují vrstvy vzorku o submikronové tloušťce, typicky desítky nm, a struktura vzorku v oblasti blízké získanému povrchu se po odstranění každé z vrstev analyzuje pomocí analýzy EBSD. Na základě výsledků získaných analýzou EBSD pro jednotlivé vrstvy se pak dá složit obraz krystalové struktury celého objemu vzorku.

Pro efektivní EBSD analýzu je ovšem nutné, aby kolmice k odprašené ploše svírala s podélnou osou SEM úhel větší než 50° . Toto uspořádání zajišťuje dostatečný výtěžek difraktovaných zpětně odrazených elektronů, dále jen difraktovaných BSE. Aby co nejvíce difraktovaných elektronů dopadlo na detekční plochu EBSD detektoru, obvykle aspoň jedna kolmice k detekční ploše leží v rovině dané normálou k odprašenému povrchu a podélnou osou SEM. Po odprašení pomocí FIB v dosud používaných zařízeních má však odprašený povrch sklon, který podmínkám kladeným na efektivní detekci difraktovaných BSE nevyhovuje.

Obvyklé řešení je tedy to, že po odprašení každé vrstvy pomocí FIB se manipulátor se vzorkem nakloní nebo nakloní a pootočí do polohy vhodné pro analýzu EBSD, v níž kolmice k odprašenému povrchu vzorku svírá s podélnou osou SEM úhel větší než 50° a v níž aspoň jedna kolmice k detekční ploše EBSD detektoru leží v rovině dané normálou k odprašenému povrchu a podélnou osou SEM. Po získání EBSD obrazu a před dalším opracováním pomocí FIB se manipulátor se vzorkem zase vrátí do předchozí polohy vhodné pro odprašení další vrstvy pod právě zanalyzovaným povrchem pomocí FIB. Tento postup se musí v každém kroku, tedy po odprašení každé další vrstvy, opakovat, což není příliš výhodné.

Nepříjemné jsou například mechanické nepřesnosti, které vyplývají z opakovaného naklání manipulátoru se vzorkem tam a zpět a které se přenášejí do výsledků analýzy struktury materiálů. Problémy způsobuje také časová prodleva, která je vyvolána dvojitým pohybem manipulátoru se vzorkem v každém kroku.

Podstata vynálezu

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob optimalizace sestavení a nastavení systému pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci zpětně difraktovaných elektronů, které přicházejí z oblasti blízké odprašovanému povrchu. Systém, který se sestavuje a nastavuje, je tvořen rastrovacím elektronovým mikroskopem SEM s tubusem SEM s podélnou osou SEM. Tento SEM je vybaven mimo jiné EBSD detektorem zpětně difraktovaných elektronů s podélnou osou EBSD a detekční plochou EBSD a zařízením FIB pro vytváření fokusovaného iontového svazku. Součástí zařízení FIB je tubus FIB s podélnou osou FIB. Je zde definovaná rovina daná podélnou osou SEM a zdrojem iontů na podélné ose FIB. První a druhý směr rastrování fokusovaným iontovým svazkem jsou dány přímkami, které rastrující paprsek fokusovaného iontového svazku vytíná v rovinách kolmých na podélnou osu FIB tubusu FIB. První směr rastrování fokusovaným iontovým svazkem je rovnoběžný s povrchem vzorku odprašovaným tímto iontovým svazkem. Tento povrch je pak určen pro následnou analýzu pomocí EBSD detektoru. Podstatou optimalizace sestavení a nastavení systému je, že se stanoví úhel α , který svírá první směr rastrování s rovinou danou podélnou osou SEM a zdrojem iontů na podélné ose FIB, tak, že tento úhel musí být větší než 0° a zároveň menší než 90° . Poté se v rámci tohoto rozmezí velikostí úhlu α a s ohledem na rozměrové parametry celého systému, který se sestavuje a nastavuje, určí pomocí konstrukčního softwaru, výpočtem a/nebo graficky taková kombinace úhlu α a polohy detekční plochy EBSD detektoru, při které kolmice k odprašovanému povrchu vzorku vedená průsečíkem podélné osy SEM tubusu SEM s odprašeným povrchem svírá s podélnou osou SEM tubusu SEM úhel γ ležící ve shora otevřeném intervalu (50° ; 90°). Současně je detekční plocha EBSD detektoru orientována do prostorového úhlu s dostatečnou hustotou zpětně difraktovaných elektronů. Takto navržený systém se sestaví a nastaví tak, že EBSD detektor s detekční plochou se umístí do polohy zjištěné pomocí konstrukčního softwaru, výpočtem a/nebo graficky. V zařízení FIB se pootočí první směr rastrování fokusovaným iontovým svazkem o navržený úhel α vůči rovině dané podélnou osou SEM a zdrojem iontů na podélné ose FIB. Poté již následuje operace odprašení povrchové vrstvy pomocí zařízení FIB a následně detekce zpětně difraktovaných elektronů pomocí EBSD detektoru, a to při neměnné poloze vzorku. Poslední dva kroky, tedy odprašení a následnou detekci zpětně difraktovaných elektronů, lze provádět opakovaně, což lze s výhodou použít při tzv. 3D EBSD analýze napříč vzorkem.

Výhodné je, je-li úhel (γ) blízký hodnotě 70° .

Systém pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci zpětně difraktovaných elektronů sestavený a nastavený výše uvedeným způsobem sestává z rastrovacího elektronového mikroskopu SEM s tubusem SEM, ze zařízení FIB pro vytváření fokusovaného iontového svazku s tubusem FIB pro odprašování vzorku a z EBSD detektoru zpětně difraktovaných elektronů. Vzorek, EBSD detektor zpětně difraktovaných elektronů a rastrovací elektronový mikroskop SEM jsou navzájem uspořádány tak, že alespoň jedna kolmice na detekční plochu EBSD detektoru protíná podélnou osu SEM tubusu SEM v oblasti vzorku. Tato kolmice na detekční plochu EBSD detektoru je kolmá na podélnou osu SEM tubusu SEM. Vzorek, rastrovací elektronový mikroskop SEM a zařízení FIB jsou navzájem uspořádány tak, že podélná osa FIB tubusu FIB protíná podélnou osu SEM tubusu SEM v oblasti vzorku. Podstatou systému pak je sestava, kde podélná osa FIB tubusu FIB svírá s podélnou osou SEM tubusu SEM úhel $\beta=55^\circ$, a kde dále průměty podélné osy FIB tubusu FIB a libovolné kolmice na detekční plochu EBSD

detektoru do roviny kolmé na podélnou osu SEM tubusu SEM svírají úhel $\phi=101, 8^\circ$ a kde zároveň povrch vzorku odprášený fokusovaným iontovým svazkem, od jehož povrchové vrstvy jsou detekovány difraktované elektrony, svírá úhel $\alpha = 20^\circ$ s rovinou danou podélnou osou SEM tubusu SEM a zdrojem iontů na podélné ose FIB tubusu FIB.

5

Uvedený nový způsob a zařízení jsou zvláště vhodné pro použití pro trojrozměrnou analýzu zpětně difraktovaných elektronů napříč postupně odprašovaným vzorkem.

10

Výhodou předkládaného vynálezu je, že použité uspořádání umožňuje po odprášení povrchové vrstvy vzorku iontovým svazkem získat EBSD obraz oblasti blízké odprášenému povrchu bez změny polohy manipulátoru se vzorkem.

Přehled obrázků na výkresech

15

Způsob a zařízení pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a detekci zpětně difraktovaných elektronů podle vynálezu budou dále blíže vysvětleny pomocí přiložených výkresů.

20

Obr. 1 trojrozměrně znázorňuje celkové uspořádání zařízení podle předkládaného vynálezu.

Obr. 2 je pohled na vzorek s odpracovanou plochou a tubus SEM ze směru FIB.

25

Obr. 3A znázorňuje směry rastrování FIB používané v dosavadních zařízeních, obr. 3B znázorňuje pootočení těchto směrů dle předkládaného vynálezu oproti směrům dosud obvyklým.

Obr. 4 znázorňuje vzájemné uspořádání tubusu SEM, EBSD detektoru a vzorku ve svislém řezu vedeném v rovině os tubusu SEM a EBSD detektoru.

30

Příklady provedení vynálezu

35

Způsob optimalizace sestavení a nastavení systému pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci elektronů zpětně difraktovaných od odprášeného povrchu se realizuje v uspořádání, které je v celkovém pohledu znázorněno na obr. 1, pomocí zařízení vytvářejícího fokusovaný iontový svazek a rastrovacího elektronového mikroskopu vybaveného detektorem zpětně difraktovaných elektronů. Pro lepší přehlednost jsou v obrázcích znázorněny pouze ty části zařízení, které jsou důležité z hlediska principu předkládaného vynálezu, tedy tubusy SEM a FIB, EBSD detektor a zkoumaný vzorek. Je také třeba mít na paměti, že vůči uspořádání znázorněnému v obrázcích je možná celá řada posunů či pootočení jednotlivých částí zařízení, které nijak nenaruší princip fungování způsobu podle předkládaného vynálezu. Proto se tento popis nebude například zabývat ani tím, v jaké výšce a pod jakým sklonem vůči horizontále je umístěna detekční plocha 3.2 EBSD detektoru 3 vůči umístění tubusu SEM 1, ani velikostí této plochy. Tyto parametry jsou zvoleny s ohledem na typ analýz, k nimž bude zařízení používáno, a na princip fungování vynálezu nemají vliv. Způsob dle předkládaného vynálezu by fungoval i v případě, kdy by byl použit více než jeden EBSD detektor.

40

45

50

V obr. 1 je znázorněn tubus SEM 1 a jeho podélná osa SEM 1.1 tubus FIB 2 s podélnou osou FIB 2.1, úhel β sevřený podélnou osou SEM 1.1 a podélnou osou FIB 2.1 v konkrétním navrženém systému, vzorek 4, odprášený povrch 4.1 vzorku 4, kolmice 4.2 na tento povrch vedená v bodě průsečíku podélné osy SEM 1.1 s odprášeným povrchem 4.1, EBSD detektor 3 a jedna z kolmic na jeho detekční plochu 3.2, které protínají podélnou osu SEM 1.1 tubusu SEM 1. Takových kolmic je samozřejmě nekonečně mnoho, ale pro lepší názornost z nich byla vybrána jedna

a ta byla v obrázcích označena jako kolmice 3.1. Dále je v obr. 1 znázorněn i úhel γ sevřený kolmicí 4.2 na odprášený povrch 4.1 vzorku 4 s podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1. Rovněž je zakreslen úhel ϕ , který svírá průmět kolmice 3.1 do roviny kolmé na podélnou osu SEM 1.1 s průmětem podélné osy FIB 2.1 do téže roviny.

5

Svislý řez zařízením v oblasti EBSD detektoru 3 je na obr. 4. Je zde v detailu znázorněna detekční plocha 3.2 EBSD detektoru 3. Pro dobré výsledky EBSD analýzy je třeba zajistit, aby na tuto detekční plochu 3.2 EBSD detektoru 3 dopadl co největší počet zpětně difraktovaných elektronů, jinak řečeno, aby detekční plocha 3.2 byla obrácena směrem do prostorového úhlu s velkou hustotou elektronů difraktovaných od vzorku. Tento prostorový úhel je se určí s ohledem na prostorové rozložení zpětně difraktovaných elektronů, které závisí na úhlu α udávajícím sklon odprášené plochy vzorku, přičemž tento úhel je blíže popsán níže a znázorněn v obr. 2 a 3B, ale i na dalších parametrech, jako je např. materiál vzorku. Umístění a velikost detekční plochy 3.2 EBSD detektoru 3 přitom musejí zaručit přiměřený signál pro všechny typy vzorků, aniž je nutné vzorkem 4 či detekční plochou 3.2 jakkoli pohybovat.

10

15

Zároveň je třeba zajistit dostatečnou výtěžnost difraktovaných BSE. Úhel γ pro dobrou výtěžnost difraktovaných BSE, měřený mezi kolmicí 4.2 na odprášený povrch 4.1 vzorku a podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1, má hodnotu v ležící ve shora otevřeném intervalu (50° ; 90°), nejlépe pak kolem 70° .

20

První směr 5, resp. 5.1 rastrování fokusovaným iontovým svazkem a druhý směr 6, resp. 6.1 rastrování fokusovaným iontovým svazkem se definují jako přímky, které rastrující paprsek fokusovaného iontového svazku vytíná v rovinách 8 kolmých na podélnou osu FIB 2.1 tubusu FIB 2 zařízení vytvářejícího fokusovaný iontový svazek, viz obr. 2, 3A, 3B. Přitom obr. 3A se směry rastrování 5.1, 6.1 odpovídá doposud používaným zařízením, obr. 3B zachycuje nové směry rastrování, a to první směr rastrování 5 a druhý směr rastrování 6 dle předkládaného vynálezu. Pro úhel α znázorněný v obr. 2 a 3B přitom platí: $0 < \alpha < 90^\circ$. Rovina 7 znázorněná v obrázcích je dána osou SEM 1.1 tubusu SEM 1 rastrovacího elektronového mikroskopu a zdrojem iontů na podélné ose FIB 2.1 tubusu FIB 2 zařízení FIB. První směr 5 rastrování fokusovaným iontovým svazkem dle předkládaného vynálezu je přitom rovnoběžný s odprašovaným povrchem 4.1 vzorku 4, viz obr. 2.

25

30

Jak je ukázáno v obrázcích 2 a 3B, při novém způsobu podle předkládaného vynálezu první směr 5 rastrování fokusovaným iontovým svazkem, který odprašuje plochu, která bude následně zkoumána pomocí detektoru zpětně difraktovaných elektronů, svírá úhel α splňující podmínku $0^\circ < \alpha < 90^\circ$ s rovinou 7 danou podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1 rastrovacího elektronového mikroskopu a zdrojem iontů na podélné ose FIB 2.1 tubusu FIB 2 zařízení FIB. Princip předkládané metody se tedy liší od doposud používaných metod pootočením prvního směru 5 rastrování FIB, který je rovnoběžný s povrchem určeným pro následnou EBSD analýzu, mimo roviny rovnoběžné s rovinou 7. Úhel, který svírají první směr rastrování 5 a druhý směr rastrování 6 rastrování, je v obrázku 3B 90° , což ale není pro fungování zařízení nezbytné. Podstatný je náklon prvního směru 5 rastrování o úhel α , $0 < \alpha < 90^\circ$, jenž určuje náklon plochy odprášené pomocí FIB, která bude dle předkládaného vynálezu následně analyzována pomocí EBSD detektoru. Tento náklon vede k tomu, že lze nalézt takové vzájemné uspořádání tubusu SEM 1, tubusu FIB 2 a detekční plochy 3.2 EBSD detektoru 3, které umožní provádět odprášení povrchové vrstvy vzorku 4 pomocí FIB a poté i EBSD analýzu nově vzniklého povrchu 4.1 tak, že kolmice 4.2 k odprášenému povrchu 4.1 svírá s podélnou osou SEM 1.1 úhel γ , který zaručuje dostatečný výtěžek difraktovaných BSE a jehož optimální hodnoty jsou uvedeny výše, a zároveň detekční plocha 3.2 EBSD detektoru 3 leží v oblasti s dostatečnou hustotou difraktovaných elektronů, přičemž poloha všech částí zařízení a zejména poloha vzorku 4 zůstává při opracování pomocí FIB i při analýze pomocí EBSD detektoru neměnná.

35

40

45

50

Pro získání informací o krystalografické struktuře napříč vzorkem 4, což se někdy nazývá „tří-rozměrná EBSD analýza“, lze postup opakovat po malých krocích, tzn. po odprášení každé sub-mikronové vrstvy lze nově získaný povrch, který svírá s rovinou danou podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1 a zdrojem iontů na podélné ose FIB 2.1 tubusu FIB 2 zařízení FIB úhel α , splňující podmínku $0^\circ < \alpha < 90^\circ$, analyzovat pomocí EBSD, a to stále bez jakékoli změny polohy vzorku 4. Díky tomu jsou odstraněny mechanické nepřesnosti i časová prodleva typické pro jiná uspořádání, která se dosud používala pro tuto aplikaci, a při nichž bylo nutné mezi FIB opraco-

váním a EBSD analýzou měnit polohu vzorku 4.

Volba konkrétní velikosti úhlu pootočení prvního směru 5 rastrování pomocí FIB, tzn. volba úhlu α , je samozřejmě svázána s volbou uspořádání EBSD detektoru 3, tubusu SEM 1 a tubusu FIB 2 zařízení FIB. V konfiguraci znázorněné na obrázcích, tzn. při kolmosti SEM 1.1 tubusu SEM 1 na kolmice k detekční ploše 3.2 EBSD detektoru 3, přičemž alespoň jedna z kolmic na detekční plochu 3.2 protíná podélnou osu SEM 1.1 v oblasti vzorku 4, jsou hlavní parametry celkového uspořádání dány úhlem ϕ - tento úhel svírá průmět podélné osy FIB 2.1 tubusu FIB 2 zařízení FIB do roviny kolmé na podélnou osu SEM 1.1 tubusu SEM 1 a průmět kolmice 3.1 na detekční plochu 3.2 EBSD detektoru 3 do téže roviny - a úhlem β , což je úhel sevřený podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1 a podélnou osou FIB 2.1 tubusu FIB 2 zařízení FIB. V případě konfigurace odlišné od výše popsané by mohlo být potřebných parametrů celkového uspořádání i více.

Konkrétní uspořádání EBSD detektoru 3, tubusu SEM 1 a tubusu FIB 2 souvisí s prostorovými možnostmi, danými např. parametry komory a rozměry připojených zařízení. Tyto podmínky mohou být v každém mikroskopu trochu jiné, princip předkládaného vynálezu je ale ve všech případech stejný a opírá se o to, že první směr 5 rastrování pomocí FIB, který je rovnoběžný s povrchem 4.1 odprášeným pro následnou EBSD analýzu, svírá úhel α splňující podmínku $0^\circ < \alpha < 90^\circ$ s rovinu 7 danou zdrojem iontů na podélné ose FIB 2.1 tubusu FIB 2 a podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1.

Pro konkrétní mikroskop s danými rozměrovými parametry se pak určí, nejlépe pomocí vhodného konstrukčního softwaru, popř. též výpočtem a/nebo grafickou konstrukcí, taková kombinace úhlu α , který svírá odprašovaný povrch 4.1 s rovinou 7, a vzájemné polohy EBSD detektoru 3, tubusu 2 zařízení FIB a tubusu 1 SEM, při které bude kolmice 4.2 k odprášenému povrchu 4.1 vzorku 4 svírat s podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1 úhel γ ležící ve shora otevřeném intervalu (50° ; 90°), ideálně blízký 70° , který zaručí dobrou výtěžnost difraktovaných elektronů, a při které bude detekční plocha 3.2 EBSD detektoru 3 obrácena do prostorového úhlu s dostatečnou hustotou zpětně difraktovaných elektronů.

Pro výše uvedený způsob pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci elektronů zpětně difraktovaných od odprášeného povrchu bylo zkonstruováno nové zařízení. Dále bude uvedena konkrétní sada parametrů pro jednu konkrétní polohu povrchu odprašovaného pomocí FIB a jedno konkrétní prostorové uspořádání mikroskopu a připojených zařízení, jež splňuje podmínku pro velkou výtěžnost difraktovaných BSE, které dopadnou na detekční plochu 3.2 EBSD detektoru 3, přičemž mezi odprášením povrchu pomocí FIB a jeho následnou EBSD analýzou není nutné jakkoli pohybovat vzorkem. Toto uspořádání je jen jednou z mnoha možných konfigurací předkládaného vynálezu, který se zdaleka neomezuje jen na toto příkladné provedení, protože princip pootočení povrchu 4.1 odprašovaného pomocí FIB tak, že tato plocha svírá úhel α splňující podmínku $0^\circ < \alpha < 90^\circ$ s rovinu 7 danou zdrojem iontů na podélné ose 2.1 tubusu 2 zařízení FIB a podélnou osou 1.1 tubusu 1 SEM, lze s úspěchem aplikovat na zařízení s mnoha různými parametry. A právě díky tomuto principu je možné provádět EBSD analýzu po odprášení pomocí FIB bez jakékoli změny polohy vzorku 4.

Parametry příkladného uspořádání zařízení, které je jen jedním z mnoha, jež mohou splňovat principy popsané u navrženého způsobu, jsou uvedeny níže, přičemž všechna označení, na něž se odvoláváme, jsou zakreslena v obrázcích.

Podélná osa SEM 1.1 tubusu SEM 1 je kolmá na kolmice k detekční ploše 3.2 EBSD detektoru 3, z nichž některé protínají podélnou osu SEM 1.1 tubusu SEM 1 rastrovacího elektronového mikroskopu v oblasti vzorku 4. Podélná osa FIB 2.1 tubusu FIB 2 zařízení vytvářejícího fokusovaný iontový svazek protíná podélnou osu SEM 1.1 tubusu SEM 1 rovněž v oblasti vzorku 4. Úhel náklonu β podélné osy FIB 2.1 tubusu FIB 2 vůči podélné ose SEM 1.1 tubusu SEM 1 je roven 55° . Pro splnění podmínky kladené na úhel γ sevřený kolmicí 4.2 na odprášený povrch 4.1 a podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1, aby bylo dosaženo dostatečné výtěžnosti difraktovaných BSE, tzn., že úhel γ by měl ležet ve shora otevřeném intervalu (50° ; 90°), a pro splnění podmínky na orientování detekční plochy 3.2 EBSD detektoru 3 směrem do prostorového úhlu s dostatečnou hustotou difraktovaných BSE, byla s ohledem na prostorové možnosti zařízení pomocí počítačové simulace stanovena následující kombinace dalších parametrů: úhel, který svírá odprášený povrch 4.1, který je určen pro následnou EBSD analýzu, s rovinou 7 danou zdrojem iontů na podélné ose FIB 2.1 tubusu FIB 2 zařízení FIB a podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1, má hodnotu $\alpha = 20^\circ$, úhel ϕ sevřený průmětem podélné osy FIB 2.1 tubusu FIB 2 a průmětem kolmice 3.1 na detekční plochu 3.2 EBSD detektoru 3 do roviny kolmé na podélnou osu SEM 1.1 nabývá hodnoty $\phi = 101,8^\circ$, přičemž některé z kolmic na detekční plochu 3.2 EBSD detektoru 3 leží v rovině dané podélnou osou SEM 1.1 tubusu SEM 1 a kolmicí 4.2 vedenou v bodě průsečíku podélné osy SEM 1.1 s odprášeným povrchem 4.1 vzorku 4, k tomuto odprášenému povrchu 4.1. Výsledkem tohoto uspořádání je, že úhel γ sevřený kolmicí 4.2 na odprášený povrch 4.1 a podélnou osou SEM 1.1 SEM tubusu 1, má hodnotu $73,73^\circ$, což zajišťuje dostatečný výtěžek difraktovaných BSE, a na detekční plochu 3.2 EBSD detektoru 3 dopadá dostatečné množství těchto difraktovaných elektronů, aniž by bylo nutné mezi přípravou povrchu 4.1 pomocí FIB a EBSD analýzou jemu příslušející povrchové vrstvy jakkoli měnit polohu vzorku 4.

Průmyslová využitelnost

Způsob a zařízení pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci elektronů zpětně difraktovaných z oblasti blízké odprášenému povrchu podle předkládaného vynálezu je možné použít všude tam, kde je třeba bez zbytečného zdržení získat co nejpřesnější informace o třidimenzionální krystalové struktuře materiálů. Skutečnost, že mezi odprášením vzorku pomocí FIB a následnou EBSD analýzou není třeba měnit polohu manipulátoru se vzorkem, totiž oproti dosud používaným metodám zpřesňuje výsledky a zrychluje proces jejich získávání.

PATENTOVÉ NÁROKY

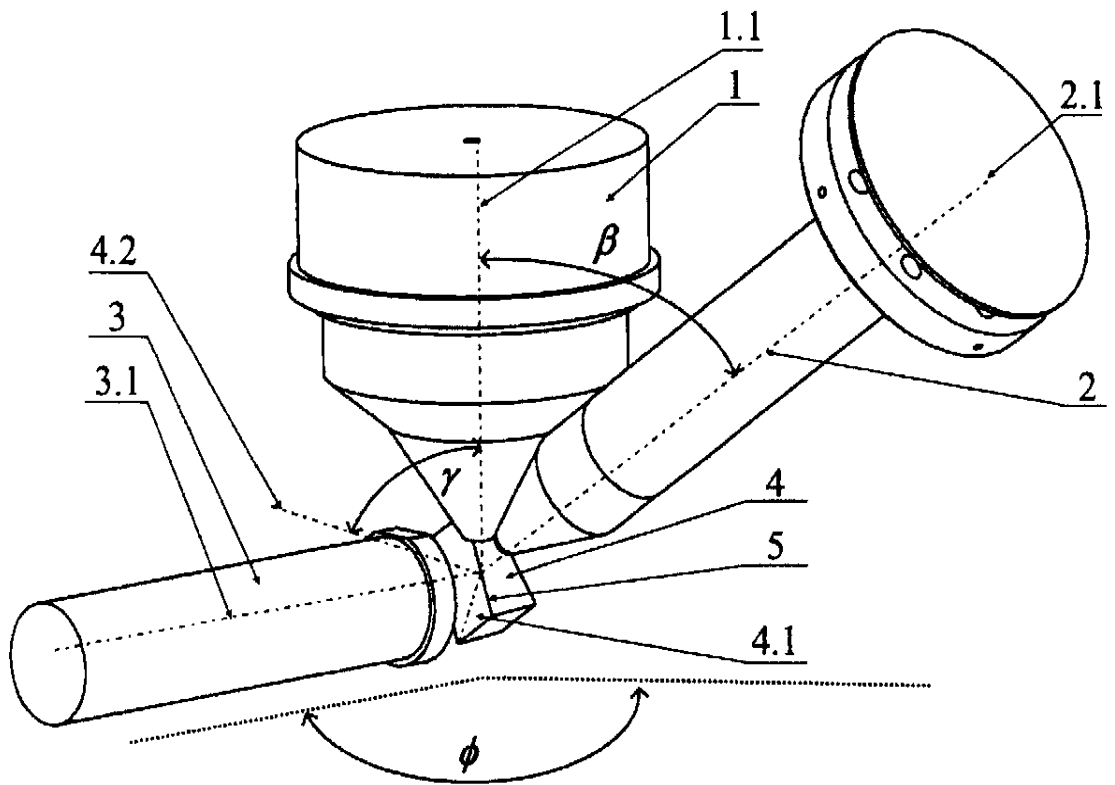
1. Způsob optimalizace sestavení a nastavení systému pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci zpětně difraktovaných elektronů, které přicházejí z oblasti blízké odprášenému povrchu, kde systém je tvořen rastrovacím elektronovým mikroskopem SEM s tubusem SEM (1) s podélnou osou SEM (1.1), kde tento SEM je vybaven mimo jiné EBSD detektorem (3) zpětně difraktovaných elektronů s podélnou osou EBSD (3.1) a detekční plochou (3.2), a zařízením FIB pro vytváření fokusovaného iontového svazku, jehož součástí je tubus FIB (2) s podélnou osou FIB (2.1), kde je definovaná rovina (7) jako rovina daná podélnou osou SEM (1.1) a zdrojem iontů na podélné ose FIB (2.1) a kde dále první směr (5) a druhý směr (6) rastrování fokusovaným iontovým svazkem jsou dány přímkami, které rastrovací paprsek fokusovaného iontového svazku vytíná v rovinách kolmých na podélnou osu FIB (2.1) tubusu FIB (2), a kde první směr (5) rastrování fokusovaným iontovým svazkem je rovno-

běžný s povrchem (4.1) vzorku (4) odprašovaným tímto iontovým svazkem, přičemž tento povrch (4.1) je určen pro následnou analýzu pomocí EBSD detektoru (3), **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se stanoví úhel (α), který svírá první směr rastrování (5) s rovinou (7), tak, že tento úhel musí být větší než 0° a zároveň menší než 90° , následně se v rámci tohoto rozmezí velikostí úhlu (α) a s ohledem na rozměrové parametry celého systému určí pomocí konstrukčního softwaru, výpočtem a/nebo graficky taková kombinace úhlu (α) a polohy detekční plochy (3.2) EBSD detektoru (3), při níž kolmice (4.2) k odprašovanému povrchu (4.1) vzorku (4) vedená průsečíkem podélné osy SEM (1.1) tubusu SEM (1) s odprašeným povrchem (4.1) svírá s podélnou osou SEM (1.1) tubusu SEM (1) úhel (γ) ležící ve shora otevřeném intervalu (50° ; 90°) a zároveň detekční plocha (3.2) EBSD detektoru (3) je orientována do prostorového úhlu s dostatečnou hustotou zpětně difraktovaných elektronů, a takto navržený systém se sestaví a nastaví tak, že EBSD detektor (3) s detekční plochou (3.2) se umístí do polohy zjištěné pomocí konstrukčního softwaru, výpočtem a/nebo graficky a v zařízení FIB se pootočí první směr (5) rastrování fokusovaným iontovým svazkem o navržený úhel (α) vůči rovině (7) pro následnou operaci odprašení povrchové vrstvy pomocí zařízení FIB a následnou detekci zpětně difraktovaných elektronů pomocí EBSD detektoru (3) při neměnné poloze vzorku (4), přičemž poslední dva kroky, tedy odprašení a následnou detekci zpětně difraktovaných elektronů, lze provádět opakovaně.

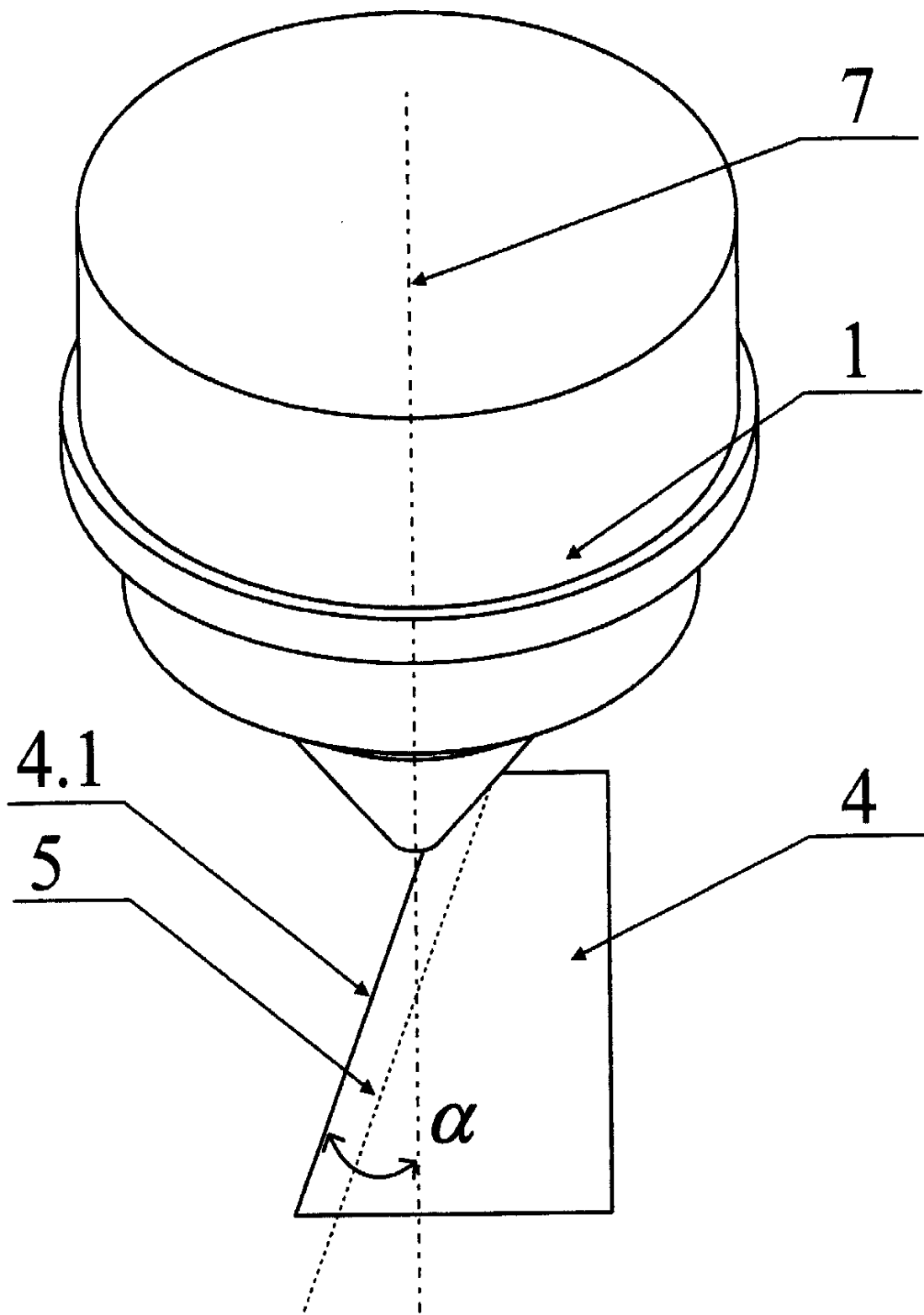
2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že úhel (γ) je blízký 70° .

3. Systém pro odprašování povrchu vzorku fokusovaným iontovým svazkem a pro detekci zpětně difraktovaných elektronů sestavený a nastavený způsobem podle nároku 1 nebo 2, který sestává z rastrovacího elektronového mikroskopu SEM s tubusem SEM (1), ze zařízení FIB pro vytváření fokusovaného iontového svazku s tubusem FIB (2) pro odprašování vzorku (4) a z EBSD detektoru (3) zpětně difraktovaných elektronů, kde vzorek (4), EBSD detektor (3) zpětně difraktovaných elektronů a rastrovací elektronový mikroskop SEM jsou navzájem uspořádány tak, že alespoň jedna kolmice na detekční plochu (3.2) EBSD detektoru (3) zpětně difraktovaných elektronů protíná podélnou osu SEM (1.1) tubusu SEM (1) v oblasti vzorku (4), přičemž tato kolmice na detekční plochu (3.2) EBSD detektoru (3) je kolmá na podélnou osu SEM (1.1) tubusu SEM (1), a kde vzorek (4), rastrovací elektronový mikroskop SEM a zařízení FIB jsou navzájem uspořádány tak, že podélná osa FIB (2.1) tubusu FIB (2) protíná podélnou osu SEM (1.1) tubusu SEM (1) v oblasti vzorku (4), **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že podélná osa FIB (2.1) tubusu FIB (2) svírá s podélnou osou SEM (1.1) tubusu SEM (1) úhel $\beta=55^\circ$, přičemž průměty podélné osy FIB (2.1) tubusu FIB (2) a libovolné kolmice (3.1) na detekční plochu (3.2) EBSD detektoru (3) zpětně difraktovaných elektronů do roviny kolmé na podélnou osu SEM (1.1) tubusu SEM (1) svírají úhel $\phi=101,8^\circ$ a povrch (4.1) vzorku (4) odprašený fokusovaným iontovým svazkem, od jehož povrchové vrstvy jsou detekovány difraktované elektrony, svírá úhel $\alpha = 20^\circ$ s rovinou (7) danou podélnou osou SEM (1.1) tubusu SEM (1) a zdrojem iontů na podélné ose FIB (2.1) tubusu FIB (2).

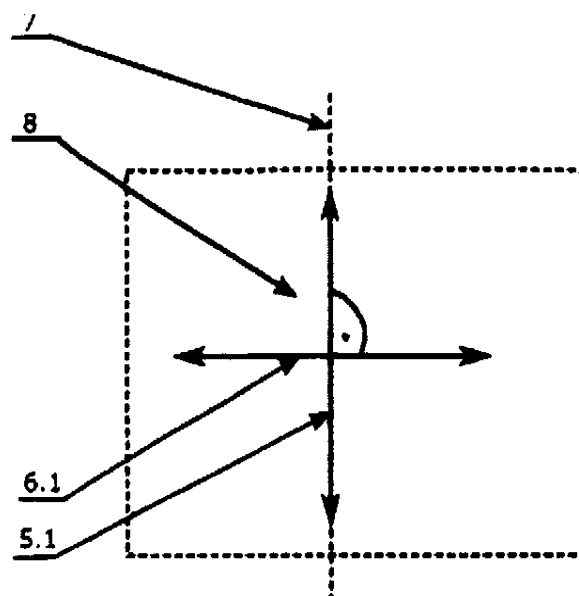
4 výkresy



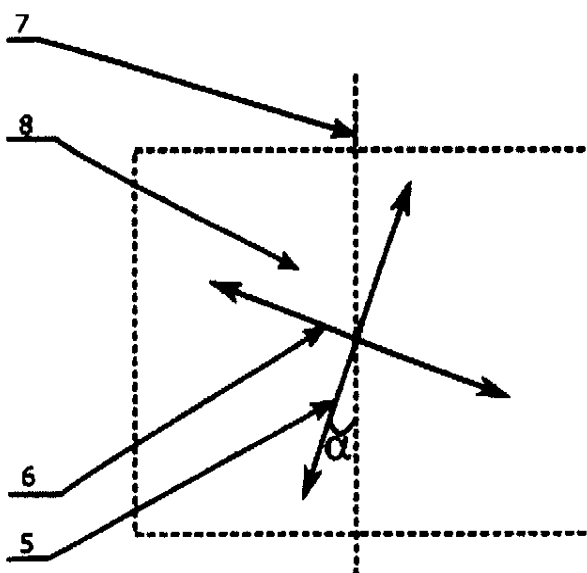
OBR. 1



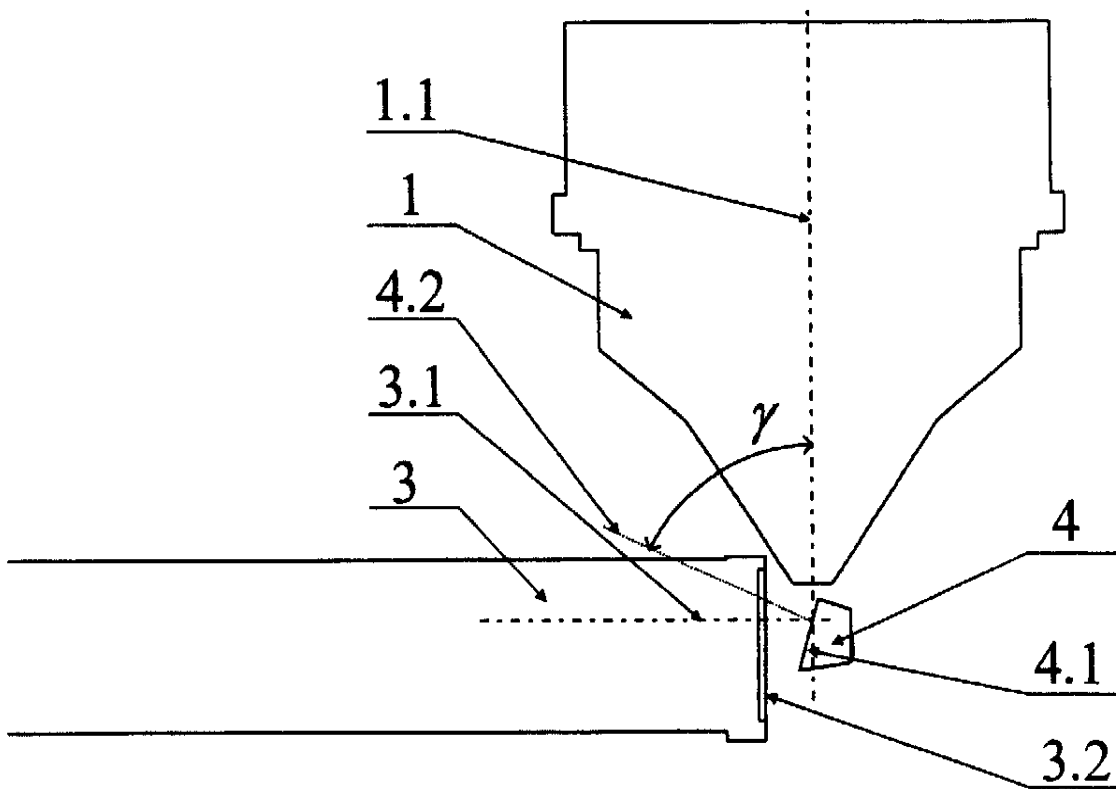
OBR. 2



OBR. 3A



OBR. 3B



OBR. 4

Konec dokumentu