

UŽITNÝ VZOR

(11) Číslo dokumentu:

32 258

(13) Druh dokumentu: **U1**

(51) Int. Cl.:

B01L 9/00 (2006.01)

G02B 21/28 (2006.01)

G01N 1/00 (2006.01)

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2018-35410**

(22) Přihlášeno: **27.09.2018**

(47) Zapsáno: **29.10.2018**

(73) Majitel:
Ústav přístrojové techniky Akademie věd České republiky, v. v. i., Brno, Královo Pole, CZ

(72) Původce:
Ing. Vladislav Krzyžánek, Ph.D., Brno, Královo Pole, CZ
Mgr. Ing. Radim Skoupý, Bystřice nad Pernštejnem, CZ
Mgr. Kamila Hrubanová, Tišnov, CZ

(74) Zástupce:
Kania, Sedlak, Smola - Patentová kancelář, Ing Tomáš Benda, Mendlovo náměstí 907/1a, 603 00 Brno, Staré Brno

(54) Název užitného vzoru:
Sestava pro regulaci teploty vzorku

CZ 32258 U1

Sestava pro regulaci teploty vzorku

Oblast techniky

5

Technické řešení se týká sestavy pro regulaci teploty vzorku pro aplikace kryo rastrovací elektronové mikroskopie.

10

Dosavadní stav techniky

Kryo elektronová mikroskopie přináší důležité informace z biologických i materiálových věd. Velké využití nachází zejména při analýze vzorků s vysokým obsahem vody, ale také například při studiu vlastností polymerů při nízkých teplotách. Základem pro pozorování je udržení přesně stanovené teploty v oblasti zkoumaného vzorku a možnost její účinné regulace.

15

To je v současné době prováděno pomocí teplotní regulace umístěné v oblasti stolku 1, viz obr. 1, do kterého je poté umístován odpovídající držák 2, na němž jsou uchycené samotné vzorky 3. Chlazení je prováděno buďto připojením stolku 1 k Dewarově nádobě pomocí pružného a tepelně vodivého spojení, tzv. chladovodu 4, nebo průtokem chladícího média, nejčastěji N₂. Topný element 5 zajišťující ohřev na požadovanou teplotu je umístěn na stolku 1 stejně jako teplotní čidlo 6 umožňující měření aktuální teploty. Výsledný systém chlazení-ohřev-měření umožňuje pomocí tepelného regulátoru 7 měřit a udržovat nastavenou teplotu.

20

Nevýhodou uvedeného řešení je, že se proces regulace a měření teploty odehrává v kompletní soustavě zahrnující stolek + držák + vzorek. Celková přesnost a rychlost teplotní regulace je tedy zatížena teplotní setrvačností celého systému obsahujícího velkou masu hmoty, přesností regulační smyčky a nestabilními tepelnými přechody mezi jednotlivými mechanickými částmi soustavy, zejména mezi stolkem a držákem. Během regulace teploty je vyhříván i chlazen nejen držák vzorku, ale i stolek samotný, což přináší nežádoucí časovou prodlevu v reakci na regulační zásah. Regulovanou veličinou je topný výkon implementovaného topného členu.

25

30

Dalším nedostatkem stávajícího řešení je, že neumožňuje analýzu zmrazeného vzorku v transmisním módu, tj. pomocí STEM detektoru, a absence informace o teplotě samotného vzorku, jelikož se teplotní čidlo nachází na stolku, nikoliv v blízkosti vzorku umístěného na držáku.

35

Cílem technického řešení je představit sestavu pro regulaci teploty vzorku výše uvedeného použití, která by nevýhody stavu techniky odstranila.

40

Podstata technického řešení

Výše zmíněné nedostatky odstraňuje do značné míry sestava pro regulaci teploty vzorku pro aplikace kryo rastrovací elektronové mikroskopie obsahující stolek, v němž je umístěn držák vzorku, a dále obsahující topný element, teplotní čidlo a teplotní regulátor, se kterým jsou topný element a teplotní čidlo elektricky propojeny, jehož podstata spočívá v tom, že topný element a/nebo teplotní čidlo jsou umístěny na držáku vzorku.

45

Ve výhodném provedení je propojení mezi teplotním regulátorem a topným elementem a/nebo teplotním čidlem provedeno přes konektor.

50

V jiném výhodném provedení je konektor umístěn na držáku a mechanicky propojen se stolkem.

V jiném výhodném provedení je držák rozšířen o část přečnívající stolek.

55

V jiném výhodném provedení je držák opatřen drážkou.

V jiném výhodném provedení je na držáku namísto vzorku umístěna alespoň jedna TEM síťka.

V jiném výhodném provedení je sestava provedena z pozlacené slitiny mědi.

Objasnění výkresů

Technické řešení bude dále přiblíženo pomocí obrázků, kde obr. 1 představuje sestavu pro regulaci teploty vzorku pro aplikace kryo rastrovací elektronové mikroskopie podle stavu techniky a obr. 2 představuje sestavu pro regulaci teploty vzorku pro aplikace kryo rastrovací elektronové mikroskopie podle technického řešení s rozšířeným držákem.

Příklad uskutečnění technického řešení

Sestava pro regulaci teploty vzorku pro aplikace kryo rastrovací elektronové mikroskopie podle technického řešení je představena na obr. 2. Jeho provedení je obdobné stavu techniky a obsahuje stolek 1, v němž je umístěn držák 2 vzorku 3. Oproti stavu techniky jsou však topný element 5 a/nebo teplotní čidlo 6 umístěny přímo na držáku 2. Držák 2 je navíc opatřen konektorem 8, k němuž je přes nezobrazené vodiče připojen jak uvedený topný element 5 a teplotní čidlo 6, tak i pomocí kabeláže 9 teplotní regulátor 7. Z důvodu potřeby ukrytí těchto vodičů může být držák 2 opatřen drážkou 10, v níž jsou tyto vodiče vedeny. Kabeláž 9 je výhodně ve formě několikažilového kabelu. Z důvodu potlačení vlivu případných odporů se v našem konkrétním případě jedná o šesti žilový kabel, kde dva vodiče jsou pro topný element 5 a čtyři vodiče pro teplotní čidlo 6. Konektor 8 je dále pomocí například nezobrazených pružných spojů mechanicky propojen se stolem 1.

Ve výhodném provedení je držák 2 rozšířen takovým způsobem, že jeho část přečnívá stolek 1, což umožňuje provádět analýzu vzorku pomocí STEM detektoru, který je umístěn pod vzorkem v komoře mikroskopu během měření (na obrázku nezobrazeno). V této přečnívající části může být zkoumaný vzorek 3 umístěn na TEM síťce. Rameno držáku 2 slouží rovněž k snadnému umístění topného elementu 5 a teplotního čidla 6.

Sestava je výhodně provedena ze slitiny mědi, neboť ta má poměrně dobrou tepelnou vodivost a je snadno obrobitelná. Z důvodu možné oxidace je sestava následně pozlacená (obvykle galvanicky).

Sestava podle technického řešení je určena pro optimalizaci regulace teploty blízkého okolí vzorků určených pro analýzu v rastrovacím elektronovém mikroskopu, tzv. SEM, za velmi nízkých teplot, tzv. cryo-SEM. Rovněž je navržena pro pozorování velmi tenkých vzorků umístěných na TEM síťkách a to tak, aby bylo možné jejich pozorování v transmisním módu pomocí retraktabilního STEM detektoru umístěného pod vzorkem, detektoru pro energiově-disperzní analýzu paprsků rentgenového záření, nebo katodoluminiscenčního detektoru, které jsou umístěny nad vzorkem. Tato kombinace zobrazovacích technik umožňuje stanovení rozličných vlastností studovaného vzorku bez nutnosti s ním manipulovat, v závislosti na specifické konfiguraci detektorů v SEM je možné pozorování více signálů zároveň. Tím se snižuje šance na jeho poškození nebo kontaminaci.

Sestava podle technického řešení umožňuje lépe kontrolovatelný proces sublimace zmražených hydratovaných vzorků, čímž dochází ke zvýšení reprodukovatelnosti cryo-SEM experimentů. Sestava zároveň rozšiřuje využití různých detekčních systémů v SEM, zejména zobrazování tenkých vzorků v transmisním módu, tj. STEM, s možností prvkové, např. EDX,

a katodoluminiscenční, tj. CL, analýzy.

Dále umožňuje:

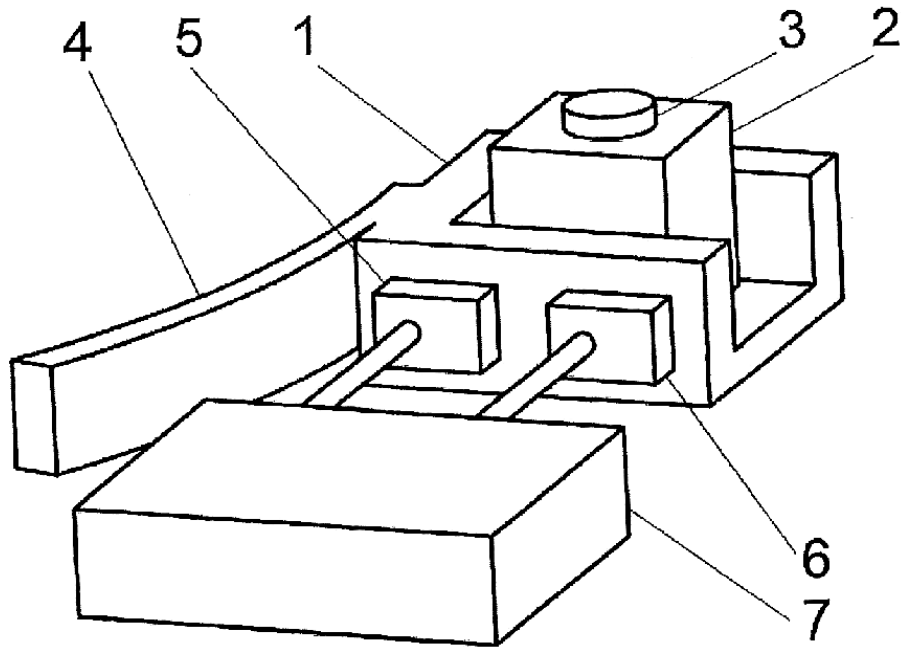
- 5 - přesnější regulaci teploty vzorku tím, že měření teploty dochází přímo na držáku vzorku v jeho těsné blízkosti;
- rychlejší teplotní reakci na změnu topného příkonu v důsledku snížení tepelné kapacity systému, což je dáno umístěním topného tělesa přímo na držáku vzorku;
- 10 - možnost výměny vzorku bez ručního rozpojování a spojování přívodních kabelů napojených na konektor, který se nachází na stolku, a to díky jeho protikusů, který je součástí držáku vzorku;
- 15 - využitelnost držáku pro analýzu vzorku pomocí transmisního módu (STEM) v SEM s možností teplotní regulace;
- využitelnost držáku pro katodoluminiscenční měření díky umístění TEM sítěk velmi blízko horní rovině držáku, tj. umožňuje posun vzorku do ohniska parabolického zrcadla CL detektoru.
- 20

NÁROKY NA OCHRANU

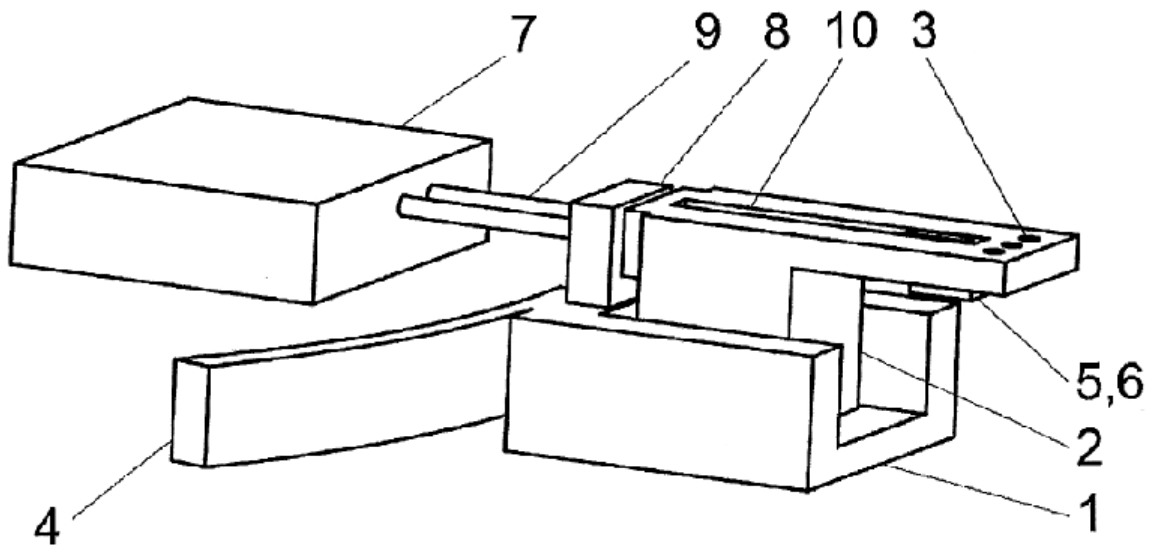
- 25 **1.** Sestava pro regulaci teploty vzorku pro aplikace kryo rastrovací elektronové mikroskopie obsahující stolek (1), v němž je umístěn držák (2) vzorku (3), a dále obsahující topný element (5), teplotní čidlo (6) a teplotní regulátor (7), se kterým jsou topný element (5) a teplotní čidlo (6) elektricky propojeny, **vyznačující se tím**, že topný element (5) a/nebo teplotní čidlo (6) jsou umístěny na držáku (2) vzorku (3).
- 30 **2.** Sestava podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že propojení mezi teplotním regulátorem (7) a topným elementem (5) a/nebo teplotním čidlem (6) je provedeno přes konektor (8).
- 35 **3.** Sestava podle nároku 2, **vyznačující se tím**, že konektor (8) je umístěn na držáku (2) a mechanicky propojen se stolem (1).
- 4.** Sestava podle některého z výše uvedených nároků, **vyznačující se tím**, že držák (2) je rozšířen o část přečnívající stolek (1).
- 40 **5.** Sestava podle nároku 4, **vyznačující se tím**, že držák (2) je opatřen drážkou.
- 6.** Sestava podle některého z výše uvedených nároků, **vyznačující se tím**, že na držáku (2) namísto vzorku (3) je umístěna alespoň jedna TEM síťka.
- 45 **7.** Sestava podle některého z výše uvedených nároků, **vyznačující se tím**, že sestava je provedena z pozlacené slitiny mědi.

1 výkres

50



Obr. 1



Obr. 2