



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

SROVNÁVACÍ ANALÝZA PROUDĚNÍ PLYNU CLONOU V NÍZKÝCH TLACÍCH POMOCÍ MECHANIKY KONTINUA S METODOU MONTE CARLO

COMPARATIVE ANALYSIS OF THE GAS FLOW THROUGH THE APERTURE AT LOW PRESSURES USING
THE CONTINUUM MECHANICS WITH THE MONTE CARLO METHOD

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Elvira Mardanova

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Jiří Maxa, Ph.D.

BRNO 2020

Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Elektrotechnická výroba a materiálové inženýrství**

Ústav elektrotechnologie

Studentka: Bc. Elvira Mardanova **ID:** 208296 **Ročník:** 2 **Akademický rok:** 2019/20

NÁZEV TÉMATU:

Srovnávací analýza proudění plynu clonou v nízkých tlacích pomocí mechaniky kontinua s metodou Monte Carlo

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se s analýzou proudění plynu v nízkých tlacích clonkou oddělující prostory s velkým tlakovým spádem Dr. Daniláta. Připravte objemový model daného případu. Seznamte se se systémem Ansys Fluent. Připravte daný matematicko-fyzikální model.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle doporučení vedoucího práce.

Termín zadání: 3.2.2020

Termín odevzdání: 3.6.2020

Vedoucí práce: doc. Ing. Jiří Maxa, Ph.D.

doc. Ing. Petr Bača, Ph.D.
předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

Autor diplomové práce nesmí při vytváření diplomové práce porušit autorská práva třetích osob, zejména nesmí zasahovat nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a musí si být plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č.40/2009 Sb.

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Vysoké učení technické v Brně / Technická 3058/10 / 616 00 / Brno

ABSTRAKT

Tato práce vychází ze série odborných článků věnovaných problematice čerpání v diferenciálně čerpané komoře environmentálního rastrovacího mikroskopu. Práce je založena na studii Dr. Danilátose, kde je čerpání diferenciální čerpané komory řešeno pomocí Monte Carlo statistické metody. Práce provádí analýzy proudění plynu v nízkých tlacích clonkou oddělující prostory s velkým tlakovým spádem Dr. Daniláta. Analýzy budou použity při konstrukci experimentální komory, která bude sloužit pro experimentální vyhodnocení výsledků proudění v dané komoře při použití mechaniky kontinua.

KLÍČOVÁ SLOVA

Statický tlak, Celkový tlak, Dynamický tlak, Recovery Factor, Diferenciálně čerpaná komora.

ABSTRACT

This thesis is based on the series of scholarly article dedicated to the issue of pumping in the differential scanning chamber of an environmental scanning microscope. The thesis is based on Danilatos's study where the pumping of the differential pumped chamber is solved by means of the Monte Carlo statistical method. The thesis performs analysis of gas flow at low pressures through orifice separating the spaces with a large pressure drop Dr. Danilate. The analyses will be used for the design of the experimental chamber which will serve for the experimental evaluation of the flow results in the chamber using the continuum mechanics.

KEY WORDS

Static Pressure, Total Pressure, Dynamic Pressure, Recovery Factor, Differentially Pumped Chamber.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE VAŠÍ PRÁCE

MARDANOVA, Elvira. *Srovnávací analýza proudění plynu clonou v nízkých tlacích pomocí mechaniky kontinua s metodou Monte Carlo*. Brno, 2019. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/124528>. Semestrální práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav elektrotechnologie. Vedoucí práce Jiří Maxa.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou diplomovou práci na téma - Srovnávací analýza proudění plynu clonou v nízkých tlacích pomocí mechaniky kontinua s metodou Monte Carlo jsem vypracovala samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autorka uvedené diplomové práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením této diplomové práce jsem neporušila autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhla nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a/nebo majetkových a jsem si plně vědoma následků porušení ustanovení § 11 a následujících zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon), ve znění pozdějších předpisů, včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení části druhé, hlavy VI. díl 4 Trestního zákoníku č. 40/2009 Sb.

V Brně dne 3.6.2020

.....

(podpis autora).

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Jiřímu Maxovi Ph.D. za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování projektu.

V Brně dne 3.6.2020

.....

(podpis autora)

Obsah

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE	1
ÚVOD	9
1 ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE.....	10
1.1 Historie elektronové mikroskopie	10
1.1.1 Historie v Československu	11
1.2 Princip mikroskopu	12
1.3 Rozdělení mikroskopů	12
1.3.1 Transmisní elektronový mikroskop (TEM).....	13
1.3.2 Rastrovací elektronový mikroskop (SEM).....	15
1.3.3 SEM device a princip práce	16
2 ENVIRONMENTÁLNÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE.....	17
2.1 Principy a metodika	17
2.2 Vakuový systém environmentálního elektronového mikroskopu	18
2.3 Interakce elektronů s plynným prostředím	19
2.4 Detekce signálů v environmentálním mikroskopu a detekce zpětně odražených elektronů.....	20
3 KRITICKÉ PROUDĚNÍ.....	21
4 MECHANIKA KONTINUA.....	22
4.1 Mechanika kontinua	22
4.2 Reynoldsovy rovnice	22
5 SYSTÉMY POUŽITÉ PRO ŘEŠENÍ PROBLÉMU	23
5.1 Ansys Fluent	23
6 DANILATOS, STATISTICKÁ METODA MONTE CARLO.....	24
6.1 Dr. Danilátos.....	24
6.1.1. Úvod	24
6.1.2. Vlastnosti vakuového systému	24
6.2 Základní ideje metody Monte Carlo	25
6.2.1 Metoda Monte Carlo.....	25
Nejčastější postup metody Monte Carlo je modelování takové náhodné veličiny X , že její střední hodnota $E(X)$ je rovna hledané hodnotě a	25
7 OPTIMÁLNÍ PŘENOS PAPRSKU V RASTROVACÍM ELEKTRONOVÉM MIKROSKOPU	27
7.1 Souhrn.....	27
7.2 Úvod.....	27
7.3 Materiály a metody	28
7.4 Výsledky DSMC.....	29
7.5 Přenos elektronovým paprskem	30
7.6 Analýza výsledků	33
7.7 Diskuse	38
8 SROVNÁNÍ VÝSLEDKŮ S PUBLIKACÍ DR. DANILÁTA	42

<i>Bylo použito schéma výpočtu vázané na hustotu při výpočtu s druhou diskretizací směrem vzhůru metodou rozdělování dopředu (AUSM), a to kvůli kritickému toku, který se vyskytuje v oblasti.</i>	42
9. ANALÝZA DALŠÍCH VARIANT VYCHÁZEJÍCÍ ZE SROVNÁVACÍ ANALÝZY.....	44
9.1. Dýza.....	46
9.2. Klasická válcová clona.....	50
9.3. Lavalova dýza v úhlu 12 stupňů.....	53
9.4. Lavalova dýza s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů.....	56
9.5. Celkové vyhodnocení výsledků	59
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	61

ÚVOD

Trendy v rozvoji výpočetní techniky vznikají i systémy určené pro modelování objemových těles a možnosti realizovat matematicko-fyzikální analýzy nemodelovaných zařízení. Tyto analýzy umožňují zjistit optimální návrh zařízení ještě před zahájením výroby zařízení. Tyto technologie jsou využity i při návrhu environmentálního elektronového mikroskopu.

Tato semestrální práce se nejprve zabývá teoretickými podklady pro přípravu praktické části. Práce obsahuje kapitoly věnující se obecným informacím o elektronové mikroskopii, poté přesněji environmentální elektronové mikroskopii. Dále je v práci uvedena studie Dr. Daniláta, který analýzy čerpání v diferenciálně čerpané komoře provádí pomocí statistické metody Monte Carlo, a její srovnání s metodou kontinua, ze které následně vychází provedené simulace matematicko-fyzikálních podmínek při čerpání diferenciálně čerpané komory environmentálního elektronového mikroskopu.

Dále jsou popsány systémy použité pro řešení úkolu a matematický model, který systém Ansys Fluent používá. Na tento rozbor navazuje kapitola popisující stručně metodu konečných objemů, kterou Ansys Fluent diskretizuje výpočetní oblast a řeší daný problém.

V praktické části, která navazuje na poznatky popsané v teoretické části, jsou uvedeny výsledky analýz proudění plynu přes vybrané tvary clon oddělující komory s velkým tlakovým spádem, kterou budou použity jako podklad pro výrobu experimentální komory sloužící pro výzkum nadzvukového proudění v nízkých tlacích. Cílem daného výzkumu je provést optimalizaci průchodu primárního svazku elektronů v rastrovacím elektronovém mikroskopu.

1 ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Elektronová mikroskopie umožňuje studium mikrostruktury zkoumaných objektů. Struktura je zkoumána pomocí elektronového svazku, který je fokusován magnetickým polem, nebo elektromagnetickým polem. Elektronovou mikroskopií je možné pozorovat povrch materiálu, jeho struktura a také je možné udělat jeho prvkovou analýzu.

Elektronové mikroskopy využívají svazku urychlených elektronů. Svazek urychlených elektronů má přibližně 100 000 x menší vlnovou délku než světlo použité u optického mikroskopu. Elektronové mikroskopy proto dosahují vyšší rozlišovací schopnosti než optické mikroskopy. Tvar svazku elektronů se dá ovlivňovat elektrickým nebo magnetickým polem. Elektronové mikroskopy dělíme podle využití elektronového svazku na transmisní a rastrovací.[1]

1.1 Historie elektronové mikroskopie

K průlomů, který vedl k vynálezu elektronového mikroskopu došlo v roce 1897, kdy J.J. Thomson objevil elektron. V roce 1925, pak došlo k dalšímu důležitému objevu, když Luis de Broglie tvrdil, že rychle letící částice mají nejen korpuskulární, ale i vlnový charakter jako např. viditelné světlo. Pro objevení elektronového mikroskopu bylo ale za potřebí mnoha dalších poznatků a objevů různých badatelů a vědců.

První prototyp elektronového mikroskopu byl zkonstruován v roce 1931 inženýry Ruskomem a Knollomem na Vysoké škole technické v Berlíně. Komerční výroba transmisních elektronových mikroskopů byla zahájena o osm let později firmou Siemens a Halske, který garantovala rozlišovací schopnost mikroskopů na 10 nm. [1]

Ruska-Knoll Microscope



1906–1988



1897-1961



Obr. 1: První mikroskop zkonstruovaný Knollem a Ruskou v roce 1930 [18]

1.1.1 Historie v Československu

V šedesátých letech v bývalém Československu v Ústavu přístrojové techniky v Brně vznikla skupina vedená A.Delongem, V.Drahošem a L.Zobačem zabývající se konstrukcí elektronových mikroskopů. Výsledkem byla velmi úspěšná řada elektronových mikroskopů Tesla BS. První sériově vyráběný model Tesla BS 242 získal na EXPO 1958 zlatou medaili. Za 20 let vyrobili přes tisíc kusů tohoto přístroje, který se vyvážel do dvaceti zemí světa.



Obr. 2: Tesla BS 242 [2]

Dále v šedesátých letech došlo kobrovskému rozvoji oboru. Byly postaveny unikátní prozařovací, emisní i rastrovací elektronové mikroskopy. Velmi úspěšný prozařovací mikroskop vyráběný v TESLE Brno byl TEM TESLA BS 413, který měl rozlišení až 0,6 nm a urychlovací napětí do 100 kV. V postupně vylepšovaných verzích se jich vyrobilo do roku 1975 téměř 400 kusů.



Obr. 3: Tesla BS413 z roku 1962 [2]

V této době byly rozvíjeny i nekonvenční elektronové mikroskopie, například interferenční, stínová, Lorentzova a tunelová emisní mikroskopie a také difrakce pod malými úhly. V časopise Nature se roku 1971 byly publikovány první aplikační možnosti nízkoenergiové elektronové difrakce, presentované v novém emisním elektronovém mikroskopu. Na konci šedesátých let bylo dosaženo ultravysokého vakua 10^{-6} Pa v komoře preparátu emisního mikroskopu. Obor se začal zabývat i výpočty magnetických polí čoček a trajektorií elektronů. Od roku 1973 byla používána metoda konečných prvků pro výpočty elektrostatických a magnetických rotačně symetrických čoček. Výpočty byly velmi obtížné, jelikož ústav nevlastnil počítač. Nově vytvořený tým v polovině sedmdesátých let realizoval originálně koncipovaný spektrometr Augerových elektronů ve spojení s vyvíjeným rastrovacím elektronovým mikroskopem s autoemisní tryskou, který byl později vyráběn a označován jako Tesla BS 350.



Obr. 4: Tesla BS 350 [2]

V sedmdesátých letech se také pracovalo na vývoji nových scintilačních a katodoluminiscenčních stínítek. Značného pokroku ve vývoji bylo dosaženo hlavně zavedením monokrystalu typu YAG (yttriohlinitý granát). Roku 2001 bylo v oblasti tenkých vrstev dosaženo světového prvenství sestrojením multivrstvého rentgenového zrcadla s rezonanční absorpcí, které sloužilo jako analyzátor při rentgenovém zobrazení biologických preparátů fázovým kontrastem v tmavém poli. Vlivem rozvoje výpočetní techniky dochází k mimořádnému zdokonalování programů pro elektronovou optiku. [2]

1.2 Princip mikroskopu

Pro zkoumání struktury vzorku používáme mikroskopy. Původně mikroskopy sloužily pro zkoumání povrchu vzorku, ovšem v dnešní době jsou typy mikroskopů, díky kterým můžeme zkoumat i vnitřní strukturu vzorku.

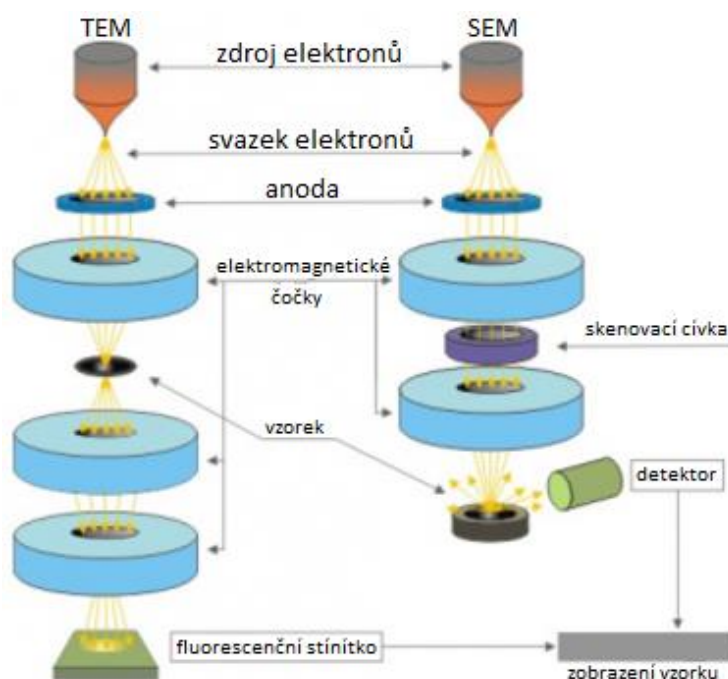
Mikroskopy dělíme na elektronové nebo optické podle tzv. mezní rozlišovací schopnosti, která je úměrná vlnové délce záření využívané daným typem mikroskopu a je tedy jednou z hlavních charakteristik mikroskopů. [3]

1.3 Rozdělení mikroskopů

Podle metody zobrazování dělíme mikroskopy na optické a elektronové. Princip obou dvou typů je podobný. Optický mikroskop tvoří optická část, která zajistí vznik a promítnutí obrazu, mechanická část a tubus, který chrání optickou část. Základem optické části jsou čočky, které tvoří objektiv a okulár. U elektronového mikroskopu jsou místo optických čoček použity čočky elektromagnetické a místo fotonů se pro zkoumání objektu využívá elektronů. [3]

Rozlišení optického mikroskopu je ovlivněno vlnovou délkou použitého světelného záření a při použití kvalitní optiky je možné dosáhnout hodnoty zvětšení až 1 500x. U elektronových mikroskopů můžeme dosáhnout hodnot zvětšení až 1 000 000x. Je to dáno tím, že vlnové délky urychlených elektronů jsou mnohem nižší než je hodnota vlnové délky fotonu a tím můžeme dosáhnout větší rozlišovací schopnosti.

Elektronové mikroskopy podle využití elektronového svazku můžeme rozdělit na dva základní druhy, které můžeme vidět na obrázku č. 5. Prvním z nich je transmisní elektronový mikroskop (TEM – z angl. transmission electron microscope), kde se využívá elektronů, které projdou vzorkem a poskytují informaci o vnitřní struktuře vzorku. Druhým typem je rastrovací elektronový mikroskop (SEM - z angl. Scanning electron microscope), u kterého je využíváno elektronů odražených od povrchu a slouží ke zkoumání povrchu vzorku. [3]



Obr. 5: Schématické znázornění elektronových mikroskopů

1.3.1 Transmisní elektronový mikroskop (TEM)

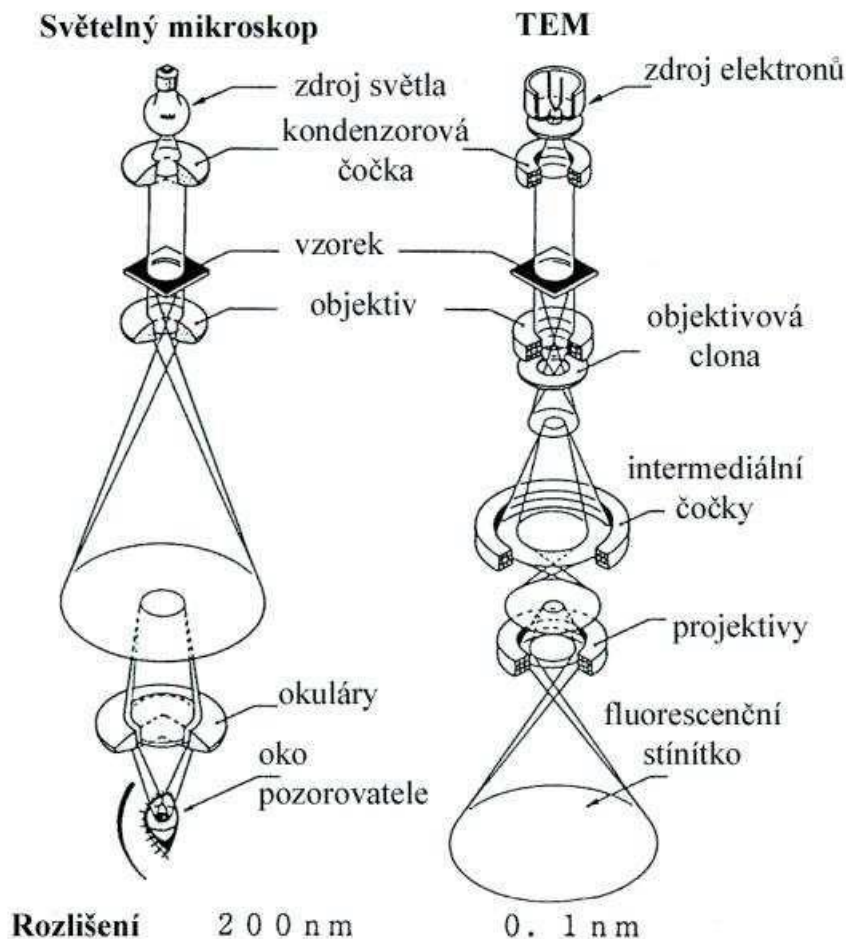
Jako první se objevil transmisní elektronový mikroskop, který byl kolem roku 1930 sestaven týmem vedeným M. Knollem a E. Ruskou na Vysoké škole v Berlíně. U tohoto typu je využíváno elektronů, které projdou vzorkem a poté poskytují informaci o vnitřní struktuře vzorku. [1]

TEM je velice podobný světelnému mikroskopu. Světelný zdroj je zde nahrazen elektronovým dělem, místo skleněných čoček jsou zde čočky elektromagnetické a okulár zde nahrazuje fluorescenční stínítko. Ohnisková vzdálenost u elektromagnetických čoček lze nastavit velikostí proudu procházejícího cívkou. TEM pro svou činnost vyžaduje vakuum. Je to z toho důvodu, aby v prostoru, ve kterém procházejí elektrony, nemohlo dojít ke kontaminaci tubusu a vzorku molekulami vzduchu a také proto, že elektron by byl ve vzduchu absorbován. Výsledný obraz zkoumaného předmětu můžeme pozorovat pomocí fluorescenčního stínítka přes okno v projekční komoře, nebo pomocí CCD kamery. [4]

Výhodou TEM je velké zvětšení, až stotisícinásobné. Je ale potřeba vzorek speciálně připravit. Tloušťka pozorovaného vzorku může být v závislosti na materiálu a energii elektronů

0,1 až 5 μm . Jeho průměr musí být uzpůsoben držáku vzorku a musí také být zbaven veškeré vody [5].

Základními částmi transmisního elektronového mikroskopu je tubus s elektronovou optikou, vakuový systém, elektronika a software.



Obr.6: Zjednodušené schéma transmisního elektronového mikroskopu a jeho porovnání se světelným elektronovým mikroskopem

Zkoumaný vzorek je do mikroskopu vkládán ve formě tenké folie ozařované elektrony. Při dopadu elektronů na pozorovaný vzorek dochází k více druhům interakcí. Většina elektronů projde vzorkem. Tyto prošlé elektrony interagují se vzorkem buď pružně či nepružně. V případě pružné interakce si se vzorkem vymění minimální kinetickou energii a dojde pouze ke změně směru letícího elektronu s tím, že toto odchylení od původního směru je tím větší, čím blíže kolem jádra atomu elektron prolétne. U nepružných interakcí dochází k elektronovým excitacím vlivem nepružně interagujících elektronů, jejich energie se výrazně snižuje a dochází i ke změně vlnové délky, což má za následek zhoršení chromatické aberace. [5]

Tubus mikroskopu je složen z trysky, anody, clon, čoček, upevnění pro vzorek a zobrazovacího systému. Zdrojem elektronů je tryska. Poté je těmto elektronům v poli urychlovacího napětí mezi katodou a anodou dodána kinetická energie. Takto urychlený svazek elektronů je pak pro průchod vzorkem formován a směřován díky soustavě čoček a clon. Při

průchodu vzorkem elektrony interagují s atomy vzorku a následně se vychýlené elektrony detekují na fluorescenčním stínítku, popřípadě na CCD kameře.

Na stínítku můžeme pozorovat obraz, který je tvořen pouze částí elektronů. Příliš vychýlené elektrony jsou zachyceny clonou objektivu a následně jsou vyřazeny. Fázový kontrast je způsoben elektrony, které jsou vychýleny pod různými úhly, což má za následek různé stupně šedi na zobrazení zkoumaného vzorku. Trvalý záznam vzorku, který může být zaznamenán na fotografický materiál, nebo v digitální formě pomocí CCD (SSC) kamery. [5]

1.3.2 Rastrovací elektronový mikroskop (SEM)

V zásadě myšlenku konstrukce elektronového mikroskopu formuloval v roce 1935 M. Knoll (myšlenka optického skenovacího mikroskopu byla dříve vyjádřena a implementována jedním z tvůrců moderní televize V.K. Zvorykin v roce 1924). V souladu s touto myšlenkou je každý bod vzorku postupně ozářen zaostřeným elektronovým paprskem, který se pohybuje podél sledovaného povrchu, podobně jako skenování elektronového paprsku v televizních systémech.

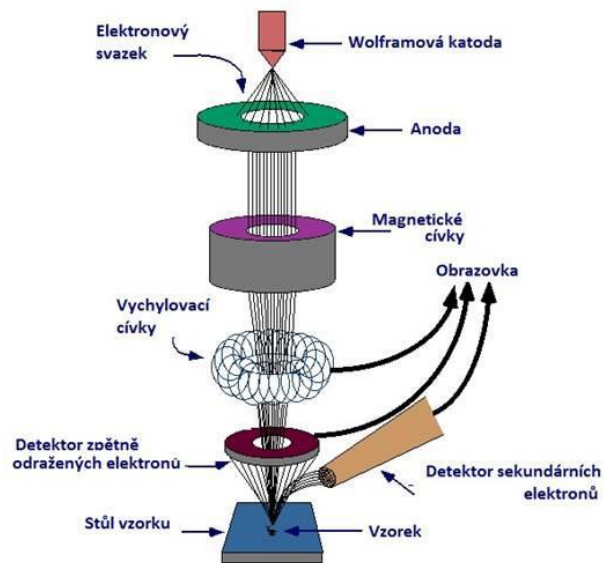
Mikroskopické mikroskopy (SEM) se proto zásadně liší od mikroskopů, jako jsou difrakční zařízení, timo. SEM je v podstatě televizní mikroskop.

Navzdory zjevné jednoduchosti myšlenky, kterou vyjádřil M. Knoll, bylo velmi obtížné jej realizovat ve formě spolehlivého zařízení s rozlišením dostatečným pro praktickou práci kvůli velmi omezeným technickým možnostem té doby. V roce 1939 (Ázerbájdžán) a v roce 1942 (Zvorykin) učinili svá rozhodnutí. Rozsáhlé využívání SEM ve vědě a technice však bylo možné až v 70. letech, kdy se objevily vysoce spolehlivé přístroje založené na úspěších mikroelektroniky a výpočetní techniky

Rastrovací elektronový mikroskop se využívá pro pozorování povrchu zkoumaného objektu. Je využíván zejména pro sledování struktur pevných látek. I u tohoto typu elektronového mikroskopu je zapotřebí vakuum. Vzorky připravené pro pozorování pomocí SEM nemusí být tak tenké jako je zapotřebí u TEM, jejich velikost je omezena velikostí vakuové komory. Do určité míry můžeme také pozorovat analogii SEM aoptického mikroskopu sdopadajícím světlem, ale srozdílem ve vytvoření výsledného obrazu. [6]

Při zkoumání vzorku pomocí SEM dopadá tenký svazek elektronů na povrch vzorku. Díky vychylovací soustavě se elektronový svazek postupně posouvá na všechna místa vzorku. Po dopadu svazku elektronů o vysoké energii se některé z nich odrazí, případně může dojít k emisi sekundárních elektronů z povrchu vzorku. Vyhodnocením odražených a emitovaných elektronů se poté zobrazí požadovaná struktura na monitoru. [7]

Pro vysvětlení principu SEM jej rozdělíme na tubus a komoru. V horní části tubusu se nachází katoda, sloužící jako zdroj primárních elektronů. Při dopadu elektronů na vzorek dochází k pružným a nepružným interakcím. Energie primárních elektronů významně ovlivňuje excitační objem - oblast nacházející se pod povrchem, ze které se uvolňují jednotlivé signály. Tato oblast je tím mělká a širší, čím je energie primárních elektronů nižší. Vliv na velikost excitační oblasti má také materiálové složení zkoumaného vzorku. Pokud bude ve vzorku obsaženo větší množství těžších kovů, tím více elektronů bude odraženo. Hloubka průniku primárních elektronů pak bude menší. U vzorku složeného z lehčích kovů tomu bude naopak. Primární elektrony, které mají dostatečnou energii na to, aby pronikly pod povrch, se začnou pohybovat chaotickým způsobem. Tento pohyb poté napomáhá k vytvoření dalších signálů. [1]



Obr. 7: Rastrovací elektronový mikroskop

Jak už bylo zmíněno, pro vyhodnocení vzorku jsou u SEM důležité 2 typy signálu, které vznikají interakcí svazku elektronů s povrchem vzorku. Odražené primární elektrony vznikají při pružných deformacích, sekundární elektrony pak při deformacích nepružných. Vyhodnocení probíhá pomocí statistické metody simulace drah elektronů Monte-Carlo, díky které lze určit podmínky, za kterých signály vznikají. Tato metoda používá náhodná čísla a umožňuje přibližně popsat pohyb elektronů a jejich objem. [1]

1.3.3 SEM device a princip práce

Skenovací elektronový mikroskop je vakuové zařízení, protože při normálním atmosférickém tlaku je elektronový paprsek silně rozptýlen a absorbován, což znemožňuje zaostření. Proto pracuje vakuem v mikroskopická komora by měla být 10⁻⁶ torr. nebo lepší. Elektronový paprsek ze zdroje elektronů, speciální kondenzátorový systém, je vytvořen ve formě dobře zaměřené sondy a prochází systémem řídicích elektrod nebo elektromagnetů, které pohybují paprskem podél povrchu vzorku podél cesty, která tvoří rastr podobný televiznímu rastru.

Pohyb deštníku na povrchu vzorku musí probíhat s velmi vysokou přesností. Odezva je vytvořena. Signál zaznamenaný senzory se používá v dalších modulárních podmínkách. Vzorek sekundárního signálu bude záviset na fyzikálních vlastnostech povrchu vzorku. Obrázek povrchu, obrázek, obrázek povrchu. Lze tedy studovat topografii defektních heterogenit a stav povrchu: například povrchovou topologií (hranice zrna, póry, trhliny, nehomogenita složení atd.) - v odražených nebo sekundárních elektronech; výběr elementárního složení na povrchu vzorku v rentgenovém záření; přidělení dárcovských nebo akceptačních center - podle velikosti absorbovaného proudu; struktura magnetické domény - v sekundárních elektronech atd.

Rozlišení dosažitelné v SEM je omezené elektronická sonda mající průměr dz. Tento elektronově optický systém vytvářející sondu by měl poskytovat maximální možný proud s co nejmenší velikostí sondy. [6][7]

2 ENVIRONMENTÁLNÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie je jedním z posledních vývojových stádií rastrovací elektronové mikroskopie. Její počátky se datují od 70. let, kdy předmětem zájmu mnohých badatelů, např. Monterieffa a Robinsona bylo odstranění elektrického náboje z povrchu nevodivých vzorků napuštěním plynů do komory vzorku. Bylo zjištěno, že v důsledku ionizačních srážek atomů a molekul plynů s elektrony se neprojevuje žádný povrchový negativní náboj na izolačním vzorku, neboť tento náboj je kompenzován srážkovými ionty. Kompenzace elektrického náboje umožňuje přímé pozorování elektricky nevodivých preparátů bez jejich pokrytí elektricky vodivou vrstvou.

Podstata environmentálních rastrovacích elektronových mikroskopů spočívá v možnosti pozorovat vzorky obsahující určité množství vody nebo pozorovat je při vyšších tlacích ve vzorkové komoře. Skupina vědců kolem Robinsona a Laneho zjistila, že když přítomný plyn v okolí vzorku obsahuje vodu, je možné vzorek udržet vlhký. Roku 1979 se objevila Danilarova a Robinsonova práce, v níž jsou popisovány základní principy ESEM za podmínek relativně vysokého tlaku plynů ve vzorkové komoře. V 80. letech došlo ke zvratu ve vývoji mikroskopů ESEM, který byl iniciován Danilatovými pracemi. [8]



Obr. 8: Environmentální rastrovací mikroskop AQUASEM [8]

2.1 Principy a metodika

Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (ESEM) umožňuje pozorování vlhkých vzorků a izolantů, které není nutno nijak speciálně připravovat, takže na rozdíl od konvenčních SEM, které pracují ve vakuu, můžeme zkoumat prakticky jakékoli vzorky za jakýchkoli plynných podmínek. To je umožněno oddělením prostoru komory vzorku a tubusu systémem diferenciálního čerpání a speciálního dvojitého párového scintilačního detektoru zpětně odražených elektronů. V takto realizovaný je mikroskop AQUASEM. Při provádění experimentů s elektricky nevodivými vzorky se potvrdilo, že při tlacích v komoře vzorku vyšších než 100 Pa dochází k odstranění tzv. nabíjecího jevu, který by u klasického SEM bez speciální úpravy vzorku pozorování znemožnil. [9]

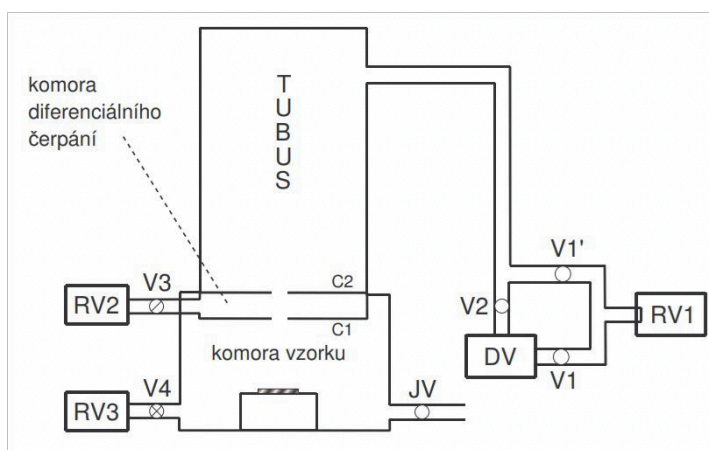
V poslední době byl vyvinut rastrovací elektronový mikroskop umožňující pozorování povrchů biologických vzorků v jejich přirozeném stavu.

Speciální konstrukce ionizačního detektoru umožňuje snímat sekundární elektrony za přítomnosti vodních par, při nízkém vakuu v komoře vzorku. Tomu je přizpůsobena konstrukce vakuového systému. Komoza vzorku, ve které lze velikost tlaku regulovat připouštěcím ventilem, je od vysokovakuové části tubusu oddělena přes clony s malými otvory zvlášť odčerpávanou diferenciální komorou. Svazek elektronů řádkuje po povrchu vzorku a vznikající signál je snímán ionizačním detektorem, poté převeden do digitální formy a pozorován na obrazovce. Obraz lze podle potřeby ukládat do paměti počítače a opakovaně prohlížet, po případě vhodnou tiskárnou reprodukovat ve fotografické kvalitě.

Mikroskopy ESEM jsou konstruovány tak, že umožňují jak klasickou rastrovací elektronovou mikroskopii s vysokým vakuem, tak i pozorování vlhkých, nefixovaných a nevodivých vzorků a některých dynamických dějů (např. změn skupenství či rekrystalizace látek). Vždy je však třeba počítat s tím, že všechny způsoby vyšetření jsou v různém stupni zatíženy vznikem artefaktů. [9]

2.2 Vakuový systém environmentálního elektronového mikroskopu

Studium vzorku v komoře při tlaku do 2000 Pa je umožněno díky vakuovému systému environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu (ESEM), zobrazeného na obrázku č. 5, kde RV značí rotační vývěvy, DF vývěvu difúzní, V1-V4 vakuové jehly, JV jehlový ventil a C1 s C2 tlak omezující clony. V tubusu ESEM je ovšem potřeba velmi vysoké vakuum a to až 10^{-9} Pa při použití autoemisních trysek. Pokud by v tubusu byl vyšší tlak, nebyla by umožněna správná funkce trysek. Při vytváření primárního svazku elektronů by mohl nastat minimální rozptyl tohoto svazku. Vytváření vakua v tubusu je realizováno předčerpáním rotační vývěvou na úroveň vakua stanovenou požadavky na úroveň vakua, poté dochází k následnému čerpání difúzní vývěvou, kde se dosažený tlak v tubusu pohybuje řádově 10^{-7} Pa a nakonec je použita turbomolekulární vývěva, díky které můžeme dosáhnout tlaku v tubusu řádově 10^{-9} Pa. [9][10]



Obr. 9: Zjednodušené schéma vakuové soustavy ESEM [9]

Pro udržení velkého rozdílu tlaků mezi komorou a tubusem je zavedena diferenciální komora, která je čerpána samostatnou vývěvou a vytváří plynulý přechod mezi oblastmi s rozdílnými pracovními tlaky. Čerpání diferenciální komory se provádí rotační nebo turbomolekulární vývěvou. [11]

Vzhledem k tomu, že v komoře vzorku, na rozdíl od tubusu, není třeba vakua, je pro její čerpání použita jen rotační vývěva. Jako pracovní plyn zde bývá použit dusík, ale bývají zde použity i vodní páry, aby nedošlo k vysušení vzorku při nízkých tlacích.

2.3 Interakce elektronů s plynným prostředím

V klasickém vakuovém mikroskopu dochází k působení elektronového svazku na vzorek, jehož důsledkem je vznik signálů, ohřev a nabíjení vzorku případně změny stavu vzorku. Nachází-li se však v okolí vzorku plyn, počet interakcí se zvyšuje. Vzájemně se ovlivňují svazek primárních elektronů, plynné prostředí, vzorek a signály emitované ze vzorku. Nejvýznamnější změny v činnosti přístroje jsou spojeny s interakcí mezi svazkem a plynem, signálem a plynem, plynem a vzorkem. Při působení svazku a plynu dochází k rozptylu primárních elektronů, generaci signálu (SE, BSE, fotonů, rentgenového záření) a celkové změně stavu plynu tvorbou iontů, excitovaných atomů, molekul a podobně. Signály generované svazkem primárních elektronů se přičítají k odpovídajícím užitečným signálům ze vzorku. Obdobně v průběhu vzájemného působení mezi signály a plynem nastávají jak změny vlastních signálů, tak i ionizace a vybuzení částic plynu. Plyn v komoře vzorku omezuje možnost použít některé klasické detektory, naopak umožňuje využít nové způsoby detekce. Přítomnost plynu a jeho působení na vzorek rozšiřuje aplikační oblast elektronových mikroskopů (vlhké vzorky, korozní reakce, krystalizace z kapalné fáze a podobně). Ionizované plyny navíc kompenzují elektrický náboj, který se vytváří při pozorování, bez předchozích úprav. Hlavní pozornost je zaměřena na rozptyl svazku primárních elektronů v plynu, který výrazně ovlivňuje funkci přístroje. Činnost mikroskopů pracujících za vyšších tlaků v komoře vzorku je založena na skutečnosti, že lze vytvořit takové podmínky pozorování, při kterých zůstává určitá část elektronů svazku i po průchodu plynným prostředím v původní stopě. Tato část elektronů pak interakcí se vzorkem vytváří signál, obdobně jako ve vakuovém mikroskopu. Při průchodu elektronů primárního svazku prostředím s vyššími tlaky plynů dochází k jejich srážkám s atomy a molekulami plynů. Elektrony při těchto srážkách mohou ztratit část své energie a změnit směr dráhy. Děj má statistický charakter. Průměrný úhel vychýlení při jedné srážce, stejně jako ztráta energie vzhledem k původní energii primárního svazku, jsou velmi malé. Je-li průměrný počet srážek připadající na elektron pohybující se v plynném prostředí malý, je malé i výsledné odchýlení elektronu z původní stopy svazku v rovině preparátu a délku dráhy elektronu můžeme položit rovnu tloušťce vrstvy plynu, kterou se elektron pohybuje. V daném případě lze průměrný počet srážek připadající na elektron stavit ze vztahu:

$$m = \frac{\sigma_z p d}{kT} \quad (1)$$

kde m je průměrný počet srážek připadajících na elektron, σ_z je celkový zachytný průřez plynu (m^2), p značí tlak (Pa), d je tloušťka vrstvy plynu, kterou elektron prochází (m), k představuje Boltzmannovu konstantu ($\text{J}\cdot\text{K}^{-1}$) a T je absolutní teplota (K). [12]

Pravděpodobnost, že se elektron na své dráze srazí s atomy, případně s molekulami plynu x -krát je dána Poissonovým rozložením. Oblast činnosti mikroskopů, pracujících za vyšších tlaků, se omezuje na takové pracovní podmínky, při níž je m menší než 3. Například pro podmínky, při nichž $m = 1$, neinteraguje přibližně 37% elektronů primárního svazku s plynným prostředím, stejný počet elektronů podléhá jedné srážce atd.

Výpočet laterálního rozložení elektronů primárního svazku po průchodu vrstvou plynu vychází ze svazku o nekonečně malém průměru. V daném případě je počet elektronů, které neinteragují s plynným prostředím. Rozložení rozptýlených elektronů je vyjádřeno kumulativní

pravděpodobností, která pro konkrétní podmínky pozorování (energie primárních elektronů, plyn, tlak, a pracovní vzdálenost vzorku) umožní určit podíl elektronů rozptýlených do vzdálenosti od primárního svazku na celkovém počtu rozptýlených elektronů. Na základě kumulativní pravděpodobnosti je stanovena i hodnota udávající vzdálenost od osy svazku, ve které se nachází 50% rozptýlených elektronů. Elektrony primárního svazku, které dopadají v původní stopě, vytvářejí v případě detekce elektronů užitečný signál, podávající informaci o pozorovaném vzorku. Rozptýlené elektrony přispívají k tvorbě pozadí signál. Rozlišovací chorost mikroskopu vycházející pouze z velikosti průměru stopy zůstává zachována. V případě, že detekovaným signálem je rentgenové záření, rovněž rozptýlené elektrony primárního svazku přispívají k jeho generaci. Toto záření je však emitováno z oblasti vzorku mimo stupu tvořenou nerozptýlenými elektrony primárního svazku a může být příčinou nesprávné informace o zkoumaném místě. [12]

2.4 Detekce signálů v environmentálním mikroskopu a detekce zpětně odražených elektronů

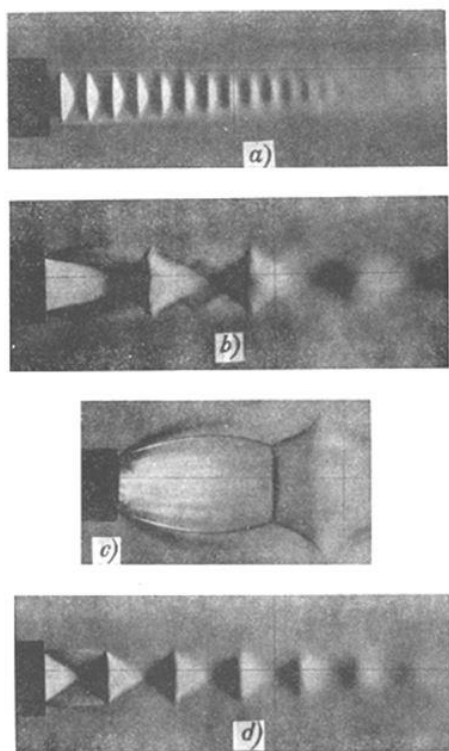
V ESEM lze detekovat stejné signály jako v klasickém rastrovacím elektronkovém mikroskopu. Vzhledem k používaným tlakům v komoře vzorku nemá smysl uvažovat o detekci Augerových elektronů.

Zpětně odražené elektrony se vzhledem ke své energii pohybují plynným prostředím komory vzorku na kratší vzdálenosti bez velké ztráty energie. Pokud není vzdálenost mezi vzorkem a detektorem příliš velká, je část elektronů vychýlená do větší vzdálenosti od původního směru emise rovněž zanedbatelná. Detektory zpětně odražených elektronů proto musí být konstrukčně navrženy tak, aby jejich geometrické uspořádání vyhovovalo požadavku na omezení délky dráhy elektronů v plynném prostředí. Pro detekci se užívají scintilační nebo polovodičové detektory. Plyn v komoře vzorku zajišťuje omezení nabíjecích jevů, proto scintilátor detektoru nemusí být pokoven, pokud kovová vrstva slouží pouze k odvedení elektrického náboje z jeho povrchu. Scintilační monokrystal s kruhovým otvorem o průměru stovek mikrometrů ve svém středu umožňuje průchod primárního svazku elektronů do komory vzorku a současně omezuje proudění plynů mezi prostory s různými tlaky. Pro zajištění co nejmenších ztrát elektronů primárního svazku jejich srážkami s plyny, a to zejména při použití vysokých hodnot tlaků v komoře vzorku, je nutné použít co nejmenší pracovní vzdálenost vzorku od clony. Pokud se tato vzdálenost zmenšuje a stává srovnatelnou sprůměrem otvoru vscintilačním krystalu, potom při použití detektoru značná část zpětně odražených elektronů uniká otvorem ve scintilátoru do prostoru komory diferenciálního čerpání. V takovém případě je možná realizace a využití dalšího detekčního patra, umístěného v prostoru diferenciálního čerpání, které zajistí detekci i těchto zpětně odrážených elektronů. [12]

3 KRITICKÉ PROUDĚNÍ

Vzhledem ke konstrukci environmentálního elektronového mikroskopu, která je charakteristická oblastmi oddělenými malou clonkou svelkými tlakovými spády, musíme uvažovat tzv. kritické proudění. Jedná se o zvláštní fyzikální jev proudění vznikající za clonou oddělující dvě oblasti s velmi výrazným tlakovým spádem. Ve clonce dochází k rychlému proudění. Rychlost proudění ve clonce vzrůstá úměrně rozdílu tlaků na obou stranách clonky, ovšem jen do chvíle, kdy rychlost proudění dosáhne hodnoty 1Mach. V tento moment dochází k tzv. kritickému proudění, kdy rychlost proudění ve clonce nenabyde hodnoty větší než 1 Mach a to ani při dalším zvyšování rozdílu tlaků na obou stranách clonky. Stejně tak platí, že není možné, aby clonkou prošlo větší množství plynu za jednotku času, než je množství, které clonkou prochází v momentě, kdy se rychlost plynu procházejícího clonkou rovná hodnotě 1 Mach. [13]

Za clonkou pak vzniká nadzvukové proudění, ovšem s jistou oblastní sníženého tlaku. Ta vzniká z důvodu, že clonkou nemůže projít větší množství plynu, než jaké clonkou projde při rychlosti odpovídající rychlosti zvuku. V oblasti, kde rychlost proudícího plynu klesá pod hodnotu rychlosti zvuku, vzniká rázová vlna – je to velmi tenká oblast, ve které je zvýšená hustota plynu. Kterých lze vidět, že za clonou tedy vzniká oblast nadzvukového proudění se sníženým tlakem, znázorněná světlejší barvou, která končí v místě, kde dochází k rázové vlně. Ta je zobrazena úzkou tmavou oblastí vyšší hustoty plynu. Jedná se o obrázky proudícího toku z osově symetrické zužující se trysky. V prvních dvou případech se jedná o slabé získané metodou optického lomu, na expanze, zbývající dva případy znázorňují expanzi silnou. [13][14]



Obr.10: Kritické proudění

4 MECHANIKA KONTINUA

4.1 Mechanika kontinua

Využití Navier-Stokesovy rovnice je jednoznačnou výhodou tam, kde se jedná o spojitě prostředí. Je to díky přesnému popsání spojitosti, neboť Navier-Stokesova rovnice se odvozuje od sil, které působí na jednotlivé části tekutiny, kterými jsou gravitace, tlak, tření o sousední části tekutiny nebo vznik turbulence. Stav tekutiny můžeme popsat její rychlostí a tlaky ve všech bodech, ve kterých se tekutina nachází. V kontinuu působí na každý element tekutiny dvě síly, kterými jsou objemová (jednodušší) a plošná (složitější), jejíž původcem jsou sousední elementy. Plošná síla je navíc složena ze dvou částí: první souvisí s tlakem a druhá se připisuje viskozitě - smyku povrchu jednotlivých elementů tekutiny povrchy o sebe (vnitřnímu tření) a je složitější na popis. Tím, že Navier-Stokesovy rovnice neřeší na rozdíl od metody Monte Carlo problém statisticky, ale přesným popisem složitěho chování kapaliny, dokáží velice dobře bilancovat složitý proces kontinua. [15]

4.2 Reynoldsovy rovnice

Navier-Stokesovy rovnice, doplněné o rovnici kontinuity, popisují okamžité stavy proudového pole nestlačitelné kapaliny, avšak řešení těchto okamžitých stavů je pro praktické případy z různých důvodů stěží aplikovatelné. Z toho důvodu se používá úprava matematického modelu pro statistický výpočet středních stavů. Příslušné rovnice byly formulovány Reynoldsem a jsou po něm také nazvány. [16]

Reynolds vychází z předpokladu, že lze rychlostní pole $u(x,t)$ rozložit na časově střední složku $\bar{u}(x,t)$ a luktuaci $u'(x,t)$. Jedná se o takzvaný „Reynoldsov rozklad“:

$$u(x,t) = \bar{u}(x,t) + u'(x,t) \quad (2)$$

Stejný rozklad můžeme aplikovat i na ostatní veličiny, např. tlak. Reynoldsovy rovnice vzniknou z N-S rovnic aplikací operace středování.

$$\frac{D\bar{u}_i}{Dt} = \nu \frac{\partial^2 \bar{u}_i}{\partial x_k^2} - \frac{\partial \overline{u'_i u'_k}}{\partial x_k} - \frac{1}{\rho} \frac{\partial \bar{p}}{\partial x_i} \quad (3)$$

Pravou stranu rovnice můžeme psát ve tvaru:

$$\frac{D\bar{u}_i}{Dt} = \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial x_k} \left[-\bar{p} \delta_{ik} + \mu \left(\frac{\partial \bar{u}_i}{\partial x_k} + \frac{\partial \bar{u}_k}{\partial x_i} \right) - \rho \overline{u'_i u'_k} \right] \quad (4)$$

V hranaté závorce rovnice je součet tří členů, které můžeme interpretovat jako napětí. První člen představuje napětí způsobené středním tlakem, druhý tenzor středního vazkého napětí a třetí pak tenzor napětí, jehož vznik souvisí s fluktuacemi rychlosti a je označován jako „tenzor Reynoldsových napětí“.

Reynoldsova napětí představují sílu na jednotku plochy spojenou s přenosem hybnosti fluktuacím rychlostním polem. Při praktickém použití Reynoldsových rovnic je pak třeba vypořádat se s problémem neuzavřenosti jejich systému. [16]

5 SYSTÉMY POUŽITÉ PRO ŘEŠENÍ PROBLÉMU

5.1 Ansys Fluent

Pro simulace bude využit systém ANSYS Fluent. Jedná se o špičkový software pro výpočetní dynamiku kapalin (CFD, z anglického Computational Fluid Dynamics), který se využívá pro řešení fyzikálních, ale i chemických modelů úloh jako jsou např. laminární a turbulentní proudění, nestlačitelné a stlačitelné tekutiny či modelování chemických reakcí od těch jednoduchých až po heterogenní chemické reakce probíhající při spalování plynů, uhlí, či olejů. [17]

Tento program je využíván celosvětově a nachází své uplatnění jak u malých firem, tak i u velkých nadnárodních koncernů kde je využíván hlavně pro simulace při vývojové fázi produktů před tím, než jde produkt do výroby, ale je možno jej využít i v pozdější fázi jako kontrolu již hotového výrobku a tím odhalit případné nedostatky, což významně snižuje výrobní náklady. [17]

V současnosti nejvyužívanější celosvětový program, jak malými firmami, tak i velkými nadnárodními koncerny, pro výpočetní dynamiku kapalin je Ansys Fluent. Tento program využívá fyzikální modely pro rychlý výpočet přesných výsledků. Tento program se využívá v mnoha odvětvích jako například v automobilovém průmyslu, letectví, při stavbách nebo třeba zvyšování spolehlivosti vědeckých nástrojů. [17]

Software ANSYS Fluent nabízí různé konkrétní nástroje dle účelu použití. Pro výpočty proudění kapalin je využívána platforma s názvem Ansys Meshing, která pro daný fyzikální model vytvoří síť vhodnou pro konkrétní analýzu. V případě odborných uživatelů je pak možno tuto síť upravovat pro jejich specifické požadavky. [17]

Pro efektivitu a zkrácení doby výpočtů je také možné paralelizovat úlohy na více procesorů nebo jader. Také je možno kdykoli výpočet pozastavit pro posouzení výsledků a případným změnám parametrů nastavení a následnému pokračování ve výpočtu. [17]

6 DANILATOS, STATISTICKÁ METODA MONTE CARLO

6.1 Dr. Danilátos

Gerasimos D. Danilátos je řecko-australský fyzik a průkopník v oblasti environmentální elektronové mikroskopie. Narodil se roku 1946 v řecké Cefalonii. V důsledku zemětřesení se jeho rodina přestěhovala do Patrasu, kde žil až do dostudování střední školy. Získal fyzikální titul na Národní a Kapodistriánské univerzitě v Aténách. Poté v roce 1972 emigroval do Austrálie, kde za práci o Dynamických mechanických vlastnostech keratinových vláken, kterou dokončil v lednu roku 1978 na University of New Wales, získal titul Ph.D. Na téže univerzitě poté jako vědec vyvinul Environmentální skenovací elektronový mikroskop (ESEM). [14] Dr. Danilátos pro své matematické studie pojednávající o proudění plynu při čerpání vakuových komor používá metodu Monte Carlo.

6.1.1. Uvod

Technika mokrých vzorků pro zkoumání vzorků v prostředí s vysokým tlakem par v SEM se ukázala jako vhodná pro mnoho aplikací (Robinson, 1975 a). Patří sem schopnost zkoumat hydratované vzorky s vodou zadrženu v kapalném stavu (při teplotách blízkých 0°C), schopnost zkoumat vzorky bez nabití artefaktů (Robinson 1975 b, Moncrieff et al 1978), jakož i schopnost zkoumat vzorky, jako jsou oleje, které mají vysoký tlak par (Robinson 1976). Kromě těchto aplikací má mikroskopie při vysokých tlacích par několik dalších potenciálních aplikací, z nichž některé byly uvedeny v Parsons (1974). [14]

Princip diferenciální apertury s diferenciálním čerpáním ukázal největší slib pro studium povrchové topografie vzorků při vysokém tlaku par. Dosud byly dosaženy výsledky při tlacích kolem tlaku vodní páry při teplotách blízkých 0°C , tj. Asi 6,7 mbar, a obecně; Byly představeny principy fungování JEOL JSM-2 SEM v režimu vysokého tlaku par, obvykle známé jako modifikace buněk v prostředí (ECM) (Robinson 1978). I když tato publikace představila některá omezení a výsledky dosažitelné při tlacích až 6,7 mbar v JSM-2 SEM, obecné principy vysokotlaké mikroskopie nebyly řádně vyhodnoceny. Cílem této publikace je plně diskutovat principy zapojené do provozu SEM při vysokých tlacích par, stanovit horní mez tlaku, při které může být SEM provozována, a prezentovat výsledky, které byly získány směrem k hornímu limitu tlaku JSM-2, a prodiskutovat úvahy o konstrukci SEM tak, aby poskytovaly optimální výkon na horní hranici tlaku par v komoře pro vzorky. Pro výpočet rozsahu rozptylu paprsků byly použity výpočty Moncrieff et al (1979). [14]

6.1.2. Vlastnosti vakuového systému

Aby bylo možné zkoumat vzorky v prostředí s vysokým tlakem par v komoře pro vzorky, musí být generace elektronového paprsku chráněna před vysokým tlakem a délka dráhy paprsku musí být v podstatě bez vysokého tlaku. Mechanika, jak toho dosáhnout pro JSM-2, byla diskutována již dříve (Robinson 1975 a, 1976, 1978). Obr. 1 ukazuje mikroskopický vakuový systém. Komora se vzorkem se čerpá vzduchovým uzavíracím ventilem E, zatímco jeho tlak se měří manometrem M. U-trubice M. naplněným olejem. Tlak v horní části kolony se měří ionizační manometrem. [14]

Clona čočky objektivu, umístěná na A, sestávala z o 3,05 mm o.d. měděná mřížka s jedním otvorem lepená pomocí rychle tuhnutí epoxidové pryskyřice na dno příslušně tvarovaného držáku. Byl vytvořen malý přípravek pro centrální umístění otvoru na držáku. Během lepení byla

věnována pozornost tomu, aby se zajistilo, že žádná z pryskyřice neproudí do otvoru pro otvor clony, aby byla vystavena paprsku na straně vysokého vakua, aby se zabránilo astigmatismu. Pryskyřice byla nanášena na vnější stranu otvoru, do držáku otvoru, aby se zajistilo dobré vakuové utěsnění. Toto uspořádání umožnilo, aby otvor omezující tlak byl tak tenký a nízký, jak je to praktické. [14]

Jakmile tlak ve sloupci dosáhne nad přibližně 4×10^{-4} mbar, rychlost čerpání difúzního čerpadla klesá poměrně rychle, což vede k náhlému nárůstu tlaku ve sloupci s jen malým zvýšením tlaku v komoře vzorku. To účinně nastavuje horní mez tlaku v komoře pro vzorek přibližně 10 mbar pro otvor 140 μm , 19 mbar pro otvor 100 μm a 59-mbar pro otvor 58 μm . Tyto tlaky byly maximální tlaky v komoře, které by stále umožňovaly generování elektronového paprsku, ačkoli z důvodu rozptylu elektronů byly maximální užitečné provozní tlaky poněkud pod nimi. [14]

6.2 Základní ideje metody Monte Carlo

Monte Carlo je numerická metoda založená na vztahu mezi pravděpodobnostmi různých charakteristik náhodných procesů a proměnných, které jsou řešením dané úlohy. Základní myšlenkou této metody je určit střední hodnotu veličiny, která je výsledkem náhodného děje. Vytvoří se počítačový model tohoto děje a po proběhnutí dostatečného množství simulací se mohou data zpracovat klasickými statistickými metodami. [19]

Přesnost a efektivnost celého výpočtu metodou Monte Carlo pomocí výpočetní techniky je ovlivněna kvalitou generovaných náhodných čísel, výběrem racionálního algoritmu výpočtu a kontrolou přesnosti získaného výpočtu. [19]

Statistická Metoda Monte Carlo neklade základní požadavek na spojitost výpočetního prostoru, proto může popisovat efekty, které není možné popsat spojitou funkcí, ale naopak může vracet špatné výsledky právě proto, že nemá spojitost. Metoda Monte Carlo je vhodná pouze pro výpočet pohybu osamocených molekul. Tedy tam, kde již neplatí Navier-Stokesovy rovnice. [19]

6.2.1 Metoda Monte Carlo

Nejčastější postup metody Monte Carlo je modelování takové náhodné veličiny X , že její střední hodnota $E(X)$ je rovna hledané hodnotě a .

1. Jak vybrat náhodnou veličinu X , resp. jak vybrat nejvhodnější náhodnou veličinu X pro výpočet hledané veličiny?
2. Jak najít hodnoty x_1, x_2, \dots libovolné náhodné veličiny X ?

Odpovědi na tyto otázky budou dány v následujících kapitolách. Co se týče druhé otázky lze říci, že v převážné většině metod Monte Carlo se postupuje tak, že se nejdříve generují hodnoty náhodné veličiny Y rovnoměrně rozdělené na intervalu $(0, 1)$ a ty se pak transformují transformací $x_i = f(y_i, y_{i-1}, \dots)$

kde f je vhodně zvolená funkce, na hledané hodnoty x_1, x_2, \dots . Výpočet hodnot x_i nemusí být zadán přímo funkční závislostí, ale může se provádět pomocí vhodného algoritmu. Druhá otázka se tedy redukuje na otázku generování náhodných čísel rovnoměrně rozdělených na intervalu $(0, 1)$ a nalezení vhodné transformace. Obecné schéma výpočtu metodou Monte Carlo je tedy následující:

1. Generují se náhodná čísla y_i s rovnoměrným rozdělením na intervalu $(0, 1)$;

2. náhodná čísla y_i se transformují na náhodná čísla z_i se složitějším rozdělením;
3. pomocí náhodných čísel z_i se buď přímo počítají odhady charakteristik náhodné veličiny X (v tomto případě $z_i = x_i$) nebo se počítají pomocí vhodného algoritmu hodnoty x_i a odhady charakteristik náhodné veličiny;
4. získané výsledky se statisticky zpracují. [19]

Odhad chyby můžeme získat pomocí Čebyševovy nerovnosti. Předpokládejme tedy, že odhadujeme střední hodnotu $E(X)$ pomocí aritmetického průměru z n hodnot x_1, x_2, \dots, x_n náhodné veličiny X . Jestliže zvolíme dostatečně malé α a položíme

$$\varepsilon = \sqrt{\frac{D(X)}{n\alpha}},$$

$$P\left(\left|\frac{1}{n}\sum_{i=1}^n x_i - E(X)\right| \leq \sqrt{\frac{D(X)}{n\alpha}}\right) \geq 1 - \alpha,$$

Dostaneme

(5)

což znamená, že s pravděpodobností $1 - \alpha$ se aritmetický průměr nezávislých realizací náhodné veličiny X neliší od $E(X)$ více než $D(X)/n$. Při fixovaných α a $D(X)$ chyba klesá jako $1/\sqrt{n}$

Jestliže jsou splněny předpoklady centrální limitní věty, pak při dostatečně velkém n můžeme předpokládat, že veličina x_i/n má normální rozdělení se střední hodnotou $E(X)$ a disperzí $D(X)/n$. To nám dává možnost sestavit interval spolehlivosti pro hledanou hodnotu $E(X)$, tak, jak bylo uvedeno v odstavci věnovaném matematické statistice. Hodnota disperse, která určuje chybu, může být určena jedině v průběhu výpočtu. Můžeme tedy v průběhu výpočtu určit číslo n , které nám zabezpečí požadovanou chybu se zadanou pravděpodobností. [19]

Jak je vidět metoda Monte Carlo je spojena s úlohou odhadu parametrů normálního rozdělení. Přitom odhad střední hodnoty nám dává hledanou hodnotu a odhad disperse zabezpečuje odhad chyby. Třebaže řád ubývání chyby $O(1/\sqrt{n})$ není příliš vysoký, pro přesné výpočty existují různé transformace náhodných veličin, které zachovávají střední hodnoty a snižují disperzi náhodné veličiny, čímž se sníží i chyba metody Monte Carlo. [19]

Odhad chyby a konvergence metody Monte Carlo má tu zvláštnost oproti klasickým numerickým metodám, že zde nejde o obyčejnou konvergenci, resp. obyčejný odhad chyby, ale o konvergenci skoro jistě a pravděpodobnostní odhad chyby. Tím se ovšem cena metody Monte Carlo nijak nesnižuje, protože např. výsledky měření mají stejný charakter jako výsledky metody Monte Carlo. [19]

7 OPTIMÁLNÍ PŘENOS PAPRSKU V RASTROVACÍM ELEKTRONOVÉM MIKROSKOPU

Následující kapitola byla převzata z publikace Dr. Danilata.

7.1 Souhrn

Hustota plynu argonu podél osy tlakově omezujícího otvoru v elektronickém mikroskopu pro snímání prostředí je zjištěna přímou simulací metodou Monte Carlo. Otvor je vytvořen na tenké desce materiálu, která vytváří nejostřejší možnou přechodovou oblast mezi komorou vzorku a diferenčně čerpanou oblastí za proudem plynu. Byl studován celý režim od volné molekuly do toku kontinua, který pokrývá jakoukoli velikost průměru otvoru a jakýkoli tlak od vakua do jedné atmosféry. Množství elektronového paprsku přenášeného bez rozptylu v kterémkoli bodě podél osy clony se nachází v oblasti urychlovacího napětí mezi 1 a 30 kV pro argon. Přenos elektronového paprsku je dále počítán pro helium, neon, vodík, kyslík, dusík a vodní páry. Tato studie představuje základ pro návrh a konstrukci skenovacího elektronového mikroskopu s optimálním přenosem elektronovým paprskem, což je primární požadavek na nástroj pro optimální výkon. [20]

7.2 Úvod

Environmentální skenovací elektronový mikroskop (ESEM) byl zkoumán a vyvíjen od 70. let, ačkoli první komerční nástroj byl uveden na trh v roce 1988 společností ElectroScan Corporation, Boston, USA. V průběhu tohoto období se objevilo velké množství publikací jak o vývoji této technologie, tak o jejích aplikacích, jak ukazuje časná bibliografie (Danilatos, 1993), a tento trend pokračuje dodnes. Hlavní vývoj této technologie se objevil ve dvou hlavních průzkumech (Danilatos, 1988, 1990a) a dalších klíčových dílech, jak bude ukázáno později.

Úspěšný ESEM zahrnuje synergii několika technik pracujících v souzvuku. Mezi ně patří mimo jiné diferenciální čerpání, které odděluje vysoké vakuum komory elektronových pistolí od vysokotlaké komory vzorku, nové techniky detekce elektronů v plynném médiu, regulace plynu a manipulace se vzorky, spolu s přenosem vzorku z okolních podmínek do vzorku komora mikroskopu. Technika diferenciálního čerpání umožňuje vytvoření a přenos elektronového paprsku z vakua kolony s elektronovou optikou do vysokotlakého plynného prostředí komory pro vzorky. Proto musí být tato technika navržena optimálním způsobem, aby byl umožněn maximální přenos elektronovým paprskem, tj. s minimálním rozptylem a ztrátou elektronů. Optimální podmínky byly potvrzeny a stanoveny prací provedenou s laboratorním experimentálním prototypem ESEM a velká část této práce byla publikována v různých stádiích vývoje. [20]

Komerční nástroje však dosud plně nezavedly tato zjištění pro optimální provoz.

Výsledkem je velké množství uživatelů komerčních ESEM jsou přísně omezeny s ohledem na maximální tlak dosažitelné, minimální zrychlovací napětí možné, množství svobody pohybu vzorků, umístění a konstrukce detektoru, meze zorného pole, kontaminace kolony a astigmatismus obrazu, životnost elektronových zbraní a údržba přístroje. Výsledkem je časté poškození vzorků nebo obtížné zacházení se vzorky, ztráta praktického rozlišení a obecné omezení počtu proveditelných aplikací. [20]

Jedna studie o dvou komerčních modelech ESEM již byla zveřejněna, ve které je ukázáno, že před vstupem paprsku do komory pro vzorky je ztracena významná část primárního elektronového paprsku (Danilatos, 2001). Zejména bylo zjištěno, že starší model funguje lépe než ten pozdější. Dále bylo zjištěno, že oba tyto modely fungovaly horší než laboratorní ESEM využívající clonu omezující tlak na tenké desce (PLA). Tenká clona byla prezentována pro účely srovnání za stejných podmínek tlaku v komoře a velikosti clony jako u komerčních nástrojů. Může být ukázáno, že tenký otvor představuje minimální tloušťku plynné hmoty, kterou musí elektronový paprsek během svého přenosu překonat. Z tohoto důvodu je zde nyní představeno

rozšíření této studie v celém rozsahu tlaku a velikosti otvorů, s nimiž se lze setkat při návrhu a konstrukci jakéhokoli ESEM. [20]

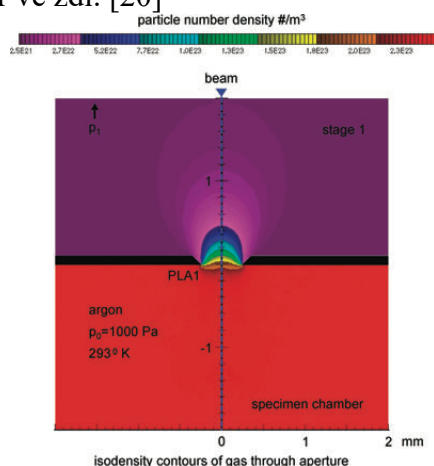
Aby bylo možné co nejlépe pokrýt požadovaný rozsah podmínek, je nutné zahrnout minimální množství výsledků nezbytných pro použití projektantem nebo uživatelem ESEM. Předmětem této práce je poskytnout komplexní studii, která okamžitě stanoví optimální konstrukční specifikace pro ESEM s ohledem na přenos elektronovým paprskem. [20]

7.3 Materiály a metody

V oblasti výzkumu dynamiky plynů byly provedeny rozsáhlé studie toků vzácného plynu tryskami různých tvarů, ale o tokech skrz otvor vytvořený na tenké desce jsou k dispozici pouze omezené informace, zejména pokud se tyto informace týkají ESEM. Zejména máme zájem o stanovení hustoty plynu jak v dalekém, tak v blízkém poli PLA, jak se používá v ESEM. Často musíme pracovat velmi blízko k této cloně při vysokém tlaku a nízkém kV svazku a potřebujeme znát hustotu plynu po celé délce paprsku. Studie již byla zveřejněna pro případ tenkého otvoru, tj. otvoru majícího průměr 0,5 mm na desce o tloušťce 0,1 mm s dolním rozbíhavým okrajem pod úhlem 45 °, jak je znázorněno na obr. 1 (Danilatos, 2000a). Stejný otvor je použit v této studii, která představuje pokračování v části předchozí práce. [20]

Složitost studia toku plynu vyplývá ze skutečnosti, že požadované hustoty plynu a velikosti otvorů odpovídají celému režimu od volné molekuly do toku kontinua, protože tlak v komoře vzorku se může měnit od vakua k atmosférickému tlaku a průměru otvoru je řádově 1 mm a s výhodou mnohem méně. Dostupná teoretická řešení jsou nedostatečná nebo nepraktická k použití, zejména v režimu toku vzácného nebo přechodného plynu. Teoretické a numerické metody (Beylich, 1979, 1984) i experimentální metody (Liepmann, 1961; Anderson a kol., 1966; Ashkenas & Sherman, 1966) lze použít až do určitého bodu, ale všechny jsou pro náš nedostatek účely. [20]

Situace byla vyřešena příchodem přímé simulace metody Monte Carlo (DSMC) (Bird, 1995) a jejím přizpůsobením této práci. Tím se otevřel relativně snadný a praktický způsob studia systémů, u nichž jsou změny geometrie a stavu plynu kritické při určování optimálního provozního stavu. Tato metoda umožňuje studovat toky složité geometrie, například při studiu čerpacích vlastností prstencového nadzvukového paprsku, což vedlo k novému diferenciálnímu čerpacímu systému (Danilatos, 2000b). Bylo také použito ke studiu účinku změny úhlu a tloušťky okraje stěny clony, účinku přítomnosti vzorku před vstupem do otvoru a účinku na dva kombinované otvory ve dvoustupňovém diferenciálním čerpacím systému. Podle těchto studií, za předpokladu, že úhel okraje (měřený od osy otvoru) je větší než 45 °, je tok pro všechny praktické účely blízký úhlu pro nekonečně tenký otvor ve zdi. [20]



Obr. 11. Obrisy izodensity při hodnotách uvedených na barevné liště pro proudění argonového plynu skrz otvor 0,5 mm (PLA1) z komory vzorku při tlaku $p_0 = 1\ 000\ \text{Pa}$ a $293\ \text{K}$ do vakuové oblasti nad otvorem. Elektronový paprsek putuje z vakuové oblasti do komory vzorku podél osy clony proti nadzvukovému proudu plynu vytvořenému níže. [20]

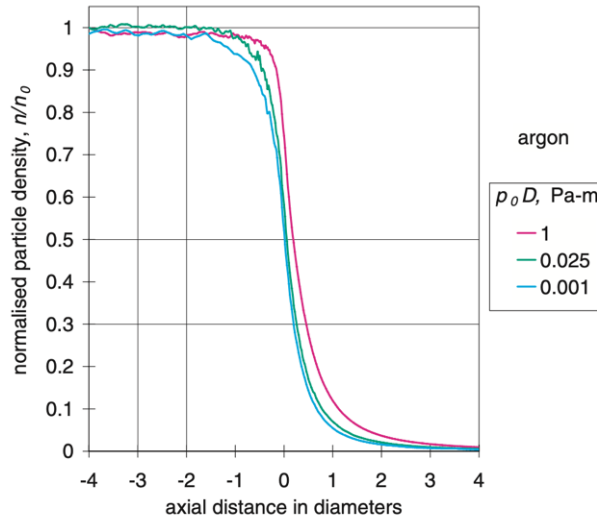
Metoda DSMC používá několik tisíc nebo miliónů simulovaných molekul pro počítačové modelování skutečného toku plynu. Poloha a rychlost molekul se ukládají a upravují v počítači v průběhu času, jak plyn proudí v daných mezních podmínkách. Počet potřebných simulovaných molekul závisí na hustotě plynu a prostorovém rozsahu průtokového pole, které určují výpočetní čas potřebný pro daný počítač. Program začíná počátečními podmínkami tlaku na obou stranách otvoru a po uplynutí doby přechodu je dosaženo ustáleného toku, o který se zajímáme. Ve skutečnosti je přechod k toku v ustáleném stavu dosažen během zlomku sekundy, ale doba výpočtu u dřívějších počítačů PC vyžadovala několik dní, aby se simuloval ustálený stav. Výsledky obsažené v tomto článku byly získány souběžně a jsou součástí práce publikované dříve na jediném otvoru (Danilatos, 2000a). [20]

Jako zkušební plyn se používá argon při dané vstupní (stagnační) hustotě počtu částic n_0 mezi $4,94 \times 10^{20} \text{ m}^{-3}$ a $1,235 \times 10^{24} \text{ m}^{-3}$, což odpovídá vstupním tlakům p_0 mezi 2 Pa a 5 000 Pa při teplotě 293 K a ve všech v těchto případech se plyn vyčerpá ve vakuu za otvorem. Podobnost principu toku byla také testována a ověřena normalizovaná hustota částic, n / n_0 změnou průměru D otvoru až o pět řádů nepřímo na vstupní tlak. Udržováním produktu p_0D konstantní, bylo zjištěno, že byla reprodukována stejná vlastnost toku, když jsme normalizovali pole na vlastnost vstupního toku a na průměr otvoru. Vlastnosti toku (hustota, teplota, rychlost atd.) byly studovány pro různé hodnoty parametru p_0D , který má přímé technické použití v technologii ESEM (např. v detekční účinnosti, zisku atd.) a byl upřednostňován před Reynoldsovým číslem často používaným v poli dynamiky plynu. Toto je důležitá situace, protože pro každou hodnotu p_0D odpovídá rodina hodnot tlaku a clony, které pokrývají široký rozsah provedení přístroje a provoz. Například s $p_0D = 2,5 \text{ Pa}\cdot\text{m}$ odpovídá dvojice 50000 Pa – 50 μm a také dvojice 5000 Pa – 500 μm hodnot tlaku a průměru atd. argon byl používán v minulosti, jak je používán nyní, jako standardní plyn, s nímž lze srovnávat různé fáze vývoje a designu. Argon je preferovaný plyn, protože je inertní (tj. "čistý" pro mikroskop) a, protože je monatomický, průřez elektronovým rozptylem je lépe stanoven pro následný výpočet rozptylu elektronového paprsku. Další plyny byly také použity ve studiích DSMC a prezentovány v tento papír. [20]

Počítačový program poskytuje, mezi jinými parametry, hustotu počtu molekul (částic), rychlost, Machovo číslo a teplotu v proudovém poli, spolu s přenosovou rychlostí molekul přes rozhraní mezi zónami nebo skrz otvor. Zde poskytujeme pouze změnu hustoty počtu částic podél osy otvoru, protože to přímo určuje rozptyl a přenos elektronového paprsku. [20]

7.4 Výsledky DSMC

Hodnota hustoty částic vypočítaná metodou DSMC je normalizována dělením vstupní hodnotou hustoty a poté je průměr zjištěn podél osy otvoru od hodnot ve třech poloměrech $r = 0,05, 0,1$ a $0,2 \text{ mm}$ od osy. Vzdálenost podél osy je také normalizována na průměr otvoru. Výpočet byl proveden s pevnými hodnotami $p_0D = 0,001, 0,005, 0,025, 0,05, 0,1, 0,25, 0,5, 1,0$ a $2,5 \text{ Pa}\cdot\text{m}$. Na obrázku 12 jsou pro ilustrativní účely uvedeny pouze tři typické případy při znázorněných hodnotách p_0D , které odpovídají průtoku plynu ve volné molekule, vzácném toku (přechod) a režimu kontinuálního toku. Výpočty pokryly vzdálenost podél osy clony od čtyř průměrů „pod“ (tj. Proti proudu) clony až do 20 průměrů „nad“ (tj. Po proudu) za clonou. Pro přehlednost je však na obrázcích znázorněna pouze vzdálenost do čtyř průměrů nad otvorem, protože hodnoty hustoty jsou příliš malé na to, aby byly viditelně nakresleny nad touto vzdáleností. Při výpočtu přenosu paprsku se však později použije úplná vzdálenost. [20]



Obr. 12. Normalizovaná hustota částic argonu podél osy otvoru znázorněné na Obr. 11 pro tři hodnoty produktu $p_0 D$. [20]

Na obr. 2 si všimneme, že křivka hustoty je téměř antisymetrická kolem osy ordinátů pro $p_0 D = 0,001$ Pa-m, což odpovídá průtoku volné molekuly. Když se však pohybujeme v oblasti přechodového toku (např. $p_0 D = 0,025$ pa-m) a dále v toku kontinua ($p_0 D > 1$ Pa-m), křivka hustoty je nakloněna (nebo tlačena) doprava, tj. po proudu.

Důvodem pro zastavení výpočtů ve čtyřech průměrech pod otvorem je, že se zjistilo, že hustota částic je konstantní a rovná se hustotě stagnace v komoře pod tímto bodem. Důvodem pro zastavení výpočtu ve 20 průměrech nad otvorem je, že se zjistilo, že hustota plynu nad tímto bodem je zanedbatelná v příspěvku k rozptylu elektronového paprsku zbývajícím plynem nad ním. Ta se dobře vztahuje na clonový systém podle této studie, ale tato vzdálenost (nad kterou je rozptyl zanedbatelný) se může lišit pro jiné konstrukční systémy (Danilatos, 2001). [20]

7.5 Přenos elektronovým paprskem

Jak je uvedeno v předchozích pracích, proces rozptylu elektronového paprsku je řízen pravděpodobností Poissonovy distribuce $P(x)$:

$$P(x) = \frac{m^x e^{-m}}{x!} \quad (6)$$

což dává pravděpodobnost, že se elektron podrobí x počtu srážek, když průměrný počet srážek na elektron je m . Znalost parametru m nám umožňuje okamžitě zjistit proud I elektronového paprsku, který je přenášen úplně bez jakéhokoli rozptylu molekulami plynu 0,99, když počáteční proud dopadajícího paprsku ve vakuu je I_0 . Podíl vysílaného paprsku f (nebo elektronového přenosu) je dán exponenciální rovnicí:

$$f \equiv \frac{I}{I_0} = e^{-m}. \quad (7)$$

Parametr m se nachází z funkce hustoty počtu částic $n(z)$ podél osy z a celkového rozptylu průřez σ_T plynu:

$$m = \sigma_T \int n(z) dz. \quad (8)$$

Výše uvedená integrace se provádí mezi libovolnými dvěma limity definujícími požadovanou vrstvu plynu. V tomto případě se nejprve zajímáme o to, že definitivní integrál vezmeme postupně od 20 průměrů nad otvorem do nižší vzdálenosti až do čtyř průměrů pod otvorem ve stejném směru, ve kterém elektronový paprsek putuje podél osy, a potom vykreslíme výsledek. Integrační faktor v ekv. (8) se označuje jako molekulární (částice) tloušťka, což je celkový počet částic plynu ve sloupci plynu s jednotkovou základní plochou. Toto množství normalizované na hustotu vstupního čísla a průměr otvoru poskytuje bezrozměrnou konstantu ζ , normalizovanou tloušťku čísla molekul (částic) a je dáno integrálem:

$$\zeta = \frac{1}{n_0 D} \int n(z) dz. \quad (9)$$

Rovnici (8) lze poté přepsat jak:

$$m = \sigma_T n_0 D \zeta. \quad (10)$$

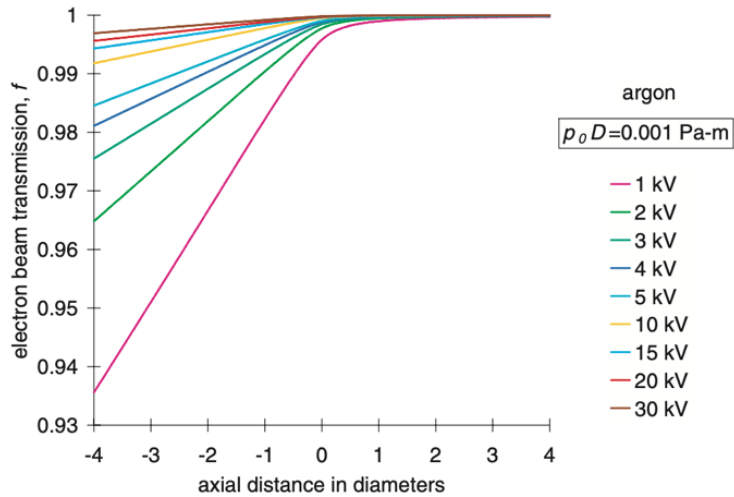
Druhá forma je přímo aplikovatelná na normalizované funkce hustoty částic prezentované v této práci. Hustota stagnačního čísla n_0 se vztahuje k tlaku p_0 v komoře

$$n_0 = \frac{p_0}{k T_0}, \quad (11)$$

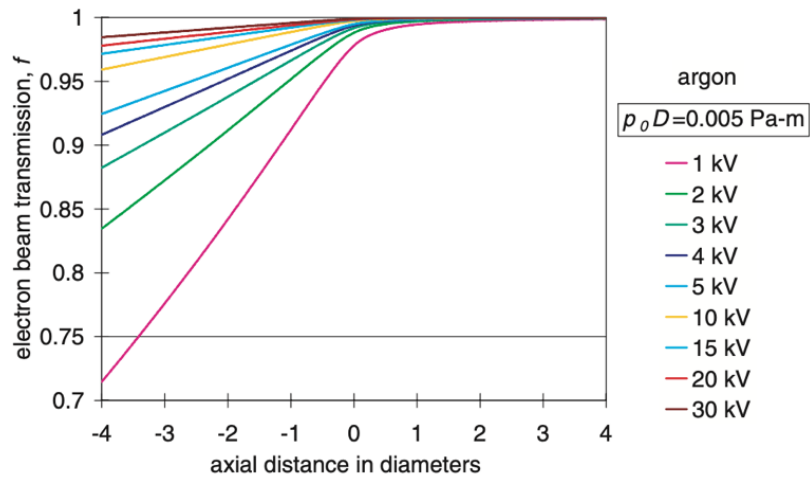
kde k je Boltzmannova konstanta a T_0 je absolutní teplota v komoře. Přenos elektronového paprsku je tedy dán jednoduchým vzorcem:

$$f = \exp(-\sigma_T n_0 D \zeta) = \exp\left(-\frac{\sigma_T}{k T_0} p_0 D \zeta\right). \quad (12)$$

Tímto způsobem je přenos paprsku vynesena podél osy paprsku, jak je znázorněno na Obr. 3–11, z nichž každý odpovídá pevné hodnotě $p_0 D$ pro všechny případy, pro které byla dříve vypočtena hustota plynu, a každý případ se sadou pevných hodnot urychlovacího napětí paprsku v kV, protože je pravděpodobnější, že budou použity v ESEM. Z každého obrázku tedy můžeme okamžitě získat intenzitu elektronového paprsku v kterémkoli bodě podél osy pro elektronové paprsky 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15, 20 a 30 kV. Průřezy rozptylu σ_T silně závisí jak na povaze plynu, tak na zrychlovacím napětí a hodnoty použité pro argon jsou uvedeny v tabulce 1. Numerické hodnoty hustoty plynu použité ve vzdálenosti od čtyř průměrů pod otvorem k 20 průměrů nad otvorem jsou těsně rozmístěny podél osy a jejich počet je velmi velký, aby mohly být uvedeny v tomto dokumentu, ale sada grafů může poskytnout dostatečné informace pro další analýzu jinými pracovníky. [20]

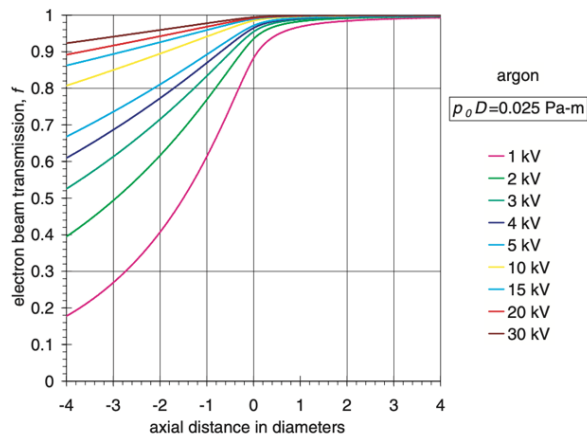


Obr. 13. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr. 11, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlujícího napětí znázorněného v kV pro hodnotu $\rho_0 D$. [20]

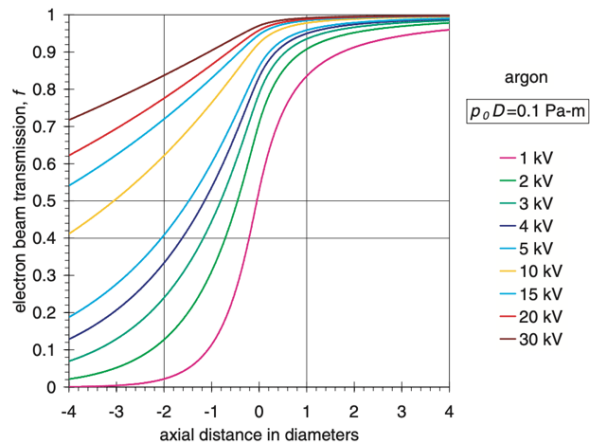


Obr. 14. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr. 1, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlujícího napětí znázorněného v kV pro hodnotu $\rho_0 D$. [20]

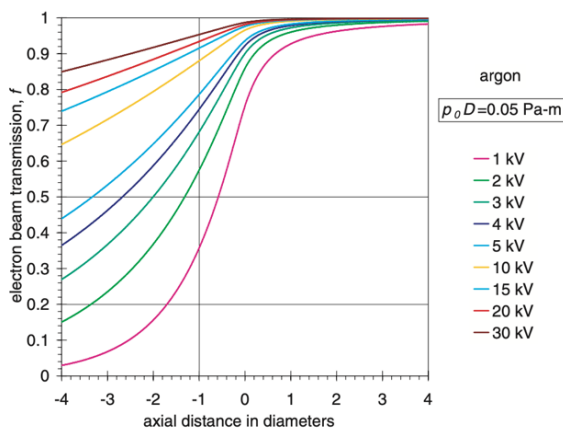
Parametr ζ se vypočítává numerickými prostředky tak, že se nejprve uloží hodnoty funkce hustoty čísel $n(z)$ vytvořené metodou DSMC do tabulky. Celkem se ve vzdálenosti od -4 do $+20$ průměrů podél osy clony používá 1200 hodnot. Tabulka vytváří parametr ζ v samostatném sloupci, ze kterého je přenos elektronového paprsku vypočítán pomocí Eq. (12) v jiném sloupci pomocí konstant převzatých z tabulky 1 pro každý případ uvedený na obrázcích. Podobné zpracování se provádí pro další uvedené plyny, jakož i pro výsledky v následující analýze a diskusí. [20]



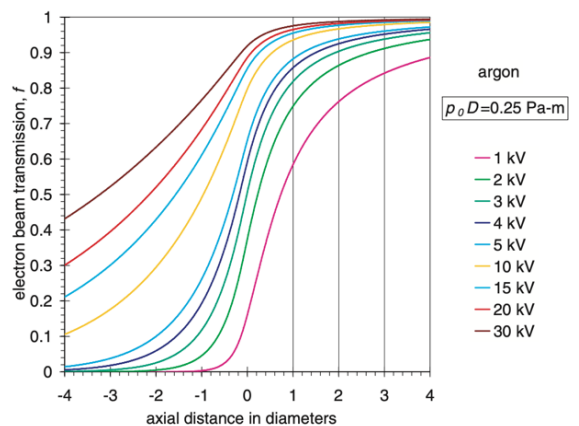
Obr. 15. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr.1, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlovacího napětí znázorněného v kV pro hodnotu p_0D



Obr. 17. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr. 1, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlovacího napětí znázorněného v kV pro hodnotu p_0D .



Obr. 16. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr.1, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlovacího napětí znázorněného v kV pro hodnotu p_0D

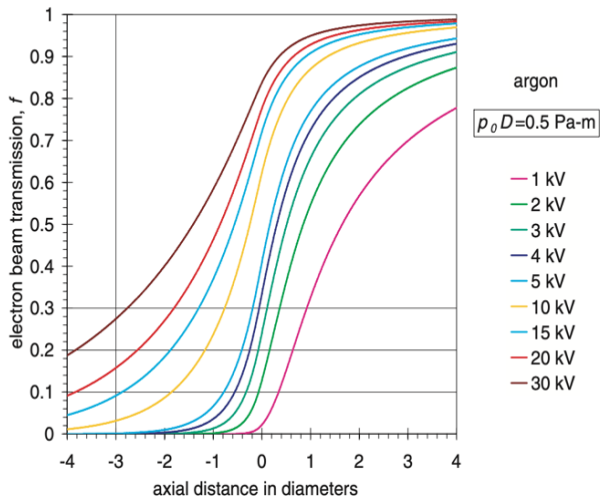


Obr. 18. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr. 1, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlovacího napětí znázorněného v kV pro hodnotu p_0D

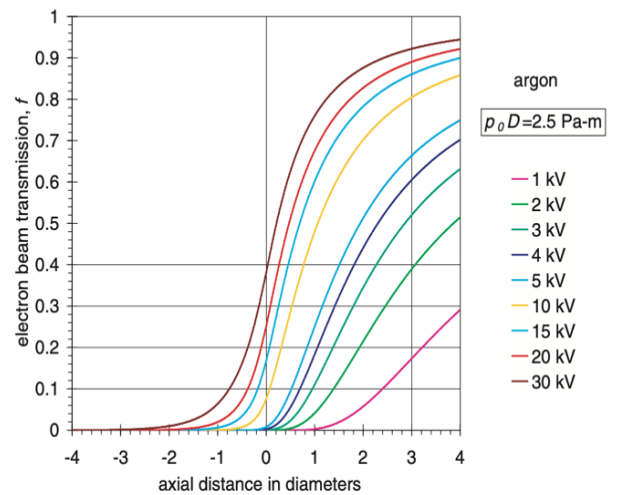
7.6 Analýza výsledků

Výše uvedené výsledky tvoří základ pro získávání informací při návrhu specifikací pro optimální ESEM. Některé významné důsledky však nemusí být okamžitě zřejmé, aniž by se provedla minimální analýza provedená níže.

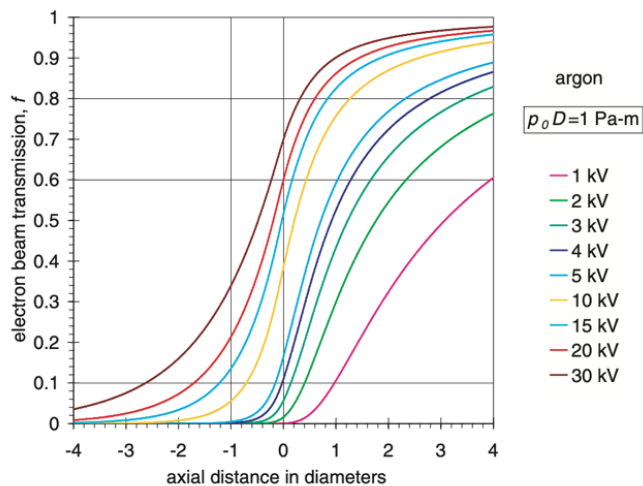
Pět použitých parametrů, jmenovitě průměr otvoru, tlak v komoře, vzdálenost vzorku od clony, napětí urychlovací paprsek a přenos paprsku podél osy, jsou vzájemně propojeny, takže vzhledem ke všem čtyřem z nich může být pátý jedinečně určen. Alternativně mohou být vzhledem ke všem třem z nich zbývajících dva parametry vykresleny proti sobě. Je poskytnut minimální počet hodnot p_0D , které jsou dostatečné pro spolehlivou interpolaci mezi těmito hodnotami. Parametr normalizované hustoty částic, jako na obr. 12, je začleněn do grafů přenosu paprsku a jeho hodnota pro jakoukoli vzdálenost vzorku větší než čtyři průměry pod otvorem lze spolehlivě považovat za rovnou jednotě. Databáze může být počítačovým programem použita k výpočtu těchto parametrů jakýmkoli požadovaným způsobem, a úplnou prezentaci lze získat od současného autora v budoucnu přes internet. [20]



Obr. 19. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr.1, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlujícího napětí znázorněného v kV pro hodnotu p_0D



Obr. 21. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr. 1, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlujícího napětí znázorněného v kV pro hodnotu p_0D



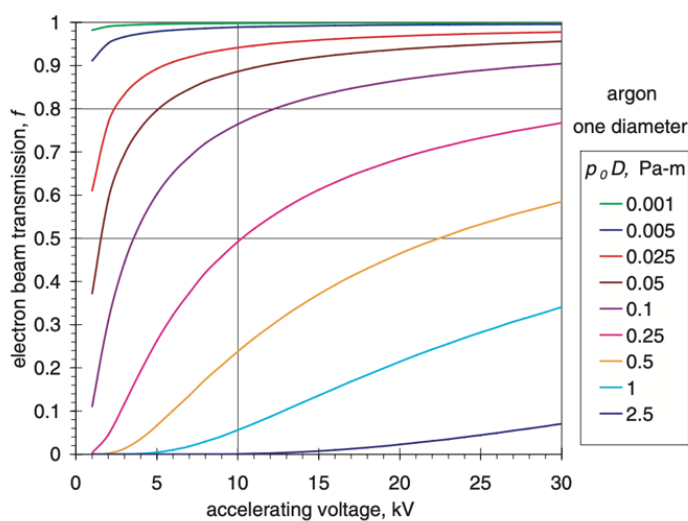
Obr. 20. Faktor přenosu elektronového paprsku pro argon podél osy otvoru odpovídající obr. 1, když paprsek putuje shora dolů, s pevnými hodnotami zrychlujícího napětí znázorněného v kV pro hodnotu p_0D .

Na obr. 13 si všimneme, že i při nejnižším 1 kV paprsku je více než 93% paprsku přenášeno do čtyř průměrů pod clonou. Například s otvorem 50 μm může být maximální tlak 20 Pa (tj. Nízké vakuum) pro tento případ distribuce hustoty plynu podél osy. Jak se pohybujeme směrem nahoru s hodnotami p_0D , přenášena frakce paprsku klesá: pro střední hodnotu $p_0D = 0,025 \text{ Pa}\cdot\text{m}$ (obr. 15), stále máme 18% vysílaného paprsku i s nejnižším paprskem 1 kV. S otvorem 50 μm tedy může být maximální tlak 500 Pa, což znamená provozní podmínky ESEM. Při $p_0D = 0,25 \text{ Pa}\cdot\text{m}$ (obr. 18) pozorujeme lepší než 10% přenos ve čtyřech průměrech pod clonou pro všechny paprsky nad 10 kV. Například s otvorem 50 μm můžeme mít 5 000 Pa v komoře, nebo s otvorem 500 μm můžeme mít 500 Pa se vzorkem umístěným ve vzdálenosti 2 mm od otvoru. V krajním případě, kdy $p_0D = 2,5 \text{ Pa}\cdot\text{m}$ (obr. 21), nepřežije při čtyřech průměrech ani při 30 kV žádné užitečné množství svazku elektronů. Stále však existuje užitečný elektronový paprsek přenášený v komoře vzorku v kratší vzdálenosti vzorku od clony. [20]

Tabulka 1. Celkový průřez rozptylu elektronů různých plynů, $\sigma_T \times 10^{20} \text{ m}^2$, pro různá urychlovací napětí. [20]

Accelerating voltage, kV	Argon	Neon	Helium	Nitrogen	Oxygen	Hydrogen	Water
1	6.77	1.72	0.287	4.41	4.24	0.723	2.87
2	3.62	0.946	0.165	2.41	2.32	0.406	1.58
3	2.50	0.662	0.118	1.68	1.61	0.287	1.10
4	1.92	0.513	0.0923	1.3	1.25	0.224	0.855
5	1.56	0.421	0.0763	1.06	1.02	0.184	0.701
10	0.827	0.226	0.0420	0.571	0.547	0.101	0.377
15	0.572	0.158	0.0296	0.398	0.381	0.0708	0.263
20	0.442	0.122	0.0232	0.309	0.296	0.0554	0.205
25	0.363	0.101	0.0192	0.254	0.244	0.0458	0.169
30	0.309	0.0862	0.165	0.218	0.208	0.0393	0.144

Proto je důležité určit nejbližší vzdálenost vzorku od otvoru, kde je tlak prakticky stejný jako zaznamenaný tlak stagnační komory, protože tlak se při přibližování k otvoru významně snižuje. Z grafů na obr. 12 jsme vypočítali hodnoty normalizovaného počtu tlouštěk pro každou vrstvu plynu o tloušťce jednoho průměru a výsledky jsou uvedeny v tabulce 2. Integrace ekv. (9) uvnitř vrstvy jednoty (tj. Tlustý jeden průměr) s hustotou čísla jednoty dává jednotu. Ve skutečnosti si všimneme, že tyto obrázky jsou velmi blízko k jednotě pro všechny vrstvy plynu pod jedním průměrem od otvoru, ale velké odchylky od jednoty jsou pozorovány ve vrstvách bezprostředně pod a nad otvorem. Tato pozorování platí nejprve v případě, že oblast neobsahuje žádné přítomné vzorky. Situace již byla dále zkoumána také v případě plochého vzorku umístěného pod otvorem v různých vzdálenostech, protože se očekává, že vzorek změní vlastnosti tokového pole (Danilatos 1991, 1992). Tyto studie však ukázaly, že i za přítomnosti typického vzorku je pokles tlaku zanedbatelný nebo malý, za předpokladu, že vzorek není umístěn blíže než jeden průměr od otvoru. Můžeme tedy předpokládat, že tok je stejný nebo blízký případu bez vzorku, jak je uvedeno v tomto dokumentu. Můžeme proto nastavit jeden průměr jako omezující pracovní vzdálenost, při které je možné provozovat ESEM, a přesto předpokládat, že zaznamenaný tlak v komoře je prakticky stejný jako tlak zaznamenaný v průběhu pozorovaná plocha vzorku. Pro toto kritérium fungování, my můžeme extrahovat z předchozích grafů přenosové faktory při jednom průměru pod clonou proti zrychlovacímu napětí paprsku při stálých hodnotách $p_0 D$, jak je znázorněno na obr. 22.

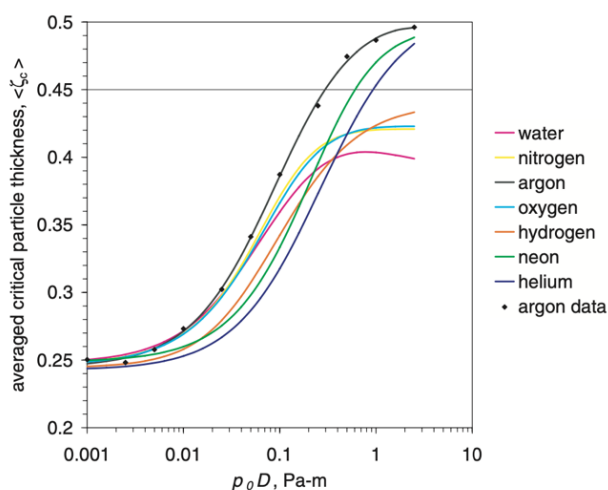


Obr. 22 Přenos elektronového paprsku pro argon versus zrychlovací napětí při jednom průměru pod otvorem pro různé zobrazené hodnoty $p_0 D$.

Tabulka 2. Normalizovaná tloušťka částic pro jednotné vrstvy pod (zápornou) a nad (pozitivní) clonou při třech hodnotách p_0D pro argon.

Layer	$p_0D = 0.001 \text{ Pa}\cdot\text{m}$	$p_0D = 0.025 \text{ Pa}\cdot\text{m}$	$p_0D = 1 \text{ Pa}\cdot\text{m}$
-4	0.99	1.003	0.988
-3	0.986	1.002	0.985
-2	0.969	0.995	0.984
-1	0.832	0.880	0.944
1	0.192	0.225	0.331
2	0.03	0.039	0.068
3	0.011	0.014	0.025
4	0.006	0.007	0.013

Dále můžeme definovat další kritérium pro ty aplikace, které umožňují umístění vzorku na ještě kratší vzdálenost, tj. Do jednoho průměru od otvoru. Například malé vzorky umístěné na vrcholu tenké jehly, zatímco se mohou volně pohybovat v blízkosti otvoru, vykazují na základě vlastností toku plynu jak proměnlivý tlak, tak i chladicí účinek. Dalším příkladem je práce při atmosférickém tlaku nebo blízko atmosférického tlaku, kde je vzorek umístěn velmi blízko otvoru, a snížení tlaku na pozorované oblasti nemusí mít na aplikaci žádný škodlivý účinek, protože absolutní hodnota tlaku zůstává velmi vysoká. Ve skutečnosti bylo zobrazování úspěšně provedeno pro tento stav a v některých zvláštních případech i za vložení jehly nad otvor, zatímco je stále uvnitř proudu plynu, a obrázky horní strany otvoru byly zobrazeny Danilatosem (1985). Detekce byla úspěšná jak se systémem scintilačních detektorů zpětně rozptýlených elektronů (BSE) umístěných nad a pod otvorem, tak s plynným detekčním zařízením prostřednictvím systému vodičů umístěných jak pod, tak nad otvorem (Danilatos, 1990b). Detekce plynných scintilačních lavin byla také použita ve všech těchto případech operace (Danilatos, 1986, 1993). Jinými slovy, existují vzorky, které nejsou ovlivněny nižším tlakem, než je tlak zaznamenaný v komoře, ani nejsou ovlivněny proudem plynu přes jejich povrch, když plyn proudí skrz otvor. Pro všechny tyto aplikace je konečným kritériem množství elektronového paprsku přenášeného dolů do omezující polohy, kde je zobrazování stále použitelné. Předmět zjišťování nejnižšího podílu užitečného paprsku je relativní k aplikaci a množství kontrastu vytvořeného prostřednictvím povahy vzorku a konstrukce detektoru, jakož i počáteční intenzity proudu I_0 (nebo použitelné) v paprsku v závislosti na typ mikroskopu s elektronovou pistolí. Proto je odůvodněné extrahovat informace z předchozích grafů o tom, co se stane, například v nulové vzdálenosti od clony, což je stav, na který můžeme při návrhu optimálního ESEM odkazovat jako na „mez fyzického výkonu“ operace. [20]



Obr. 23. Průměrná kritická tloušťka částic proti produktu p_0D pro různé plyny. [20]

V důsledku posledně uvedeného kritéria jako konečného nebo omezujícího provozního případu odpovídá odpovídající tloušťka částic plynu, tj. Konečný integrál ζ_c ,

$$\zeta_c = \frac{1}{n_0 D} \int_0^\infty n(z) dz, \quad (13)$$

byla definována jako charakteristická normalizovaná tloušťka čísla pro jakýkoli tenký otvor, na který můžeme v této práci krátce odkazovat jako „kritická tloušťka částic“. Z toho získáme odpovídající přenos kritického elektronového paprsku f_c :

$$f_c = \exp(-\sigma_T n_0 D \zeta_c) = \exp\left(-\frac{\sigma_T}{kT_0} p_0 D \zeta_c\right). \quad (14)$$

Hodnoty ζ_c byly shrnuty v předchozí práci (Danilatos, 2000a) na nebo velmi blízko k ose clony, zatímco zde uvádíme průměry hustoty plynu mezi třemi poloměry podél osy clony. Tyto průměry, které jsou o něco menší než vrcholové hodnoty, se nyní používají, protože konvergující (kužel) elektronového paprsku snímaného kolem osy clony má spíše průměrnou hustotu plynu než maximální hodnotu. V obou případech je rozdíl malý pro jakékoliv praktické účely a průměrné hodnoty $\langle \zeta_c \rangle$ jsou nyní uvedeny jako datové body pro argon na obr. 23.

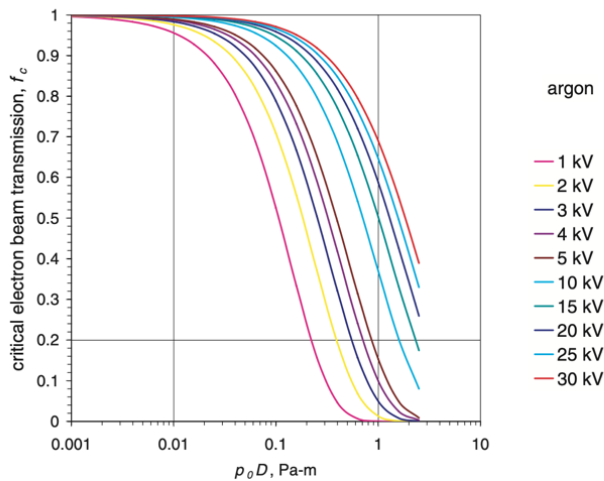
Stejným postupem jako v předchozích pracích byly body opět osazeny křivkou:

$$y = \frac{1 + bx + dx^2}{a + cx + ex^2}, \quad (15)$$

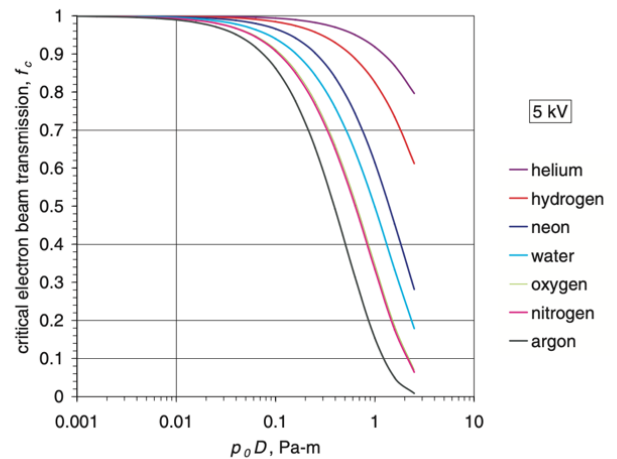
kde nové konstanty a , b , c , d a e jsou uvedeny v tabulce 3, kde $y \equiv \langle \zeta_c \rangle$ a $x \equiv p_0 D$. Celková odhadovaná chyba v grafech je $\pm 5\%$ směrem k konci toku kontinua (vpravo) a méně než $\pm 1\%$ směrem k konci molekulárního toku (vlevo).

Tabulka 3. Konstanty ekv. (15) pro různé plyny. [20]

Gas	a	b	c	d	e
Argon	4.0915	23.5058	45.9232	1.3150	2.9067
Helium	4.1206	11.6470	29.8438	24.2696	47.5001
Hydrogen	4.0961	73.2387	281.1271	1212.3227	2752.7335
Neon	4.0226	9.7785	20.2649	11.7383	23.6059
Nitrogen	4.0554	23.3237	54.0130	147.3236	350.4308
Oxygen	4.0628	24.0250	55.6308	90.8792	215.0981
Water vapour	4.0394	26.1171	60.6801	28.1944	72.3453



Obr. 24 Přenos kritického elektronového paprsku pro argon versus p_0D při stálém zrychlujícím napětí.



Obr. 25. Přenos kritického elektronového paprsku pro různé plyny versus p_0D při akceleračním napětí 5 kV.

Podle stejných postupů jako u argonu byly pomocí metody DSMC studovány další plyny a odpovídající konstanty křivkových záchytů jsou uvedeny také v tabulce 3 pro helium, neon, dusík, kyslík, vodík a vodní páru (pro přehlednost jsou vynechány datové body). Tyto nové výsledky částečně potvrzují některé teoretické úvahy v předchozím článku, zejména směrem k toku volných molekul a pro monatomické plyny, ale významná odchylka nastává směrem k kontinuálnímu toku molekulárních plynů. Očekávání dříve vyjádřené, že poměr měrného tepla by mohl ovlivnit kritickou tloušťku částic, se zdá být z nových studií, protože se zdá, že plyny jsou seskupeny podle počtu stupňů volnosti s odkazem na zařízení věty o energii. Modifikovaná teorie jiného možného transformačního vzorce mezi plyny je mimo účely této práce.

Nyní můžeme použít přizpůsobenou křivku Eq. (15) pro argon, aby ukázal skupinu kritických přenosů versus p_0D křivek pro sadu pevných zrychlujících napětí, jako na obr. 24. Můžeme udělat totéž pro jakýkoli jiný plyn, pokud dostaneme spolehlivé experimentální průřezy elektronového rozptylu. Dosud nebyla nalezena žádná taková data pro účely tabulky 1, s výjimkou rovnic a výpočtů poskytnutých pro několik plynů nejprve Danilatosem (1988), založených na existujících teoretických derivacích rozptylových průřezů plynů, které mohou nebo nemusí být spolehlivé. Tyto vypočtené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 1. Na základě těchto hodnot provedeme srovnávací prezentaci kritického přenosu f_c pro různé plyny pro dvě typická (nízká a vysoká) urychlovací napětí 5 a 30 kV na Obr. 25 a 26 odpovídajícím způsobem. [20]

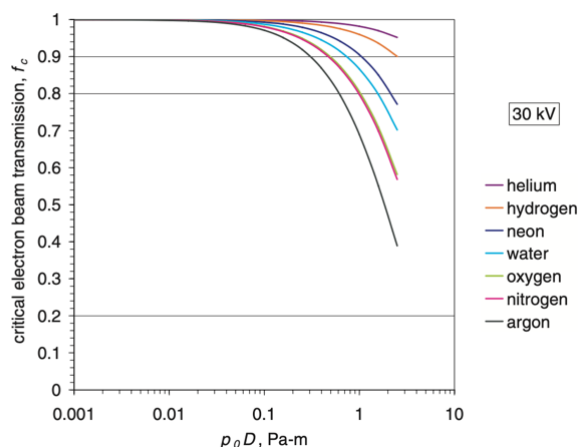
7.7 Diskuse

Pro vysoké akcelerační napětí a nízké p_0D je paprsek přenášen se zanedbatelnou ztrátou. Nejvyšší poptávka po použití ESEM je však při nízkých kV a s výhodou vysokých podmínkách p_0D , což vyžaduje práci co nejbliže k otvoru. To činí předkládané šetření nezbytným, protože je zřejmé, že paprsek může podstoupit kritickou nebo katastrofickou ztrátu ještě předtím, než paprsek vstoupí do komory pro vzorky. Je důležité si uvědomit, že argonový plyn má nejhorší přenosovou rychlost ze všech zde uvedených plynů, které jsou řazeny v následujícím pořadí:

helium > *vodík* > *neon* > *voda* > *kyslík* > *dusík* > *argon*.

Dusík je velmi blízko kyslíku, a proto velmi blízko vzduchu. Následuje vodní pára jako ještě lépe fungující plyn, který je šťastný, protože se jedná o nejpoužívanější plyn v ESEM. To také vysvětluje, proč mnoho uživatelů „preferuje“ plyn z vodní páry jako obecný zobrazovací plyn, kromě jeho „smáčecích“ vlastností. Pokud aplikace vyžaduje zvýšený tlak jako takový, pak je helium na vrcholu seznamu přenosových rychlostí. Tato klasifikace plynů je třeba mít na paměti, pokud používáme argon jako referenční plyn pro třídění výkonu přenosu elektronů u nástroje. V

současné době poskytuje argon nejlepší odkaz na kalibraci nebo stanovení výkonových specifikací jakéhokoli daného nástroje ESEM. V tomto smyslu je splněn hlavní účel této práce a výsledky pro jiné plyny jsou zde zahrnuty pro okamžité srovnávací a praktické účely, ale měly by být podrobeny dalšímu zkoumání v budoucnosti, v pokračování a ve spojení s teoretickými a zde jsou uvedeny praktické podklady. [20]



Obr.26. Přenos kritického elektronového paprsku pro různé plyny versus p_0D při 30 kV urychlovacím napětí.

Zejména, s odkazem na obr. 25, pro 30% přenos máme $p_0D = 0,663$ Pa-m pro argon a $p_0D = 1,781$ Pa-m pro vodní páru, což je rozdíl, který má významný praktický výsledek. Například, s otvorem 500 μm je odpovídající tlak 1326 Pa pro argon, ale odpovídající tlak se zvyšuje na 3562 Pa pro vodní páru. Dále, při použití otvoru o velikosti 50 μm s argonem se odpovídající tlak opět zvýší na 13260 Pa. Posledně uvedené zjištění pro malý otvor není pouhým teoretickým cvičením, protože má skutečný praktický důsledek. Zpočátku mnohem menší PLA nemusí nutně znamenat menší zorné pole, pokud je použito ve spojení s novou konfigurací skenovacích cívek a párem otvorů podle patentu US 6809322 B2 (Danilatos, 2004). Při malém zvětšení bylo dosaženo zorných polí větších než 1 a 2 mm s otvory o velikosti 50 a 100 μm . Tímto přístupem jsou výhody obrovské. Elektronové svazky s relativně nízkým kV jsou proveditelné při relativně vysokých tlacích (tj. Ve srovnání se stávajícím výkonem komerčních nástrojů). Kromě toho je míra úniku plynu skrz malou PLA výrazně snížena ve srovnání se stejným zorným polem dosaženým prostředky dosud používanými výrobci ESEM. Tato studie ve skutečnosti ukazuje, že je to nesprávný způsob použití velkých otvorů pro zvětšení zorného pole, jako je tomu v současné praxi v obchodních nástrojích. Míra úniku N přes PLA je dána:

$$N = \frac{\pi p_0 D}{4kT_0} sD, \quad (16)$$

kde s je charakteristická rychlost clony podle Danilatose (2000a). Rychlost s je funkcí p_0D . Pro jakoukoli pevnou hodnotu p_0D (podmínka podobnosti) je tedy míra úniku úměrná průměru otvoru. Proto ve výše uvedeném numerickém příkladu přechodem z 500 μm na 50 μm PLA snižujeme rychlost úniku desetkrát a současně zvyšujeme tlak desetkrát a stále udržujeme 30% přenosová rychlost elektronového paprsku při 5 kV! Zvětšení průměru PLA jako prostředku k dosažení velkého zorného pole má katastrofální výsledky týkající se výkonu ESEM, které se v praxi redukuje pouze na nízkakuové přístroje. [20]

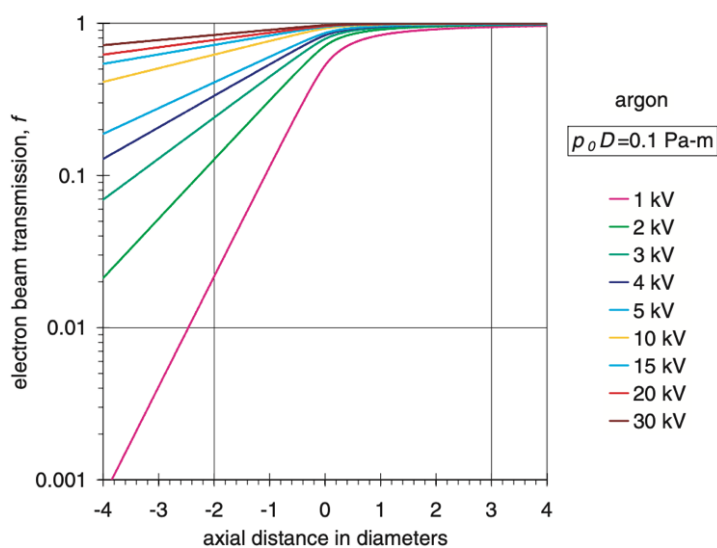
Výsledky této práce jsou v souladu s praxí. Například, byla rutinně prováděna práce při pokojové teplotě a tlaku nasycených vodních par pomocí paprsku nízkého kV, aniž by bylo nutné ke snižování tlaku vody používat chladicí stupeň. Kromě toho bylo dosaženo velmi dobrého zobrazování až do tlaku jedné atmosféry s otvorem 100 až 150 μm . Na základě této analýzy lze tuto zkušenost interpretovat jedním z těchto dvou způsobů:

a) velmi nízké přenosy mohou stále produkovat uspokojivé zobrazení, nebo
 b) rozptylové průřezy použité ve výpočtech jsou nadhodnoceny.
 Proto je zapotřebí další práce (a) experimentálně kvantifikovat současně přenos elektronového paprsku, společně s absolutním dopadajícím paprskovým proudem potřebným pro vytvoření uspokojivého zobrazení na standardním vzorku, a (b) experimentálně potvrdit nebo opravit průřez elektronovým rozptylem různých plynů. [20]

V souvislosti s návrhem experimentálního stanovení rozptylových průřezů plynů můžeme zvážit následující přístup: pro homogenní vrstvu plynu s konstantním tlakem a teplotou ekv. (12) redukuje se pouze na exponenciální funkci vzdálenosti:

$$I = I_i \exp(-\sigma_T n_0 z), \quad (17)$$

kde I je změřený proud paprsku ve výstupní rovině a I_i je „počáteční“ proud ve vstupní rovině plynné vrstvy o tloušťce z . Vynesením logaritmu proudového poměru I / I_i proti vzdálenosti z můžeme okamžitě odvodit rozptylový průřez ze sklonu přímočarého grafu. Dále provedením dalších měření co nejbližší otvoru, můžeme určit bod, ve kterém se měření odchylují od přímky. Tato odchylka znamená, že jsme překročili oblast homogenity plynu a vstoupili jsme do oblasti toku plynu s proměnnými vlastnostmi. Posledně jmenovaná oblast může být kombinovaným účinkem interakce měřicího snímacího zařízení s geometrií otvoru. Pokud je sonda dostatečně malá, aby neovlivňovala proudění plynu žádným významným způsobem, pak by odchylka od přímky byla zcela způsobena vyčerpávací zónou plynu proudícího pod otvorem. Druhá situace může být snadno vidět opakováním stejných křivek, například na obr. 17, ale na logaritmických osách, jako na obr. 27, kde se přímé čáry odchylují v první plynové vrstvě o jednom průměru pod otvorem.



Obr.27. Křivky z obr. 17 překreslené na log-lineárních osách.

Pro měření průřezů je třeba nejprve zvážit zředěný plyn s dlouhou pracovní vzdáleností a nízkým proudem elektronového paprsku. Tím se zajistí slabá ionizace plynu, aby se zabránilo jakýmkoli spekulativním účinkům silně ionizovaného média, které by mohly mít za následek samoostření elektronového paprsku nebo jiné neočekávané účinky ovlivňující přesnost měření (Danilatos, 1988). Po té, co získáme konečné hodnoty pro průřezy, můžeme pokračovat v opakování stejných měření progresivně při zvýšeném tlaku plynu a vysokém proudu paprsku (se silně ionizovaným plynem), abychom zjistili existenci či neexistenci odchylek od očekávaného trendu přenos paprsku; to by naznačovalo přítomnost nových jevů, které stojí za studium v ESEM. Celý úkol je proto omezen na výrobu a používání vhodného zařízení pro měření proudu elektronů. Tato sonda vyžaduje péči z důvodu přítomnosti ionizačních proudů a účinků kontaminace. Tento

problém podrobně prozkoumal Danilatos (1988, str. 171–178) a k překonání těchto obtíží byla navržena stíněná Faradayova klec spolu s vyhřívaným platinovým drátem o malém průměru. Elektronový paprsek je snímán přes okraj vyhřívaného drátu a přenášený proud paprsku je zaznamenáván buď elektroměrem, nebo profilem paprsku na obrázku. Toto zařízení bylo původně používáno pro demonstraci stálosti průměru paprsku se zvýšením tlaku, ale může být také použito při konstantním tlaku pro měření přenášeného proudu paprsku proti vzdálenosti. Z těchto měření lze průřezy rozptylu snadno a spolehlivě určit jednou provždy. Tímto způsobem by experimentálně získaný průřez σ_{Te} odpovídal experimentálnímu přenosu elektronů fe. Posledně jmenovaný vstupuje do poměrového vztahu k přenosu poskytovanému v rovnici. (12) takto:

$$\frac{f}{f_e} = \exp[-n_0 D \zeta (\sigma_T - \sigma_{Te})]. \quad (18)$$

Z výše uvedeného jednoduchého odvození vidíme, kdy může být důležitá přesnost v průřezových hodnotách. To znamená, že když je faktor $n_0 D \zeta$ dostatečně velký, může mít významný vliv na poměr přenosů pro daný rozdíl v průřezech; toto se velmi liší od nejnižší hodnoty $p_0 D$ s prakticky žádným účinkem po nejvyšší s významným účinkem, přičemž všechny případy jsou použitelné pro návrh a provoz ESEM. [20]

Návrh, konstrukce a použití výše uvedeného zařízení s elektronovým proudem má další výhody, protože může být použito pro experimentální stanovení tloušťky počtu částic plynu v kterémkoli bodě podél osy otvoru za předpokladu, že zařízení neovlivní tokové vlastnosti plyn. Poté, co jsme stanovili správný experimentální průřez pro daný plyn, můžeme změřit přenos paprsku v kterémkoli daném bodě a daném tlaku, ze kterého můžeme odvodit tloušťku počtu částic z Eq. (12). U optimálního konstrukčního nástroje by experimentálně měřené přenosy pro argon měly být stejné jako přenosy získané pro argon na základě práce DSMC. Naopak s takovým optimálním nástrojem pak můžeme přistoupit ke stanovení stejných optimálních konstrukčních charakteristik použitím jakéhokoli jiného plynu také jako kalibračního média. Jako spinoff lze zařízení pro měření probu také použít jako tlakoměr přístroje po odpovídající kalibraci. Proto se navrhuje, aby jakýkoli komerční nástroj měl být doprovázen zařízením s proudovým elektronovým proudem, aby se prokázal nárokovaný výkon přístroje nebo aby se pravidelně kontroloval jeho výkon z důvodu kontaminace, úniku plynu nebo jiné nesprávné funkce a vedl další experimenty a měření. Budoucím úkolem je také miniaturizovat sondové zařízení pomocí nanotechnologické mikrofabrikace, aby bylo možné provádět měření také v blízkosti clony.

Nakonec bychom měli objasnit, že ačkoli jsme stanovili absolutní fyzikální limity pro přenos elektronového paprsku v ESEM pomocí metody diferenciálního čerpání mezi komorou vzorku a sloupcem elektronové optiky, tyto limity lze stále překonat v ESEM využívajícím metodu zpětného toku PLA (Danilatos, 2000b). Tímto způsobem proudí prstencový paprsek plynu kolem PLA ve směru elektronového paprsku, čímž vytváří čerpací účinek ve svém jádru a nad otvorem se netvoří žádný proud plynu. To významně snižuje ztrátu elektronového paprsku nad clonou, která by jinak nastala při konvenčním diferenciálním pumpování. [20]

Pozdější publikace představí práci na (a) plochých otvorech s proměnnou tloušťkou stěny, což potvrzuje tvrzení, že tenký otvor je optimální konstrukce, a (b) kónických otvorů s tenkým lemlem v různých úhlech kužele, které ukazují charakteristické číslo částic tloušťka je blízko úhel tenkého otvoru za předpokladu, že úhel kužele je větší než 45 stupňů. [20]

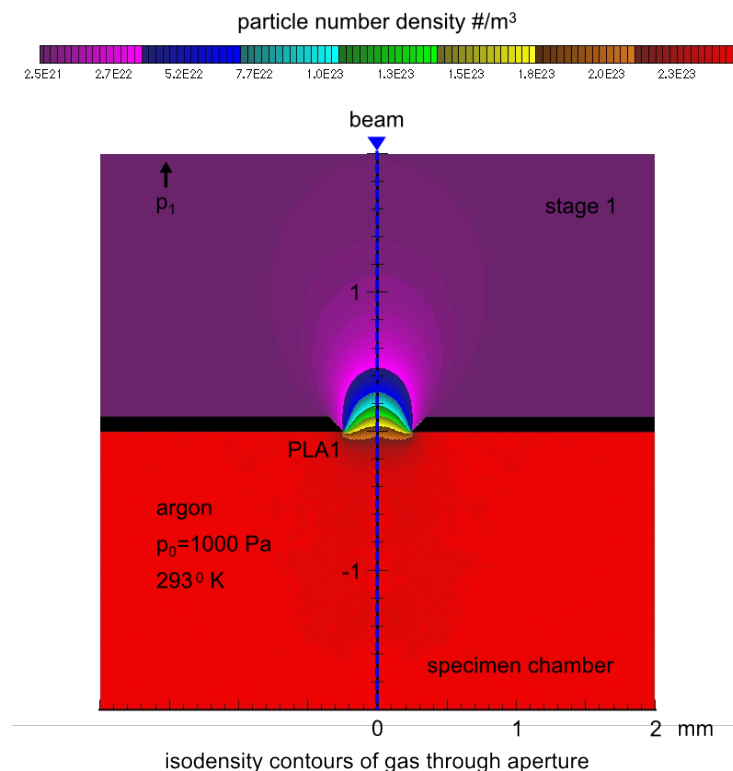
8 SROVNÁNÍ VÝSLEDKŮ S PUBLIKACÍ DR. DANILÁTA

V prvním kroku byla provedena srovnávací analýza proudění clonou, kterou publikoval Dr. Danilátos.

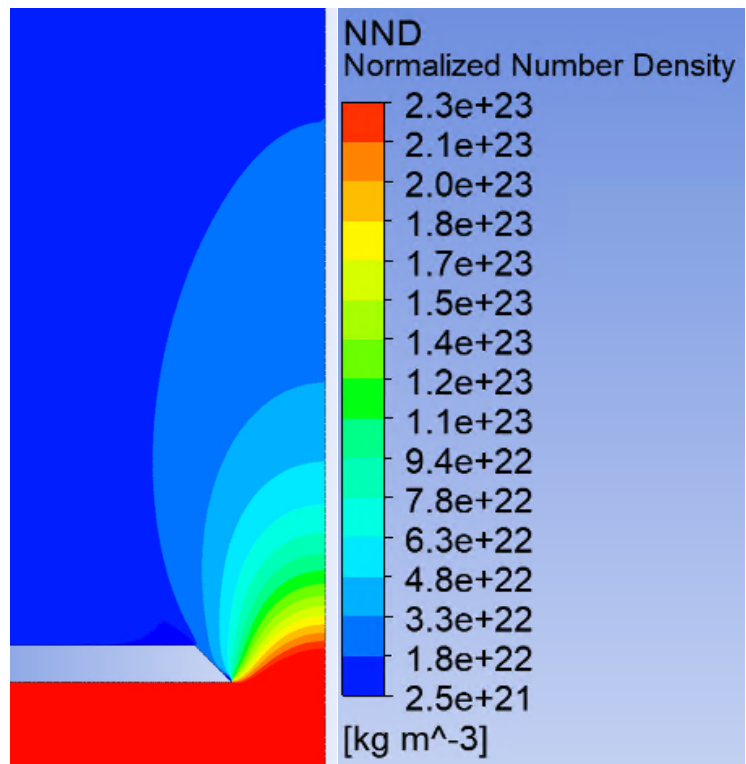
Provedli jsme analýzu pomocí mechaniky kontinua v systému Ansys Fluent. Vzhledem k nízkým tlakům a vysokým gradientům tlaku a nadzvukového proudění v cloně se jako nejvhodnější nastavení ukázalo nastavení systému Ansys.

Pro výpočty kontinuální metodou byl použit systém Ansys Fluent, který nám umožňuje použít výpočetní metodu Divers-Based Solver, která byla potřebná z důvodu velkých tlakových gradientů, které jsou vytvářeny kvůli kritickému proudu. Tento proud je vytvářen za otvorem, který odděluje oblasti významných tlaků. V případě nadzvukové rychlosti, ke které došlo v otvoru proudu plynu, nastává tzv. Kritický proud, který způsobuje, že koryto nemůže otvorem projít větší množství plynu za jednotku času, než když nastane kritický proud. Z tohoto důvodu dochází k velké rychlosti a tlakovým gradientům za clonou, kterou řešitel založený na tlaku nemůže správně popsat ani ve spojeném režimu. Řešitel hustoty by to mohl udělat, protože vládnoucí rovnice kontinuity, hybnosti a v tomto případě také energie a druhy transportují současně jako množinu nebo vektor rovnic. Řídící rovnice pro další skaláry budou řešeny postupně (tj. Odděleny od sebe navzájem a od sdružené množiny).

Bylo použito schéma výpočtu vázané na hustotu při výpočtu s druhou diskretizací směrem vzhůru metodou rozdělování dopředu (AUSM), a to kvůli kritickému toku, který se vyskytuje v oblasti.



Obr. 28 Obrisy izodensity při hodnotách uvedených na barevné liště pro proudění argonového plynu skrz otvor 0,5 mm (PLA1) z komory vzorku při tlaku $p_0 = 1\ 000 \text{ Pa}$ a 293° K do vakuové oblasti nad otvorem.



Z přiložených výsledků vidíme, že výsledky publikované Dr. Danilátem získané metodou Monte Carlo a námi získané výsledky pomocí mechaniky kontinua pomocí systému Ansys Fluent jsou srovnatelné.

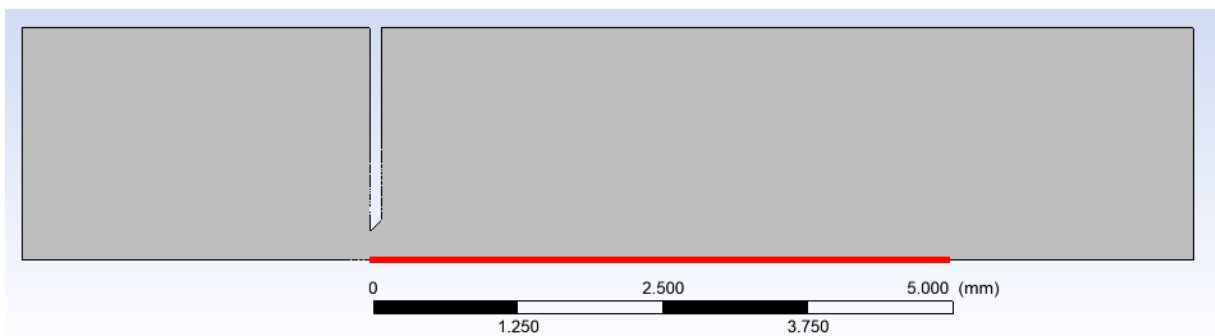
9. ANALÝZA DALŠÍCH VARIANT VYCHÁZEJÍCÍ ZE SROVNÁVACÍ ANALÝZY

Na základě předchozí srovnávací analýzy byly vytvořeny další analýzy několika zvolených tvarů pro vyhodnocení charakteru proudění.

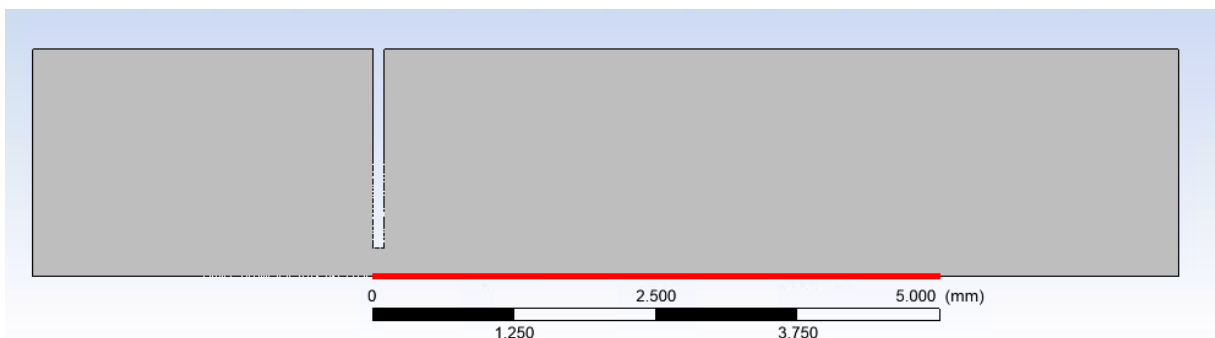
K existující srovnávací dýze byly zvoleny další varianty (následující tři obrázky pod sebou):

- Dýza (předchozí srovnávací varianta)
- Klasická válcová clona
- Lavalova dýza v úhlu 12 stupňů
- Lavalova dýza s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů

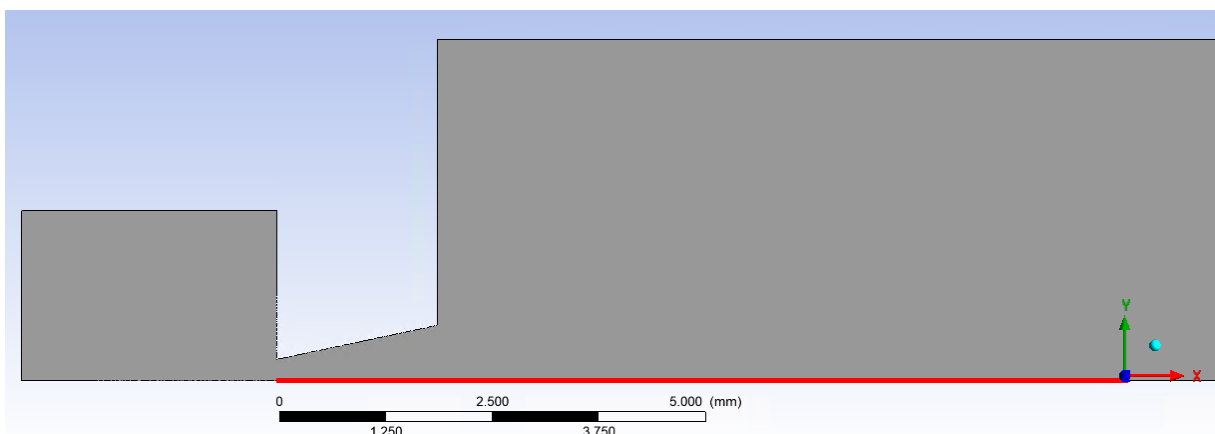
U všech variant byly na vyznačené červené dráze vyhodnoceny veličiny tlaku, Normalized Number density a Machova čísla.



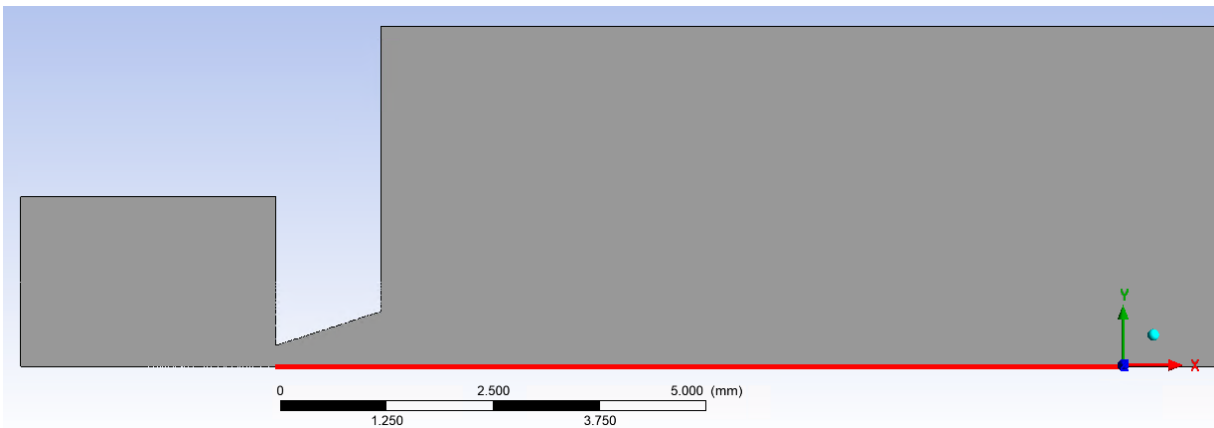
Obr. 29 Veličiny tlaku, Normalized Number density a Machova čísla pro dýzu.



Obr. 30 Veličiny tlaku, Normalized Number density a Machova čísla pro klasickou válcovou clonu



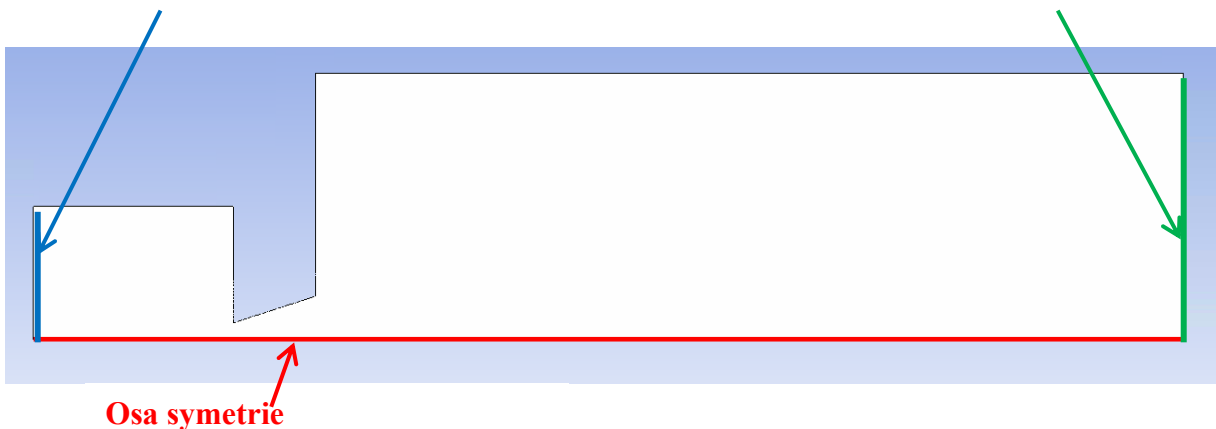
Obr. 31 Veličiny tlaku, Normalized Number density a Machova čísla pro lavalovou dýzu v úhlu 12 stupňů



Obr. 32 Veličiny tlaku, Normalized Number density a Machova čísla pro lavalovou dýzu s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů. Výpočet byl proveden jako 2D axysymetrický se zjemněním výpočetní sítě v místech očekávaných gradientů.

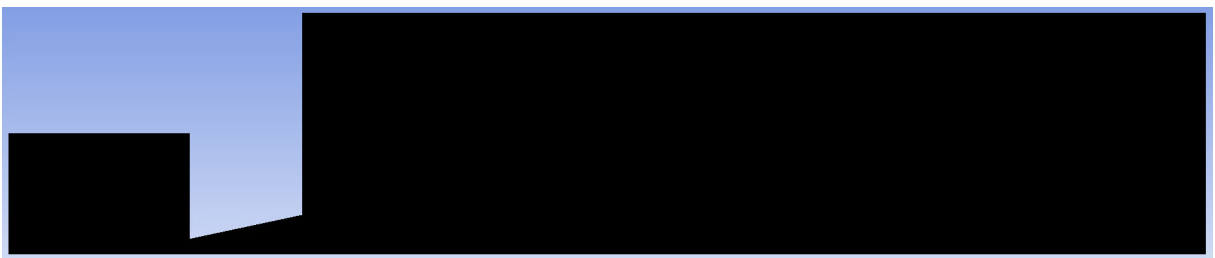
Okrajová podmínka:
Statický tlak 1000 Pa

Statický tlak 1 Pa

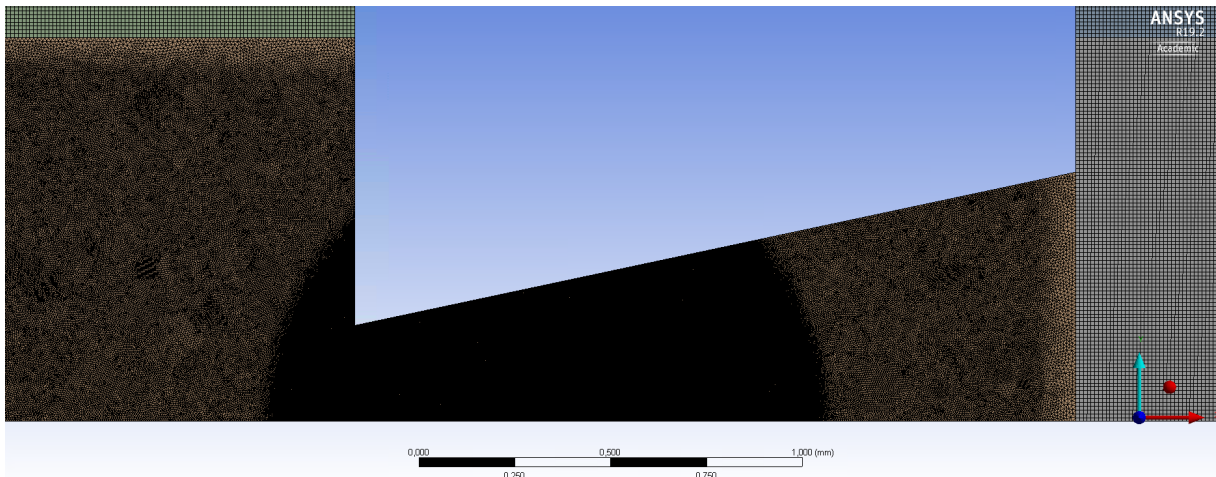


Obr. 33 Nastavení okrajových podmínek

Vytvořená síť má 595892 elementů a je kombinací typu Quadratic elementů a triangles, neboť quadratic umožňují zasítovat stejnou plochu menším počtem prvků a lépe přenáší výsledky z buňky na buňku. Triangles byly použity na místa, která není možná bez složité přípravy zasítovat quadratic prvky.



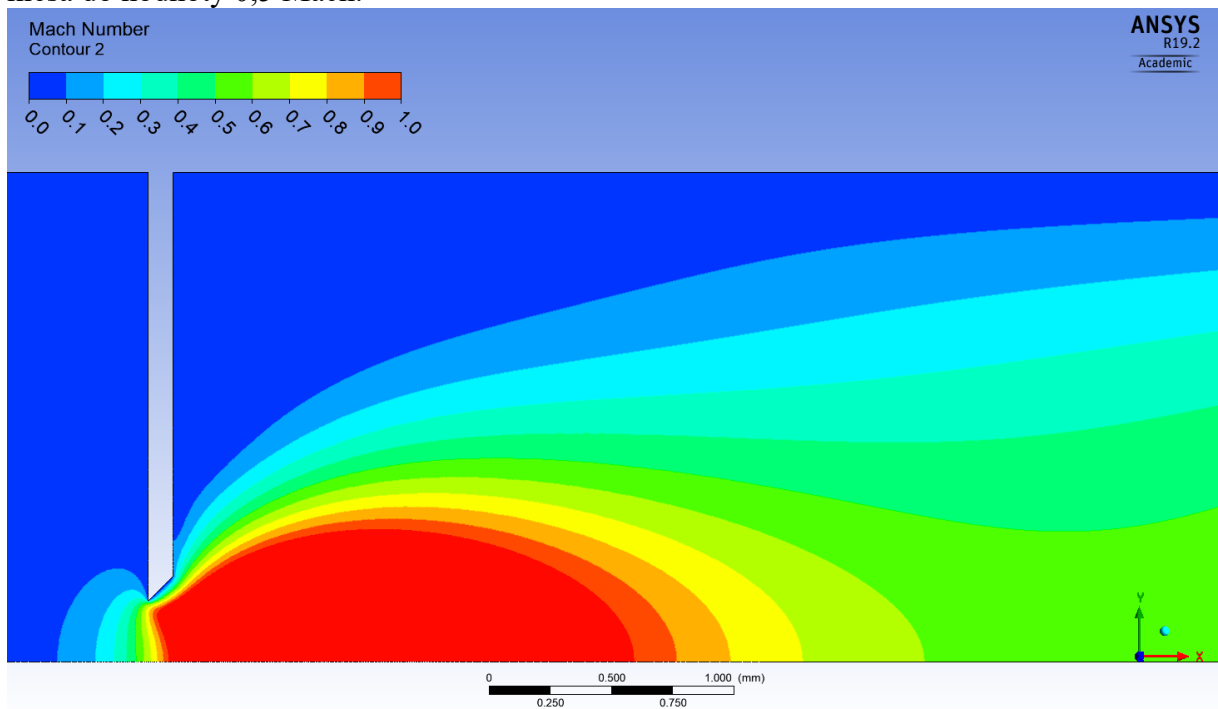
Na obr. 34 je vidět hustotu sítě kvůli velkým gradientům a nízkým tlakům



Proto na obr. 35 je výřez umožňující podrobněji vidět charakter síťování i přechod mezi Quadratic a triangles prvky.

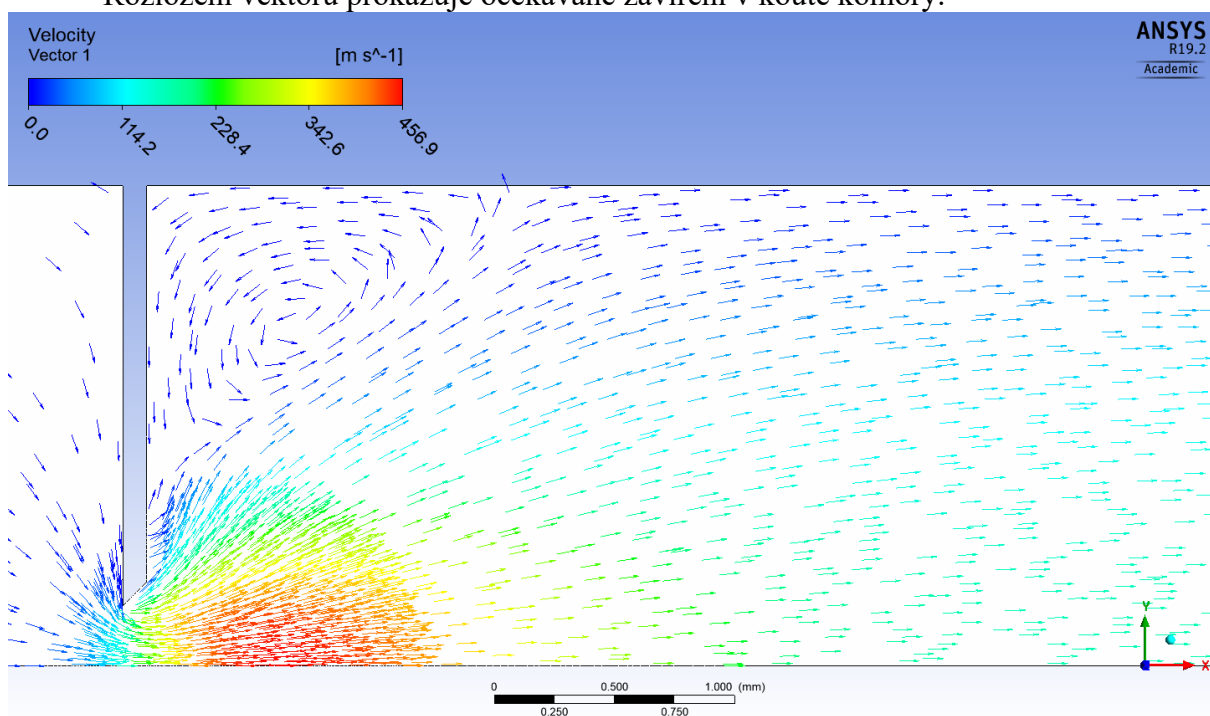
9.1. Dýza

Na obr. 36 je vyobrazeno rozložení rychlosti v podobě Machova čísla. Z obrázku 36 i grafu (obr. 41) je patrné, že nadzvukové proudění zasahuje do vzdálenosti 2 mm od konce dýzy. U této varianty rychlost za dýzou rovnoměrně stoupá až do hodnoty 2,6 Mach Number a následně plynule klesá do hodnoty 0,5 Mach.



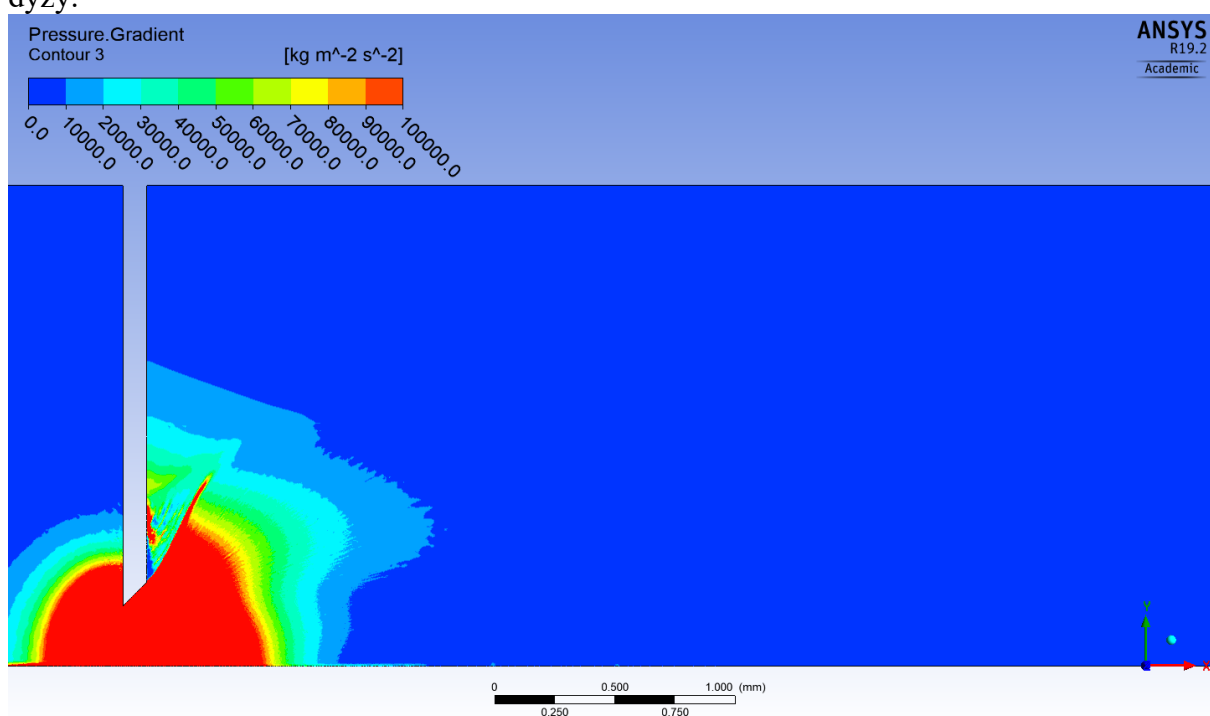
Obr. 36 Mach Number pro dýzu

Rozložení vektorů prokazuje očekávané zavíření v koutě komory.



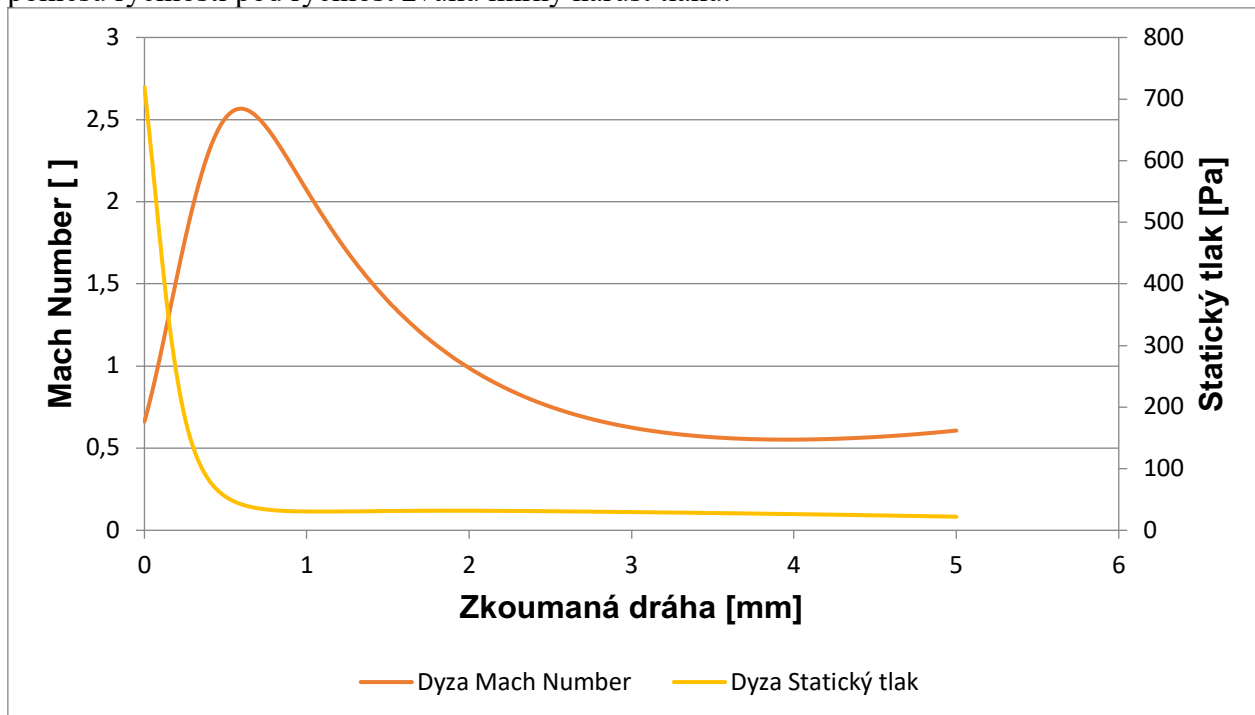
Obr. 39 Rozložení vektorů proudění pro dyzu

Hodnoty gradientu tlaku ukazují nevýraznou šikmou rázovou vlnu vycházející z hrany dýzy.



Obr. 40 Pressure Gradient pro dyzu

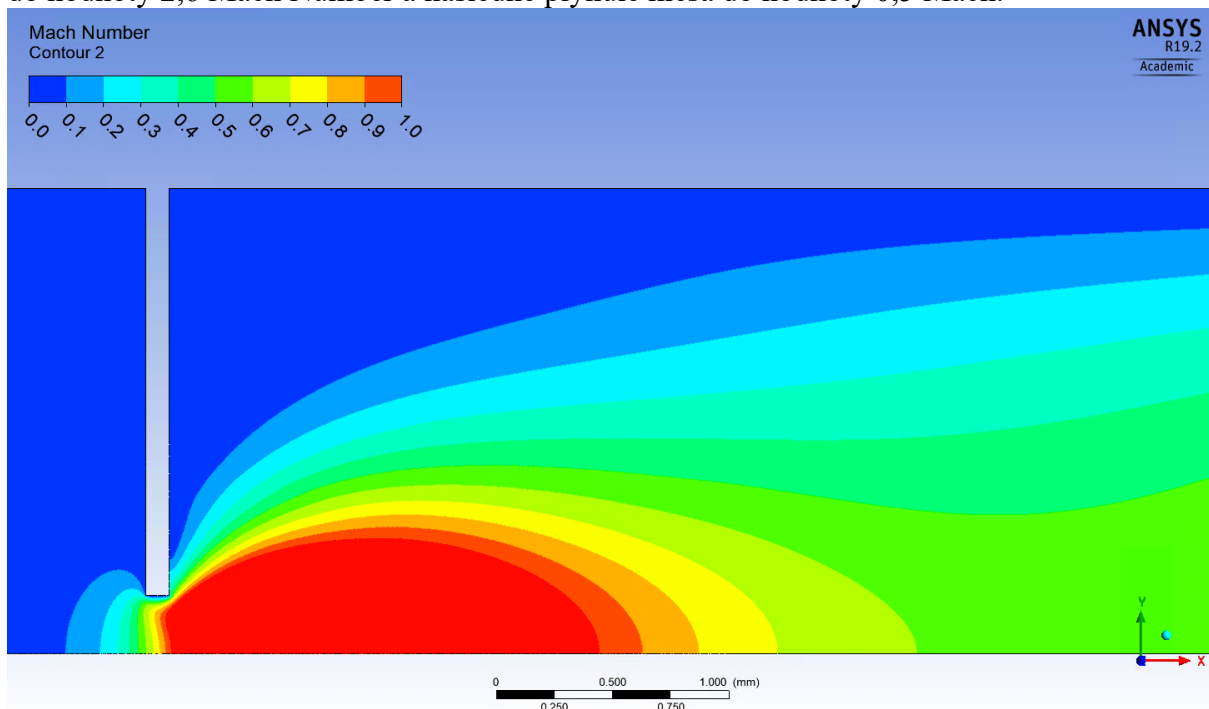
Z grafu vyplývají již zmíněné skutečnosti, že proudění dosahuje hodnoty 2,6 Macha a po poklesu rychlosti pod rychlost zvuku mírný nárůst tlaku.



Obr. 41 Grafické vyobrazení průběhu rychlosti a tlaku.

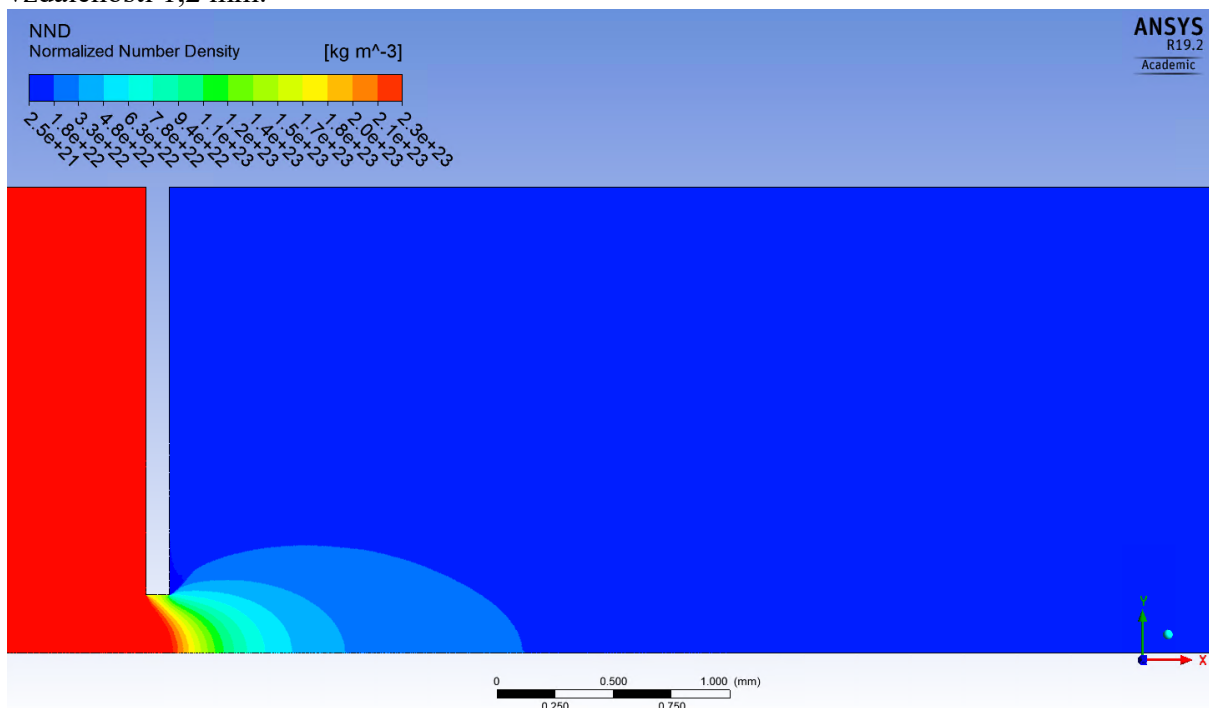
9.2. Klasická válcová clona

U válcové clony je patrné, že nadzvukové proudění zasahuje podobně jako u dýzy do vzdálenosti 2 mm od konce dýzy, ale u této varianty rychlost za dýzou rovnoměrně stoupá pouze do hodnoty 2,6 Mach Number a následně plynule klesá do hodnoty 0,5 Mach.



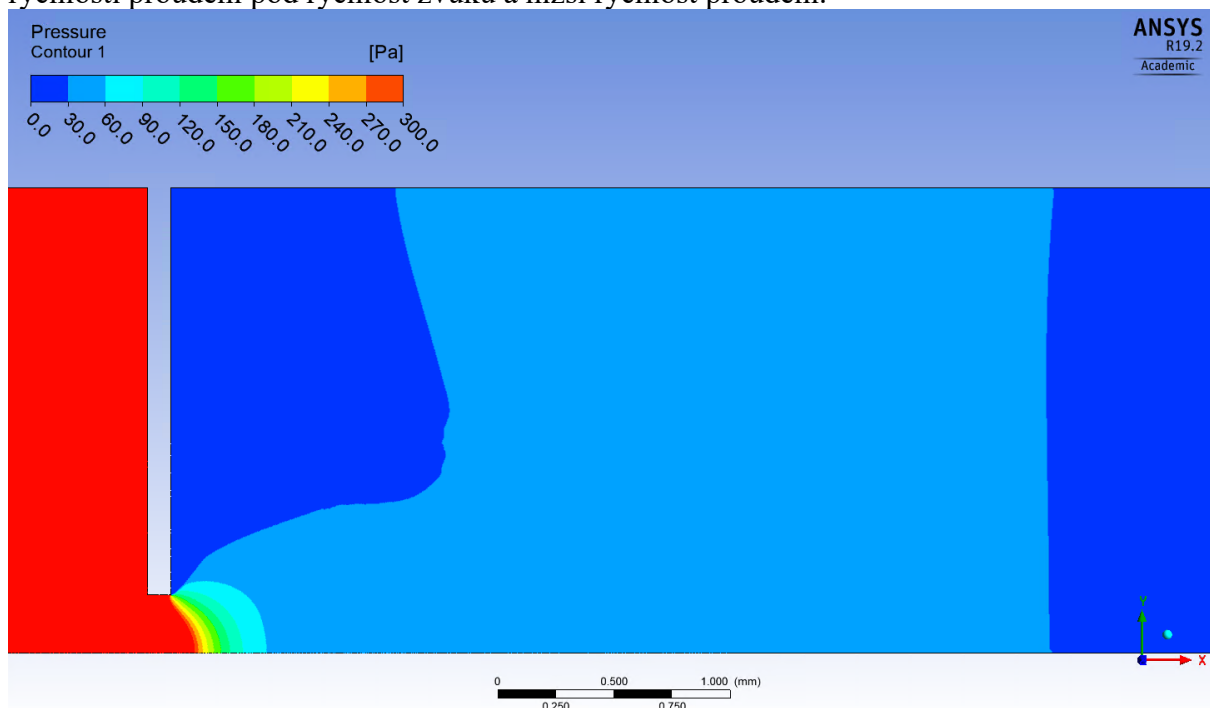
Obr. 42 March number pro klasickou valcovou clonu

Hodnoty Normalized Number Density za clonou rovnoměrně klesají v závislosti na vzdálenosti od clony. Největšího poklesu je dosaženo podobně jako v předchozím případě ve vzdálenosti 1,2 mm.



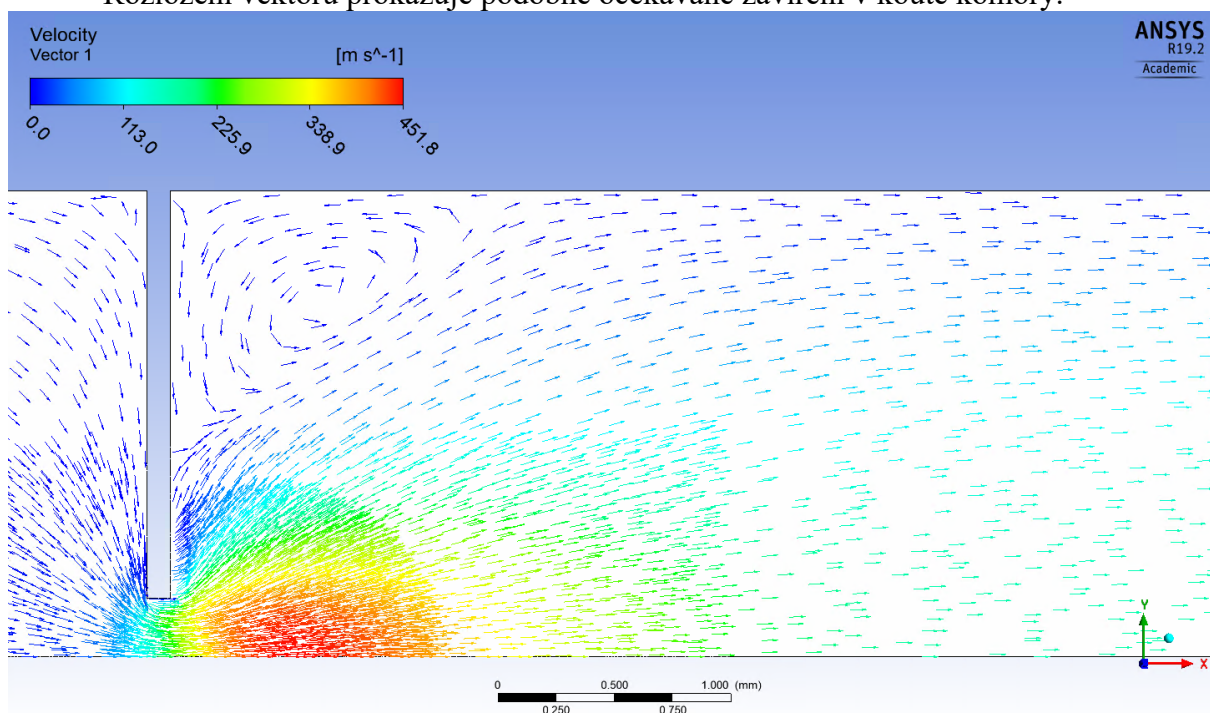
Obr.43 Normalized Number Density pro klasickou valcovou clonu

Rozložení statického tlaku vykazuje dvojitou rozmazanou vlnu, což způsobuje pokles rychlosti proudění pod rychlost zvuku a nižší rychlost proudění.



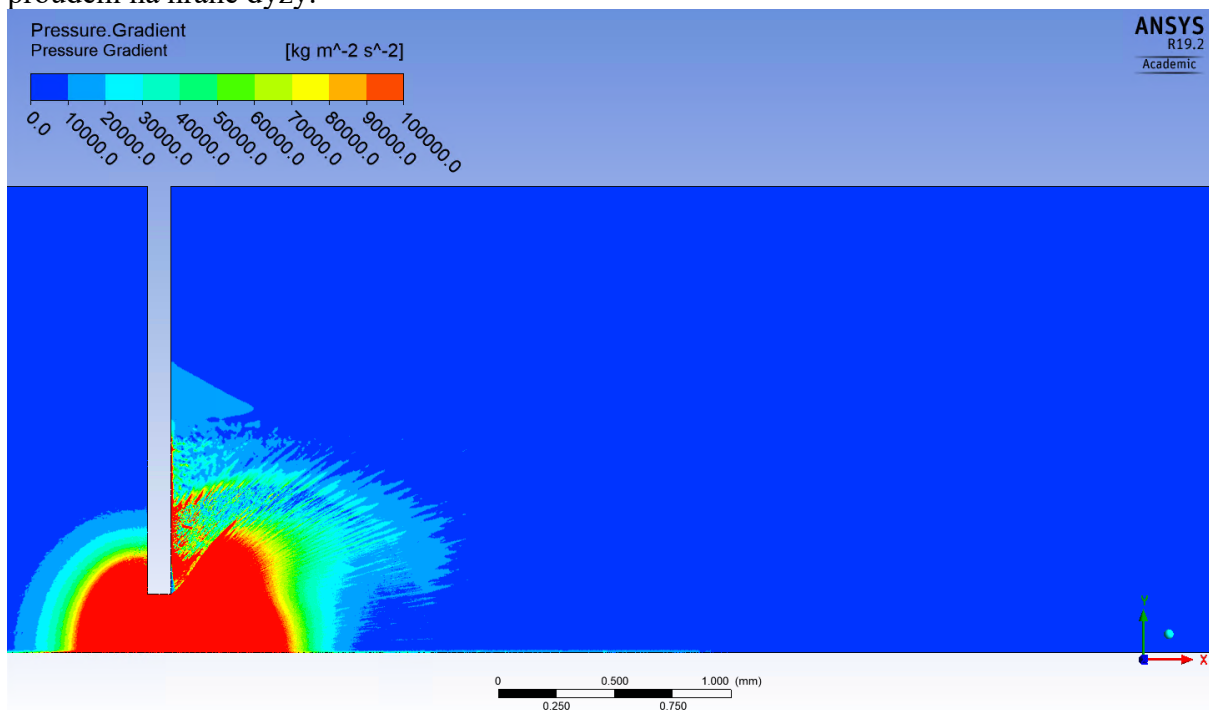
Obr.44 Statický tlak pro klasickou valcovou clonu

Rozložení vektorů prokazuje podobně očekávané zavíření v koutě komory.



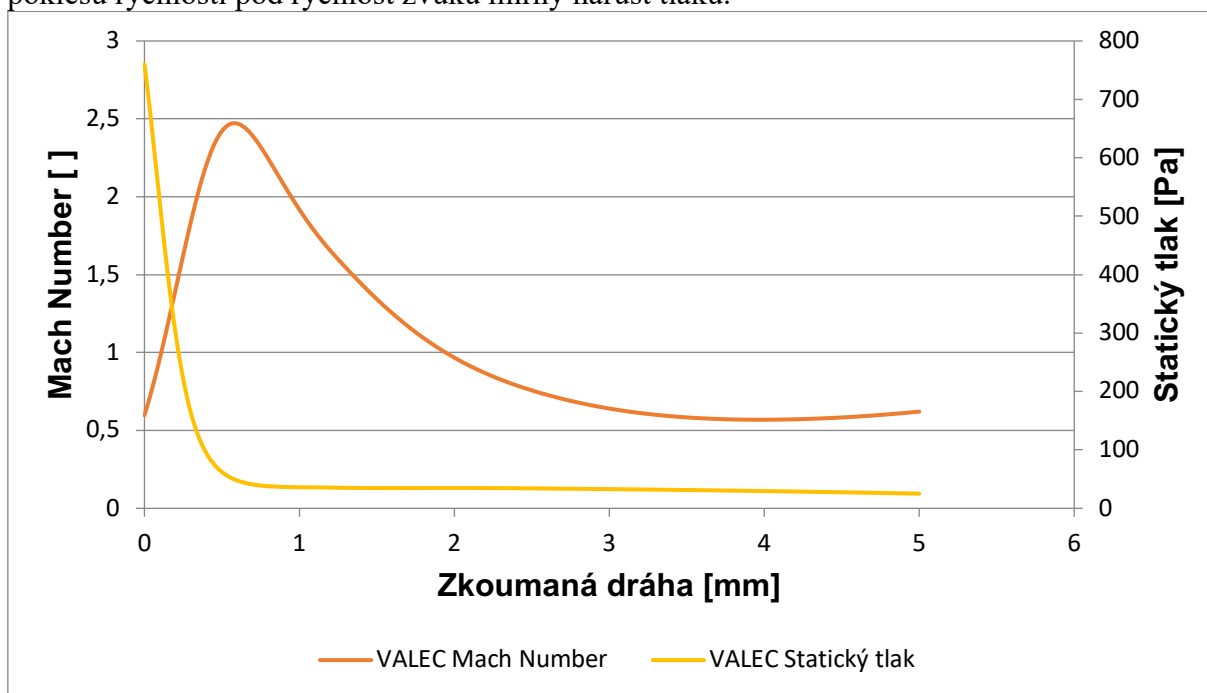
Obr.45 Rozložení vektorů pro klasickou valcovou clonu

Hodnoty gradientu tlaku ukazují roztrášenou šikmou rázovou vlnu z důvodu odtržení proudění na hraně dýzy.



Obr. 46 Hodnoty gradientu tlaku pro klasickou valcovou clonu

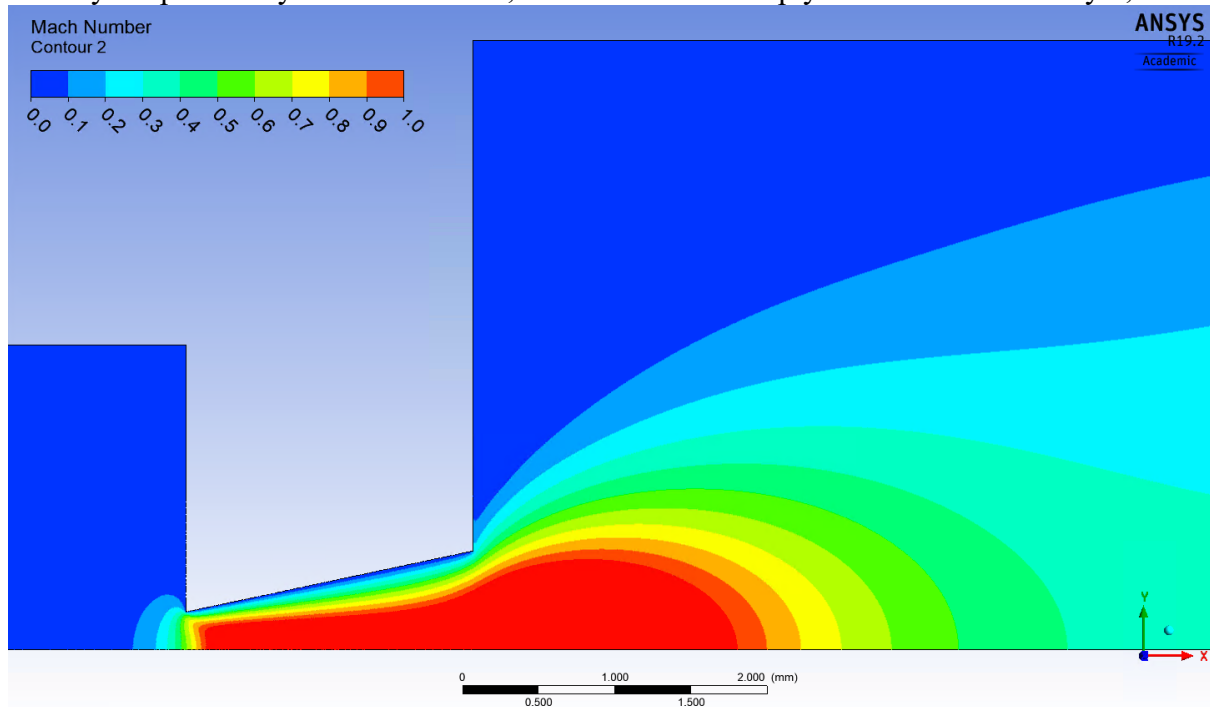
Z grafu vyplývají již zmíněné skutečnosti, že proudění dosahuje hodnoty 2,45 Macha a po poklesu rychlosti pod rychlost zvuku mírný nárůst tlaku.



Obr.47 Grafické vyobrazení průběhu rychlosti a tlak pro klasickou valcovou clonu

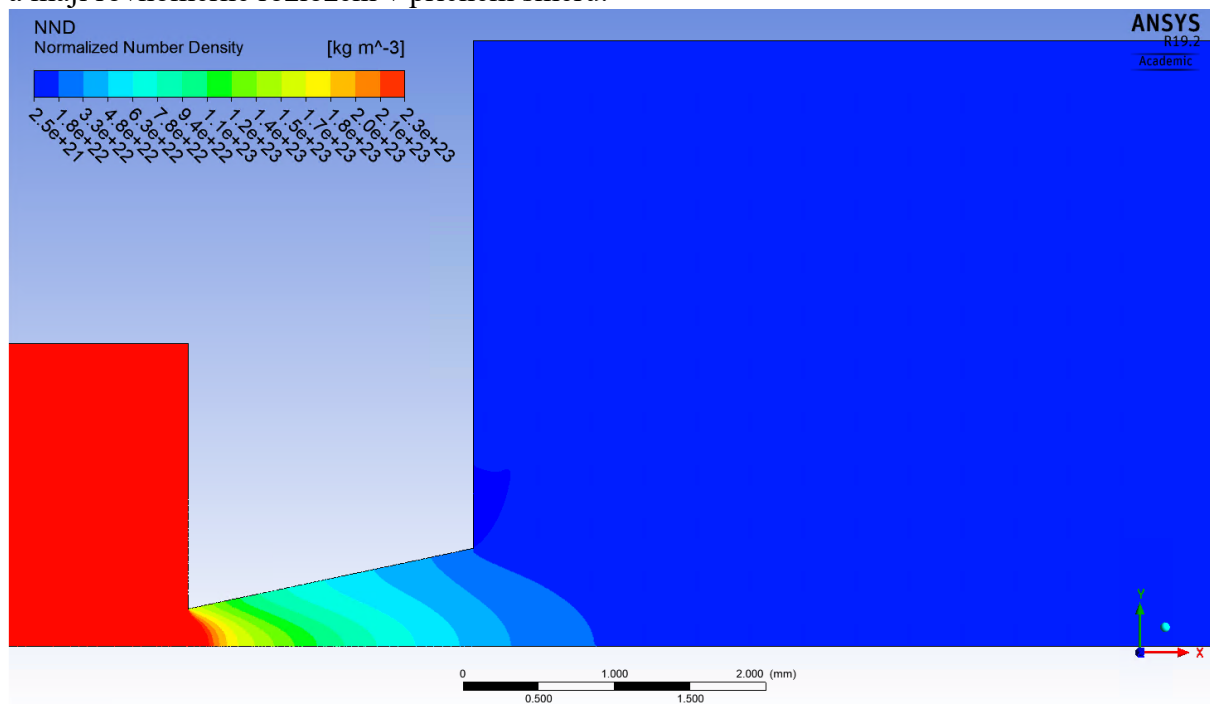
9.3. Lavalova dýza v úhlu 12 stupňů

Na obr. 48 je vyobrazeno rozložení rychlosti v podobě Machova čísla v Lavalově dýze s hodnotou úhlu 12 stupňů. Z obrázku 48 i grafu (obr. 53) je patrné, že nadzvukové proudění zasahuje do vzdálenosti až 4 mm od konce dýzy. U této varianty Lavalovy dýzy rychlost během vzdálenosti 0,3 mm velmi rychle vystoupá až hodnoty 1,4 Mach, po té se udržuje na přibližně stejné hodnotě až na konci Lavalovy dýzy expanduje do prostoru a hodnota Machova čísla vystoupána na rychlost hodnotu 1,75 Mach a následně plynule klesá do hodnoty 0,3 Mach.



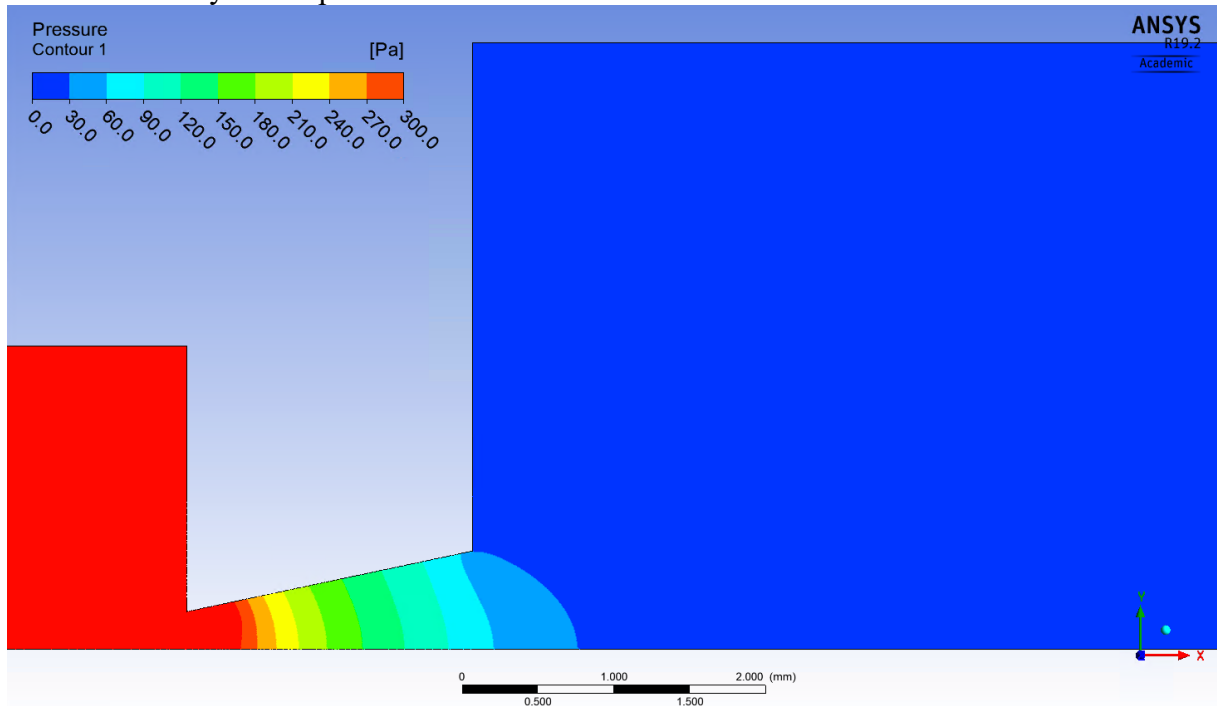
Obr. 48 Mach number pro lavalovou dýzu v úhlu 12 stupňů

Hodnoty Normalized Number Density klesnou v lavalově dýze plynuje až na minimální hodnotu a mají rovnoměrné rozložení v příčném směru.



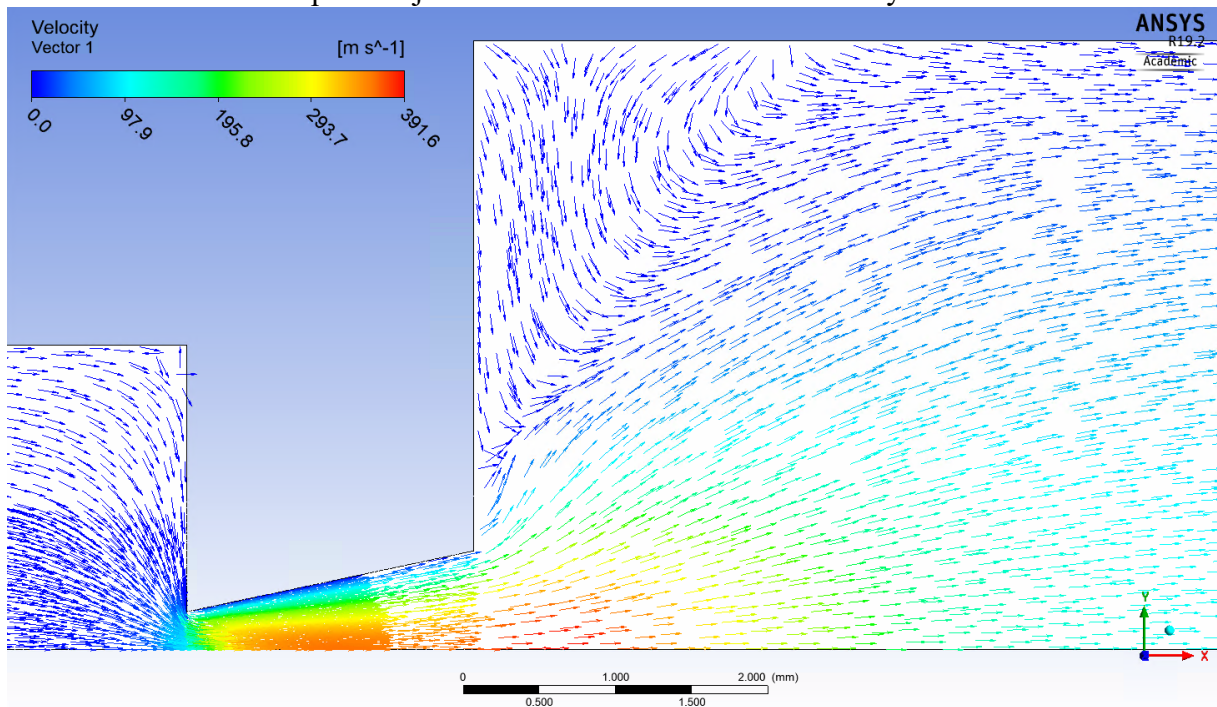
Obr. 49 Normalized Number Density pro lavalovou dýzu v úhlu 12 stupňů

Rozložení statického tlaku vykazuje charakter příčně rovnoměrného rozložení podle Prandtlovy teorie, podle které byla lavalova dýza navržena. Hodnota statického tlaku prudce klesá v oblasti velkého nárůstu rychlosti do vzdálenosti 0,3 mm od kraje dýzy, po té pokles tlaku zmírní v závislosti na rychlosti proudění.



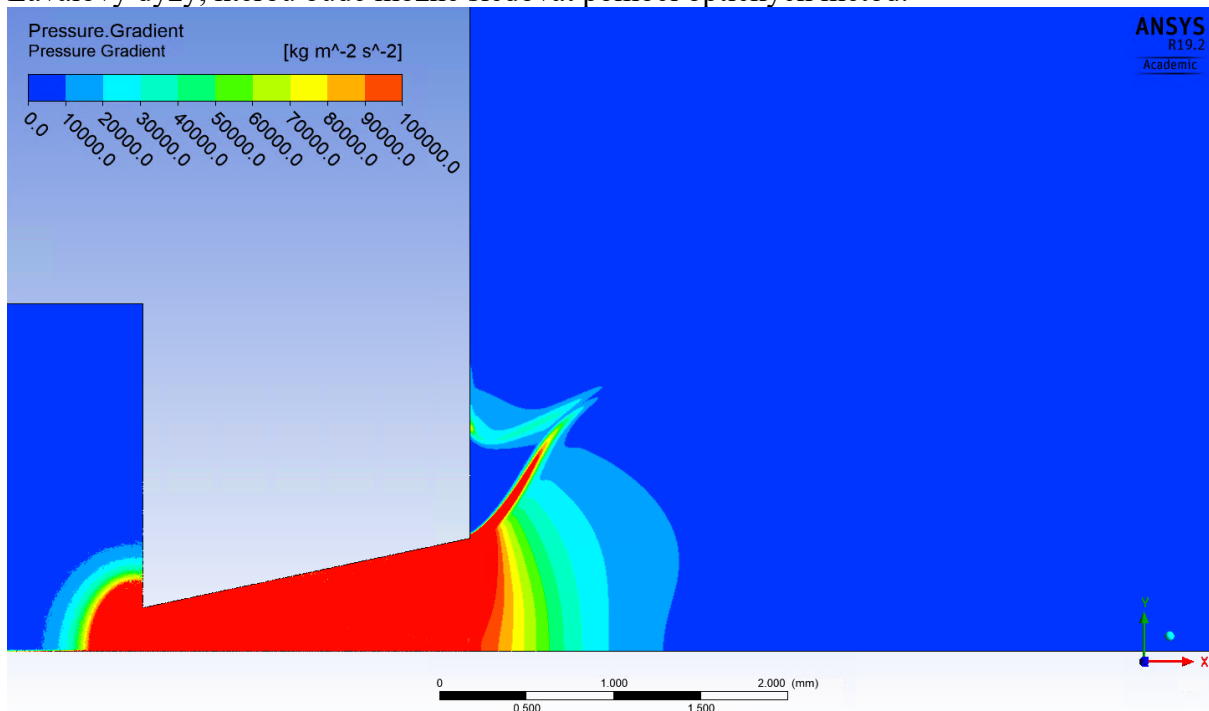
Obr. 50 Statický tlak pro lavalovou dýzu v úhlu 12 stupňů

I zde rozložení vektorů prokazuje očekávané zavíření v koutě komory.



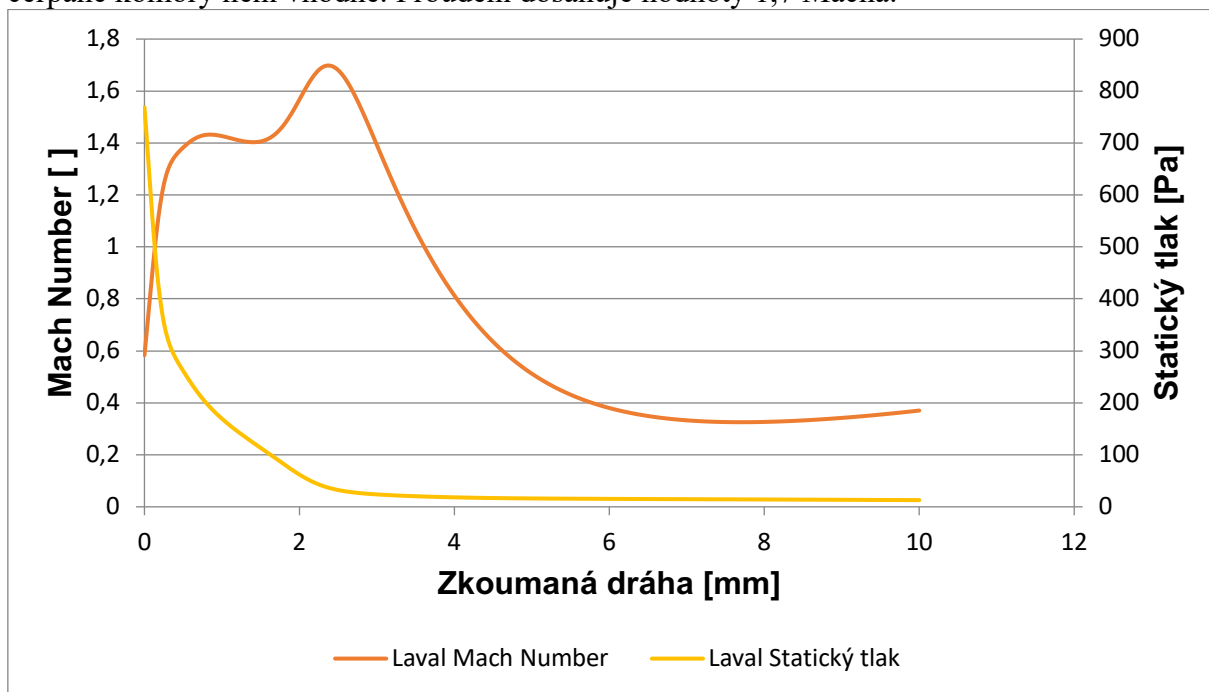
Obr. 51 Rozložení vektorů pro lavalovou dýzu v úhlu 12 stupňů

Hodnoty gradientu tlaku ukazují velmi výraznou šikmou rázovou vlnu vycházející z hrany Lavalovy dýzy, kterou bude možné sledovat pomocí optických metod.



Obr. 52 Hodnoty gradientu tlaku pro lavalovou dýzu v úhlu 12 stupňů

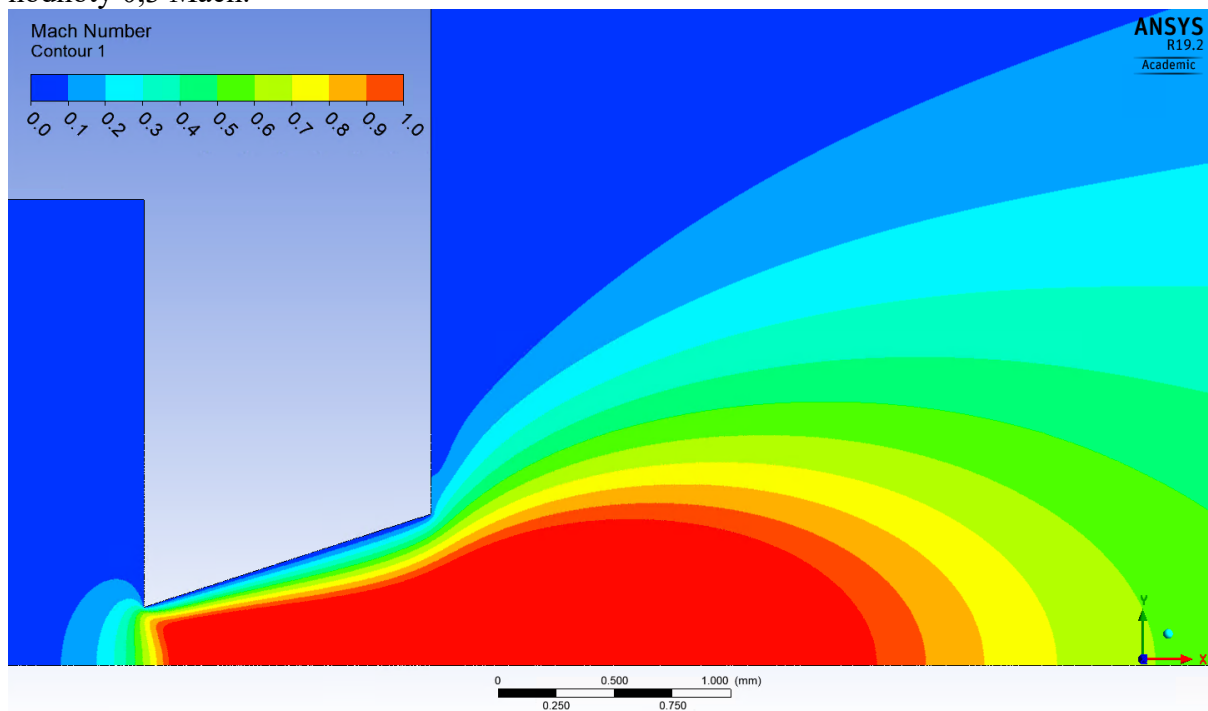
Z grafu vyplývá závislost Machova čísla na poklesu statického tlaku. Ukončený prudký nárůst rychlosti má vliv na zmírnění poklesu statického tlaku, což pro účely konstrukce diferenciálně čerpané komory není vhodné. Proudění dosahuje hodnoty 1,7 Macha.



Obr. 53 Grafické vyobrazení průběhu rychlosti a tlak pro lavalovou dýzu v úhlu 12 stupňů

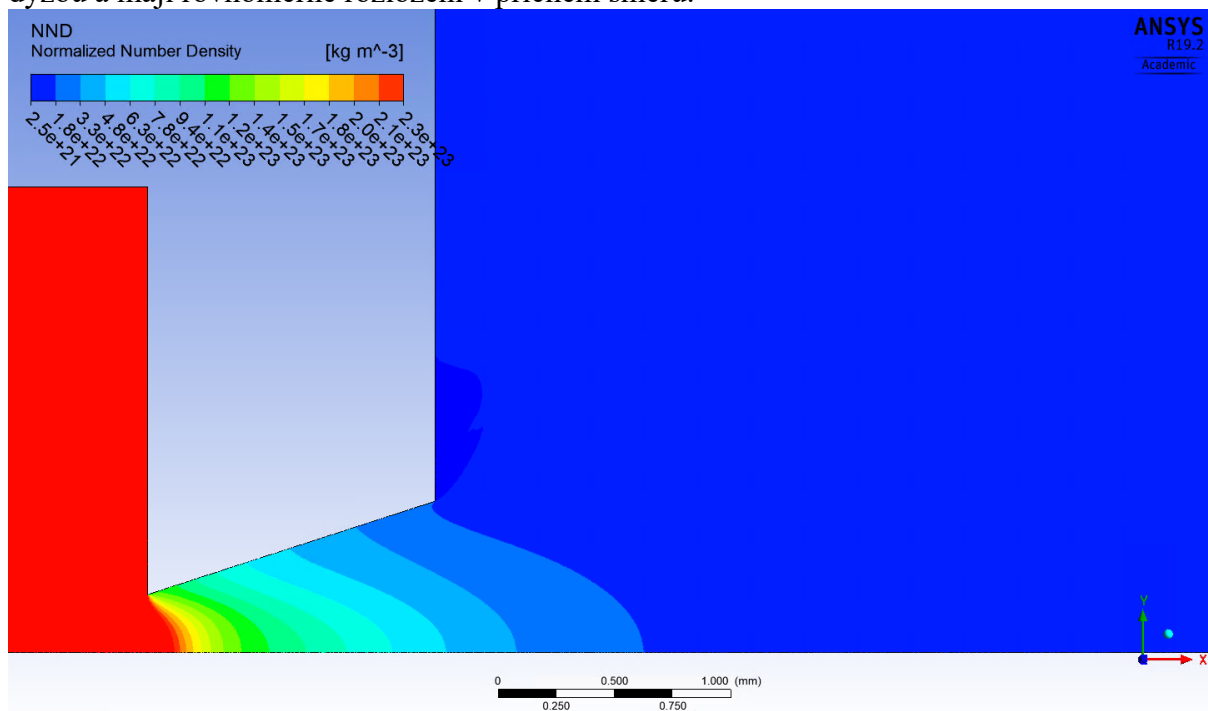
9.4. Lavalova dýza s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů

Na obr. 54 je vyobrazeno rozložení rychlosti v podobě Machova čísla v Lavalově dýze s hodnotou úhlu 18 stupňů. Z obrázku 54 i grafu (obr. 59) je patrné, že nadzvukové proudění zasahuje do vzdálenosti až 3,8 mm od konce dýzy. U této varianty Lavalovy dýzy rychlost v dýze velmi rychle vystoupá až do hodnoty 1,7 Mach během delší vzdálenosti, než tomu bylo v minulém případě – až 0,5 mm. Po té zvolna stoupá až na hodnotu 1,9 Mach a následně plynule klesá do hodnoty 0,3 Mach.



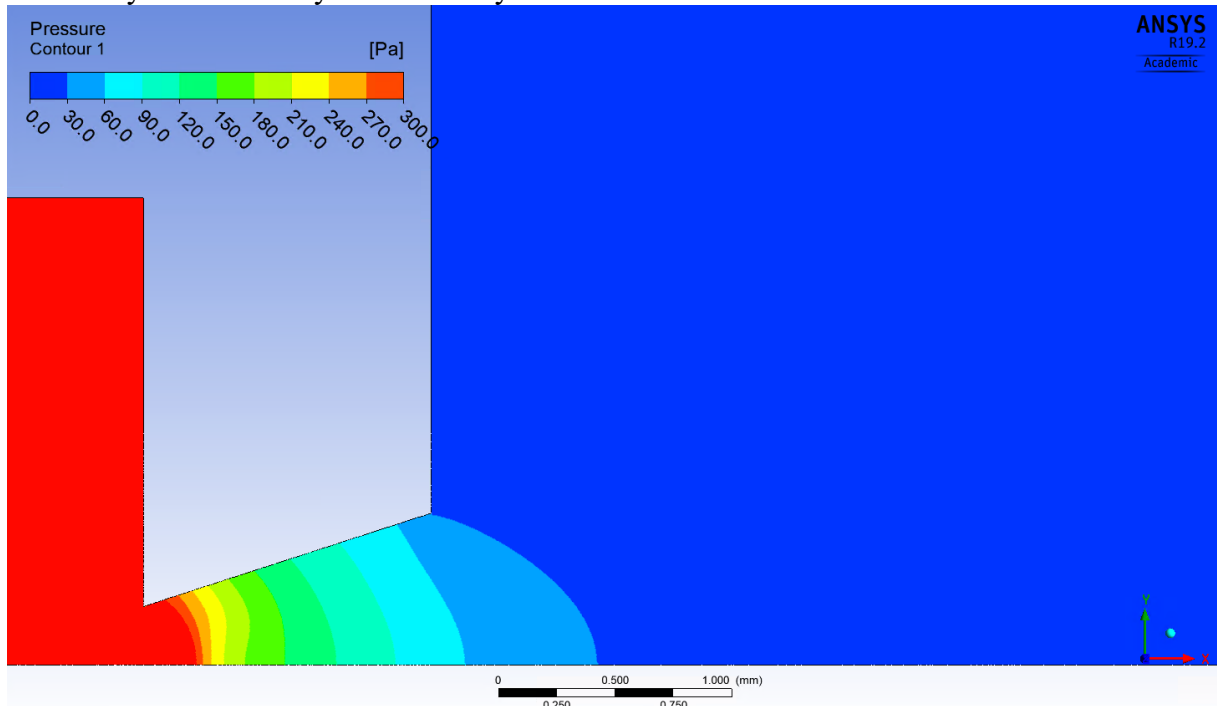
Obr.54 Mach Number pro lavalovou dýzu s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů

Hodnoty Normalized Number Density klesnou na minimální hodnotu až za lavalovou dýzou a mají rovnoměrné rozložení v příčném směru.



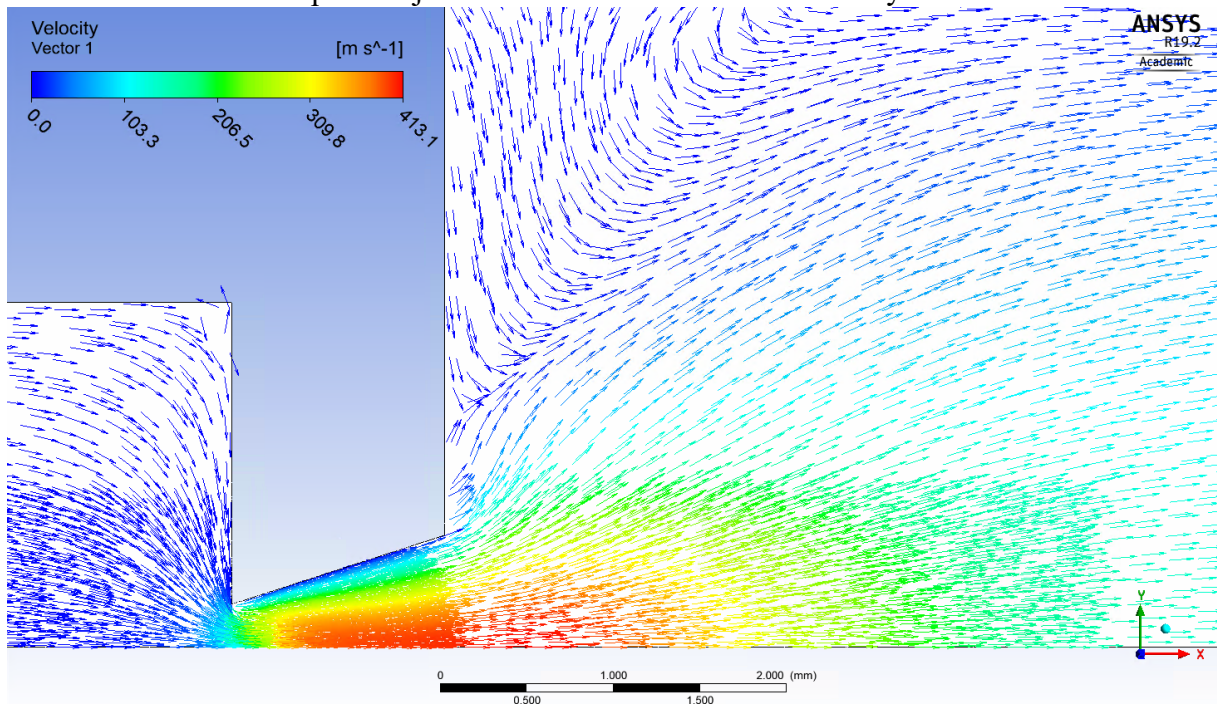
Obr. 55 Normalized Number Density pro lavalovou dýzu s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů

I zde rozložení statického tlaku vykazuje charakter příčně rovnoměrného rozložení podle Prandtlovy teorie, podle které byla lavalova dýza navržena. Hodnota statického tlaku u této varianty prudce klesá na delší vzdálenosti až na hodnotu 200 Pa, po té se pokles tlaku zmírní. Je to dáno vyšším Machovým číslem v dýze.



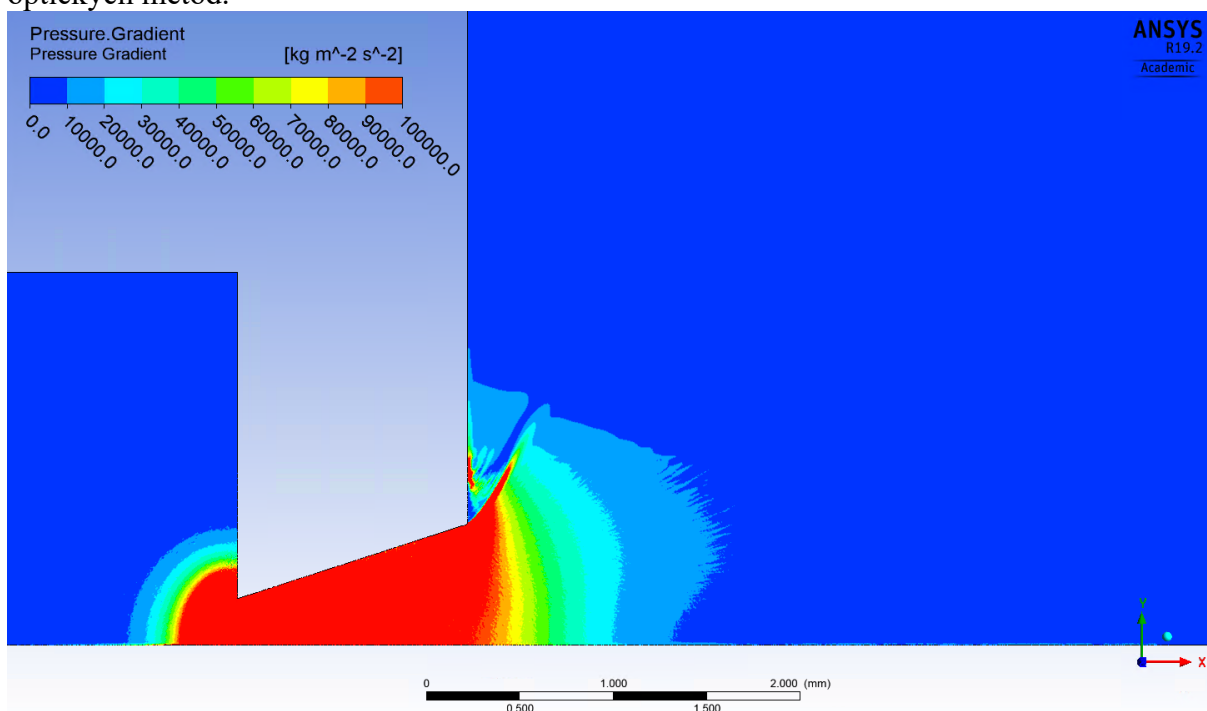
Obr.56 Statický tlak pro lavalovou dýzu s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů

I zde rozložení vektorů prokazuje očekávané zavíření v koutě komory.



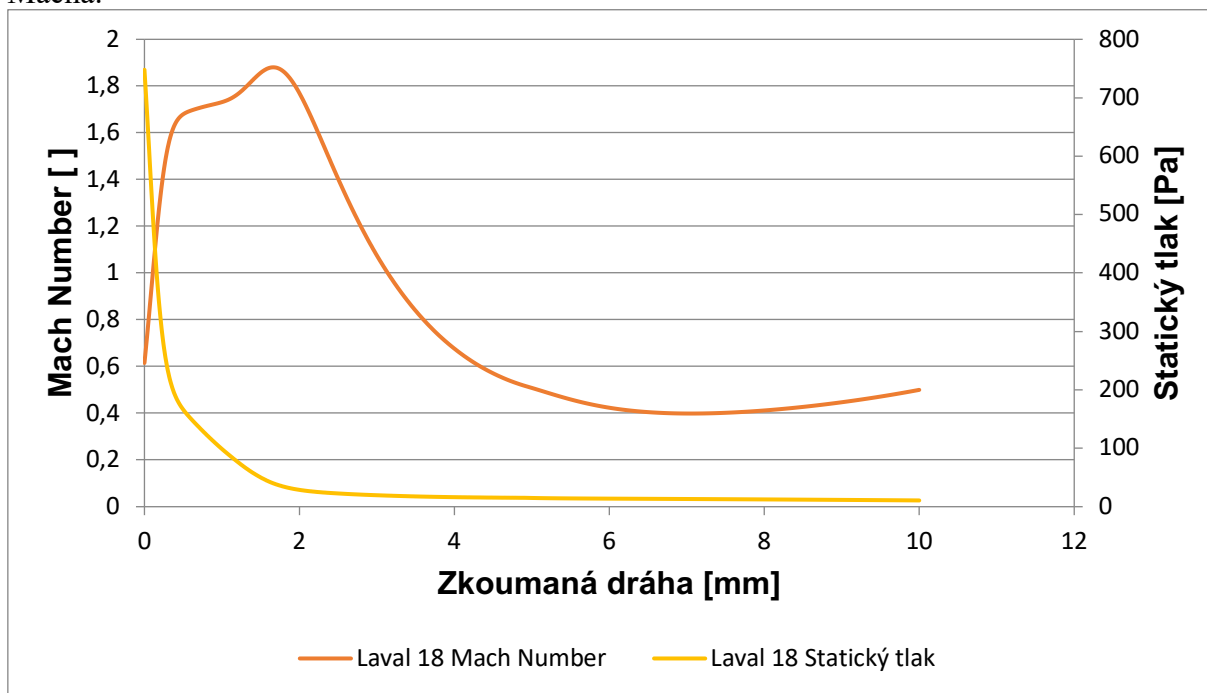
Obr. 57 Rozložení vektorů pro lavalovou dýzu s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů

Vzhledem k většímu rozevření dýzy hodnoty gradientu tlaku ukazují velmi mírnější šikmou rázovou vlnu vycházející z hrany Lavalovy dýzy, kterou bude možné sledovat pomocí optických metod.



Obr. 58 hodnoty gradientu tlaku pro lavalovou dýzu s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů

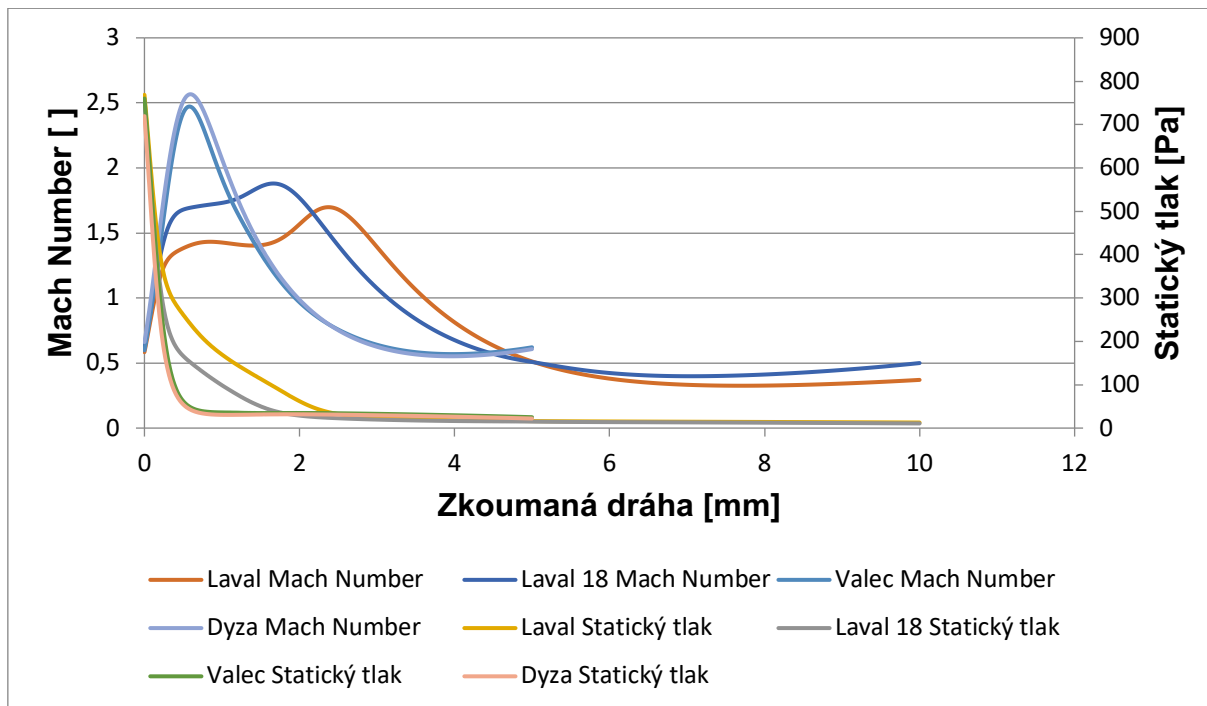
I v této variantě Lavalovy dýzy vyplývá z grafu závislost Machova čísla na poklesu statického tlaku. V této lavalově dýze větší expanze plynu, která umožní prudký pokles tlaku vhodnější pro účely konstrukce diferenciálně čerpané komory. Proudění dosahuje hodnoty až 1,9 Macha.



Obr. 59 Grafické vyobrazení průběhu rychlosti a tlak pro lavalovou dýzu s rozšířeným hrdlem na 18 stupňů

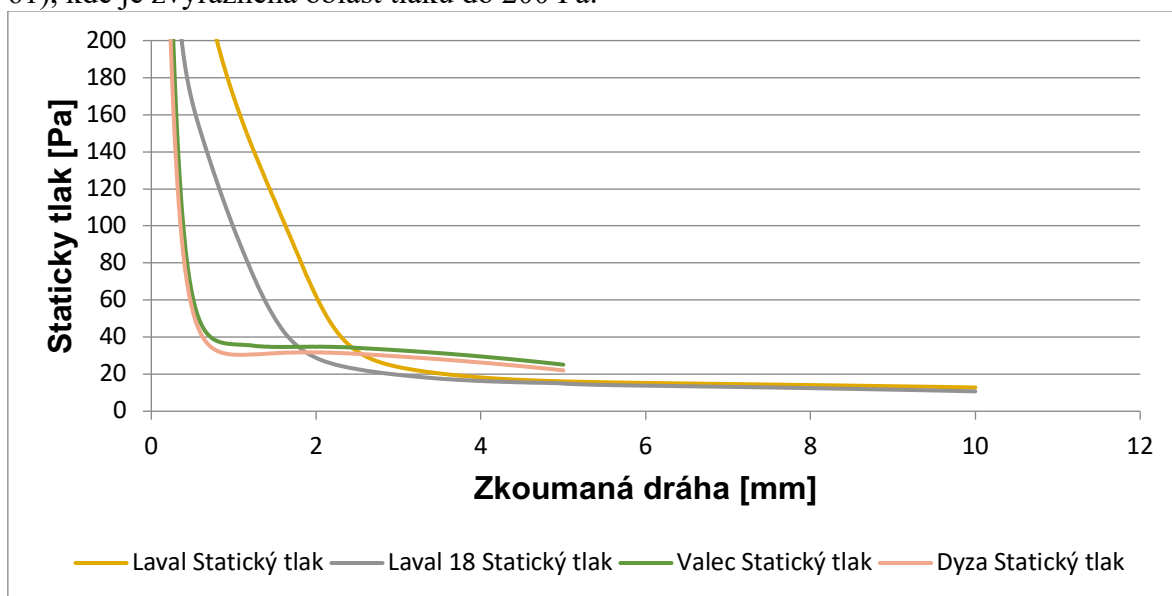
9.5. Celkové vyhodnocení výsledků

Matematicko-fyzikální analýzy srovnávající čtyři varianty dýz oddělující dvě komory s velmi rozdílnými tlaky ukázaly, že proudění za válcovou dýzou dosáhne nejvyšší rychlosti a tím i nejprudšího poklesu tlaku. Podobné výsledky, ale díky rozevření dosahuje menší maximální rychlosti má varianta dýza. Díky menší maximální expanzi má o něco menší pokles tlaku. (obr. 60)



Obr. 60 Grafické vyobrazení průběhu rychlosti a tlaku pro všechny varianty

Oproti tomu Lavalovy dýzy dosahují menší maximální rychlosti díky řízené expanzi a tedy menší prudkosti poklesu tlaku. Rozdíl ale je, že proudění za lavalovými dýzami po ukončení nadzvukového režimu dosáhne nižší hodnoty statického tlaku, což je patrné v dalším grafu (obr. 61), kde je zvýrazněna oblast tlaku do 200 Pa.



Obr. 61 Grafické vyobrazení průběhu rychlosti a tlaku pro všechny varianty

ZÁVĚR

Pro splnění cílů diplomovou práce bylo nejprve třeba zpracovat a nastudovat informace potřebné pro pochopení praktické části zadání, která byla realizována v rámci diplomovou práce.

První kapitola obsahuje všeobecné informace týkající se mikroskopů a jejich rozdělení, zejména pak mikroskopů elektronových.

Druhá kapitola je již zaměřena přímo na environmentální elektronový mikroskop, kterého se bude týkat následující studie a jeho vakuový systém.

Následující 4 kapitoly slouží k seznámení se studií Dr. Daniláta a jeho statistickým přístupem k simulaci čerpání diferencíálně čerpané komory pomocí metody Monte Carlo a seznámení s počítačovým systémem ANSYS Fluent.

V kapitole sedm jsem se nejprve zabývala studií Dr. Daniláta ohledně simulací gradientů hustoty argonu procházející přes clonu PLA v ESEM. S hustotou určenou jako funkce polohy bylo zjištěno množství počtu částic integrací podél vrstvy plynu, která je proniknuta elektronovým paprskem. Na základě toho byla stanovena intenzita paprsku procházejícího bez jakéhokoli rozptylu podél osy clony, což je nezbytné pro diferencíální čerpací systém, který se používá v ESEM. Geometrie clony PLA má velký vliv na gradient plynu a tedy na výsledný rozptyl paprsku. Studie Dr. Daniláta ukazuje, že ostrá hrana a otvor o malém průměru představují ve výsledku vznik nejostřejšího možného gradientu hustoty u čerpání mezi komorami s velmi rozdílnými tlaky. Dále byl ve studii prezentován přenos elektronovým paprskem pro zrychlení napětí mezi 1 a 30 kV.

Na uvedené studii navázaly analýzy představené v této práci. Byly zvoleny základní tvary dýz s ostrou hranou u kterých byly porovnán charakter proudění. Výsledky matematicko-fyzikálních analýz budou sloužit jako podklad při konstrukci experimentální komory pro výzkum nadzvukového proudění v nízkých tlacích probíhající na Ústavu elektrotechnologie VUT Brno ve spolupráci s Ústavem přístrojové techniky akademie věd Brno. Dané výsledky a výsledky získané z experimentální komory, budou použity při konstrukci diferencíálně čerpaných komor u Environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Jana Nebesářová. Elektronová mikroskopie pro biologie [online]. České Budějovice, 2001 [cit. 2018-12-01]. Dostupné z: <http://triton.paru.cas.cz/old-lem/book/Podkap/1.0.html>
- [2] Ústav přístrojové techniky AV ČR: 2001. Dostupný na WWW: http://www.isibrno.cz/index.php?lang=_cz&co=/ustav/history.php&nalogovan=&id_druh_men u=1&Nerolovat=1
- [3] Elektronový mikroskop [online]. 2017 [cit. 2018-12-1]. Dostupné z: http://www.wikiskripta.eu/index.php/Elektronov%C3%BD_mikroskop
- [4] ŠAFÁŘOVÁ, Klára. Transmisní elektronová mikroskopie [online]. Olomouc, 2008 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: <http://atmilab.upol.cz/texty/TEM-teorie.pdf>. Univerzita Palackého v Olomouci.
- [5] Klára Šafářová. Skenovací (rastrovací) elektronová mikroskopie [online]. 2009 [cit. 2018-12-3]. Dostupné z: http://nanosystemy.upol.cz/download/2009/12-ws/safarova_sem.pdf
- [6] JIRÁK, Josef, Svatopluk HAVLÍČEK a Zdenka ROZSÍVALOVÁ. Diagnostika a zkušebnictví. Brno. 53s. Skriptum. Vysoké učení technické v Brně.
- [7] JÄGER, V, V. GÄRTNEROVÁ: Elektronovým mikroskopem do nitra materiálů aneb jak vypadá jejich struktura [online]. 2008 [cit. 2018-12-4]. Dostupné z: <http://www.fzu.cz/popularizace/elektronovym-mikroskopem-do-nitra-materialu-aneb-jak-vypada-jejich-struktura>
- [8] Ludmila Eckertová, Luděk Frank a kolektiv: *Metody analýzy povrchů*, nakladatelství Akademie věd ČR, Praha 1996
- [9] NOVÁK, Pavel. Scintilační a ionizační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku [online]. Brno, 2009 [cit. 2018-12-3]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11012/2888>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Vedoucí prácedoc. Ing. Josef Jirák, CSc.
- [10] DEBBIE, J. Stokes. Principles and practice of variable pressure/environmental scanning electron microscopy (VP-ESEM). Chichester: Wiley, 2008, 7. vyd. 221 s. ISBN 978-0-470-06540-2.
- [11] BEDNÁŘ, E. Analýza vlivu proudění plynu v oblasti umístění vzorku v komoře environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. 112s. Vedoucí bakalářské práce Doc. Ing. Mgr. Jiří Maxa, Ph.D
- [12] MATĚJKA, M. *Pozorování izolantů v ESEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2008. 59 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jirák, CSc.
- [13] DEJČ, M.J. Technická dynamika plynů. SNTL, 1967
- [14] DANILATOS, G.D. ESEM Science and Technology [cit. 2018-11-3]. Dostupné z: <http://www.danilat.com>
- [15] LEPLTOVÁ, K. *Matematicko - fyzikální analýza dynamického tlaku pro*

experimentální diferenciální komoru.. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2018. 85 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Jiří Maxa, Ph.D.

- [16] URUBA, V. Turbulence. Praha, 2009, 141 s. Skriptum. ČVUT v Praze, Fakulta strojní
- [17] ANSYS [online]. Canonsburg: ANSYS [cit.2018-10-12]. Dostupné z: <http://www.ansys.com/>
- [18] DEAN, Thomas. *Structural and Functional Connectomics* [online]. [cit. 2019- 02-20].Dostupné z: <http://cs.brown.edu/people/tld/note/blog/14/10/16/index.html>
- [19] ÚVOD DO METODY MONTE CARLO, <https://www.physics.muni.cz/~trunec/mc.pdf>, Jiří Dřímál, David Trunec, Antonín Brablec
- [20] Journal of Microscopy, Vol. 234, Pt 1 2009, pp. 26–37 Received 7 April 2008; accepted 30 October 2008, Danilatos, G.D. (2001)