

# PATENTOVÝ SPIS

(19)  
ČESKÁ  
REPUBLIKA



ÚŘAD  
PRŮMYSLOVÉHO  
VLASTNICTVÍ

- (21) Číslo přihlášky: **2011-154**  
(22) Přihlášeno: **23.03.2011**  
(40) Zveřejněno: **06.06.2012**  
(Věstník č. 23/2012)  
(47) Uděleno: **25.04.2012**  
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **06.06.2012**  
(Věstník č. 23/2012)

(11) Číslo dokumentu:

## 303 228

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

*G01N 23/22* (2006.01)  
*G01N 23/225* (2006.01)  
*G01N 23/223* (2006.01)  
*G01N 23/20* (2006.01)  
*G01Q 30/00* (2010.01)  
*H01J 37/26* (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

EP 2321630 A.; US 5065020 A.; US 5481109 A.; US 6751287 B.; EP 2284524 A.; JP 2010164442 A.; US 2008111072 A.; US 20100027748 A.; US 2007187597 A.,

(73) Majitel patentu:

TESCAN a.s., Brno, CZ

(72) Původce:

Motl David Ing., Brno, CZ  
Dokulilová Silvie RNDr. Ph.D., Brno, CZ  
Filip Vojtěch Ing., Brno, CZ

(74) Zástupce:

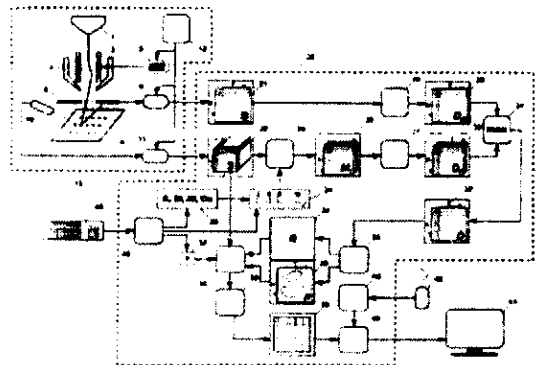
Ing. Hana Dušková, Na Kočově 180, Chotutice, 28103

(54) Název vynálezu:

**Způsob analýzy materiálů fokusovaným elektronovým svazkem s využitím charakteristického rentgenového záření a zpětně odražených elektronů a zařízení k jeho provádění**

(57) Anotace:

Je řešen způsob analýzy materiálů fokusovaným elektronovým svazkem a zařízením k jeho provádění, kdy se vytváří elektronová mapa B popisující intenzitu emise zpětně odražených elektronů v různých bodech na vzorku a spektrální mapa S popisující intenzitu emise rentgenového záření v bodech na vzorku v závislosti na energii záření. Pro vybrané chemické prvky se vytvoří rentgenové mapy  $M_i$  vyjadřující intenzitu rentgenového záření charakteristického pro tyto prvky. Rentgenové mapy  $M_i$  a elektronová mapa B se převedou na diferenční rentgenové mapy  $D_i$ , které se následně sloučí do výsledné diferenční mapy D. Výsledná diferenční mapa D je poté použita pro vyhledání částic. Následně se pro každou částici vypočte kumulované spektrum  $X_i$  rentgenového záření, přičemž body na vzorku na okraji částice mají nižší váhu než body uvnitř částice. Z kumulovaného spektra  $X_i$  se následně pomocí kvantitativní spektroskopické analýzy určí procentuální zastoupení chemických prvků v této částici.



CZ 303228 B6

## Způsob analýzy materiálů fokusovaným elektronovým svazkem s využitím charakteristického rentgenového záření a zpětně odražených elektronů a zařízení k jeho provádění

### 5 Oblast techniky

Předkládaný vynález se týká způsobu a zařízení pro analýzu materiálů fokusovaným elektronovým svazkem s využitím charakteristického rentgenového záření a zpětně odražených elektronů.

10 Navrhované řešení umožňuje provádět rozpoznávání a analýzu nehomogenních materiálů. Částicemi se rozumí spojitě prostorově ohraničené oblasti v blízkosti povrchu vzorku, která se z hlediska detekčních schopností zařízení jeví jako homogenní. Morfologickou analýzou částic se rozumí určení jejich morfologických vlastností, například tvaru nebo plochy. Kvalitativní respektive kvantitativní spektroskopická analýza jsou metody analytické chemie, při nichž se určuje  
15 přítomnost chemických prvků obsažených ve zkoumané látce, respektive jejich procentuální zastoupení, na základě zkoumání charakteristického rentgenového záření. Předkládaný způsob je zvláště vhodný při analýze vzájemných vztahů mezi jednotlivými druhy materiálů obsažených ve zkoumaném vzorku.

20

### Dosavadní stav techniky

Spektroskopická analýza pomocí charakteristického rentgenového záření vznikajícího při interakci fokusovaného svazku urychlených elektronů, které dopadají na povrch zkoumaného vzorku,  
25 s hmotou nacházející se v blízkosti povrchu zkoumaného vzorku je důležitým nástrojem pro studium chemických a fyzikálních vlastností materiálů. Tato analýza se provádí v rastrovacím elektronovém mikroskopu, viz Obr. 1. Elektronový mikroskop 13 vytváří v trysce 1 svazek urychlených elektronů 2, který se vychyluje pomocí dvojice tak zvaných vychylovacích cívek 3 tak, že dopadá postupně na vzorek 4 v různých bodech. Proudů vychylovacími cívkami 3 jsou řízeny vychylovacími obvody 5, jež generují vychylovací signál podle předem známého předpisu, nejčastěji v pravidelné pravouhlé mřížce. Při dopadu urychlených elektronů na povrch vzorku 4  
30 dochází k interakcím mezi dopadajícími elektrony a materiálem, který se nachází v blízkosti povrchu vzorku. Při interakcích mezi urychlenými elektrony a materiálem vzniká několik druhů produktů, přičemž pro studium chemických vlastností materiálů jsou důležité zejména dva z nich,  
35 a to zpětně odražené elektrony 6, označují se zkratkou BSE (back-scattered electrons), a rentgenové záření 7.

Zpětně odražené elektrony jsou elektrony dopadajícího svazku, jež po pružných srážkách s atomy materiálu opustí vzorek s poměrně malou ztrátou energie oproti té, s jakou na vzorek dopadly.  
40 Pravděpodobnost, že dojde k pružné srážce, závisí silně na atomovém čísle  $Z$  materiálu. Odražené elektrony mohou dále postupovat různé typy interakcí s dalšími atomy v okolí, až nakonec některé z nich vzorek opustí. K interakcím dochází tedy v určitém objemu pod povrchem vzorku, v tak zvaném interakčním objemu. Poměr mezi počtem elektronů dopadajících na povrch vzorku a počtem elektronů, které vzorek opět opustí s přibližně stejnou energií, se nazývá emisivita  
45 zpětně odražených elektronů, v literatuře se označuje jako  $\eta$ . Tato veličina je také závislá na atomovém čísle  $Z$ . U materiálů, které jsou složeny z více druhů, atomů platí následující rovnice, kterou publikoval Heinrich ve sborníku Proceedings of the 4<sup>th</sup> International Conference on X-ray Optics and Microanalysis v roce 1966.

50

$$\eta = \sum_i C_i \eta_i$$

kde  $\eta$  je emisivita zpětně odražených elektronů ve složeném materiálu,  $C_i$  je hmotnostní procentuální zastoupení prvku  $i$  ve složeném materiálu a  $\eta_i$  je emisivita zpětně odražených elektronů v materiálu skládajícím se pouze z prvku  $i$ . Intenzita zpětně odražených elektronů se měří pomocí

detektoru 8 zpětně odražených elektronů, analogový signál z detektoru 8 zpětně odražených elektronů se převádí do číslicové podoby pomocí analogově-číslcového převodníku 9 a na základě informací na jeho výstupu se v paměti počítače vytváří obraz reprezentující rozložení intenzity zpětně odražených elektronů v bodech na vzorku.

5

Energiově-disperzní rentgenová spektroskopie, zkráceně EDS, je jednou z metod pro studium chemických vlastností materiálů s využitím charakteristického rentgenového záření, které je dalším produktem interakce mezi urychlenými elektrony svazku a materiálem vzorku. Elektrony se v atomu nachází v tak zvaném elektronovém obalu. Stav elektronu v atomu nemůže být libovolný, elektron se nachází v jedním z diskretních stavů. Stav elektronu se popisuje pomocí čtyř tak zvaných kvantových čísel. Kinetická energie elektronu je dána tím, na jakém atomovém orbitálu jakého atomu se elektron nachází. V základním stavu jsou podle tzv. výstavbového principu elektrony v obalu uspořádány tak, že zaujímají místa na orbitalech s nejnižší energií, přičemž na jednom orbitálu se mohou současně nacházet pouze dva elektrony. Elektron svazku dopadajícího na vzorek má dostatečnou kinetickou energii na to, aby mohl, s určitou pravděpodobností, předat část své kinetické energie jednomu z elektronů nacházejících se na jednom z orbitalů. Vybuzený elektron orbital opustí, přičemž po sobě zanechá prázdné místo. Ve velmi krátkém čase, řádově jednotky pikosekund, se atom vrátí do základního stavu tím, že jeden z elektronů z orbitalu s vyšší energií zaplní uvolněné místo, přičemž uvolní část své vazebné energie ve formě fotonu rentgenového elektromagnetického záření. Protože jsou orbitaly diskretní, energie vygenerovaného fotonu nemůže být libovolná, ale odpovídá rozdílu mezi energií orbitalu, kde se elektron původně nacházel a energií orbitalu, ve kterém při interakci vzniklo volné místo. Energie atomového orbitalu je jedinečná pro každý chemický prvek, a proto každý prvek emituje při expozici svazkem urychlených elektronů fotony s energiemi, které jsou pro daný prvek charakteristické. Toto záření se proto nazývá charakteristické rentgenové záření. Fotony rentgenového záření podstupují další interakce s materiálem, některé z nich materiál opustí a mohou být zachyceny detektorem rentgenového záření. V EDS se používá energiově-disperzní detektor 10 rentgenového záření, ve kterém se při dopadu rentgenového fotonu na jeho aktivní povrch z mění napětí na jeho výstupu, přičemž velikost změny napětí je úměrná energii fotonu. Pulzní procesor 11 je elektronické zařízení, které převádí analogový signál z výstupu energiově-disperzního detektoru 10 rentgenového záření do číslicové podoby. V paměti počítače se na základě těchto zpráv vytváří histogram, označuje se jako spektrum, které vyjadřuje počet detekovaných fotonů, jejichž energie spadá do předem definovaných úzkých intervalů. Tak jak bylo uvedeno dříve, v materiálu vznikají fotony rentgenového záření charakteristické pro prvek nebo prvky v něm obsažené, četnost detekce fotonů s charakteristickými energiemi je tedy vyšší než ostatních fotonů; energiově-disperzní spektrum obsahuje proto emisní čáry odpovídající chemickým prvkům obsaženým ve vzorku. Není-li materiál homogenní, je nutné vzít v úvahu, že ke generování záření dochází opět v určitém interakčním objemu pod povrchem vzorku, jenž je obecně větší než interakční objem, ve kterém vznikají zpětně odražené elektrony. Tento efekt je významný zejména tehdy, když elektronový svazek dopadá na rozhraní více oblastí s odlišným chemickým složením. Pozorované rentgenové záření odpovídá v takovém případě kombinaci spekter z těchto oblastí.

35

40

45

50

Kvantitativní spektroskopická analýza je metoda analytické chemie, při níž se určuje procentuální zastoupení chemických prvků obsažených ve zkoumané látce na základě zkoumání charakteristického rentgenového záření. Při kvantitativní spektroskopické analýze založené na energiově-disperzním spektru se pro každý chemický prvek ve zkoumané látce určí poměr změřené intenzity záření o energii charakteristické pro tento prvek a intenzity záření o stejné energii pro látku, jež se skládá pouze z atomů tohoto prvku. Na vypočtené hodnoty se musí aplikovat korekce, které popisují míru absorpce a opětovné emise (fluorescence) rentgenového záření, tyto korekce se v literatuře souhrnně označují jako ZAF korekce. Pro zjednodušení výpočtů se při analýze obvykle předpokládá, že zkoumaný materiál je homogenní.

55

Při analýze nehomogenních materiálů se používá technika v literatuře označovaná jako rentgenové mapování. Mapování se obvykle provádí tak, že elektronový svazek je postupně vychylován do různých bodů na vzorku. Řídící jednotka 12 zajišťuje synchronizaci obvodů pro vychylování

svazku a pulzního procesoru 11. Díky této synchronizaci lze určit místo na vzorku, z něhož detekované rentgenové záření pochází. Tímto způsobem lze získat rentgenová spektroskopická data s prostorovým rozlišením. Nejjednodušší technikou rentgenového mapování je metoda označovaná jako bodové mapování (angl. dot mapping). Při této metodě se předem stanoví interval energií rentgenového záření. Výsledek mapování se zobrazuje ve formě dvojrozměrného obrazu, ve kterém černé respektive bílé vody odpovídají místům na vzorku, kde počet detekovaných událostí za jednotku času spadající do stanoveného intervalu energií je nižší respektive vyšší než předem stanovený práh. Přesnější informace o chemickém složení heterogenních vzorků poskytuje technika označovaná jako kompoziční mapování (angl. compositional mapping). Při této metodě se využívá kvantitativní spektroskopické analýzy aplikované na spektroskopická data získaná v každém bodě na vzorku. Nezbytnou podmínkou pro použití kompozičního mapování je dostatek spektroskopických dat pro kvantitativní analýzu. Tuto podmínku není jednoduché splnit, protože signál z detektoru EDS je relativně slabý vzhledem k rozlišení map používaných při částicové analýze. Jedno z možných řešení je kombinace spektroskopických dat získaných z více bodů na vzorku.

Klíčovou součástí automatického částicového spektroskopického analyzátoru založeného na kompozičním mapování je segmentace obrazu. V počítačové grafice se segmentací obrazu rozumí soubor technik pro rozdělení obrazu do oddělených oblastí. Těchto technik byla v minulosti publikována celá řada. Některé z publikovaných metod jsou založeny na transformaci, která je v literatuře označována anglickým termínem watershed. Její původní ideu představili Beucher a Lantuéjoul v článku „Use of watersheds in contour detection“ publikovaném v září 1979 ve sborníku z konference International Workshop on Image Processing v Rennes. Tato transformace je založena na myšlence, že jednobáňový (šedotónový) obraz lze chápat jako topografický reliéf, kde hodnota bodu v obraze odpovídá výšce bodu nad základní rovinou. Reliéf je postupně zaplaven vodou, v nízko položených místech, odpovídajících lokálním minimům ve vstupním obraze, se vytváří bazény. Tam, kde by se bazény spojily, se mezi nimi buduje hráz. Výsledkem postupu je obraz rozdělený do souvislých oblastí, které se vytváří tam, kde se vstupním obraze jsou nižší hodnoty než v okolí. Z předchozího textu vyplývá, že vstupem transformace watershed je jednobáňový diferenční obraz, v němž hodnoty pixelů odpovídají velikosti gradientu v originálním obraze, neboť v takových místech vytváří transformace watershed hranice mezi oblastmi. Rozšíření této metody pro aplikaci transformace na vícebáňový obraz lze najít například v příspěvku „A Multichannel Watershed-Based Segmentation Method for Multispectral Chromosome Classification“ publikovaném Karvelisem v IEEE Transactions on Medical Imaging, svazek 27, číslo 5, kde se tato technika používá při klasifikaci chromozómů v obraze získaném vícebáňovou fluorescenční zobrazovací metodou.

Analýze nehomogenních materiálů v rastrovacím elektronovém mikroskopu se věnuje například patent US 7,490,009. Popsané zařízení sbírá spektroskopická data pomocí energiově-disperzního spektrometru. Porovnáním získaných dat s předdefinovanou sadou spektrálních kategorií provádí zařízení nejprve přiřazení jednotlivých měřicích bodů do předdefinovaných spektrálních kategorií. Na základě těchto kategorií se následně vytváří souvislé skupiny bodů a z nich částice. Nevýhodou uvedeného řešení je nutnost definovat velké množství spektrálních kategorií, neboť díky velikosti interakčního objemu pro rentgenové záření, které je srovnatelné se vzdáleností sousedních měřicích bodů, dochází v blízkosti rozhraní dvou částic k emisi rentgenového záření v obou částicích. Spektroskopická data jsou v takovém případě zkreslena, neboť detekované charakteristické rentgenové záření pochází v tomto bodě ze dvou chemicky různých materiálů, správná klasifikace je v takovém případě obtížná. Navíc, pro správnou klasifikaci je nutné nasbírat v každém měřicím bodě dostatečné množství dat, což je časově náročné. Další nevýhodou zařízení je to, že detekce částic je založena na klasifikaci prováděné na základě spektrálních dat a nevyužívá informace z detektoru zpětně odražených elektronů.

Při segmentaci obrazu je vhodné využít informace získané z obou typů detektorů. Interakční objem zpětně odražených elektronů je obecně menší než interakční objem rentgenového záření, hranice mezi částicemi jsou proto v elektronovém obraze definovány lépe než v obraze vytvoře-

ném pouze na základě rentgenových dat. Naopak, je-li segmentace obrazu založena pouze na obraze z detektoru BSE, takové zařízení není schopné určit hranici mezi dvěma materiály, které mají velmi blízkou hodnotu koeficientu  $\eta$ , tyto materiály totiž nelze odlišit pouze na základě porovnání úrovně intenzity zpětně odražených elektronů.

5 Před segmentací obrazu pomocí transformace watershed se používá druhá transformace, která se nazývá detekce hran. Jejím účelem je transformovat vstupní obraz tak, aby v místě, kde je přechod mezi dvěma oblastmi s různou intenzitou, byly hodnoty ve výstupním obraze vyšší než v okolních bodech. Výsledkem transformace je opět jednokanálový (šedotónový) obraz stejných rozměrů jako vstupní obraz. Lze dokázat, že detekci hran v obraze lze realizovat pomocí dvou konvolucí původního obrazu  $I$  s maticí  $F_x$  respektive  $F_y$ .

$$F_x = \begin{pmatrix} -1 & -2 & -1 \\ 0 & 0 & 0 \\ +1 & +2 & +1 \end{pmatrix} \quad F_y = \begin{pmatrix} +1 & 0 & -1 \\ +2 & 0 & -2 \\ +1 & 0 & -1 \end{pmatrix}$$

15 Výsledkem konvolucí je vektorové pole  $G$ , které se skládá ze dvou složek  $G_x$  a  $G_y$ . Výstupem je obraz  $H$ , který v každém bodě  $H(x, y)$  obsahuje velikost vektoru  $G(x, y)$ . Tato transformace se v literatuře označuje jako Sobelův operátor.

$$G = (G_x, G_y) = (I * F_x, I * F_y) \quad H = |G| = \sqrt{G_x^2 + G_y^2}$$

#### 20 Podstata vynálezu

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob analýzy materiálů fokusovaným elektronovým svazkem v rastrovacím elektronovém mikroskopu a zařízení k jeho provádění. Způsob vychází z toho, že se nejprve odborným odhadem stanoví přiměřeně velká množina  $P$  chemických prvků, dále jen množina  $P$ , které se ve zkoumaném vzorku mohou vyskytovat. Pro každý prvek  $p_i$  z množiny  $P$  se určí interval  $I_i$  energií rentgenových fotonů odpovídající jedné z emisních čar tohoto prvku. Poté se fokusovaný elektronový svazek vychyluje postupně do bodů na zkoumaném vzorku a v těchto bodech se zjišťuje intenzita zpětně odražených elektronů za účelem vytvoření elektronové mapy  $B$  a zjišťuje se histogram energií rentgenového záření emitovaného v tomto bodě za účelem vytvoření spektrální mapy  $S$ . Podstatou nového způsobu je, že se pro každý prvek  $p_i$  z množiny  $P$  vytvoří rentgenová mapa  $M_i$ , kde hodnoty  $M_i(x, y)$  uložené v mapě  $M_i$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají intenzitě rentgenového záření o energii v intervalu  $I_i$  emitovaného v těchto bodech. Poté se rentgenové mapy  $M_i$  převedou na diferenční rentgenové mapy  $D_i$ , kde hodnoty  $D_i(x, y)$  uložené v mapě  $D_i$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají velikosti gradientu intenzity rentgenového záření o energii v intervalu  $I_i$  v těchto bodech. Současně se elektronová mapa  $B$  převede na diferenční elektronovou mapu  $D_B$ , kde hodnoty  $D_B(x, y)$  uložené v mapě  $D_B$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají velikosti gradientu intenzity zpětně odražených elektronů v těchto bodech. V dalším kroku se diferenční rentgenové mapy  $D_i$  a diferenční elektronová mapa  $D_B$  sloučí do výsledné diferenční mapy  $D$ . Následně se pomocí transformace watershed aplikované na diferenční mapu  $D$  provede segmentace obrazu za účelem vyhledání částic. Výsledkem této operace je množina  $Q$  částic, dále jen množina  $Q$ , kde každé částici je přiřazeno pořadové číslo  $j$ , a mapa  $R$  rozložení částic, kde hodnoty  $R(x, y)$  uložené v mapě  $R$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají pořadovému číslu částice. Odborným odhadem se stanoví hodnota koeficientu  $a$ , což je hodnota ovlivňující váhu okrajových bodů ve váženém průměru, a pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  se váženým průměrem určí ze spektrální mapy  $S$  za pomoci koeficientu  $a$  spektrum  $X_j$  rentgenového záření, kde hodnoty  $X_j(E)$  uložené ve spektru  $X_j$  jsou kumulované intenzity rentgenového záření o energii  $E$ . Nakonec se kvantitativní spektroskopickou analýzou spektra  $X_j$

určí koncentrace chemických prvků obsažených ve zkoumaném vzorku v místě, kde se nachází částice  $q_j$ .

5 Další možností je, že se odborným odhadem stanoví hodnoty koeficientů  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ , což jsou hodnoty představující minimální a maximální předpokládanou úroveň intenzity zpětně odražených elektronů u materiálů, které jsou předmětem prováděné analýzy. V dalším kroku se pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  určí na základě mapy  $R$  rozložení částic a elektronové mapy  $B$  pomocí mediánu střední úroveň intenzity zpětně odražených elektronů  $b_j$ . V případě, že se hodnota  $b_j$  nachází v uzavřeném intervalu mezi hodnotami  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ , částice  $q_j$  se vloží do nové množiny  $Q'$ . Poté se pro každou částici  $q_j$  z nové množiny  $Q'$  určí váženým průměrem ze spektrální mapy  $S$  za pomoci koeficientu a spektrum  $X_j$  rentgenového záření. Kvantitativní spektroskopickou analýzou spektra  $X_j$  se následně určí koncentrace chemických prvků obsažených ve zkoumaném vzorku v místě, kde se nachází částice  $q_j$ .

15 Další možností je, že se odborným odhadem stanoví množina  $Z$  pravidel pro klasifikaci materiálů na základě chemického složení, dále jen množina  $Z$ , což je množina dvojic  $(c_k, v_k)$  a každé třídě  $c_k$  je přiřazen logický výraz  $v_k$  skládající se z identifikátorů proměnných, aritmetických operátorů, logických operátorů, operátorů porovnání a číselných konstant. Následně se určí množina proměnných vyskytujících se ve výrazech uložených v množině  $Z$ . Pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  se zjištěné koncentrace chemických prvků přiřadí do těchto proměnných a následně se vyhodnotí logická hodnota každého výrazu  $v_k$  za účelem vytvoření množiny  $C_j$ , kde množina  $C_j$  obsahuje takové třídy  $c_k$  z množiny  $C$ , kde  $C$  je množina všech tříd z množiny  $Z$ , pro které je odpovídající výraz  $v_k$  pravdivý. Tento způsob lze použít i pro případ uvedený v předchozím odstavci.

25 Zařízení k provádění způsobu podle základního provedení vychází ze zařízení tvořeného rastrovacím elektronovým mikroskopem opatřeným detektorem zpětně odražených elektronů připojeným na vstup analogově-číslíkového převodníku a energiově-disperzním detektorem rentgenového záření připojeným na vstup pulzního procesoru. Podstatou nového zařízení je, že na výstup analogově-číslíkového převodníku a na výstup pulzního procesoru je připojena nově koncipovaná jednotka zpracování. Výstup analogově-číslíkového převodníku je zde spojen přes první paměť, druhý derivační blok a sedmou paměť s jedním vstupem slučovacího bloku. Výstup pulzního procesoru je spojen s jedním vstupem druhé paměti, jejíž výstup je připojen na jeden vstup prvního integračního bloku, na jehož druhý vstup je připojen výstup čtvrté paměti propojené svým vstupem s výstupem třetí paměti. Výstup prvního integračního bloku je přes pátou paměť, první derivační blok a šestou paměť spojen s druhým vstupem slučovacího obvodu, jehož výstup je připojen přes osmou paměť na vstup transformačního bloku. Jeden výstup transformačního bloku je přes devátou paměť spojen s jedním vstupem druhého integračního bloku a jeho druhý výstup je přes desátou paměť spojen s druhým vstupem druhého integračního bloku. Na třetí vstup druhého integračního bloku je připojen výstup jedenácté paměti a na jeho čtvrtý vstup je připojen druhý výstup druhé paměti. Výstup druhého integračního bloku je propojen přes spektrální analyzátor, dvanáctou paměť a řadič zobrazovacího zařízení se vstupem tohoto zobrazovacího zařízení. Celá jednotka zpracování má předřazeno vstupní zařízení pro zadávání vstupních hodnot a polohovací zařízení pro označení vybraných částic. Vstupní zařízení je propojené přes řadič vstupního zařízení se třetí, čtvrtou a jedenáctou pamětí. Polohovací zařízení je propojené přes řadič polohovacího zařízení a řadič zobrazovacího zařízení s tímto zobrazovacím zařízením.

50 V případě, kdy se odborným odhadem stanovují hodnoty koeficientů  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ , je výstup první paměti připojen zároveň na jeden vstup třetího integračního bloku, na jehož druhý vstup je připojen výstup deváté paměti. Výstup třetího integračního bloku je připojen na jeden vstup komparačního obvodu, na jehož druhý vstup je připojen výstup třinácté paměti. Vstup třinácté paměti je přes řadič vstupního zařízení spojen s výstupem tohoto vstupního zařízení. Výstup komparačního bloku je přes čtrnáctou paměť připojen na druhý vstup druhého integračního bloku.

Pokud se provádí odborným odhadem stanovení množiny  $Z$  nebo i stanovení hodnoty koeficientů  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ , je spektrální analyzátor opatřen druhým výstupem, který je připojen na jeden vstup klasifikátoru, na jehož druhý vstup je připojen výstup patnácté paměti propojené přes řadič vstupního zařízení s tímto vstupním zařízením. Výstup klasifikátoru je přes šestnáctou paměť a řadič zobrazovacího zařízení propojen s tímto zobrazovacím zařízením.

Výhody navrhovaného způsobu a zařízení jsou následující: Vyhledání částic využívá zpětně odražených elektronů. Díky malému interakčnímu objemu pro zpětně odražené elektrony jsou hranice mezi částicemi lépe definovány. Lze tedy analyzovat menší částice s menší chybou než při vyhledávání částic pouze na základě rentgenových dat. Vyhledání částic využívá také rentgenové záření, což umožňuje spolehlivě detekovat hranici mezi dvěma materiály, které mají sice různé chemické složení, ale podobnou hodnotu emisivity zpětně odražených elektronů. Klasifikace částic je založena na procentuálním zastoupení chemických prvků, což je obecná vlastnost materiálu nezávislá na použití zařízení a pracovních podmínkách. Pokud se tedy změní pracovní podmínky, například proud ve svazku nebo se použije jiný typ detektoru, není nutné měnit pravidla pro klasifikaci částic. Další výhodou je, že se klasifikují částice, nikoliv jednotlivé body. Tento přístup umožňuje lépe ošetřit okrajové jevy, k nimž dochází v blízkosti přechodu mezi dvěma částicemi s různým chemickým složením díky nezanedbatelné velikosti interakčního objemu pro rentgenové záření, čímž se výrazně redukuje množství potřebných klasifikačních tříd. Zároveň se snižuje časová náročnost celé analýzy, díky menšímu počtu klasifikací. Časovou náročnost analýzy lze dále snížit v případě, že zkoumaný vzorek obsahuje nezanedbatelné množství částic, které jsou z hlediska prováděné analýzy nezajímavé a lze je před kvantitativní spektroskopickou analýzou vyřadit na základě intenzity zpětně odražených elektronů. Typickým příkladem je uhlíkový prášek, který se přimíchává do mineralogických vzorků za účelem zjednodušení částicové analýzy díky tomu, že se sníží pravděpodobnosti dotyku mezi částicemi. Uhlík má výrazně nižší emisivitu BSE než ostatní minerály, jež jsou obvykle předmětem analýzy. Pomocí komparačního bloku lze částice obsahující pouze čistý uhlík z dalšího zpracování vyřadit.

### Přehled objasnění výkresů

Na obrázku 1 je znázorněno blokové schéma elektronového mikroskopu s detektorem zpětně odražených elektronů, detektorem rentgenového záření a řídicími obvody podle dosavadního stavu techniky.

Na obrázku 2 je znázorněno blokové schéma zapojení základní varianty navrhovaného zařízení pro analýzu materiálů fokusovaným elektronovým svazkem s využitím charakteristického rentgenového záření a zpětně odražených elektronů.

Na obrázku 3a a 3b jsou znázorněna bloková schémata dalších možných variant zapojení, přičemž některé části společné se základní variantou jsou pro přehlednost vynechány.

### Příklad uskutečnění vynálezu

Způsob analýzy materiálů fokusovaným elektronovým svazkem v rastrovacím elektronovém mikroskopu je založen na známém postupu, kdy se nejprve odborným odhadem stanoví přiměřeně velká množina  $P$  chemických prvků, které se ve zkoumaném vzorku mohou vyskytovat a pro každý prvek  $p_i$  z množiny  $P$  se určí interval  $I_i$  energií rentgenových fotonů odpovídající jedné z emisních čar tohoto prvku. Poté se fokusovaný elektronový svazek vychyluje postupně do bodů na zkoumaném vzorku a v těchto bodech se zjišťuje intenzita zpětně odražených elektronů za účelem vytvoření elektronové mapy  $B$  a zjišťuje se histogram energií rentgenového záření emitovaného v tomto bodě za účelem vytvoření spektrální mapy  $S$ . Nový způsob pak sestává z následujících kroků: Pro každý prvek  $p_i$  z množiny  $P$  se vytvoří rentgenová mapa  $M_i$ , kde hodnoty  $M_i(x, y)$  uložené v mapě  $M_i$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpo-

vidají intenzitě rentgenového záření o energii v intervalu  $I_i$  emitovaného v těchto bodech. Následně se rentgenové mapy  $M_i$  převedou na diferenční rentgenové mapy  $D_i$ , kde hodnoty  $D_i(x, y)$  uložené v mapě  $D_i$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají velikosti gradientu intenzity rentgenového záření o energii v intervalu  $I_i$  v těchto bodech. Současně se elektronová mapa  $B$  převede na diferenční elektronovou mapu  $D_B$ , kde hodnoty  $D_B(x, y)$  uložené v mapě  $D_B$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají velikosti gradientu intenzity zpětně odražených elektronů v těchto bodech. V dalším kroku se diferenční rentgenové mapy  $D_i$  a diferenční elektronová mapa  $D_B$  sloučí do výsledné diferenční mapy  $D$ . Následně se pomocí transformace watershed aplikované na diferenční mapu  $D$  provede segmentace obrazu. Jejím účelem je vyhledání částic. Výsledkem této operace je množina  $Q$  částic, kde každé částici je přiřazeno pořadové číslo  $j$ , a mapa  $R$  rozložení částic, kde hodnoty  $R(x, y)$  uložené v mapě  $R$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají pořadovému číslu částice. V dalším kroku se odborným odhadem stanoví hodnota koeficientu  $a$ , což je hodnota ovlivňující váhu okrajových bodů ve váženém průměru, a pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  se váženým průměrem určí ze spektrální mapy  $S$  za pomoci koeficientu  $a$  spektrum  $X_j$  rentgenového záření, kde hodnoty  $X_j(E)$  jsou kumulované hodnoty intenzity rentgenového záření o energii  $E$ . Poté se kvantitativní spektroskopickou analýzou spektra  $X_j$  určí koncentrace chemických prvků obsažených ve zkoumaném vzorku v místě, kde se nachází částice  $q_j$ .

Dalším vylepšením je, že se odborným odhadem stanoví hodnoty koeficientů  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ , což jsou hodnoty představující minimální a maximální předpokládanou úroveň intenzity zpětně odražených elektronů u materiálů, které jsou předmětem prováděné analýzy. Poté se pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  částic určí na základě mapy  $R$  rozložení částic a elektronové mapy  $B$  pomocí mediánu střední úroveň intenzity zpětně odražených elektronů  $b_j$ . V případě, že se hodnota  $b_j$  nachází v uzavřeném intervalu mezi hodnotami  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ , částice  $q_j$  se vloží do nové množiny  $Q'$ . Pak se pro každou částici  $q_j$  z nové množiny  $Q'$  určí ze spektrální mapy  $S$  za pomoci koeficientu  $a$  spektrum  $X_j$  rentgenového záření. Nakonec se kvantitativní spektroskopickou analýzou spektra  $X_j$  určí koncentrace chemických prvků obsažených ve zkoumaném vzorku v místě, kde se nachází částice  $q_j$ .

Je rovněž možné odborným odhadem stanovit množinu  $Z$  pravidel pro klasifikaci materiálů na základě chemického složení, kde  $Z$  je množina dvojic  $(c_k, v_k)$  a každé třídě  $c_k$  je přiřazen logický výraz  $v_k$  skládající se z identifikátorů proměnných, aritmetických operátorů, logických operátorů porovnání a číselných konstant. Po tomto stanovení se určí množina proměnných vyskytujících se ve výrazech uložených v množině  $Z$ . Pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  se zjištěné koncentrace chemických prvků přiřadí do těchto proměnných a následně se vyhodnotí logická hodnota každého výrazu  $v_k$ . Účelem je vytvoření množiny  $C_j$ , kde množina  $C_j$  obsahuje takové třídy  $c_k$  z množiny  $C$ , kde  $C$  je množina všech tříd z množiny  $Z$ , pro které je odpovídající výraz  $v_k$  pravdivý. Tento postup lze aplikovat současně i v případě, kdy se stanovují hodnoty koeficientů  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ .

Zařízení pro analýzu materiálů fokusovaných elektronovým svazkem s využitím charakteristického rentgenového záření a zpětně odražených elektronů je schematicky znázorněno na Obr. 2, přičemž některé běžné součásti elektronového mikroskopu, které se přímo nevztahují k předkládanému vynálezu, jsou z obrázku pro přehlednost vynechány. Zařízení sestává z rastrovacího elektronového mikroskopu 13, který se skládá mimo jiné z trysky 1 vytvářející svazek urychlených elektronů 2, který se vychyluje pomocí dvojice vychylovacích cívek 3 tak, že dopadá postupně na vzorek 4 v různých bodech. Proudů vychylovacími cívkami 3 jsou řízeny vychylovacími obvody 5, jež generují vychylovací signál podle předem stanoveného předpisu, nejčastěji v pravidelné pravoúhlé mřížce. Elektronový mikroskop 13 je vybaven detektorem 8 zpětně odražených elektronů a analogově-číslíkovým převodníkem 9, který převádí analogový signál z detektoru 8 zpětně odražených elektronů do číslíkové podoby. Zařízení je dále vybaveno energiově-disperzním detektorem 10 rentgenového záření a pulzním procesorem 11, který zpracovává analogový signál z energiově-disperzního detektoru 10 rentgenového záření a převádí jej do číslíkové podoby. Vychylování svazku a zpracování informací ze všech detektorů je synchro-



nizováno pomocí řídicí jednotky 12. Informace z obou typů detektorů se ukládají a zpracovávají v jednotce 20 zpracování.

Na výstup analogově-číslíkového převodníku 9 a na výstup pulzního procesoru 11 je připojena jednotka 20 zpracování. Výstup analogově-číslíkového převodníku 9 je spojen přes první paměť 21, druhý derivační blok 29 a sedmou paměť 30 s jedním vstupem slučovacího bloku 31. Výstup pulzního procesoru 11 je spojen s jedním vstupem druhé paměti 22. Její výstup je připojen na jeden vstup prvního integračního bloku 25, na jeho druhý vstup je připojen výstup čtvrté paměti 24. Ta je propojená svým vstupem s výstupem třetí paměti 23. Výstup prvního integračního bloku 25 je přes pátou paměť 26, první derivační blok 27 a šestou paměť 28 spojen s druhým vstupem slučovacího obvodu 31. Jeho výstup je připojen přes osmou paměť 32 na vstup transformačního bloku 33, jehož jeden výstup je přes devátou paměť 34 spojen s jedním vstupem druhého integračního bloku 36. Druhý výstup transformačního bloku 33 je přes desátou paměť 35 spojen s druhým vstupem druhého integračního bloku 36. Na třetí vstup druhého integračního bloku 36 je připojen výstup jedenácté paměti 37 a na jeho čtvrtý vstup je připojen druhý výstup druhé paměti 22. Výstup druhého integračního bloku 36 je připojen přes spektrální analyzátor 38, dvanáctou paměť 39 a radič 40 zobrazovacího zařízení ke vstupu zobrazovacího zařízení 41. Celá jednotka 20 zpracování má předřazeno vstupní zařízení 44 pro zadávání vstupních hodnot a polohovací zařízení 42 pro označení vybraných částic. Vstupní zařízení 44 je propojené přes radič 45 vstupního zařízení se třetí paměti 23, se čtvrtou paměti 24 a s jedenáctou paměti 27. Polohovací zařízení 42 je přes radič 43 polohovacího zařízení a přes radič 40 zobrazovacího zařízení propojeno s tímto zobrazovacím zařízením 41.

V případě, že se stanovují odborným odhadem hodnoty koeficientů  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ , je výstup první paměti 21 připojen zároveň na jeden vstup třetího integračního bloku 50, na jehož druhý vstup je připojen výstup deváté paměti 34. Výstup třetího integračního bloku 50 je pak připojen na jeden vstup komparačního obvodu 51, na jehož druhý vstup je připojen výstup třinácté paměti 52, vstup třinácté paměti 52 je přes radič 45 vstupního zařízení spojen s výstupem tohoto vstupního zařízení 44. Výstup komparačního bloku 51 je přes čtrnáctou paměť 53 připojen na druhý vstup druhého integračního bloku 36.

V případě stanovování množiny  $Z$  je spektrální analyzátor 38 opatřen druhým výstupem, který je připojen na jeden vstup klasifikátoru 60. Na druhý vstup klasifikátoru 60 je připojen výstup patnácté paměti 61, propojené přes radič 45 vstupního zařízení s tímto vstupním zařízením 44. Výstup klasifikátoru 60 je přes šestnáctou paměť 62 a radič 40 zobrazovacího zařízení propojen s tímto zobrazovacím zařízením 41. Toto zapojení lze použít i současně se zapojením, kdy se stanovují odborným odhadem hodnoty koeficientů  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ .

Zařízení pracuje následujícím způsobem: Řídicí jednotka 12 vygeneruje na základě požadavku z jednotky 20 zpracování rastrovací předpis, který definuje posloupnost bodů na vzorku 4. Vychylovací obvody 5 řídí proud vychylovacími cívkami 3 tak, že elektronový svazek 2 dopadá postupně na vzorek 4 v bodech podle rastrovacího předpisu. Řídicí jednotka 12 dále komunikuje s analogově-číslíkovým převodníkem 9 a pulzním procesorem 11. Signál z analogově-číslíkového převodníku 9 a pulzního procesoru 11 se odesílá do jednotky zpracování 20, kde se provádí jejich další zpracování.

V jednotce 20 zpracování se na základě signálu z detektoru 8 zpětně odražených elektronů vytváří elektronová mapa  $B$ , která je uložena v první paměti 21, obsahující intenzitu zpětně odražených elektronů v bodech na vzorku 4 podle rastrovacího předpisu. Elektronovou mapou  $B$  se v tomto případě rozumí dvojrozměrné pole skalárních hodnot, přičemž tyto dva rozměry odpovídají pravoúhlému systému souřadnic  $x$  a  $y$  na vzorku 4. Skalární hodnoty  $B(x, y)$  uložené v elektronové mapě  $B$  odpovídají intenzitě detekovaných zpětně odražených elektronů v místě na vzorku 4 o souřadnicích  $(x, y)$  za čas, po který elektronový svazek v tomto bodě setrval.

Současně se na základě informací z energiově–disperzního detektoru 10 rentgenového záření vytváří v druhé paměti 22 spektrální mapa S. Spektrální mapou S se rozumí trojrozměrné pole, přičemž první dva rozměry odpovídají souřadnicím x a y na vzorku 4 a dodatečným třetím rozměrem je číslo kanálu odpovídající úzkému intervalu energie fotonů E. Skalární hodnoty S(x, y, E) uložené v spektrální mapě S odpovídají počtu detekovaných rentgenových fotonů s danou energií E v místě na vzorku 4 o souřadnicích (x, y) za čas, po který elektronový svazek v tomto bodě setrval.

Na základě znalosti předpokládaného mineralogického či chemického složení vzorků zadá zkušený uživatel pomocí vstupního zařízení 44 předřazeného jednotce 20 zpracování, například klávesnice, před zahájením analýzy množinu P chemických prvků, kde  $P = \{ p_i; i = 1, 2, \dots, n \}$ , a množinu I intervalů energií rentgenového záření, dále jen množina I, kde  $I = \{ I_i; i = 1, 2, \dots, n \}$ , kde n je počet zadaných prvků a interval  $I_i$  odpovídá úzkému intervalu energií v okolí jedné z emisních čar prvku  $p_i$ . Množina P se uloží do třetí paměti 23 a množina I se uloží do čtvrté paměti 24 před zahájením analýzy.

Druhá paměť 22, obsahující spektrální mapu S, je přivedena na vstup prvního integračního bloku 25, který pro každý interval  $I_i$  z množiny I vytvoří jednu rentgenovou mapu  $M_i$  podle následujícího vztahu.

$$M_i(x, y) = \sum_{E \in I_i} S(x, y, E)$$

Rentgenové mapy  $M_i$  jsou reprezentovány dvojrozměrným polem, přičemž tyto dva rozměry odpovídají pravoúhlému systému souřadnic x a y na vzorku. Skalární hodnoty  $M_i(x, y)$  uložené v rentgenových mapách  $M_i$  jsou úměrné intenzitě rentgenového záření charakteristického pro prvek  $p_i$  v místě na vzorku o souřadnicích (x, y). Výstup prvního integračního bloku 25 se před dalším zpracováním uloží do páté paměti 26.

Pátá paměť 26, obsahující rentgenové mapy  $M_i$ , je přivedena na vstup prvního derivačního bloku 27, který pro každou rentgenovou mapu  $M_i$  vytvoří diferenční rentgenovou mapu  $D_i$  tak, že pro každý bod vstupní mapy se pomocí Sobelova operátoru vypočítá velikost gradientu intenzity rentgenového záření o energii v intervalu  $I_i$ . Výsledné diferenční rentgenové mapy  $D_i$  se uloží do šesté paměti 28.

První paměť 21, obsahující elektronovou mapu B, je přivedena na vstup druhého derivačního bloku 29, jenž vytvoří diferenční elektronovou mapu  $D_B$  tak, že pro každý bod vstupní mapy B(x, y) se pomocí Sobelova operátoru vypočítá velikost gradientu intenzity zpětně odražených elektronů  $D_B(x, y)$  v bodě na vzorku o souřadnicích (x, y). Výstup druhého derivačního bloku 29, diferenční elektronová mapa  $D_B$  se uloží do sedmé paměti 30.

Šestá paměť 28, obsahující diferenční rentgenové mapy  $D_i$ , a sedmá paměť 30, obsahující diferenční elektronovou mapu  $D_B$ , jsou přivedeny na vstup slučovacího bloku 31, který vytvoří výslednou diferenční mapu D podle následujících rovnic, kde  $D_i(x, y)$  jsou hodnoty z diferenční rentgenové mapy  $D_i$ ,  $D_s(x, y)$  jsou hodnoty výsledné diferenční rentgenové mapy  $D_s$ ,  $D_B(x, y)$  jsou hodnoty uložené v diferenční elektronové mapě  $D_B$  a  $D(x, y)$  jsou hodnoty ve výsledné diferenční mapě D. Výstup slučovacího bloku 31, tedy výsledná diferenční mapa D, se uloží do osmé paměti 32.

$$D_s(x, y) = \max_{i=1}^n D_i(x, y)$$

$$D(x, y) = \max(D_s(x, y), D_B(x, y))$$

Osmá paměť 32, obsahující výslednou diferenční mapu D, je přivedena na vstup transformačního bloku 33, který provádí segmentaci obrazu pomocí transformace watershed. Výsledkem segmentace je množina Q nalezených částic, kde  $Q = \{q_j; j = 1, 2, \dots, m\}$ , kde m je počet nalezených částic, a mapa R rozložení částic, která definuje pro každou částici  $q_j$  z množiny Q množinu bodů (x, y) na vzorku 4, které patří k částici  $q_j$ . Množina Q se uloží do deváté paměti 34 a mapa R se uloží do desáté paměti 35.

Druhý integrační blok 36 přečte množinu Q uloženou v deváté paměti 34 a mapu rozložení částic R uloženou v desáté paměti 35 i spektrální mapu S, uloženou v druhé paměti 22. Sekvenčním způsobem se pro každou částici  $q_j$  z množiny Q vypočtou kumulované hodnoty  $X_j(E)$  spektra  $X_j$  rentgenového záření podle následující rovnice, a to ze všech bodů (x, y), které se podle mapy R prostorově nacházejí uvnitř částice  $q_j$ .

$$X_j(E) = \frac{\sum w_j(x, y) S(x, y, E)}{\sum w_j(x, y)}; R(x, y) = j$$

Váha příspěvku  $w_j(x, y)$  v bodě o souřadnicích (x, y) se vypočte z minimální vzdálenosti  $d_{\min}(x, y)$  bodu (x, y) od bodů na okraji částice  $q_j$  a koeficientu a podle následujících vztahů. Koeficient a určí zkušený uživatel před zahájením analýzy na základě znalosti charakteru zkoumaných vzorků, tato hodnota se uloží v paměti jedenácté 37. Tento krok má zásadní vliv na přesnost výsledku analýzy a spolehlivost následné klasifikace. Kvantitativní spektroskopická analýza předpokládá, že materiál v interakčním objemu, ze kterého pochází analyzované spektrum, je homogenní. U nehomogenních materiálů není tato podmínka splněna obecně, protože díky nezanedbatelné velikosti interakčního objemu dochází v blízkosti rozhraní dvou částic k emisi rentgenového záření na obou stranách rozhraní. Použitím váženého průměru, kde body na okraj částice mají nižší váhu než body v jejím vnitřku, se tento nežádoucí jev výrazně omezí.

$$w_j(x, y) = \frac{d_{\min}(x, y)}{a} \text{ pro } d_{\min}(x, y) < a \text{ a } w_j(x, y) = 1 \text{ pro ostatní hodnoty } d_{\min}(x, y)$$

Spektrum  $X_j$  vstupuje do spektrálního analyzátoru 38, v němž se pomocí kvantitativní spektroskopické analýzy určí procentuální zastoupení chemických prvků. Výsledek spektrální analýzy se uloží do dvanácté paměti 39 a je prezentován uživateli na zobrazovacím zařízení 41 připojeném k jednotce zpracování 20 ve formě dvojrozměrného obrázku, ve kterém je vyznačeno prostorové rozložení nalezených částic na základě mapy R rozložení částic, uložené v desáté paměti 35. Uživateli je umožněno pomocí polohovacího zařízení 42 předřazeného jednotce zpracování 20, například myši, označit na obrázku jednu z částic, následně je v jiné části zobrazovacího zařízení 41 uživateli prezentováno procedurální zastoupení chemických prvků uložené pro vybranou částici ve dvanácté paměti 39.

V druhém možném provedení, jehož blokové schéma je znázorněno na obrázku 3a, přičemž některé společné části jsou pro přehlednost vynechány, jsou množina Q, uložená v deváté paměti 34, a mapa R rozložení částic, uložená v desáté paměti 35, spolu s elektronovou mapou B, uloženou v první paměti 21, přivedeny na vstup třetího integračního bloku 50, který sekvenčním způsobem pro každou částici  $q_j$  z množiny Q vypočítá z elektronové mapy B pomocí mediánu střední hodnotu intenzity zpětně odražených elektronů  $b_j$ . Medián se počítá ze všech hodnot uložených v elektronové mapě B, které podle mapy R spadají prostorově do částice  $q_j$ . Výstup třetího integračního bloku 50 je přiveden na vstup komparačního bloku 51, který vypočtená hodnota  $b_j$  se porovná se dvěma hodnotami  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ . Hodnoty  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$  určí zkušený uživatel pomocí vstupního zařízení 44 předřazeného jednotce zpracování 20 před zahájením analýzy na základě znalosti charakteru signálu zpětně odražených elektronů u zkoumaných vzorků, tyto hodnoty se uloží před zahájením analýzy do třinácté paměti 52. Výstupem komparačního bloku 51 je množi-

na  $Q'$ , kde množina  $Q'$  je podmnožinou množiny  $Q$  přičemž množina  $Q'$  obsahuje pouze ty částice  $q_j$  z množiny  $Q$ , jejichž hodnota  $b_j$  spadá do uzavřeného intervalu mezi hodnotami  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ . Množina  $Q'$  se uloží do čtrnácté paměti 53. V tomto provedení je vstup druhého integračního bloku 36 upraven tak, že seznam částic se čte ze čtrnácté paměti 53 místo deváté paměti 34.

5

Ve třetím možném provedení, jehož blokové schéma je znázorněno na obrázku 3b, přičemž některé společné části jsou pro přehlednost vynechány, je výstup spektrálního analyzátoru 38 přiveden na vstup klasifikátoru 60, který na základě procentuálního zastoupení chemických prvků a množiny  $Z$  přiřadí částici  $q_j$  do žádné, jedné nebo více než jedné třídy. Množinu  $Z$  zadá zkušený uživatel pomocí vstupního zařízení 44 předřazeného jednotce 20 zpracování před zahájením analýzy na základě znalosti chemického složení materiálů, které mohou být obsaženy ve zkoumaném vzorku. Množina  $Z$  je definována ve formě množiny uspořádaných dvojic, ke  $Z = \{ (c_k, v_k); k = 1, 2, \dots, n_c \}$ , kde  $n_c$  je počet tříd a každá třída  $c_k$  má přiřazený logický výraz  $v_k$ , který sestává z identifikátorů proměnných, číselných konstant, aritmetických operátorů pro negaci, sčítání, násobení, odečítání a dělení, operátorů pro porovnání dvou číselných hodnot (ekvivalence, non-ekvivalence, větší, větší nebo rovno, menší, menší nebo rovno) a logických operátorů pro negaci, logický součet a logický součin. Množina  $Z$  se uloží před zahájením analýzy do patnácté paměti 61. Částice se vyhodnocují postupně, nejprve se do proměnných přiřadí hodnoty procentuálního zastoupení chemických prvků pro jednu z částic (výstup spektrálního analyzátoru 38), následně se pro každou třídu  $c_k$  z množiny  $C$ , kde  $C = \{ c_k; k = 1, 2, \dots, n_c \}$ , vyhodnotí její logický výraz  $v_k$ . Po vyhodnocení pravdivostních hodnot logických výrazů všech tříd po částici  $q_j$  se vytvoří množina  $C_j$ , která je podmnožinou množiny  $C$  a obsahuje ty prvky  $c_k$  z množiny  $C$ , pro něž je pra vodivostní hodnota logického výrazu  $v_k$  pravda. Výstup klasifikátoru 60 je uložen do šestnácté paměti 62 ve formě tabulky, která obsahuje identifikační číslo každé částice, procentuální zastoupení chemických prvků, tedy data na výstupu spektrálního analyzátoru 38, a množinu  $C_j$  tříd, která byla k této částici přiřazena v klasifikátoru 60. V tomto provedení je výsledek analýzy uložený v šestnácté paměti 62 prezentován uživateli na zobrazovacím zařízení 41 připojeném k jednotce zpracování 20 ve formě dvojrozměrného obrázku, v němž je vyznačeno prostorové rozložení nalezených částic. Uživateli je umožněno pomocí polohovacího za řízení 42 předřazeného jednotce zpracování 20, například myši, označit na obrázku jednu z částic, následně jsou v jiné části zobrazovacího zařízení prezentovány výsledky klasifikace vybrané částice, uložené v šestnácté paměti 62, a procentuální zastoupení prvků pro vybranou částici, uložené ve dvanácté paměti 39.

Možné je také čtvrté provedení, kde jsou provedeny obě úpravy podle výše popsaného druhého a třetího provedení.

#### Průmyslová využitelnost

40

Uvedený nový postup a zařízení jsou zvláště vhodné pro použití v petrografii při kvantitativní analýze hornin. Při této analýze se zkoumaný vzorek horniny obvykle rozdrtí na jemné částice o velikosti řádově jednotky až desítky mikrometrů, sity se rozdělí podle velikosti částic do několika tak zvaných frakcí. Z každé frakce se odebere několik vzorků. Tyto vzorky se obvykle smíchají s plnidlem a epoxidovou pryskyřicí a nechají se ztvrdnout do válcových bloků, které se dále leští a následně pokryjí tenkou vodivou vrstvou, obvykle uhlíkem, kvůli odvedení povrchového náboje. Tyto bloky se umístí do rastrovacího elektronového mikroskopu, který postupně sbírá data a analyzuje materiál na jejich povrchu. Předkládané zařízení umožňuje provádět plně automatizovanou analýzu takových vzorků, jejímž výsledkem jsou nejen morfologické a chemické vlastnosti minerálů, z nichž se zkoumaný vzorek skládá, ale především informace o vzájemném prostorovém uspořádání minerálů, což je v mnoha případech zcela podstatná informace z hlediska určování fyzikálních a chemických vlastností hornin.

50

## PATENTOVÉ NÁROKY

5 1. Způsob analýzy materiálů fokusovaným elektronovým svazkem s využitím charakteristického rentgenového záření a zpětně odražených elektronů, kdy se nejprve odborným odhadem stanoví přiměřeně velká množina  $P$  chemických prvků, které se ve zkoumaném vzorku mohou vyskytovat a pro každý prvek  $p_i$  z množiny  $P$  se určí interval energií rentgenových fotonů  $I_i$  odpovídající jedné z emisních čar tohoto prvku, načež se fokusovaný elektronový svazek vychyluje postupně do bodů na zkoumaném vzorku a v těchto bodech se zjišťuje intenzita zpětně odražených elektronů za účelem vytvoření elektronové mapy  $B$  a zjišťuje se histogram energií rentgenového záření emitovaného v tomto bodě za účelem vytvoření spektrální mapy  $S$ , **v y z n a č u - j í c í s e t í m**, že pro každý prvek  $p_i$  z množiny  $P$  se vytvoří rentgenová mapa  $M_i$ , kde hodnoty  $M_i(x, y)$  uložené v mapě  $M_i$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají intenzitě rentgenového záření o energii v intervalu  $I_i$  emitovaného v těchto bodech, poté se rentgenové mapy  $M_i$  převedou na diferenční rentgenové mapy  $D_i$ , kde hodnoty  $D_i(x, y)$  uložené v mapě  $D_i$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají velikosti gradientu intenzity rentgenového záření o energii v intervalu  $I_i$  v těchto bodech, současně se elektronová mapa  $B$  převede na diferenční elektronovou mapu  $D_B$ , kde hodnoty  $D_B(x, y)$  uložené v mapě  $D_B$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají velikosti gradientu intenzity zpětně odražených elektronů v těchto bodech, diferenční rentgenové mapy  $D_i$  a diferenční elektronová mapa  $D_B$  se poté sloučí do výsledné diferenční mapy  $D$ , následně se pomocí transformace watershed aplikované na diferenční mapu  $D$  provede segmentace obrazu za účelem vyhledání částic, přičemž výsledkem operace je množina  $Q$  částic, kde každé částici je přiřazeno pořadové číslo  $j$ , a mapa  $R$  rozložení částic, kde hodnoty  $R(x, y)$  uložené v mapě  $R$  jsou vztaženy k bodům na vzorku o souřadnicích  $(x, y)$  a odpovídají pořadovému číslu částice, poté se odborným odhadem stanoví hodnota koeficientu  $a$ , pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  se určí ze spektrální mapy  $S$  za pomoci koeficientu  $a$  spektrum  $X_j$  rentgenového záření, kde hodnoty  $X_j(E)$  jsou kumulované hodnoty intenzity rentgenového záření o energii  $E$  a po té se kvantitativní spektroskopickou analýzou spektra  $X_j$  určí koncentrace chemických prvků obsažených ve zkoumaném vzorku v místě, kde se nachází částice  $q_j$ .

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se odborným odhadem stanoví hodnoty koeficientů  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$  a poté se pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  určí na základě mapy  $R$  rozložení částic a elektronové mapy  $B$  pomocí mediánu střední úroveň intenzity zpětně odražených elektronů  $b_j$ , přičemž v případě, že hodnota  $b_j$  se nachází v uzavřeném intervalu mezi hodnotami  $b_{\min}$  a  $b_{\max}$ , částice  $q_j$  se vloží do nové množiny  $Q'$  částic, poté se pro každou částici  $q_j$  z nové množiny  $Q'$  určí ze spektrální mapy  $S$  za pomoci koeficientu  $a$  spektrum  $X_j$  rentgenového záření a po té se kvantitativní spektroskopickou analýzou spektra  $X_j$  určí koncentrace chemických prvků obsažených ve zkoumaném vzorku v místě, kde se nachází částice  $q_j$ .

3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se odborným odhadem stanoví množina  $Z$  pravidel pro klasifikaci materiálů, kde  $Z$  je množina dvojic  $(c_k, v_k)$  a každé třídě  $c_k$  je přiřazen logický výraz  $v_k$  skládající se z identifikátorů proměnných, aritmetických operátorů, logických operátorů, operátorů porovnání a číselných konstant, po té se určí množina proměnných vyskytujících se ve výrazech uložených v množině  $Z$ , pro každou částici  $q_j$  z množiny  $Q$  se zjištěné koncentrace chemických prvků přiřadí do těchto proměnných a následně se vyhodnotí logická hodnota každého výrazu  $v_k$  za účelem vytvoření množiny  $C_j$ , kde množina  $C_j$  obsahuje takové třídy  $c_k$  z množiny  $C$ , kde  $C$  je množina všech tříd z množiny  $Z$ , pro které je odpovídající výraz  $v_k$  pravdivý.

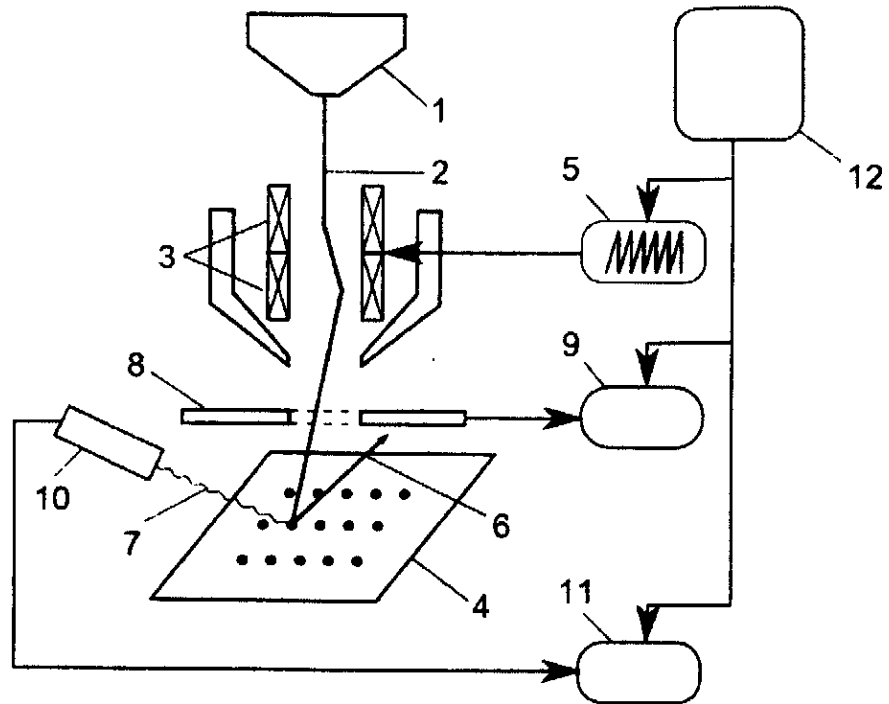
4. Zařízení k provádění způsobu podle nároku 1, kdy se analýzy provádí pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (13) opatřeného detektorem (8) zpětně odražených elektronů připojeného na vstup analogově-číslíkové převodníku (9) a energiově-disperzního detektoru (10) rentgenového záření připojeného na vstup pulzního procesoru (11), **v y z n a č u j í c í s e**

t í m , že na výstup analogově-číslicového převodníku (9) a na výstup pulzního procesoru (11) je připojena jednotka (20) zpracování, kde výstup analogově-číslicového převodníku (9) je spojen přes první paměť (21), druhý derivační blok (29) a sedmou paměť (30) s jedním vstupem slučovacího bloku (31) a výstup pulzního procesoru (11) je spojen s jedním vstupem druhé paměti (22), jejíž výstup je připojen na jeden vstup prvního integračního bloku (25), na jehož druhý vstup je připojen výstup čtvrté paměti (24) propojené svým vstupem s výstupem třetí paměti (23) a výstup prvního integračního bloku (25) je přes pátou paměť (26), první derivační blok (27) a šestou paměť (28) spojen s druhým vstupem slučovacího obvodu (31), jehož výstup je připojen přes osmou paměť (32) na vstup transformačního bloku (33), jehož jeden výstup je přes devátou paměť (34) spojen s jedním vstupem druhého integračního bloku (36) a jehož druhý výstup je přes desátou paměť (35) spojen s druhým vstupem druhého integračního bloku (36), na jehož třetí vstup je připojen výstup jedenácté paměti (37) a na jehož čtvrtý vstup je připojen druhý výstup druhé paměti (22), přičemž výstup druhého integračního bloku (36) je připojen přes spektrální analyzátor (38), dvanáctou paměť (39) a řadič (40) zobrazovacího zařízení se vstupem zobrazovacího zařízení (41) a celá jednotka (20) zpracování má předřazeno vstupní zařízení (44) pro zadávání vstupních hodnot, propojené přes řadič (45) vstupního zařízení se třetí paměti (23), čtvrtou paměti (24) a jedenáctou paměti (37) a polohovací zařízení (42) pro označení vybraných částic propojené přes řadič (43) polohovacího zařízení a přes řadič (40) zobrazovacího zařízení se zobrazovacím zařízením (41).

5. Zařízení podle nároku 4, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že v případě provádění způsobu podle nároku 2 je výstup první paměti (21) připojen zároveň na jeden vstup třetího integračního bloku (50), na jehož druhý vstup je připojen výstup deváté paměti (34) a výstup tohoto třetího integračního bloku (50) je připojen na jeden vstup komparačního obvodu (51), na jehož druhý vstup je připojen výstup třinácté paměti (52), jejíž vstup je přes řadič (45) vstupního zařízení spojen s výstupem vstupního zařízení (44) a výstup komparačního bloku (51) je přes čtrnáctou paměť (53) připojen na druhý vstup druhého integračního bloku (36).

6. Zařízení podle nároku 5 nebo 6, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že v případě provádění způsobu podle nároku 2 nebo 3 je spektrální analyzátor (38) opatřen druhým výstupem, který je připojen na jeden vstup klasifikátoru (60), na jehož druhý vstup je připojen výstup patnácté paměti (61) propojené přes řadič (45) vstupního zařízení s tímto vstupním zařízením (44) a výstup klasifikátoru (60) je přes šestnáctou paměť (62) a řadič (40) zobrazovacího zařízení propojen s tímto zobrazovacím zařízením (41).

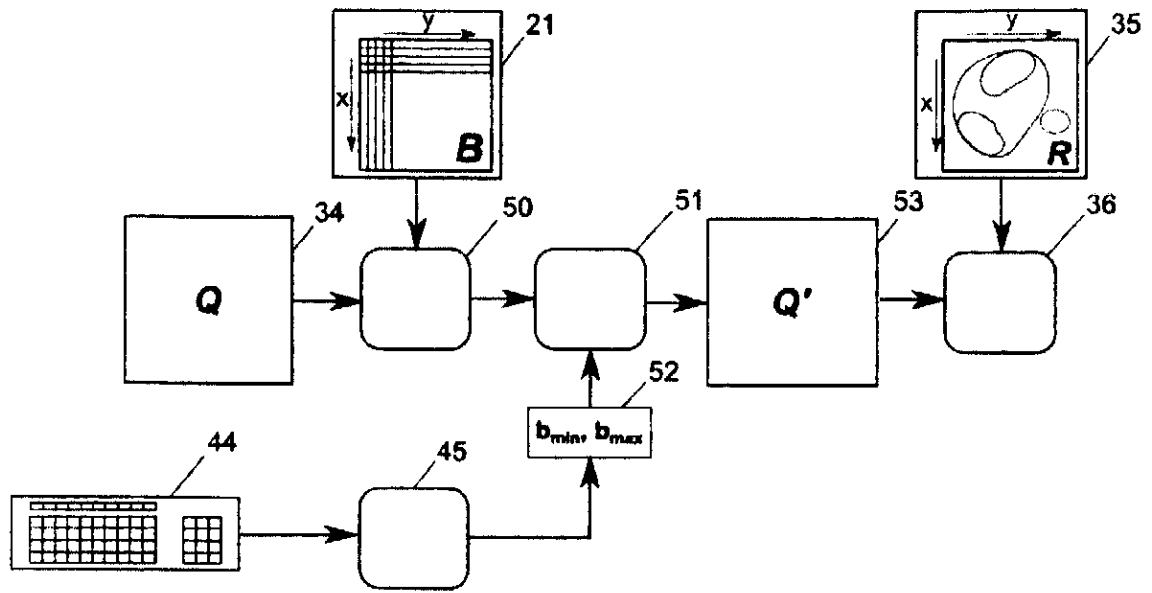
3 vykresy



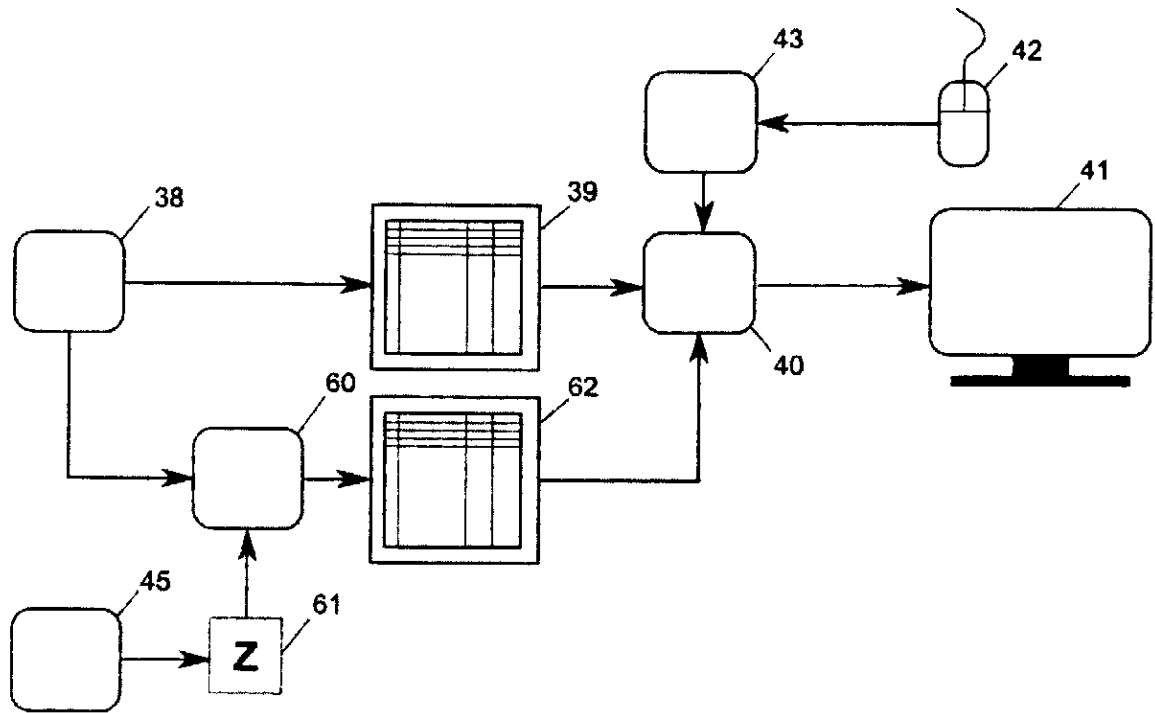
Obr. 1







Obr. 3a



Obr. 3b

Konec dokumentu