



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV BIOMEDICÍNSKÉHO INŽENÝRSTVÍ

DEPARTMENT OF BIOMEDICAL ENGINEERING

MONTE CARLO SIMULACE ELEKTRONOVÉHO ROZPTYLU V RASTROVACÍM PROZAŘOVACÍM ELEKTRONOVÉM MIKROSKOPU

MONTE CARLO SIMULATIONS OF ELECTRON SCATTERING IN SCANNING TRANSMISSION ELECTRON
MICROSCOPY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Samuel Záchej

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Vladislav Krzyžánek, Ph.D.

BRNO 2016



Diplomová práce

magisterský navazující studijní obor **Biomedicínské inženýrství a bioinformatika**

Ústav biomedicínského inženýrství

Student: Bc. Samuel Záchej

ID: 147492

Ročník: 2

Akademický rok: 2015/16

NÁZEV TÉMATU:

Monte Carlo simulace elektronového rozptylu v rastrovacím prozařovacím elektronovém mikroskopu

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

1) Proveďte literární rešerši způsobů výpočtu Monte Carlo simulací a jejich praktického využití v elektronové mikroskopii (rozptyl elektronů v látkách). 2) Navrhněte metody výpočtů simulací pro různé tvary vzorků jako koule, tenká vrstva, dutá kapsle. 3) Navrhněte testovací metodiku robustnosti výsledků simulací vzhledem k rozdílnému zastoupení prvků v materiálu. 4) Navrhněte programové řešení algoritmů vybraných metodik v programovém prostředí MATLAB. 5) Proveďte návrh metodiky pro srovnání výsledků simulace a reálně naměřených dat na STEMu. 6) Proveďte diskusi získaných výsledků a zhodnoťte účinnost a využitelnost řešení.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

[1] L. REIMER: Scanning Electron Microscopy. Physics of Image Formation and Microanalysis. Springer-Verlag Berlin Heidelberg 1998. ISBN 978-3-540-63976-3.

[2] Q. WU, MERCHANT F.A. and CASTELMAN K.R. Microscope Image Processing. Academic Press, Burlington 2008. ISBN 978-0-12-372578-3.

Termín zadání: 8.2.2016

Termín odevzdání: 20.5.2016

Vedoucí práce: Ing. Vladislav Krzyžánek, Ph.D.

Konzultant diplomové práce:

prof. Ing. Ivo Provazník, 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.

ABSTRAKT

Diplomová práca popisuje elektrónový rozptyl v STEM systémoch na objektoch rôzneho tvaru, akými sú hranol, guľa alebo dutá kapsula. Na kvantifikáciu viacnásobného rozptylu elektrónov v materiáloch sú využité Monte Carlo simulácie. Okrem teoretického rozboru elektrónového rozptylu a metodiky simulácií, obsahuje práca aj návrh a realizáciu algoritmu pre simulácie na zadaných objektoch. Práca zahŕňa overenie robustnosti simulácií na základe porovnania výsledkov so známymi signálmi pre daný objekt. Funkčnosť algoritmu bola overená experimentálnym meraním elektrónového rozptylu na vrstve uhlíka.

KLÚČOVÉ SLOVÁ

STEM, elektrónová mikroskopia, pružný a nepružný rozptyl, viacnásobný rozptyl, Monte Carlo simulácie, robustnosť, MATLAB.

ABSTRACT

This thesis deals with an electron scattering in STEM microscopy on objects with different shapes, such as cuboid, sphere and hollow capsule. Monte Carlo simulations are used for description of multiple electron scattering. Except the theoretical analysis of the electron scattering and simulation methods, the thesis contains design and realization of an algorithm simulating electron scattering in given objects. In addition, there is a design for robustness evaluation of the simulation, based on comparison between results and known signals for a given object. Reliability of the algorithm was verified by experimental measurements of the electron scattering on a carbon layer.

KEYWORDS

STEM, electron microscopy, elastic and inelastic scattering, multiple scattering, Monte Carlo simulations, robustness, MATLAB

Záchej, S. *Monte Carlo simulace elektronového rozptylu v rastrovacím prozařovacím elektronovém mikroskopu*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Ústav biomedicínského inženýrství, 2016. 78 s. Diplomová práce. Vedoucí práce: Ing. Vladislav Krzyžánek, Ph.D.

PREHLÁSENIE

Prehlasujem, že svoju diplomovú prácu na tému Monte Carlo simulácie elektronového rozptylu v rastrovacím prozařovacím elektronovom mikroskopy som vypracoval samostatne pod vedením vedúceho diplomovej práce a s použitím odbornej literatúry a ďalších informačných zdrojov, ktoré sú všetky citované v práci a uvedené v zozname literatúry na konci práce.

Ako autor uvedenej diplomovej práce ďalej prehlasujem, že v súvislosti s vytvorením tejto diplomovej práce som neporušil autorské práva tretích osôb, predovšetkým som nezasiahol nedovoleným spôsobom do cudzích autorských práv osobnostných a/alebo majetkových a som si plne vedomí následkov porušenia ustanovenia § 11 a nasledujúcich zákona č. 121/2000 Sb., o práve autorskom, o právach súvisiacich s právom autorským a o zmene niektorých zákonov (autorský zákon), v znení neskorších predpisov, vrátane možných trestnoprávných dôsledkov vyplývajúcich z ustanovenia časti druhej, hlavy VI. diel 4 Trestného zákonníku č. 40/2009 Sb.

V Brne dňa

.....

(podpis autora)

POĎAKOVANIE

Ďakujem vedúcemu diplomovej práce Ing. Vladislavovi Krzyžánkovi, Ph.D za odbornú pomoc pri tvorbe a formálnych úpravách práce, za užitočné konzultácie, poskytnutie cenných rád a trpezlivosť. Ďalej by som chcel poďakovať konzultantovi Mgr. Radimovi Skoupému za pomoc s experimentálnou činnosťou a cenné rady pri zostavovaní tejto diplomovej práce.

V Brně dne

.....

(podpis autora)

OBSAH

Zoznam obrázkov	vii
Zoznam tabuliek	x
Úvod	1
1 Interakcia elektrónov s látkou	3
1.1 Popis STEM systému.....	3
1.2 Pružný rozptyl.....	6
1.3 Nepružný rozptyl.....	7
1.3.1 Rozptyl na kvázi - voľných elektrónoch (Comptonov rozptyl).....	7
1.3.2 Ionizácia vnútornej hladiny.....	8
1.4 Interakčný objem, spektrum.....	9
1.4.1 Sekundárne elektróny (SE).....	11
1.4.2 Spätne odrazené elektróny (BSE).....	11
1.4.3 Nerozptýlené elektróny.....	11
1.4.4 Ďalšie interakcie elektrónu.....	11
1.5 Viacnásobný rozptyl.....	12
2 Monte carlo simulácie	15
2.1 Teoretický základ.....	15
2.1.1 Prechody medzi stavmi.....	15
2.1.2 Absorpčné stavy.....	16
2.1.3 Stredná doba života.....	16
2.1.4 Výstup a zhrnutie MC.....	17
2.2 Aplikácia MC metódy na elektrónový rozptyl.....	18
2.2.1 Vstup algoritmu.....	18

2.2.2	Realizácia viacnásobného rozptylu.....	19
2.2.3	Funkčné celky algoritmu	22
2.3	Analýza viacnásobného rozptylu	22
2.4	Návrh analýzy rozptylu na zadaných útvaroch.....	24
2.4.1	Úprava vlastností primárneho zväzku.....	24
2.4.2	Začiatok simulácií na objektoch	25
2.4.3	Simulácia na hrane vrstvy	27
2.4.4	Zložená vrstva.....	33
2.4.5	Gul'a	37
2.4.6	Dutá kapsula	42
2.4.7	Vyplnená kapsula.....	47
2.5	Porovnanie simulácií s výsledkami experimentu.....	51
2.5.1	Odchýlka pri stanovení hrúbky vrstvy	60
2.5.2	Strata energie primárneho elektrónu.....	61
	Záver	63
	Literatura	65
	Príloha 1	67
	Príloha 2	68

ZOZNAM OBRÁZKOV

Obr. 1.1 - Schéma STEM [9].....	4
Obr. 1.2 Schéma zobrazovacej sústavy a nákres STEM detektoru [10].....	5
Obr. 1.3 - Pružný rozptyl [20].....	6
Obr. 1.4 - Comptonov efekt [8]	8
Obr. 1.5 - Nepružný rozptyl pre prvky Al a Cu, príspevky jednotlivých typov interakcií [13].....	9
Obr. 1.6 - Interakčný objem elektrónu (BSE – Spätne odrazené el., SE – Sekundárne el., AE – Augerove el., PE – Primárny zväzok, X – röntgenové žiarenie) [14].....	10
Obr. 1.7 - Spektrum emitovaných elektrónov: BSE - Spätne odrazené, SE - sekundárne, AE - Augerove, LLE – nízko stratové [14].....	10
Obr. 1.8 - Princíp výberu typu rozptylovej udalosti	13
Obr. 1.9 Viacnásobný rozptyl. Vľavo viacnásobný rozptyl začínajúci nepružnou kolíziou na elektrónovom obale atómu. Dochádza ku strate energie. Vpravo je znázornený dvojité pružný rozptyl.	14
Obr. 2.1 - Výber prvku z kumulatívnej pravdepodobnosti. c_1 , c_2 a c_3 odpovedajú relatívnym koncentráciám prvkov 1,2 a 3. R_4 - náhodne generované číslo z intervalu $\langle 0,1 \rangle$	20
Obr. 2.2 Geometrický popis rozptylu [5].....	21
Obr. 2.3 - Analýza vrstiev (ilustrácia rozptylu na vrstve materiálu)	23
Obr. 2.4 Výsledok analýzy vrstiev. Vľavo BF signál v závislosti na hrúbke vrstvy, vpravo DF signál ($maxH$ 350 nm; dH 1nm). Dáta pre materiál PSS sú v kapitole 2.4.6.....	23
Obr. 2.5 - Popis výberu zväzku a zaostrenia.....	25
Obr. 2.6 - Výpočet priesečníku s objektom. Príklad na guľi.....	26
Obr. 2.7 Posun elektrónu smerom ku hrane objektu.....	28
Obr. 2.8 - Výstupný signál zo simulácie rozptylu na hrane - MC_layer	28

Obr. 2.9 Výsledok analýzy vrstiev. Signály BF, DF a HAADF pre 40 nm uhlíkovú vrstvu.....	29
Obr. 2.10 Overenie MC simulácií na hrane. Čiarkovaný signál odpovedá signálu pre simulovanú hrúbku vrstvy.....	30
Obr. 2.11 - Overenie simulácií na hrane. Porovnanie teoretickej a simulovanej hrúbky vrstvy.....	31
Obr. 2.12 - Ilustrácia rozptylu na hrane. Parametre simulácie sú rovnaké ako pre uhlíkovú vrstvu (Tab. 2.3)	32
Obr. 2.13 - Popis skladania vrstiev	33
Obr. 2.14 - Výsledok simulácie na zloženej vrstve	35
Obr. 2.15 - Veľkosť BF signálu pre vrstvu latexu s hrúbkou 200 nm a SiO ₂ s hrúbkou 50 nm	36
Obr. 2.16 - Simulácia na zloženej vrstve - efekt hrany.....	36
Obr. 2.17 - Obrázok zloženej vrstvy. Vrchná 200 nm vrstva latexu, spodná 50 nm vrstva SiO ₂	37
Obr. 2.18 - Súradnicový systém pre výpočet rozptylu na guli	38
Obr. 2.19 Simulácia na uhlíkovej guli. Čiarkovane je znázornený signál odpovedajúci hrúbke objektu, plnou čiarou signál získaný zo simulácií na guli	39
Obr. 2.20 - 2D vizualizácia simulácie na guli. Čiarkovane je znázornený dopadajúci elektrón, označený je aj priesečník dráhy a gule.	40
Obr. 2.21 - Porovnanie vypočítaných a simulovaných signálov	41
Obr. 2.22 Simulácia na latexovej guli – porovnanie reálnej hrúbky a hrúbky stanovenej simuláciami.	41
Obr. 2.23 Súradnicový systém pre výpočet rozptylu na kapsli	42
Obr. 2.24 - Prepočet voľnej dráhy - simulácia na dutej kapsli	43
Obr. 2.25 Overenie výsledkov simulácií. Plná čiara je signál získaný zo simulácií. Čiarkovaná čiara je signál zodpovedajúci hrúbke vrstvy v danom kroku (interpolovaný z MC simulácie vrstiev pre PSS).....	44
Obr. 2.26 Overenie výsledkov simulácií na kapsli. Čiarkovaná čiara reprezentuje skutočnú hrúbku kapsule, ostatné sú získané zo simulácie na kapsli	45
Obr. 2.27 - Porovnanie signálu z analýzy vrstiev (čiarkovaný) a signálu z MC simulácie	

na dutej kapsli.	46
Obr. 2.28 Porovnanie skutočnej a nasimulovanej hrúbky kapsule	46
Obr. 2.29 - Simulácia na plnej kapsli. Ide o ilustráciu funkčnosti výpočtu prienikov (červený krúžok) a náklonu zväzku pri prechode z materiálu do materiálu. Nejedná sa o praktickú simuláciu.	48
Obr. 2.30 - Signál z analýzy vrstiev odpovedajúci hrúbke vrstvy pre aktuálny posun na objekte.....	49
Obr. 2.31 - Výsledok rozptylu na reálnej plnej kapsli s vyznačenou hodnotou signálu BF pre posun $dR=0$	50
Obr. 2.32 - Porovnanie celkového očakávaného a simulovaného signálu.....	50
Obr. 2.33 – Vľavo plný kalibračný bright-field signál, vpravo pozadie.....	51
Obr. 2.34- Obrázok 2,5 nm vrstvy uhlíku. Frakcia nerozptýlených elektrónov je 0,9765. Štvorec vo vnútri slúži na výber vhodnej oblasti pre výpočet signálu.	52
Obr. 2.35 - Výsledok simulácie na vrstve s maximálnou hrúbkou 50 nm – bright-field signál. Rezy vrstvou sú s krokom 0,1 nm.	54
Obr. 2.36 Geometria zobrazovacej sústavy	55
Obr. 2.37 Grafy výsledkov MC simulácií a porovnanie s reálnou hrúbkou vrstiev. (V grafe 43,2 nm pre hustotu 1,6 g/ml a uhol 32 a 36 mrad nebolo možné vypočítať silu vrstvy).....	57
Obr. 2.38 Graf BF signálov MC simulácií na hodnotách hrúbky vrstvy v experimente. Červenou je vyznačený signál získaný z experimentu aj s jeho štandardnými odchýlkami.....	59
Obr. 2.39 - Z predchádzajúceho grafu vybrané len krivky odpovedajúce reálnemu signálu z experimentu	59
Obr. 2.40 - Simulácia na dvojitej vrstve a straty energie dopadajúceho elektrónu	61

ZOZNAM TABULIEK

Tab. 2.1 Zjednodušená matica prechodov	16
Tab. 2.2 - Hodnoty signálu pre 40 nm vrstvu uhlíku	30
Tab. 2.3 - Podmienky simulácie na uhlíkovej vrstve.....	32
Tab. 2.4 - Podmienky simulácií na zloženej vrstve.	34
Tab. 2.5 - Očakávané signály získané analýzou vrstiev (bez efektu hrany) a signály získané z MC simulácií na zloženej vrstve (s efektom hrany).....	35
Tab. 2.6 Podmienky simulácií na uhlíkovej guli	38
Tab. 2.7 Parametre simulácií na latexovej guli.....	40
Tab. 2.8 - Parametre simulácie na dutej kapsli	43
Tab. 2.9- Parametre simulácie na uhlíkovej kapsli	45
Tab. 2.10 - Podmienky simulácie na plnej kapsli.	48
Tab. 2.11 - Signál odpovedajúci hrúbke vrstvy pri posune $dR=0$	49
Tab. 2.12 - Tabuľka obsahuje veľkosti BF signálov stanovené z obrázkov vrstiev uhlíka.	53
Tab. 2.13 - Podmienky experimentu (WD - pracovná vzdialenosť).....	53
Tab. 2.14 Výsledky simulácie pre amorfný uhlík. V tabuľke je výsledná hrúbka so štandardnou odchýlkou (StD) v závislosti na hustote a zbernom uhle.	56
Tab. 2.15 - Konsenzus výsledkov- najpodobnejšia varianta simulácií.....	58
Tab. 2.16 - Hodnotenie odchýlky pri výpočte frakcie nerozptýlených elektrónov. Signál získaný pre obrázok z vybraného miesta obrázku.	60
Tab. 2.17 - Percentuálna strata energie v závislosti na energii primárneho zväzku a hrúbke vrstvy. Použitý materiál je uhlík s hustotou 2 g/ml.	61

ÚVOD

Hlavným cieľom práce je simulovať a kvantifikovať elektrónový rozptyl v rôznych materiáloch a štruktúrach pri zobrazovaní v elektrónovej mikroskopii, konkrétne v rastrovacom – transmisnom STEM móde. Monte Carlo simulácie sú vhodným nástrojom pre analýzu tohto typu problému. Simulácie poskytujú iba odhad reálneho rozptylu elektrónov, preto je potrebné výsledné dáta overiť na skutočnom preparáte. Cieľom tejto práce je okrem tvorby simulačného algoritmu v prostredí MATLAB aj návrh a realizácia testov, ktoré potvrdia funkčnosť a dôveryhodnosť algoritmu.

Metóda Monte Carlo je numerická simulačná metóda, ktorej základy sú postavené na teórii pravdepodobnosti a základoch matematickej štatistiky. Umožňuje simulovať systém a modelovať náhodnú veličinu, z čoho je následne možné odvodiť charakteristiky tejto veličiny, poprípade stanoviť odhad jej hodnoty. Podobne ako iné matematické metódy, aj táto sa vyznačuje veľkou výpočtovou náročnosťou a preto aj jej rozmach nastal až po rozvoji výpočtovej techniky. Zaujímavé využitie našla v oblasti termodynamiky a transportu častíc. Okrem toho býva často použitá napríklad aj v ekonomickej sfére pre odhad vývoja finančných trhov. Zaujímavosťou je využitie Monte Carlo metódy počas vývoja atómovej bomby v roku 1944, kedy J. Neumann pre svoje výpočty skombinoval matematický aparát pravdepodobnosti s výpočtovou silou počítača.[2]

V práci sú simulácie použité na stanovenie rozptylu primárneho zväzku elektrónov dopadajúcich na preparát. Rozptylové mechanizmy je možné pomerne presne popísať vzťahmi z kvantovej mechaniky, dajú sa však použiť aj jednoduchšie ale stále dôveryhodné vzťahy založené na klasickej mechanike. Rozptylové udalosti sa delia do dvoch základných skupín, ktorými sú pružné (elastické) a nepružné (neelastické) kolízie. V rámci skupín existuje viac typov interakcií elektrónu s látkou. Na základe týchto interakcií, ktoré sú bližšie popísané v prvej kapitole vznikajú sekundárne, spätne odrazené, prežiarené (nerozptýlené) alebo augerove elektróny a iné formy žiarenia akým je napríklad charakteristické röntgenové žiarenie. Pružná kolízia vychýli elektrón z jeho pôvodného smeru bez straty energie. Naopak v prípade nepružnej kolízie je elektrón okrem vychýlenia z pôvodného smeru ochudobnený o isté kvantum energie, v závislosti od typu kolíznej udalosti.

Prvá kapitola práce sa venuje stručnému popisu STEM mikroskopu a približuje problematiku pružného a nepružného rozptylu. Popisuje aj typy elektrónov a signály, ktoré pri kolíziách vznikajú. Dotýka sa aj popisu viacnásobného rozptylu.

Druhá kapitola obsahuje teoretický základ ku simuláciám Monte Carlo a popisuje algoritmus výpočtu elektrónového rozptylu v prostredí MATLAB. V kapitole sú obsiahnuté aj návrhy pre výpočet rozptylu na zadaných štruktúrach, ktorými sú tenká vrstva, guľa, dutá kapsula a vyplnená kapsula. Spolu s návrhmi je v kapitole zhrnuté praktické prevedenie algoritmu do prostredia MATLAB. Kapitola obsahuje popis funkcií a štruktúru algoritmu. Okrem toho je v kapitole zahrnuté overenie funkčnosti programu. Simulované dáta boli porovnané s experimentálnym meraním a výsledky boli graficky spracované. Kapitola tiež pojednáva o možných chybách a odchýlkach vznikajúcich pri výpočtoch. Funkčnosť simulácií bola overená reálnym experimentom, ktorý je zahrnutý v závere kapitoly.

1 INTERAKCIA ELEKTRÓNOV S LÁTKOU

Nasledujúca časť sa zaoberá fyzikálnymi princípmi interakcií medzi elektrónmi a materiálom, ktoré sú dôležité pre pochopenie celej problematiky elektrónového rozptylu a následných Monte Carlo simulácií. Elementárnymi interakciami sú v tomto prípade pružný (elastický) a nepružný (neelastický) rozptyl elektrónov. Prvý menovaný jav je význačný svojou širokou uhlovou distribúciou rozptylu, kedy nedochádza ku výmene energie, mení sa iba dráha elektrónu. Nepružný rozptyl je naopak charakteristický energetickými stratami dopadajúceho elektrónu, ktorý sa od primárneho smeru po kolízii takisto odkláňa. V skutočnosti však okrem spomínaných javov nastáva mnoho iných typov interakcií, ktoré ovplyvňujú proces zobrazovania. Navyše treba podotknúť, že len zriedka je elektrón ovplyvnený jedinou interakciou v materiáli. V skutočnosti dochádza k elektrónovej difúzii, strate energie a početným interakciám, produkujúcim žiarenie alebo iné typy elektrónov. Takto postupujúci elektrón preto podlieha mnohonásobnému rozptylu, ktorý môže byť popísaný práve simuláciami typu Monte Carlo. [13]

1.1 Popis STEM systému

Na úvod je vhodné priblížiť základný princíp práce rastrovacieho transmisného elektrónového mikroskopu, skrátene nazývaného STEM (z angl. Scanning Transmission Electron Microscope). Názov poukazuje na kombináciu dvoch zobrazovacích procesov, ktorými sú rastrovanie a prežarovanie. Prvým rozumieme tvorbu rastru, ktorý vzniká postupným posúvaním stopy elektrónového zväzku preparátom. Tento proces je charakteristický pre SEM (rastrovací elektrónový mikroskop). Na rozdiel od SEM systémov, kde je informácia (obraz) získavaná z povrchu materiálu pomocou spätne odrazených a sekundárnych elektrónov, STEM pracuje s elektrónmi prechádzajúcimi skrz materiál. Zobrazovaním prechádzajúcich elektrónov sa približuje TEM systému teda transmisnému elektrónovému mikroskopu. [9]

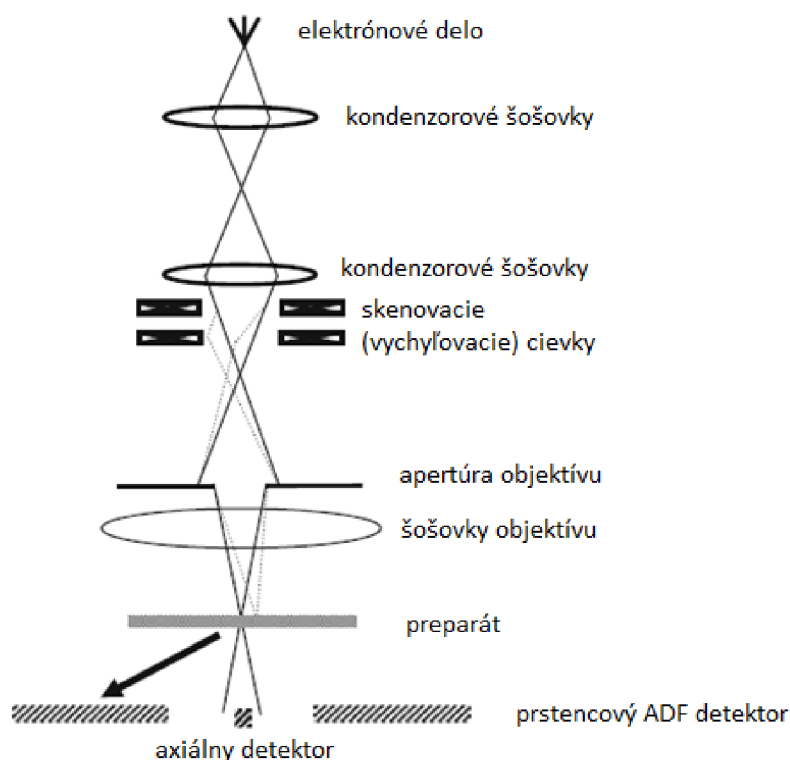
Elektrónový zväzok vzniká v **elektrónovom zdroji** (býva nazývaný aj elektrónové delo). Rozlišujú sa tri základné typy zdrojov. Termoemísne zdroje využívajú volfrámové vlákno zahriate na vysokú teplotu, čím elektróny vo vlákne získavajú dostatok energie na prekročenie potenciálovej bariéry a sú uvoľnené do okolia vlákna. U autoemísnych zdrojov slúži na extrakciu elektrónov z hrotu silný gradient elektrického poľa (zvyčajne 3-5 kV). Kombináciou autoemisie a termoemisie je zdroj typu Schottky, ktorý využíva výhody oboch emisných metód. Zdroj ďalej obsahuje silný gradient elek-

tromagnetického poľa, na konci ktorého je kruhová anóda formujúca elektróny do primárneho zväzku.[4]

Elektrónový zväzok sa finalizuje v tubuse pomocou **elektrónovej optiky**. Magnetické a elektrostatické šošovky usmerňujú elektróny do úzkeho zväzku a fokusujú ho na preparát. Využívajú silu elektromagnetického poľa pôsobiacu na pohybujúce sa nabité častice (Lorentzov vzťah)

$$\vec{F} = -e(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}), \quad (1)$$

kde v je rýchlosť pohybu elektrónov, E intenzita elektrického poľa, B magnetická indukcia a elementárny náboj elektrónu e ($1,602 \times 10^{-19}$ C). Optická sústava zahrňuje kondenzorové a objektívové šošovky, formujúce primárny zväzok. Tubus tiež obsahuje vychýľovacie cievky, ktoré pohybujú primárnym zväzkom v x a y súradniciach po preparáte a rasterizujú snímanú scénu. Okrem toho je nutné využívať stigmátory a iné prídavné šošovky vo forme kvadrupólov (oktupólov a iných), ktoré kompenzujú optické vady mikroskopu. Zjednodušená schéma STEM mikroskopu je zobrazená na Obr. 1.1. [4],[7]

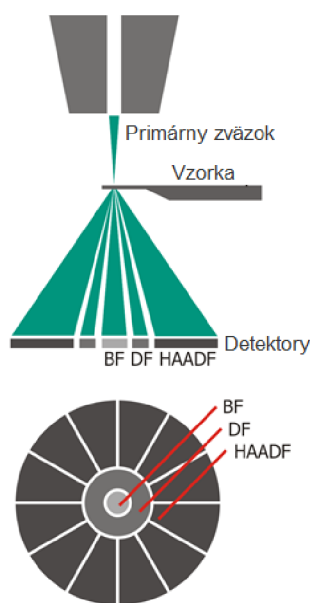


Obr. 1.1 - Schéma STEM [9]

Konfigurácia systému je podobná transmisným mikroskopom. Tubus so zdrojom a optikou sa z pravidla nachádza nad preparátom. Preparát je ožarovaný zväzkom po-

stupne bod po bode. Pri prechode elektrónov preparátom dochádza ku viacerým typom interakcií, ktoré sú popísané v nasledujúcich kapitolách 1.2, 1.3 a 1.4. Primárne elektróny podliehajú kolíziám, alebo prechádzajú bez zmeny energie a dráhy cez preparát. Takto rozptýlené alebo nerozptýlené elektróny sú zachytávané detektormi umiestnenými pod preparátom. Ide prevažne o polovodičové kruhové detektory zložené z niekoľkých segmentov, čím je možné separovať typy dopadajúcich elektrónov a tým využiť rozdielne módy zobrazenia Obr. 1.2.[4][16]

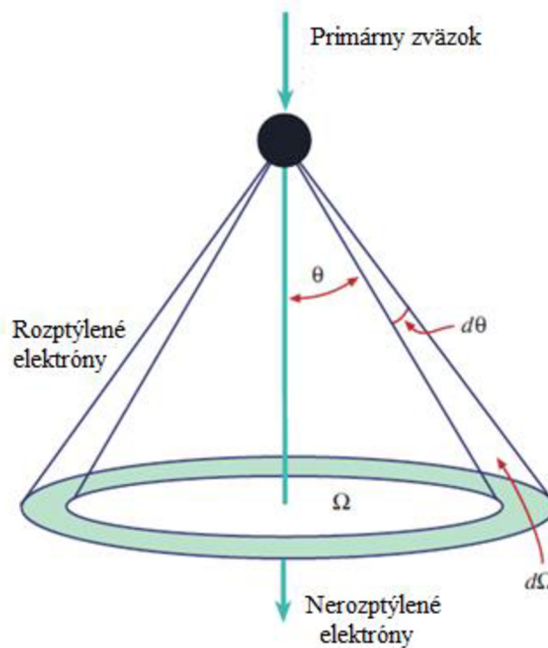
- Zobrazenie vo **svetlom poli** (bright-field imaging, BF) využíva axiálny detektor zachytávajúci nerozptýlené elektróny a tiež frakciu rozptýlených elektrónov, ktoré v tomto prípade predstavujú šum. Elektróny rozptýlené na štruktúrach preparátu nedopadajú na detektor, preto sa štruktúry javia ako tmavé, kým pozadie je svetlé.
- Mód zobrazenia v **tmavom poli** (dark field imaging, DF) je založený na prstencových detektoroch, ktoré zachytávajú najmä elektróny rozptýlené pružne pod vyššími uhlami. Rozptyľujúce štruktúry sa v obraze javia svetlé, pozadie je tmavé. Modifikáciou je použitie detektora obsahujúceho prídavné segmenty pre zachytenie elektrónov vystupujúcich z preparátu pod veľkými uhlami (high-angular dark-field, HAADF)
- Existujú aj ďalšie zobrazovacie módy ako napríklad elektrónový **spektrometer**, ktorý analyzuje energetické straty elektrónov po nepružnom rozptýlení. [7]



Obr. 1.2 Schéma zobrazovacej sústavy a nákres STEM detektoru [10]

1.2 Pružný rozptyl

Elastický alebo inak nazývaný pružný rozptyl je typ interakcie, kedy dopadajúca častica nemení svoju energiu ale mení smer pohybu. Za pružný rozptyl sa všeobecne považuje rozptyl na atómových jadrách (predstava nekonečnej hmotnosti jadra).



Obr. 1.3 - Pružný rozptyl [20]

Pružný rozptyl je tak ako aj nepružný popísaný **diferenciálnym účinným prierezom** ($d\sigma/d\Omega$), ktorý udáva pravdepodobnosť, že elektrón približujúci sa k atómu bude odchýlený do priestorového uhlu $d\Omega$. Parameter σ je **účinný prierez** udávajúci celkovú pravdepodobnosť rozptylu v plošných jednotkách (efektívna plocha terča) [13]

$$\frac{d\sigma_{el}}{d\Omega} = \frac{e^4 Z^2}{16(4\pi\epsilon_0)^2 E^2} \frac{1}{\sin^4(\theta/2)} \quad (2)$$

kde $e = -1.602 \times 10^{-19} \text{ C}$ je elementárny náboj elektrónu, Z atómové číslo, θ uhol rozptylu, ϵ_0 permitivita vákua. Záporne nabitý elektrón $-e$ je ku kladnému atómovému jadrú $+Z$ priťahovaný na základe Coulombovej sily [20]

$$F = \frac{-e^2 Z}{4\pi\epsilon_0 r^2} \quad (3)$$

Vzťah vyššie predpokladá, že nenastáva žiadna interakcia s inými elektrónmi v atómovom obale. Zakrivenie dráhy elektrónu pri prelete okolo jadra je hyperbola, závislá od parametru b , ktorý udáva vzdialenosť trajektórie elektrónu od jadra. Čím bližšie

preletí elektrón okolo atómu, tým vyššia je sila F a tým viac je zakrivená trajektória.

Model klasickej mechaniky však postačuje pre vysvetlenie účinného prierezu len ak uhol $\theta > 5^\circ$, preto je výpočet stanovený pomocou kvantovej mechaniky.[13]

Celkový počet vychýlených elektrónov je možné počítať rozdelením uhlu Ω na menšie segmenty $d\Omega = 2\pi \sin\theta d\theta$ a ich integráciu, čím dostávame **celkový (totálny) pružný účinný prierez [14]**

$$\sigma_{el} = \int_0^\pi \frac{d\sigma}{d\Omega} 2\pi \sin\theta d\theta , \quad (4)$$

ktorý je možné aproximovať pomocou nasledujúceho vzťahu

$$\begin{aligned} \sigma_{el} &= 1.5 \times 10^{-4} Z^{3/2} / \beta^2 \\ \beta^2 &= (v/c)^2 = 1 - [m_{e0}c^2 / (m_{e0}c^2 + E)]^2, \end{aligned} \quad (5)$$

kde m_{e0} je hmotnosť elektrónu a spolu s jeho rýchlosťou c^2 vystupujú ako konštanta $m_{e0}.c^2 = 511 \text{ keV}$.[13],[14]

1.3 Nepružný rozptyl

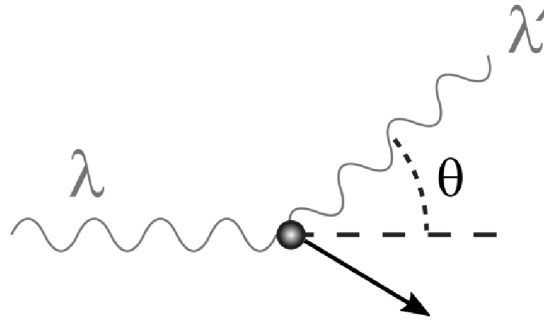
Neelastický alebo inak povedané nepružný rozptyl sa vyznačuje stratou energie primárneho elektrónu počas kolízie s okolitým materiálom. Je známych viac typov nepružných rozptylov od ionizácie vnútornej hladiny atómu, cez emisiu brzdného žiarenia, až po Comptonov rozptyl.

1.3.1 Rozptyl na kvázi - voľných elektrónoch (Comptonov rozptyl)

Dochádza ku zrážke primárneho elektrónu s voľnými alebo kvázi voľnými elektrónmi v atóme (kedy energia dopadajúceho elektrónu E_k je o mnoho vyššia než väzobná energia viazaného elektrónu $E_k \gg E_v$). Zrážka je popísaná vzťahom pre Comptonov rozptyl

$$\lambda' - \lambda = \frac{h}{m_e c} (1 - \cos \theta) \quad (6)$$

znázornený na Obr. 1.4. [8]



Obr. 1.4 - Comptonov efekt [8]

Tento jav je pravdepodobný pre malé zmeny energie a malé rozptylové uhly. Po zrážke je pohyb elektrónov navzájom kolmý. Pre výpočet účinného prierezu a rozptylového uhlu je rozhodujúca zmena energie primárneho elektrónu W [1]

$$\frac{d\sigma_{com}}{d\Omega} = \frac{\pi e^4}{(4\pi\epsilon_0)^2} \frac{1}{EW^2}, \quad (7)$$

kde E je energia dopadajúceho elektrónu a uhol rozptylu sa vypočíta ako

$$\sin^2\theta = \frac{W}{E}. \quad (8)$$

1.3.2 Ionizácia vnútornej hladiny

Incidenčný elektrón odovzdá pri zrážke kvantum energie viazanému elektrónu, na niektorej energetickej hladine K v atóme. Ak je táto energia dostatočná pre prechod do vyššej hladiny alebo pre postup do pásma vodivosti, atóm je ionizovaný. Tento typ interakcie je najvýznamnejšou zložkou celkového nepružného rozptylu. Výpočet účinného prierezu je v tomto prípade daný

$$\frac{d\sigma_{ion}}{d\Omega} = \frac{\pi e^4}{(4\pi\epsilon_0)^2} \frac{z_k b_k}{E_k^2} \frac{\ln u}{u}, \quad (9)$$

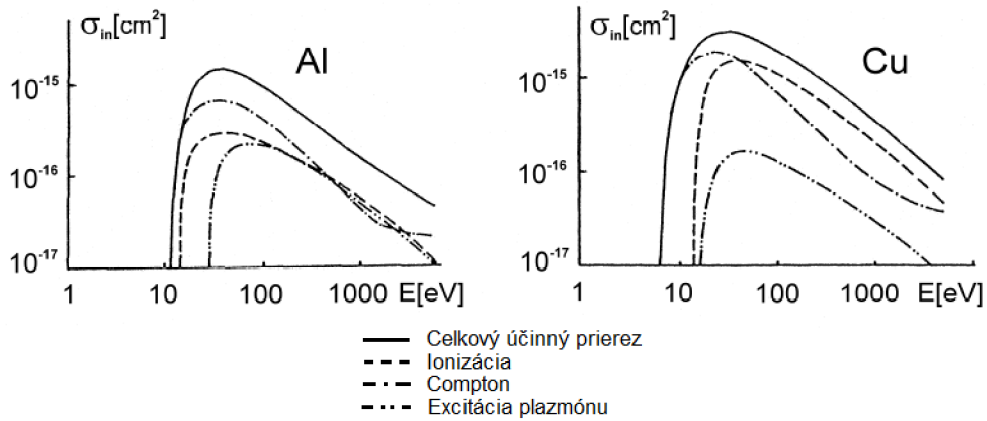
kde $u = E/E_k$, z_k je počet elektrónov na hladine K , $b_k=0,35$. [14],[1]

Okrem dvoch najvýznamnejších typov nepružnej interakcie dochádza napríklad aj ku excitácii fonónu alebo emisii brzdného žiarenia, kde sa tiež stráca istá časť energie incidenčného elektrónu [11]. Tieto javy sú pri simuláciách zanedbateľné. Ďalej je potrebné stanoviť **celkový nepružný účinný prierez** σ_{neel}

$$\frac{d\sigma_{neel}}{d\Omega} = \frac{4e^4 Z}{(4\pi\epsilon_0)^2 m_0^2 v^4} \frac{1 - \left(\frac{1}{1 + (\theta^2 + \theta_E^2)/\theta_0^2} \right)^2}{(\theta^2 + \theta_E^2)^2}, \quad (10)$$

kde $\theta_E = J/4E$, kde J je stredný ionizačný potenciál. [14],[1]

Na Obr. 1.5 je možné sledovať príspevky jednotlivých typov interakcií pre hliník a meď. Z obrázku je zjavný vplyv ionizácie a comptonovho rozptylu na celkový účinný prierez. Zrejmé je aj poradie nástupu jednotlivých interakcií v závislosti na energii primárneho elektrónu, počínajúc comptonovým rozptylom, následným nástupom ionizácie a so stúpajúcou energiou rastie pravdepodobnosť ostatných javov.



Obr. 1.5 - Nepružný rozptyl pre prvky Al a Cu, príspevky jednotlivých typov interakcií [13]

Celková pravdepodobnosť rozptylu či už pružného alebo nepružného je popísaná **celkovým účinným prierezom** [13], ako suma pravdepodobností pružnej a nepružnej interakcie v jednotkách cm^3

$$\sigma_{\text{tot}} = \sigma_{\text{el}} + \sigma_{\text{neel}} = 2\pi \int_0^\pi \left(\frac{d\sigma_{\text{el}}}{d\Omega} + \frac{d\sigma_{\text{neel}}}{d\Omega} \right) \sin\theta \, d\theta \quad (11)$$

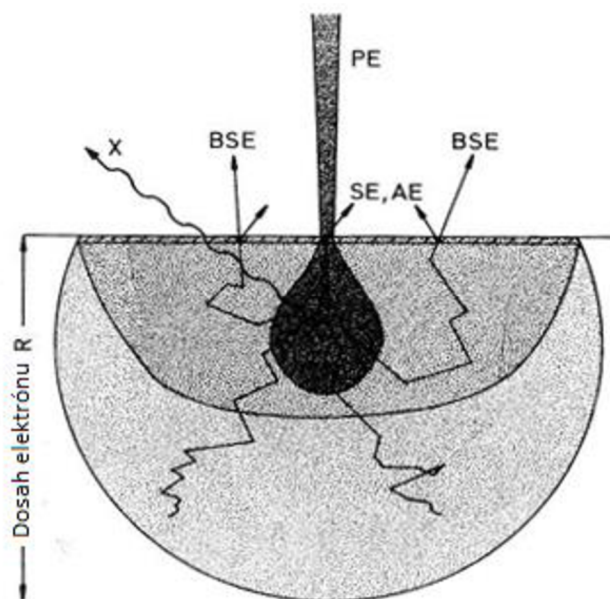
Vzájomný vzťah pružného a nepružného účinného prierezu po ďalšom odvodení závisí len na atómovom čísle Z

$$\frac{d\sigma_{\text{neel}}/d\Omega}{d\sigma_{\text{el}}/d\Omega} = \frac{1}{Z} \quad (12)$$

1.4 Interakčný objem, spektrum

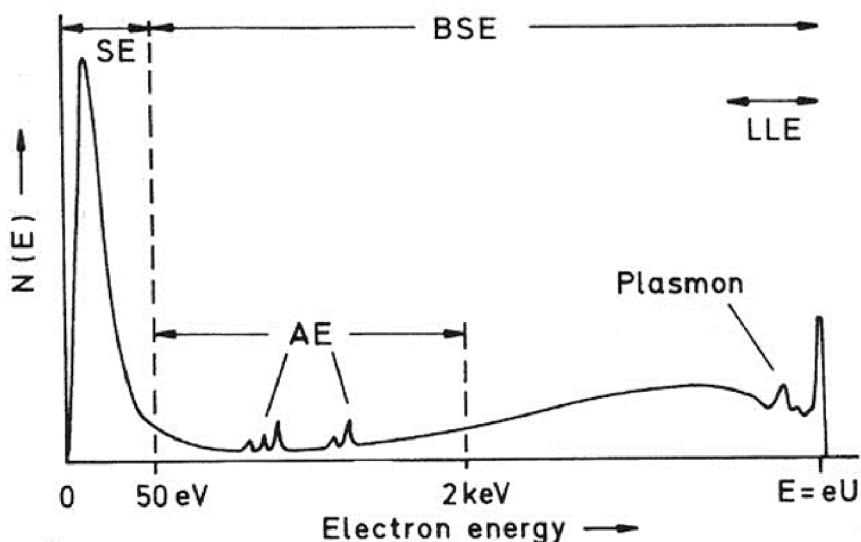
Výsledkom mnohonásobného rozptylu je postupné prerozdelenie energie dopadajúceho elektrónu, čo vedie ku limitácii jeho pohyblivosti. Obvyklé rozmedzie pohybu je 10 nm až 10μ , v závislosti od miesta dopadu a hustoty vzorky. Výsledný signál však pochádza z hĺbky a miesta, ktoré sú dané pozíciou interakcie. Vzniká interakčný objem elektrónu (Obr. 1.6), ktorý závisí od energie primárneho zväzku, uhlu dopadu a hustoty materiálu. [14]

Primárny zväzok generuje rôzne typy elektrónov, v závislosti na type interakcie.



Obr. 1.6 - Interakčný objem elektrónu (BSE – Spätne odrazené el., SE – Sekundárne el., AE – Augerove el., PE – Primárny zväzok, X – röntgenové žiarenie) [14]

Zastúpenie výstupných elektrónov pre SEM v konečnom signáli je znázornené na Obr. 1.7, kde vidíme výsledné spektrum ako počet (frakciu) dopadajúcich elektrónov, v závislosti na ich energii. Spektrum je rozdelené na úseky znázorňujúce typ vznikajúcich elektrónov.



Obr. 1.7 - Spektrum emitovaných elektrónov: BSE - Spätne odrazené, SE - sekundárne, AE - Augerove, LLE – nízko stratové [14]

1.4.1 Sekundárne elektróny (SE)

Sekundárne elektróny pochádzajú z povrchu materiálu (niekoľko *nm*) a vznikajú nepružným rozptylom primárneho zväzku, ale aj interakciou spätne odrazeného elektrónu počas jeho spätočnej cesty. Ich pôvod je vo valenčnom alebo vodivom páse, odkiaľ unikli ziskom energie počas kolízie. V spektre sú SE zaradené na začiatku, majú nižšiu energiu (do 50 eV) a preto musia byť vytiahnuté z oblasti povrchu kladným napätím na detektore. Množstvo vyprodukovaných SE závisí okrem energie primárneho zväzku aj na uhle a mieste dopadu. Na hranách objektov je zvýšená miera vzniku SE. Práve vďaka malej hĺbke a nízkemu interakčnému objemu sú vhodné na zobrazovanie povrchu, kde je možné dosiahnuť rozlíšenie $1\text{-}10\text{ nm}$. [13],[14],[19]

1.4.2 Spätne odrazené elektróny (BSE)

Tento typ elektrónov vzniká pružným rozptylom, vyznačuje sa rovnými trajektóriami a nebýva vychýlený coulombovskými interakciami. BSE sú v spektre zastúpené v širokom rozmedzí. Je to spôsobené rôznou hĺbkou vzniku, pretože s vyššou prekonanou hĺbkou sa energia BSE elektrónu znižuje. BSE s nižšou energiou pochádzajú z väčšej hĺbky, naopak nízko-stratové BSE vznikajú v blízkosti povrchu (v spektre označené ako LLE).

Oproti SE sa zobrazovanie vyznačuje slabším priestorovým rozlíšením, avšak BSE nesie informáciu o materiáli - materiálový kontrast, pretože pravdepodobnosť spätného odrazu stúpa so stúpajúcim atómovým číslom Z . [14],[19]

1.4.3 Nerozptýlené elektróny

Primárne elektróny, ktoré nepodľahli kolízii, prechádzajú materiálom ako priehľadnou vrstvou s nulovým alebo len minimálnym rozptylovým uhlom a s nulovou stratou energie. Sú detegované v rovine dopadajúceho zväzku, kde sa pozadie javí ako svetlé. Hovoríme o zobrazovaní vo svetlom poli (bright-field). [19]

1.4.4 Ďalšie interakcie elektrónu

V materiáloch prebiehajú aj iné procesy. Veľká časť dopadajúcej energie sa mení na teplo alebo fonóny. Dochádza k tvorbe párov elektrón - diera, ktoré pri rekombinácii emitujú svetlo. Dôležitou zložkou je charakteristické röntgenové žiarenie, ktoré vzniká, ak má dopadajúci elektrón dostatok energie na excitáciu iných elektrónov v obale atómov. Excitovaný elektrón potom putuje späť na nižšie energetické hladiny a zvyšná energia sa vyžiari vo forme röntgenového vlnenia. Tento typ interakcie tak isto poskytu-

je informáciu o chemickej štruktúre preparátu. Komplementárnym javom ku emisii röntgenového žiarenia je vznik Augerových elektrónov. [9]

1.5 Viacnásobný rozptyl

Mnohonásobný rozptyl nastáva vtedy, ak jeden primárny elektrón podlieha viacerým interakciám. Interakcie môžu byť v závislosti na ich distribúcii pružné aj nepružné a v priemere sú od seba vzdialené **strednou voľnou dráhou elektrónu** Λ . Kolízie spôsobujú zmenu vlastností elektrónu, ktorá je najznačnejšia pri prekonaní pružných aj nepružných kolízií, kedy elektrón okrem zmeny dráhy stráca energiu. [12],[17]

Základné pojmy týkajúce sa mnohonásobného rozptylu:

- **Stredná voľná dráha Λ** - priemerná vzdialenosť medzi dvoma kolíziami primárneho elektrónu (v materiáli s hustotou ρ , počtom atómov N a účinným prierezom pre atóm σ_{atom}) [7]

$$\Lambda = \frac{A}{N\sigma_{atom}\rho} . \quad (13)$$

- **Pružná (nepružná) stredná voľná dráha Λ_e (Λ_i)** – priemerná vzdialenosť po sebe nasledujúcich elastických (neelastických) rozptylov.
- **Pravdepodobnosť rozptylu** – vyplýva z predchádzajúceho vzťahu ako počet rozptylových udalostí ku hrúbke preparátu t [7]

$$p = \frac{1}{\Lambda} = \frac{N\sigma_{atom}\rho t}{A} . \quad (14)$$

- **Dolet elektrónu** – celková dráha elektrónu v preparáte.
- **Brzdná sila** – priemerná strata energie na jednotku dĺžky dráhy [eV/nm].
- **Počet nerozptýlených elektrónov** po priechode vrstvou t

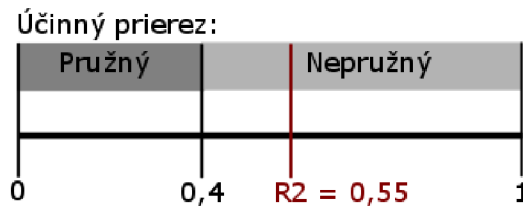
$$I = I_0 e^{-t/\Lambda} \quad (15)$$

- Ďalšie vplyvy, napríklad postupné rozširovanie prierezu zväzku, uhlové rozdelenie zväzku a podobne, nebudeme pre ich zložitosť v našich simuláciách využívať.

Parametre x' definujúce kolíznu udalosť sú vyberané náhodne, na základe distribučnej funkcie

$$P(x') = \int_{x_1}^{x'} p(x) dx, \quad x_1 < x' < x_2, \quad (16)$$

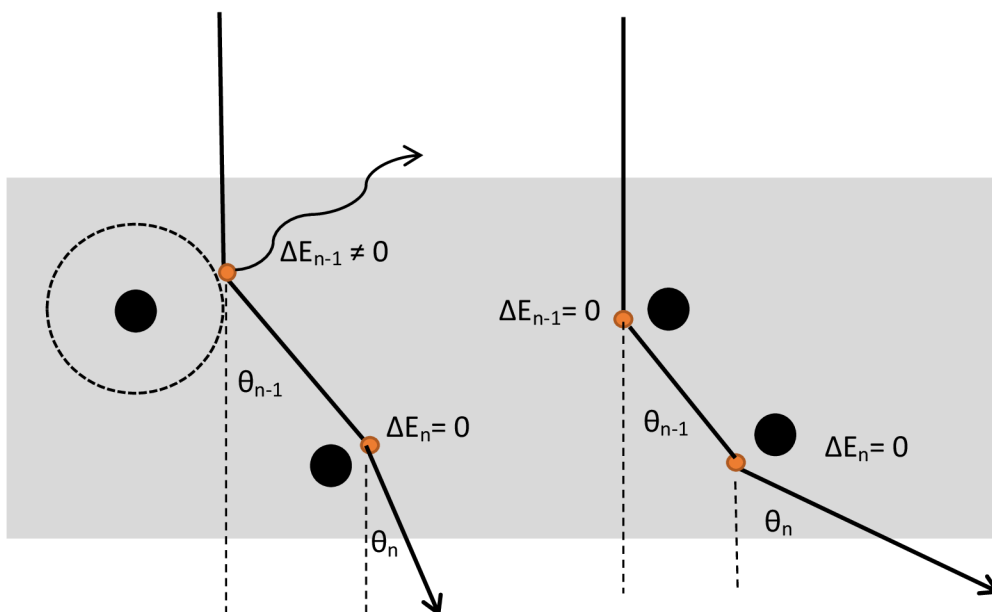
rovnej náhodnému číslu R v intervale $0 < R < 1$. Hustota pravdepodobnosti $p(x)$ udáva distribúciu konkrétneho parametru na intervale $x_1 < x < x_2$. $P(x')$ mapuje rovnomerne rozložené náhodné čísla do skupiny parametrov x' , rozložených podľa $p(x)$. $P(x')$ potom reprezentuje pravdepodobnosť, že hodnota x bude prítomná v intervale $x_1 < x < x'$. Ako príklad je možné uviesť výber typu rozptylu. Parametrami sú celkový, pružný a nepružný účinný prierez. Ak je pravdepodobnosť pružného rozptylu daná jeho účinným prierezom rovná $0,4$, pravdepodobnosť nepružného bude $0,6$. Výsledkom bude kumulatívna distribúcia tvorená dvoma intervalmi $\langle 0; 0,4 \rangle$ a $\langle 0,4; 1 \rangle$. Generujme náhodné číslo z rovnomerného rozloženia $R_2 = 0,55$. Toto číslo spadá do intervalu pre nepružný rozptyl a preto bude v simulácii vybraný práve tento typ kolízie Obr. 1.8.[12]



Obr. 1.8 - Princíp výberu typu rozptylovej udalosti

Na Obr. 1.9 je ilustrovaný zjednodušený princíp viacnásobného rozptylu primárneho elektrónu. V ľavej časti obrázku je znázornený nepružný rozptyl nasledovaný pružným. Nepružná kolízia nastáva na atómovom obale, kde primárny elektrón stráca časť energie ΔE_{n-1} . Dráha elektrónu sa od primárneho zväzku odklonila o uhol θ_{n-1} . Rozptýlený primárny elektrón pokračuje ďalej, kde dochádza ku pružnej interakcii na atómovom jadre. Jeho dráha je voči osi primárneho zväzku vychýlená o uhol θ_n , energia sa nemení $\Delta E_n = 0$.

V pravej časti obrázku je znázornený dvojité pružný rozptyl. Primárny elektrón nestráca svoju energiu a z preparátu vystupuje pod uhlom θ_n .



Obr. 1.9 Viacnásobný rozptyl. Vľavo viacnásobný rozptyl začínajúci nepružnou kolíziou na elektrónovom obale atómu. Dochádza ku strate energie. Vpravo je znázornený dvojitý pružný rozptyl.

Počas letu elektrónu nastali viaceré kolízie. Miesto kolízie je vždy determinované voľnou dráhou letu elektrónu (stredná voľná dráha je modifikovaná logaritmom náhodného čísla, pretože v reálnej situácii je dráha elektrónu vždy odlišná vzhľadom na hustotu a usporiadanie atómov). V každom kroku sa stanovil typ rozptylu a podľa energie elektrónu a vlastností materiálu prebieha výpočet zmeny energie a uhlu rozptylu θ_1 až θ_n . Následne sa dopočíta pozícia nového rozptylu a celý proces sa opakuje až kým elektrón neopustí materiál. Informácia o všetkých kolíziách (uhly, pozície a zmena energie) je uložená do výstupných premenných. Podrobnejší popis, ktorý bol implementovaný v rámci nášho algoritmu je popísaný v kapitole 2.2.

2 MONTE CARLO SIMULÁCIE

Pod názvom Monte Carlo sa ukrývajú numerické simulačné metódy pre riešenie matematicko-fyzikálnych úloh. Využívajú modelovanie náhodných veličín a popisujú ich pomocou štatistického odhadu. Simulácia nahrádza reálny experiment, hlavne pokiaľ stanovenie výsledku alebo pravdepodobnosti výsledku nepripadá do úvahy. Opakované simulácie experimentu s dostatočným počtom iterácií sú schopné veľmi presne aproximovať realitu. Simulačné metódy sú výpočtovo náročné a výnimkou nie sú ani MC metódy, ktorých rozmach nastal s rozvojom výpočtovej techniky. [18]

2.1 Teoretický základ

Základnou myšlienkou MC je skĺbenie pravdepodobnostných charakteristík náhodných veličín s výstupnými veličinami matematickej analýzy. Namiesto komplikovaného analytického riešenia je vhodné simulovať náhodný proces a využiť štatistický odhad k aproximácii reálneho výstupu. Presnosť metódy rastie s počtom vykonaných iterácií. [18]

2.1.1 Prechody medzi stavmi

Výpočet MC je v podstate realizáciou markovovského procesu Ω , s diskretným časom a konečným počtom stavov ($\omega_1, \omega_2 \dots \omega_m$). Proces sa nachádza v jednom zo stavov v každom časovom okamihu $\omega(n)$ a tvorí tak diskretnú usporiadanú postupnosť. Ak sa systém nachádza v okamihu n v stave ω_i potom existuje nenulová pravdepodobnosť p_{ij} , že v čase $n+1$ sa bude nachádzať v stave ω_j . Pre aplikáciu elektrónového rozptylu je možné priblížiť stavy ako rozptylové udalosti elektrónu. Predstavme si elektrón v čase $n=0$ teda nerozptýlený elektrón, ktorý práve vstupuje do materiálu (nachádza sa v stave $\omega_1(0)$). V časovom okamihu $n=1$, kedy sa elektrón už nachádza v materiáli existuje nenulová pravdepodobnosť rozptylu elektrónu p_{12} . Tá je daná veľkosťou celkového účinného prierezu pre konkrétny atóm rozptylovým uhlom a energiou elektrónu. Na základe distribúcie typu rozptylu (elastický / neelastický) je vybraná udalosť, napríklad elastický rozptyl. Elektrón teda prešiel zo stavu ω_1 (prežiarový, nerozptýlený) do stavu ω_2 (elasticky rozptýlený). [2]

Takýmto spôsobom dochádza ku zmene stavov v diskretných časových okamihoch. Zmeny stavov sú dané pravdepodobnosťou prechodu medzi stavmi a tú je možné stanoviť pomocou účinného prierezu pre pružný a nepružný rozptyl. V skutočnosti sa to dá predstaviť ako kumulatívna suma spomínaných účinných prierezov a pomocou výberu

náhodného čísla R (z rovnomerného rozdelenia) je vybraný druh rozptylu. V simulácii sa náhodné číslo používa pre výber atómu, na ktorom prebehne kolízia, ale aj na stanovenie vlastností rozptylu. [2]

2.1.2 Absorpčné stavy

Absorpčné stavy sú stavy, z ktorých nie je možné vystúpiť. Ak sa systém dostane do tohto stavu, pravdepodobnosť prechodu do iného stavu p_{ij} je nulová

$$p_{ii} = 1, \quad p_{ij} = 0 . \quad (17)$$

Pre elektrón sú to konečné stavy. Buď je absorbovaný v materiáli, kde stratil svoju energiu a ďalej necestuje, alebo uniká z materiálu ako SE, BSE alebo nerozptýlený elektrón. Elektrón opustil materiál a už doňho druhýkrát nevstupuje. Systém sa v konečnom čase vždy dostane do jedného z absorpčných stavov. Všetky stavy a ich vzájomné prechody by sa potom dali vyjadriť v matici prechodov Tab. 2.1, kde v každej bunke matice je pravdepodobnosť prechodu zo stavu i do stavu j . [3]

Tab. 2.1 Zjednodušená matica prechodov

Stav j Stav i	Bez rozptylu	Elastický rozptyl	Neelastický rozptyl	Absorpcia elektrónu	Výstup elektrónu
Bez rozptylu	P1	P2	P3	P4	P5
Elastický rozptyl	P6	P7	P8	P9	P10
Neelastický rozptyl	P11	P12	P13	P14	P15
Absorpcia elektrónu	0	0	0	1	0
Výstup elektrónu	0	0	0	0	1

2.1.3 Stredná doba života

MC umožňuje výpočet strednej doby života, čím je možné odhadnúť napríklad trvanie výpočtu. V prípade elektrónového rozptylu sa systém vždy dostane do jedného z absorpčných stavov. Pre každý stav ω_j , ktorý nie je absorpčný, existuje konečný počet

krokov n_i , za ktoré sa systém Ω dostane s pravdepodobnosťou $p > 0$ do absorpčného stavu [3]. Počítame s najhoršími možnými podmienkami (najdlhším výpočtom), preto:

$$n = \max n_i, \quad p = \min p_i . \quad (18)$$

Pravdepodobnosť že systém neprejde do absorpčného stavu za vn krokov (kde v je celé číslo) je daná ako

$$(1 - p)^v , \quad (19)$$

z čoho je možné dopočítať strednú dobu behu systému ako

$$\sum_{v=1}^{\infty} vn [(1 - p)^v - (1 - p)^{v+1}] = \frac{n(1 - p^2)}{p} . \quad (20)$$

V prípade elektrónového transferu sa na strednú dobu života dá pozerat' ako na počet rozptylových udalostí, ktorým podlieha elektrón počas svojho postupu v preparáte s hrúbkou h . Keďže vzdialenosť medzi dvoma kolíziami je daná strednou voľnou dráhou elektrónu Λ , môžeme využiť vzťah

$$\bar{t} = \frac{\Lambda}{h} \quad (21)$$

pre aproximáciu počtu udalostí a tým aj výpočtovej náročnosti. V skutočnosti elektrón nemusí podliehať žiadnej kolízii (prežiarený elektrón) alebo desiatkam kolízii po ktorých elektrón uviazne v materiáli, ide tu však o strednú dobu života. [2],[3]

2.1.4 Výstup a zhrnutie MC

Simulácia (markovovský reťazec) sa nachádza v počiatočnom stave $\Omega(0)$ (dopadajúci elektrón), z ktorého proces vykoná niekoľko prechodov, až kým sa nedostane do niektorého z absorpčných stavov $\Omega(n)$ v n -tom kroku (absorpcia alebo výstup elektrónu z preparátu). Priebeh procesu je možné zapísať stavmi v diskretných krokoch ako

$$\Omega(0) \rightarrow \Omega(1) \rightarrow \dots \rightarrow \Omega(n) . \quad (22)$$

Výstupom celého procesu je hodnota skúmanej náhodnej veličiny x (typ konečného stavu elektrónu – SE, BSE, prežiarený, absorbovaný), ktorá je funkciou jedného procesu. Proces následne vrátime do počiatočnej podmienky $\Omega(0)$ a opakujeme ho N – krát, čím získame N hodnôt výstupnej náhodnej veličiny. Realizácie procesu sú separátne a teda navzájom nezávislé, preto sa priemerná hodnota získanej náhodnej veličiny z N pokusov nebude príliš odchyľovať od skutočnej strednej hodnoty

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i \quad (23)$$

Presnosť metódy rastie s počtom opakovaní N . V našom prípade je pre obstojné výsledky potreba simulovať elektróny v počte 10^5 a viac.[2]

2.2 Aplikácia MC metódy na elektrónový rozptyl

Aplikácia MC simulácii bola inšpirovaná návrhom algoritmu podľa Reichelta a Engela [12]. Samotný simulačný algoritmus bol upravený a implementovaný do prostredia MATLAB vedúcim práce Ing. Vladislavom Krzyžánkom, Ph.D. Program simuluje elektrónový rozptyl na zadanej hrúbke vrstvy.

2.2.1 Vstup algoritmu

Vstup algoritmu je ošetrený funkciou `samplpar.m`. Na **vstup** je potrebné zadať chemický vzorec preparátu, na ktorom bude analýza prebiehať. Príkladom môže byť $C_6H_{12}O_6$. Okrem rovnice je potrebné zadať:

- hustotu vzorku ρ ,
- energiu primárneho zväzku E ,
- maximálnu hrúbku preparátu $maxH$ v nm ,
- objektívová apertúra θ_0 (uhol dopadu elektrónu je z intervalu $\langle 0; \theta_0 \rangle$),
- priemer stopy r .

Zo zadaných vstupných parametrov sa následne dopočítavajú fyzikálne vlastnosti vzorky, koncentrácie a relatívne koncentrácie, priemerná hustota a priemerná hmotnosť. Najdôležitejšou súčasťou vstupného algoritmu je výpočet účinných prierezov a to celkových pre pružný aj nepružný rozptyl, ďalej celkový účinný prierez a aktuálne účinné prierezy pre všetky prvky, ktoré sú súčasťou vstupnej rovnice.

Výpočet rozptylu je založený na databáze ELSEPA [15], ktorá využíva relativistické vlnovo-časticové kalkulácie rozptylu na základe lokálneho centrálného interakčného potenciálu. Pre atómy a ióny je tu adaptovaný princíp statického poľa, s interakčným potenciálom rovným elektrostatickej energii medzi statickým (atóm) cieľom a letiacim projektilom (elektrón). Táto databáza obsahuje experimentálne presne namerané dáta účinných prierezov pre konkrétne energie a uhly dopadu. Pre potreby simulácie je databáza interpolovaná (zmenšenie energetických intervalov a práca s jemnejšími uhlami). Vo vývojovom diagrame (Príloha 1) je táto časť algoritmu znázornená prvými dvoma blokmi.

2.2.2 Realizácia viacnásobného rozptylu

Po výpočte vstupných dát algoritmus prechádza ku vlastnej simulácii viacnásobného rozptylu vo funkcii `monca2_1.m`. Rozsah simulácií je daný počtom simulovaných elektrónov, kde je potrebné uvažovať kompromis medzi výpočtovou náročnosťou a presnosťou algoritmu, medzi ktorými existuje priama úmera. So zvyšujúcim sa počtom simulovaných elektrónov sa zvyšuje výpočtová náročnosť a zároveň rastie presnosť simulácie a naopak. Pomerne hladký výstup je možné získať pri simulácii 10^5 a viac elektrónov.

Simulácia beží v podmienke `while` pokiaľ nie je dosiahnutý **maximálny počet elektrónov**. Vstupujúcemu elektrónu je pridelená počiatočná energia a pozícia. Na základe **strednej voľnej dráhy elektrónu Λ** s danou energiou a v danom materiáli je stanovené miesto kolízie. Voľná dráha je konštanta rovnaká pre celý materiál, preto je použitý logaritmus náhodného čísla `R6`, ktorý na základe rovnomerného rozloženia náhodnej veličiny modifikuje veľkosť voľnej dráhy aby tá viac odpovedala skutočnosti.

$$\Lambda_i = -\log(R6) \times \Lambda \quad (24)$$

V reálnych materiáloch môže byť elektrón rozptýlený vo vzdialenosti menšej alebo väčšej ako je dopočítaná voľná dráha, v závislosti na hustote vzorky, rozložení atómov a iných faktoroch ako sú nečistoty, povrchové odlišnosti a pod.

Elektrónu je na základe preletenej vzdialenosti pridelená nová súradnica v ose z (hĺbka). Ak elektrón prešiel skrz materiál

$$z_{nová} > maxH , \quad (25)$$

simulácia pre i -ty elektrón je ukončená, pretože elektrón nebol rozptýlený, dopadá na axiálny BF detektor. Pokiaľ elektrón ostal v materiáli, dochádza ku determinovaniu typu kolíznej udalosti (pružná alebo nepružná). Rozhodovanie je znovu závislé na náhodnom čísle `R2`, generovanom z rovnomerného rozloženia. Druhým parametrom je pomer `R`, ktorý udáva podiel elastického účinného prierezu z celkového účinného prierezu (frakciu).

$$R = \frac{\sigma_{el}}{\sigma_{tot}} \begin{cases} R > R2 \dots \text{pružný rozptyl} \\ R < R2 \dots \text{nepružný rozptyl} \end{cases} \quad (26)$$

Ak je náhodné číslo vyššie ako podiel pružného účinného prierezu na celkovom, je zrejmé, že ide o nepružný rozptyl a naopak. Algoritmus sa na základe predchádzajúcej podmienky vetví do dvoch podskupín.

Pružný rozptyl začína stanovením súradníc novej kolíznej udalosti, ktorá prebieha procedúrou `newcor.m`. Nové súradnice (v okamihu $n+1$) sú stanovené zo starých (n)

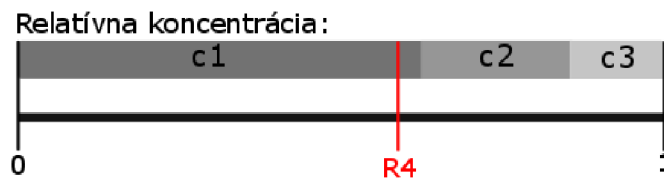
pomocou nasledovných vzťahov [12]

$$\begin{aligned}\cos \theta_n &= \cos \theta_{n-1} \cos \theta - \sin \theta_{n-1} \sin \theta \sin \psi \\ \sin \theta_n &= \sqrt{1 - \cos^2 \theta_n} \\ \cos \psi_n &= \frac{[\sin \psi_{n-1} (\cos \theta_{n-1} \sin \theta \sin \psi + \sin \theta_{n-1} \cos \theta) + \cos \psi_{n-1} \sin \theta \cos \psi]}{\sin \theta_n} \\ \sin \psi_n &= \frac{[\cos \psi_{n-1} (\cos \theta_{n-1} \sin \theta \sin \psi + \sin \theta_{n-1} \cos \theta) - \sin \psi_{n-1} \sin \theta \cos \psi]}{\sin \theta_n}\end{aligned}\quad (27)$$

Konečne je možné stanoviť súradnice novej kolíznej udalosti

$$\begin{aligned}X_{n+1} &= X_n + \Lambda_n \sin \theta_n \cos \psi_n \\ Y_{n+1} &= Y_n + \Lambda_n \sin \theta_n \sin \psi_n \\ Z_{n+1} &= Z_n + \Lambda_n \cos \theta_n .\end{aligned}\quad (28)$$

Stanovenie pružného rozptylu pokračuje výberom atómu, na ktorom bude prebiehať kolízia. Je stanovený z kumulatívnej pravdepodobnosti, ktorá je reprezentovaná relatívnou koncentráciou prvkov v preparáte. Výber nastáva náhodnou hodnotou tak ako v predchádzajúcich prípadoch Obr. 2.1.



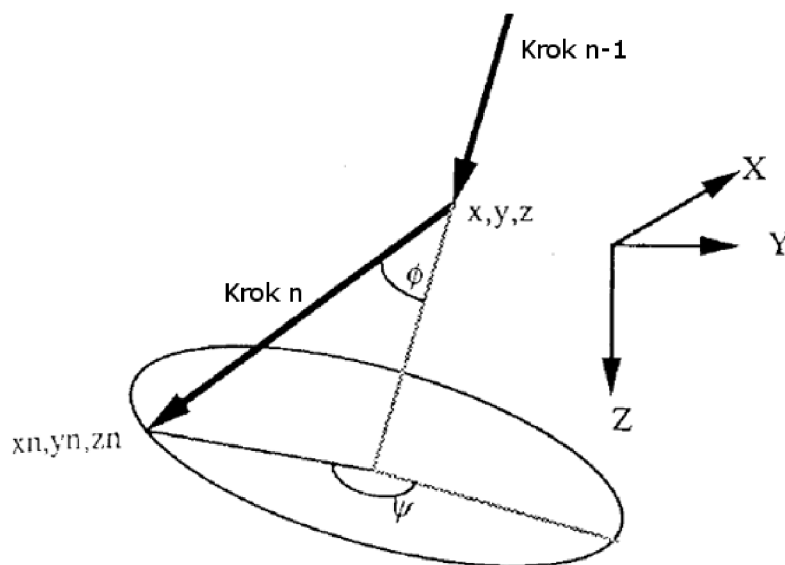
Obr. 2.1 - Výber prvku z kumulatívnej pravdepodobnosti. c_1 , c_2 a c_3 odpovedajú relatívnym koncentráciám prvkov 1,2 a 3. R_4 - náhodne generované číslo z intervalu $\langle 0,1 \rangle$

Relatívne koncentrácie c_1 až c_3 predstavujú kumulatívnu pravdepodobnosť danú intervalmi hodnôt $\langle 0, c_1 \rangle$ pre atóm 1, $\langle c_1, c_2 \rangle$ pre atóm 2 a $\langle c_2, 1 \rangle$ pre atómy prvku 3. Výberom náhodného čísla R_4 z rovnakého intervalu $\langle 0, 1 \rangle$ vyberáme rozmedzie, do ktorého R_4 spadá a tým je stanovený druh atómu. Na Obr. 2.1 spadá náhodná hodnota R_4 do intervalu $\langle 0, c_1 \rangle$, ktorý odpovedá prvku 1. Rozptyl prebehne na jednom z atómov prvku 1.

Procedúra `findthvk.m` počíta rozptylový uhol θ , pod ktorým elektrón opustí kolíziu. Výpočet je daný interpoláciou hodnôt účinných prierezov pre konkrétny atóm, energiu a uhol dopadajúceho elektrónu, získaných z databázy ELSEPA. Na základe náhodného čísla $R4$ stanovuje tiež azimut rozptylu

$$\psi = 2\pi \times R4, \quad (29)$$

ktorý je spolu s novými súradnicami a rozptylovým uhlom znázornený na Obr. 2.2.



Obr. 2.2 Geometrický popis rozptylu [5]

Nepružný rozptyl sa od pružného líši tým, že sa nevyberá typ atómu, na ktorom rozptyl prebehne (ako bolo spomenuté v kapitole 1.3 nepružný rozptyl nie je spôsobený jadrami atómov). Namiesto toho je počítaná strata energie primárneho elektrónu a rozptylový uhol.

Výpočtom nových súradníc a rozptylových uhlov, ktoré sú uložené do výstupnej premennej je ukončená práca v aktuálnom kroku n . Elektrón vstupuje do ďalšej iterácie, kde znovu dochádza ku overeniu pozície (je elektrón stále vo vnútri alebo už opustil maximálnu hrúbku preparátu?). a ku rovnakým krokom, aké boli popísané v predchádzajúcej sekcii. Pokiaľ elektrón opustil vzorku ($z > maxH$ alebo $z < 0$) je práca s týmto elektrónom ukončená a algoritmus začína simuláciu ďalšieho elektrónu, až kým nie je dosiahnutý definovaný počet simulovaných elektrónov. Výstupom algoritmu je histogram $H(E, \theta)$, ktorý pre každý elektrón obsahuje popis všetkých kolíznych udalostí. Popisuje zmenu energie a rozptylového uhlu počas kolízie. Výsledný histogram, spolu so štruktúrovanými premennými `Electron` (vlastnosti každého elektrónu) a `Sample`

(vlastnosti preparátu) sú uložené do *.m súboru. Súbor je využitý na následnú analýzu vrstiev.

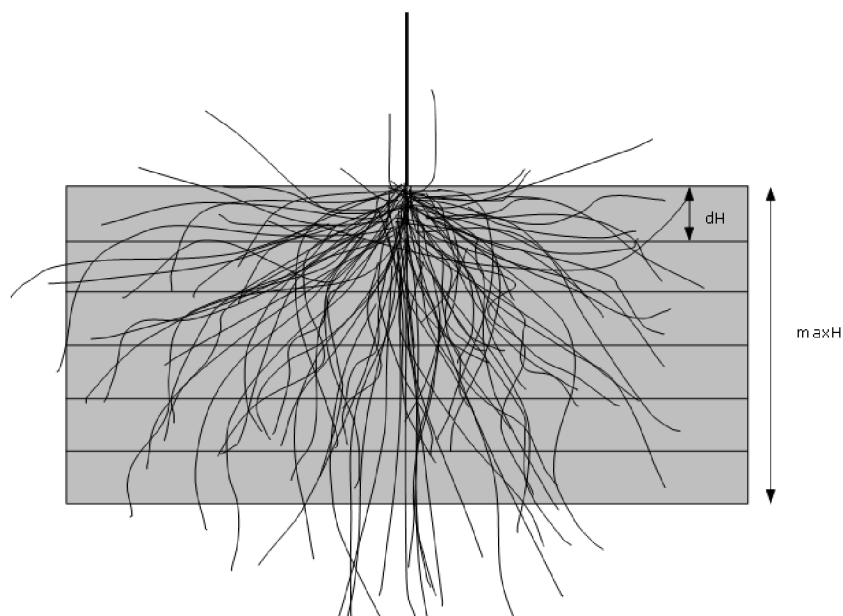
2.2.3 Funkčné celky algoritmu

Pre lepšiu prehľadnosť je potrebné priblížiť a popísať všetky funkcie naprogramované v prostredí MATLAB, ktoré sú súčasťou algoritmu.

- `samplpar.m` – počíta vlastnosti materiálu zadaného rovnicou. Overuje chemický vzorec zadaného materiálu, počíta relatívnu koncentráciu a hustotu materiálu, vyhodnocuje účinné prierezy a uhly pomocou databázy ELSEPA,
- `monca2_1.m` - výkonná funkcia (kostra) algoritmu, ktorá volá `samplpar.m` a ďalšie výpočtové pod funkcie. Hlavnou úlohou je samotná simulácia a krokovanie pohybu elektrónov a uloženie výsledkov
- `newcor.m` – výpočtová funkcia, ktorá má na starosti výpočet nových pozícií z predchádzajúcich súradníc a uhlov pohybu elektrónov,
- `findthvk.m` - výpočet uhlu rozptylu θ na základe typu elektrónu, diferenciálneho účinného prierezu z databázy ELSEPA a aktuálneho účinného prierezu pre daný atóm,
- `mcrand.m` - výber náhodného čísla z rovnomerného rozloženia,
- `sigelt.m`, `sigint.m`, `sigin1.m` a `sigin2.m` – výpočet pružného a nepružného účinného prierezu,
- `mc_layers_multipf.m` – analýza vrstiev z celkovej hrúbky materiálu.

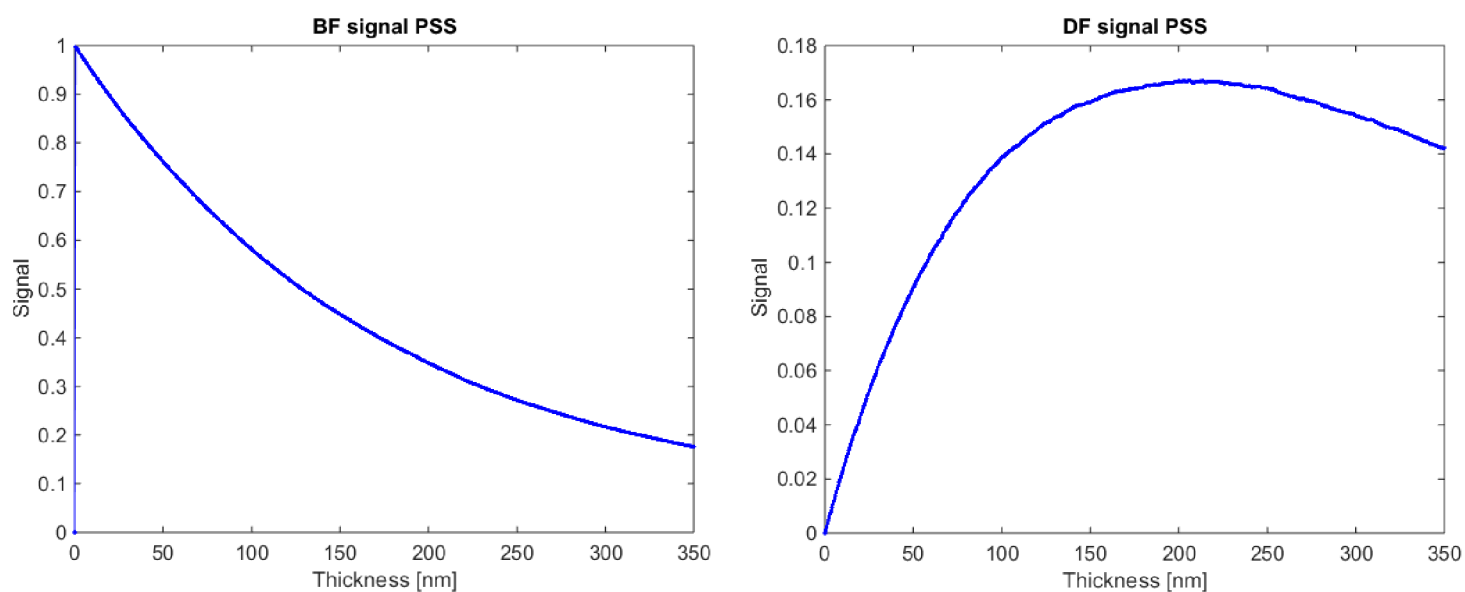
2.3 Analýza viacnásobného rozptylu

Funkcia `mc_layers_multipf.m` zodpovedá za analýzu vrstiev. Materiál s definovanou maximálnou hrúbkou $maxH$ je rozdelený na vrstvy dH definované užívateľom (znázornené na Obr. 2.3). V každej vrstve je možné spočítať BF, DF a HAADF signál, ďalej frakciu BSE, rozptýlených a nerozptýlených elektrónov. BSE sú v tomto prípade brané ako všetky spätné letiace elektróny bez uvažovania uhlu. HAADF signál je pre zjednodušenie počítaný pre výstupné uhly 54 mrad až $\pi/2\text{ rad}$, obvykle je maximum pre HAADF asi 1000 mrad .



Obr. 2.3 - Analýza vrstiev (ilustrácia rozptylu na vrstve materiálu)

Príkladom výsledku môže byť Obr. 2.4, ktorý zobrazuje frakciu BF a DF signál v závislosti na hrúbke nekonečne veľkej tenkej vrstvy. V grafe je vyznačený signál pre vrstvy 0 až 350 nm.



Obr. 2.4 Výsledok analýzy vrstiev. Vľavo BF signál v závislosti na hrúbke vrstvy, vpravo DF signál ($maxH$ 350 nm; dH 1nm). Dáta pre materiál PSS sú v kapitole 2.4.6

2.4 Návrh analýzy rozptylu na zadaných útvaroch

Analýza rozptylu je navrhnutá pre objekty: hrana vrstvy, guľa, dutá kapsula a dutá kapsula s výplňou. Pre simulácie na zadaných tvaroch sú využité výstupy zo simulačného algoritmu `monca2_1`. Okrem návrhu sú v kapitole popísané aj dosiahnuté výstupy zo simulácií na objektoch.

Funkcia `monca2_1.m` počíta rozptyl pre definovanú hrúbku materiálu v ose z , avšak v smere x a y nijako neohraničuje plochu (objem) výpočtu. Úlohou tejto práce je vytvoriť nadstavbu aktuálneho simulačného algoritmu a počítať rozptyly v štruktúrach s definovanými rozmermi, so zameraním na okrajové časti objektov. Nasledujúci popis návrhu bude pre zjednodušenie v 2D priestore.

2.4.1 Úprava vlastností primárneho zväzku

Návrhu simulácií pre zadané objekty predchádzala úprava vlastností dopadajúceho zväzku elektrónov. Simulačný algoritmus pre zjednodušenie predpokladá nekonečne malý priemer zväzku a nulový uhol dopadu elektrónov. V realite však zväzok dopadá pod uhlom, ktorého maximum je apertúrny uhol objektívu. Tak isto plocha zväzku je nenulová. Aby simulácie čo najviac odpovedali realite, je nutné tieto skutočnosti zahrnúť vo výpočtoch. Uhol dopadu θ_0 je počítaný pomocou vzťahu

$$\theta_0 = \theta_{max} \sqrt{R}, \quad (30)$$

kde R je náhodné číslo z rovnomerného rozloženia medzi 0 a 1, θ_{max} je maximálny apertúrny uhol objektívu. Miesto dopadu elektrónu je definované z priemeru zväzku D ako

$$X_0 = D(R - 0,5) * 2, \quad (31)$$

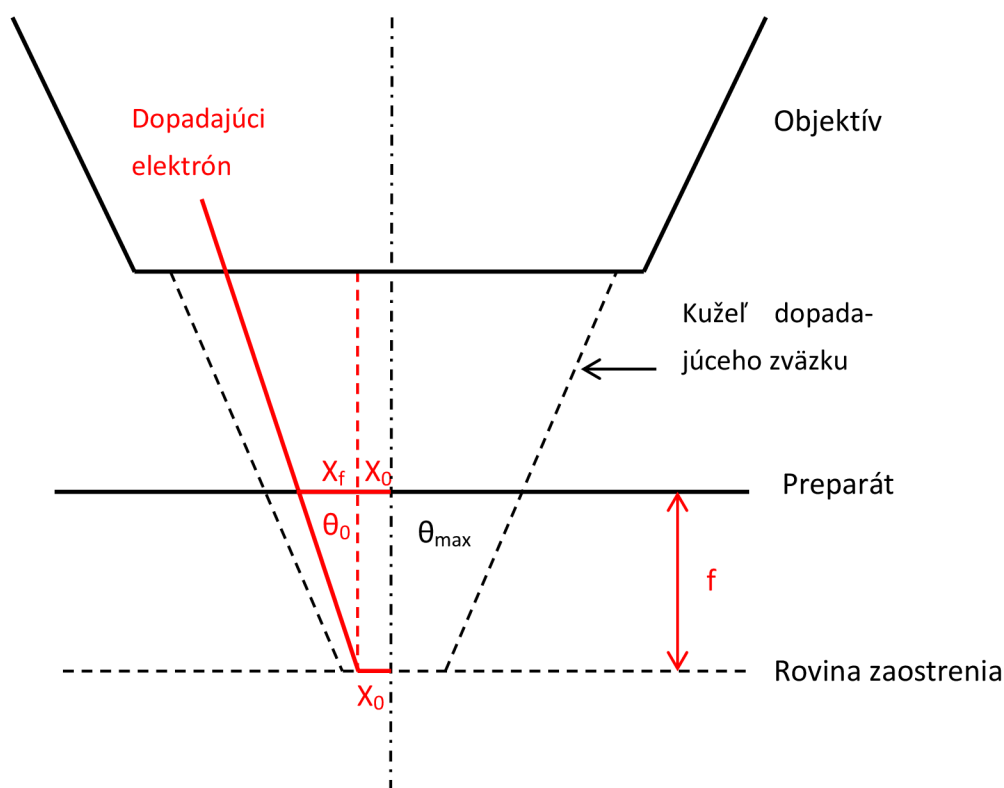
kde R je rovnako ako v predchádzajúcom prípade náhodné číslo. Obr. 2.5 popisuje výber zväzku podrobnejšie. V rovine zaostrenia má zväzok nenulový priemer. V tomto prípade bol vybraný zväzok vo vzdialenosti X_0 od osi zobrazovacej sústavy. Maximálny apertúrny uhol je θ_{max} , z ktorého bol náhodným číslom vybraný uhol θ_0 .

Rovina zaostrenia sa nemusí nutne rovnať rovine preparátu. V niektorých praktických aplikáciách sa používa mierne posunutá hĺbka ostrosti, najmä pri zobrazovaní objemných objektov. Kvôli tomu bolo nutné korigovať posun zväzku v rovine preparátu, spôsobený vyššou hĺbkou ostrosti f . Korekcia je počítaná pomocou uhlu θ_0 a hĺbky ostrosti f ako

$$X_f = \tan \theta_0 \times f. \quad (32)$$

Úpravy pozície a náklonu dopadajúceho elektrónu sa prejavajú najmä pri simuláciách objemných objektov za použitia veľkého priemeru zväzku a vyššieho apertúrneho uhlu.

Vstupné prepočty sú využívané na začiatku simulácií pre všetky tvary. Okrem toho je možné nastaviť či sa budú generovať X_0 , X_f a θ_0 rovnaké pre všetky elektróny alebo bude nový náklon a posun pre každý elektrón unikátny. V základnom nastavení sa kvôli zvýšeniu presnosti používa druhý prístup.



Obr. 2.5 - Popis výberu zväzku a zaostrenia

2.4.2 Začiatok simulácií na objektoch

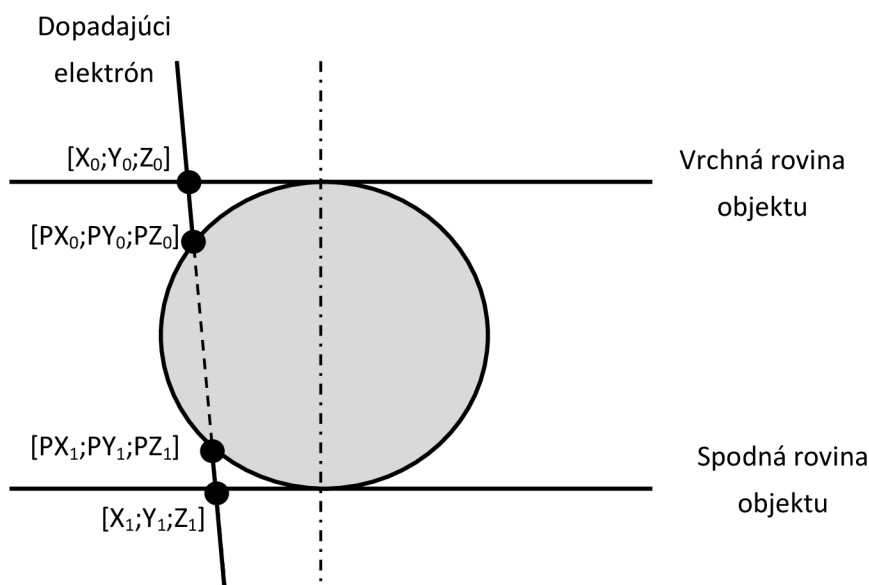
Začiatok každej simulácie je v podstate rovnaký, nezáleží o aký objekt ide. Zo základnej simulácie na vrstve materiálu je pomocou programu `mc_create_electron_file.m` vytvorený súbor `Electron.mat` obsahujúci súradnice elektrónu v každom kolíznom bode, rozptylový uhol, azimut a stratu energie. Tento súbor je s ďalšími vstupnými údajmi o simulácii posielať na vstup simulačných funkcií.

Na začiatku simulácie sa pre každý elektrón generuje vstupná pozícia a uhol dopadu na preparát pomocou vzťahov popísaných v predchádzajúcej kapitole. Celá matica súradníc sa pomocou rotačnej matice a operácie rotovanie nakloní o vstupný uhol θ_0

$$\begin{bmatrix} Xrot_1 & Zrot_1 \\ Xrot_2 & Zrot_2 \\ Xrot_3 & Zrot_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} X_1 & Z_1 \\ X_2 & Z_2 \\ X_3 & Z_3 \end{bmatrix} \times \begin{bmatrix} \cos \theta_0 & -\sin \theta_0 \\ \sin \theta_0 & \cos \theta_0 \end{bmatrix}, \quad (33)$$

kde súradnice $Xrot_{1-3}$ sú nové naklonené súradnice. Následne sa súradnice upravujú vzhľadom na posun zväzku a hĺbku ostrosti podľa vzťahov (32) a (33).

Po úprave vstupných dát je elektrón pripravený na vstup do materiálu. Miesto vstupu sa určí výpočtom priesečníku v 3D priestore (Obr. 2.6). Súradnice $[X_0; Y_0; Z_0]$ sú miestom v rovine začiatku preparátu a slúžia ako počiatočný bod dráhy elektrónu. Súradnice $[X_1; Y_1; Z_1]$ sú koncovým bodom v rovine podstavy preparátu. Po určení vzájomnej polohy priamky a objektu získavame body $[PX_0; PY_0; PZ_0]$ a $[PX_1; PY_1; PZ_1]$, ktoré reprezentujú priesečníky s objektom.



Obr. 2.6 - Výpočet priesečníku s objektom. Príklad na guli.

V prípade simulácie na hrane ide o výpočet vzájomnej polohy priamky a roviny pomocou sústavy rovníc kde priamka a rovina sú definované ako

$$\begin{aligned} x &= a_1 + tu_1 \\ y &= a_2 + tu_2 \\ z &= a_3 + tu_3 \\ ax + by + cz + d &= 0, \end{aligned} \quad (34)$$

V prípade gule a kapsle ide o podobnú situáciu akurát sa určuje prienik priamky a gule

$$\begin{aligned}\vec{r} &= \vec{a} + t\vec{d} \\ x^2 + y^2 + z^2 - R &= 0.\end{aligned}\tag{35}$$

V oboch prípadoch získavame riešenie parametru t , na základe ktorého sa počíta prienik. Tento postup sa opakuje pre simulácie na všetkých tvaroch. Odlišnosti nastávajú pri prepočte súradníc a rozptylových uhlov.

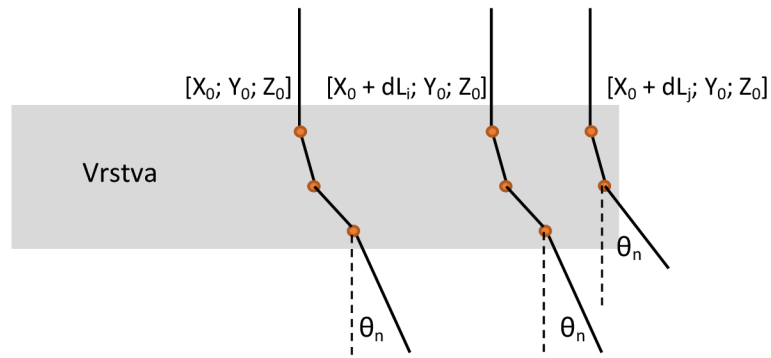
2.4.3 Simulácia na hrane vrstvy

Vstupom pre výpočet rozptylu na hrane je výsledok z funkcie `monca2_1`. Každý elektrón má pridelené súradnice kolízií, rozptylové uhly a straty energie. Elektrón v pôvodnej simulácii vstupuje pod nulovým uhlom a dopadá na jeden bod, ktorý sa nemení. Cieľom simulácie na hrane je zvýrazniť javy, ktoré sa odohrávajú v blízkosti okraja rovnomernej vrstvy.

Prvým krokom je náklon a posun zväzku podľa postupu popísanom v kapitole 2.4.1. Celá trajektória elektrónu sa nakloní podľa náhodne vybraného uhlu z rozsahu 0 až θ_{max} , a zo známej hĺbky ostrosti a priemeru zväzku sa modifikuje miesto dopadu primárneho elektrónu. Pomocou známeho miesta dopadu a náklonu sa vzt'ahom (35) overí, či elektrón pretína hrany a vstupuje do vrstvy. Ak nie, ukladá sa ako BF elektrón.

V prípade, že elektrón vchádza a rozptyľuje sa v materiáli, je potrebné stanoviť miesto výstupu elektrónu. V prípade vrstvy ide o jednoduché porovnanie súradnice rozptylu Z (hĺbka) a polohy podstavy objektu. Poloha prvého rozptylu, ktorý sa nachádza mimo vnútra vrstvy ($Z_i > maxH$) je koniec trajektórie aktuálneho elektrónu. Týmto spôsobom sa prepočítajú dáta všetkých primárnych elektrónov v súbore.

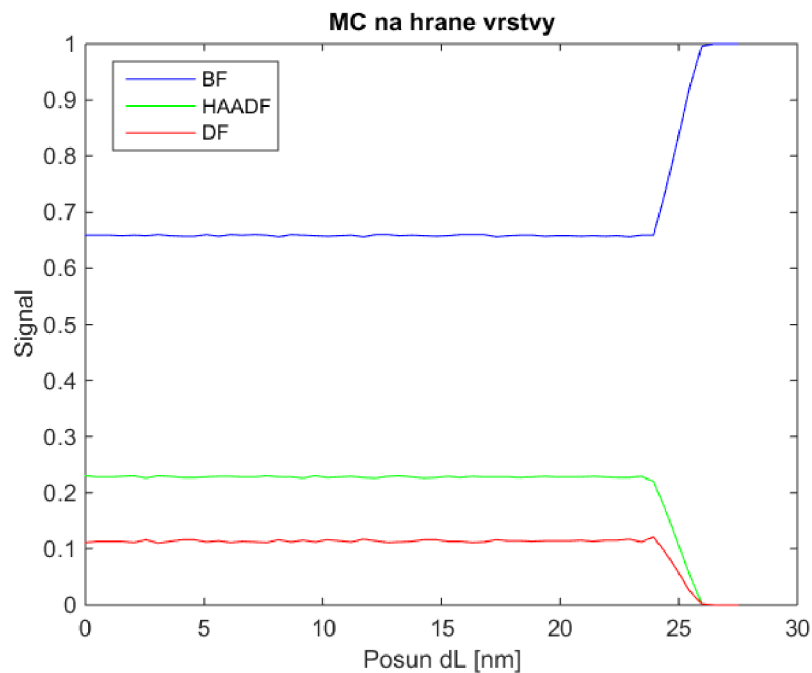
Následne je zväzok virtuálne posúvaný smerom k hrane s definovanou veľkosťou kroku dL , až za hranu objektu. Pre každý posun je kvantifikovaná frakcia BF, DF, HA-ADF a BSE elektrónov, na základe ich posledného rozptylového uhlu θ_n .



Obr. 2.7 Posun elektrónu smerom ku hrane objektu

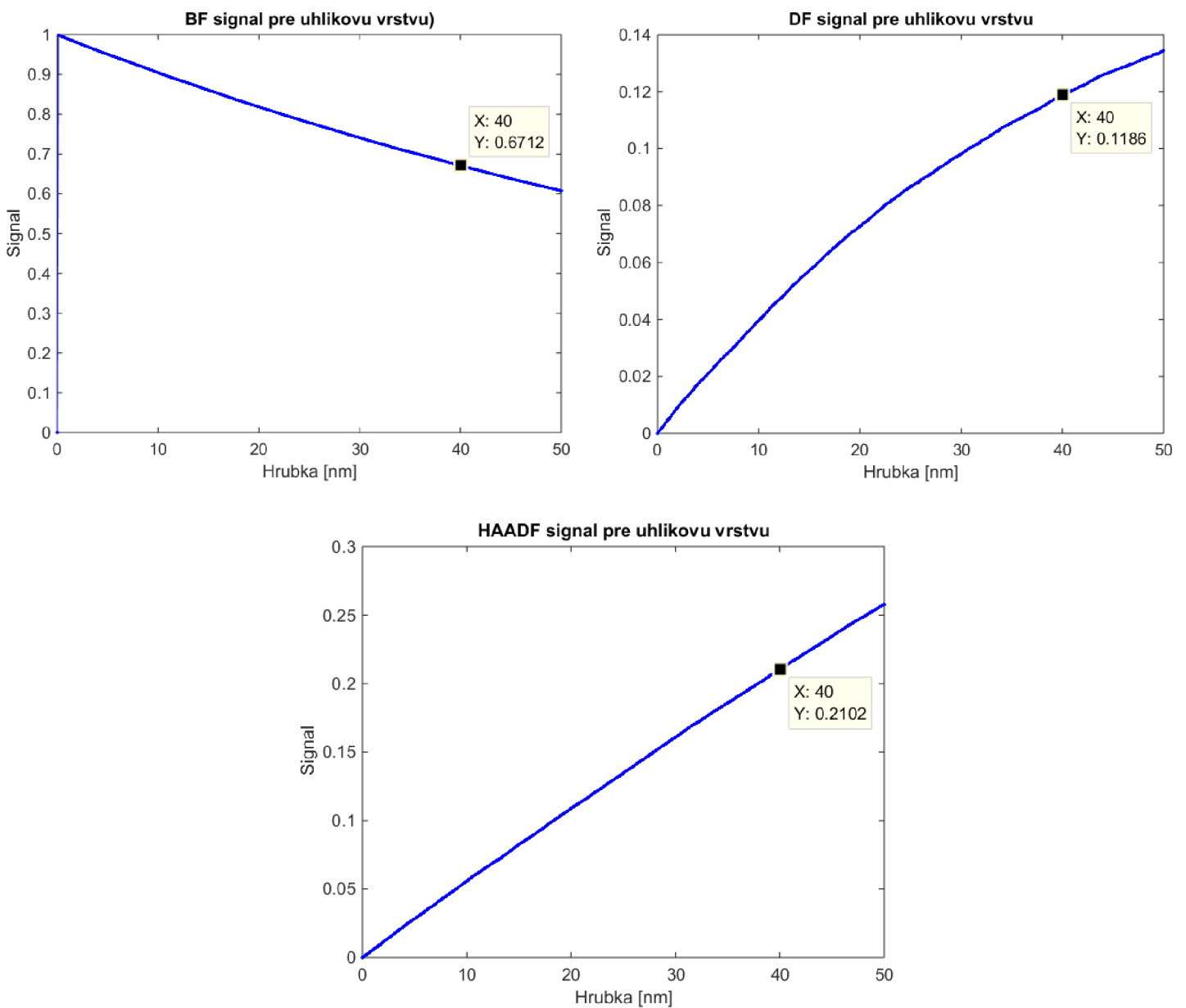
Upriamime pozornosť na signál v tmavom poli (dark-field, DF). Výstupný rozptylový uhol θ_n musí byť v intervale pre konkrétny DF segment detektoru (v tomto prípade $\langle 39 \text{ mrad}, 54 \text{ mrad} \rangle$). Ako je zrejmé z Obr. 2.7, posun elektrónu smerom ku hrane objektu bude mať vplyv na výber uhlu θ_n a tým aj na konečný signál. Signál závisí aj od pomeru medzi priemerom zväzku a posunom dL . Čím bude tento pomer väčší tým viac sa v signáli zdôrazní prítomnosť hrany a signál sa bude meniť plynulejšie. S približujúcou sa hranou stúpa BF signál, zatiaľ čo DF proporcionálne klesá.

Simulácia na hrane je implementovaná vo funkcii `MC_layer`. Funkcia uskutočňuje celý výpočet od vstupu elektrónu až po výstup a tak isto posúva zväzkom smerom ku hrane. Výstupom je graf (Obr. 2.8) odpovedajúci signálom BF, DF a HAADF.



Obr. 2.8 - Výstupný signál zo simulácie rozptylu na hrane - `MC_layer`

Výsledok simulácie je možné overiť pomocou analýzy vrstiev. Algoritmus `mc_layers_multipf` zobrazí závislosť konkrétneho signálu na hrúbke vrstvy. Ide o závislosť rôznych študovaných signálov na hrúbke nekonečne veľkej tenkej vrstvy. Na Obr. 2.9 je rozmedzie 0–50 nm s vyznačenou hodnotou signálu pre hrúbku 40 nm. Každý hĺbke doletu odpovedá istá veľkosť signálu. V prípade simulácie na hrane uhlíkovej vrstvy bola použitá spomínaná hrúbka 40 nm. V BF oblasti jej odpovedá signál 0,6712 (Obr. 2.9). Tento signál je možné porovnať so signálom získaným zo simulácie na hrane uhlíkovej vrstvy (Obr. 2.8). Analogicky sú porovnané aj signály v DF a HAADF oblasti Tab. 2.2.



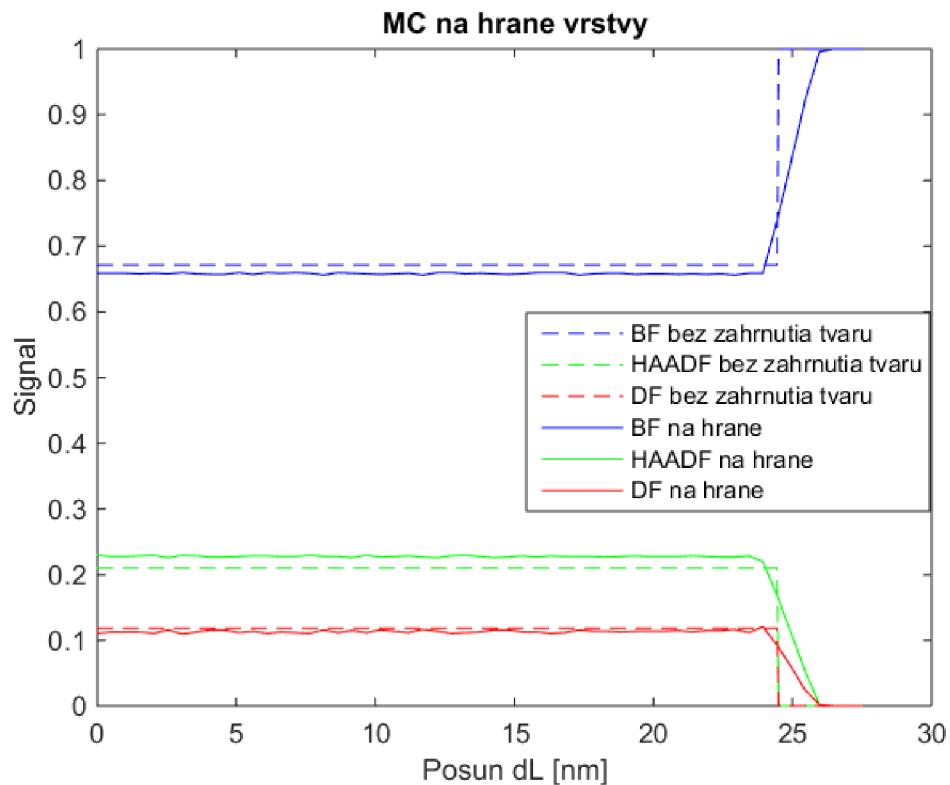
Obr. 2.9 Výsledok analýzy vrstiev. Signály BF, DF a HAADF pre 40 nm uhlíkovú vrstvu

Tab. 2.2 - Hodnoty signálu pre 40 nm vrstvu uhlíku

	Hrúbka	BF	DF	HAADF
Uhlík (2 g/cm ³)	40 nm	0,6712	0,1186	0,2102
	0 nm	1	0	0

Signály odvodené z analýzy vrstiev a signály získané zo simulácie na hrane sú porovnané v Obr. 2.10. Prvé spomínané sú v obrázku vykreslené čiarkovane. Tieto signály nezahŕňujú vplyv blízkosti zväzku a hrany objektu. Simulácia na hrane vrstvy zrkadlí skutočnú situáciu vernejšie. Nenulový interakčný objem elektrónu spôsobí to, že elektróny vystupujú aj z bočnej hrany a ukážu sa na detektore, čím dochádza k rozostreniu hrany.

Čo sa týka porovnania samotných signálov, je možné zhodnotiť že si vzájomne odpovedajú s výnimkou tvaru v okolí hrany a malou odchýlkou v amplitúde (Obr. 2.10).



Obr. 2.10 Overenie MC simulácií na hrane. Čiarkovaný signál odpovedá signálu pre simulovanú hrúbku vrstvy.

Okrem porovnania signálov je výsledky možné reprezentovať aj prepočítaním hrúbky vrstvy. Hrúbku je možné stanoviť interpoláciou signálov získaných simuláciou na hrane a kriviek z Obr. 2.9. Vrstva, na ktorej bežala simulácia je známa (40 nm). Po-

rovnanie je na Obr. 2.11. Teoretická hrúbka vrstvy sa významne nelíši od hrúbok dopočítaných pomocou MC simulácie na hrane. Signály zo simulácie nie sú príliš hladké. Odpoveďou je malý počet simulovaných elektrónov. Signál DF je najcitlivejší vďaka malému zbernému uhlu DF detekčného segmentu.



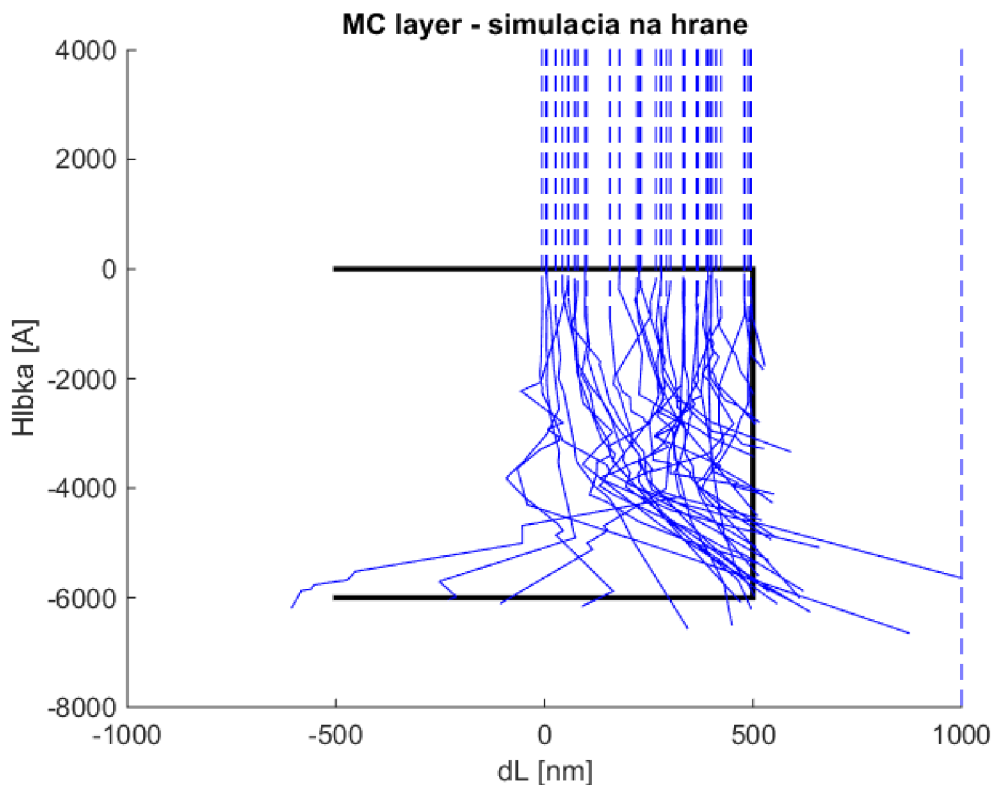
Obr. 2.11 - Overenie simulácií na hrane. Porovnanie teoretickej a simulovanej hrúbky vrstvy

Podmienky, na ktorých bola simulácia počítaná sú znázornené v Tab. 2.3 Na týchto podmienkach boli overované aj ostatné tvary, menili sa iba rozmery objektu a krok posunu zväzku. Počet elektrónov by mal byť čo najväčší, minimálna odporúčaná hodnota je 10^5 . V rámci obmedzených výpočtových kapacít nebolo možné simulovať vysoký počet elektrónov.

Tab. 2.3 - Podmienky simulácie na uhlíkovej vrstve

Materiál		C (uhlíková vrstva)
Hustota	[g/cm ³]	2
Počet elektrónov		10 ⁵
Hrúbka vrstvy	[nm]	40
Dĺžka hrany	[nm]	250
Krok	[nm]	1
Zberné uhly det. segmentov	[mrad]	<u>BF</u> : 0-34; <u>DF</u> : 34-54; <u>HAADF</u> : >54
Energia zväzku	[keV]	30
Apertúrny uhol	[mrad]	0,76
Priemer zväzku	[nm ²]	1

Na Obr. 2.12 sú zobrazené trajektórie elektrónov v uhlíkovej vrstve. V blízkosti hrany je vidieť zvýšený počet elektrónov opúšťajúcich vrstvu bočnou hranou, čo má vplyv na výsledný signál a efekt rozmazania hrany.

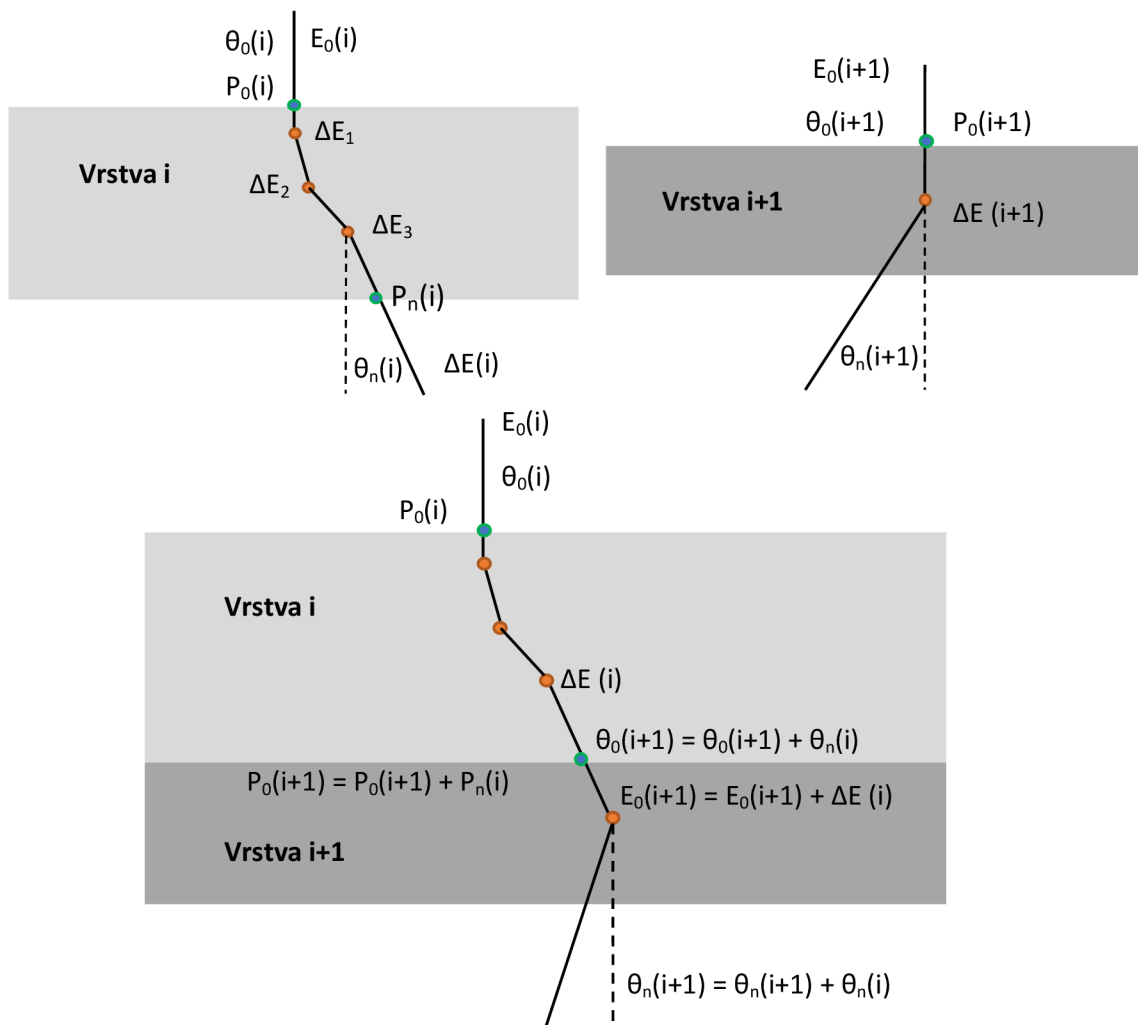


Obr. 2.12 - Ilustrácia rozptylu na hrane. Parametre simulácie sú rovnaké ako pre uhlíkovú vrstvu (Tab. 2.3)

2.4.4 Zložená vrstva

Algoritmus pre simuláciu viacvrstvovej štruktúry je založený na simulácii hrany. Primárnemu elektrónu sa priradí náklon, posun a prepočítajú sa súradnice. Do procedúry `MC_MultiLayer` vstupuje 2-5 *.mat súborov. Každý z nich obsahuje výsledok simulácie pre iný materiál. Hĺbka vrstiev je variabilná, užívateľ ju môže meniť.

Pre každý elektrón sa nájde priesečník s rozhraním vrstiev. V priesečníku je ukončená dráha elektrónu vo vrstve i . Výstupom je posledný uhol rozptylu $\theta_n(i)$, strata energie $\Delta E(i)$ a azimut ψ . Výstupné premenné sú pripočítané ku premenným nového elektrónu na vstupe vrstvy $i+1$. Proces spájania trajektórií prebieha iteratívne až kým nie sú všetky vrstvy spojené do jedného objektu. Následne je spustená analýza na hrane `MC_Layer`, ktorá posúva zväzok smerom k okraju zloženej vrstvy. Spájanie vrstiev je znázornené na Obr. 2.13.



Obr. 2.13 - Popis skladania vrstiev

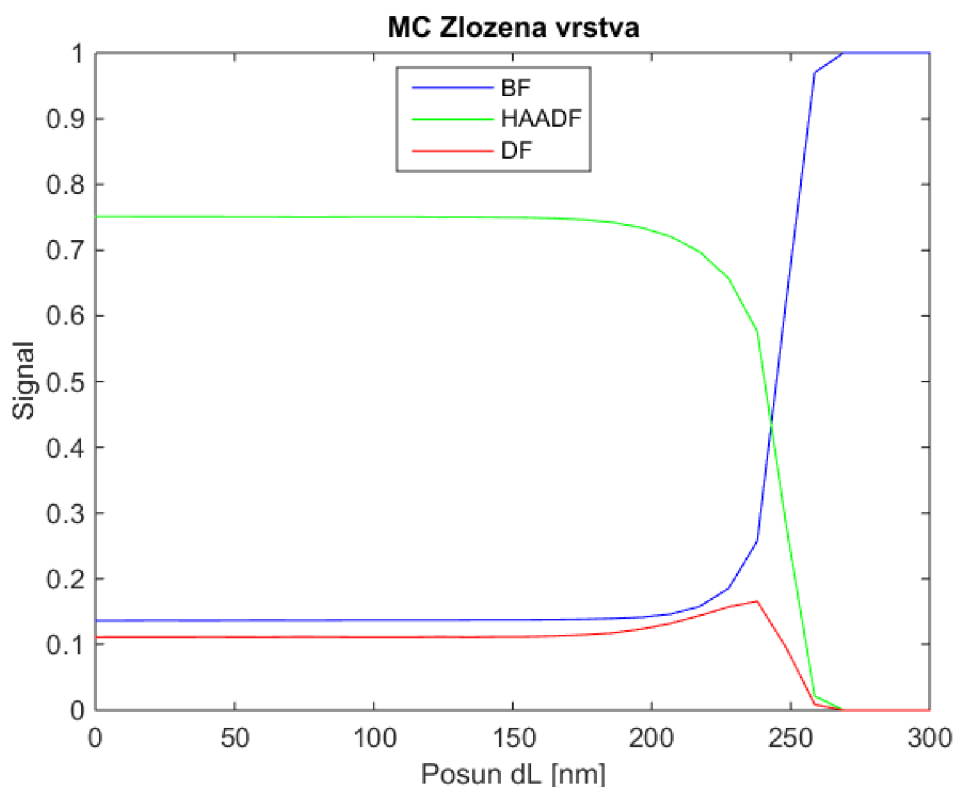
Dalo by sa predpokladať, že ďalšia simulovaná vrstva by mala počítať s úbytkom energie elektrónu v predchádzajúcej vrstve. Pre budúce využitie programu však nie je potrebné uvažovať energetický úbytok. V porovnaní s energiou primárneho zväzku je úbytok zanedbateľný. Dôkaz je uvedený v kapitole. 2.5.2.

Funkčnosť algoritmu pre simuláciu hrany na zloženej vrstve bola overená podobne ako v prípade jednoduchšej vrstvy. Parametre simulácie zostali okrem materiálu nezmenené.

Tab. 2.4 - Podmienky simulácií na zloženej vrstve.

Materiál vrchnej vrstvy		Latex (polystyrén) H1C1
Hustota obalu	[g/cm ³]	1,049
Materiál spodnej vrstvy		Silica, SiO ₂
Hustota jadra	[g/cm ³]	2,648
Počet elektrónov		10 ⁵
Hrúbka vrchnej vrstvy	[nm]	200
Hrúbka spodnej vrstvy	[nm]	50
Krok	[nm]	1
Zberné uhly detektoru	[mrad]	<u>BF</u> : 0-34; <u>DF</u> : 34-54; <u>HAADF</u> : 54- $\pi/2$
Energia zväzku	[keV]	30
Apertúrny uhol	[mrad]	0,76
Priemer zväzku	[nm ²]	1

Vrchná latexová vrstva s hrúbkou 200 nm a spodná vrstva SiO₂ s hrúbkou 50 nm boli pomocou procedúry MC_MultiLayer spojené. Následne bola využitá procedúra pre simuláciu na jednoduchšej vrstve MC_layer. Výstupom sú signály odpovedajúce aktuálnej hrúbke vrstvy, vo vzťahu k približujúcej sa hrane objektu (Obr. 2.14). Vyššia hustota spodnej vrstvy a hrúbka vrchnej vrstvy spôsobili významný rozptyl elektrónov. Signál HAADF je dominantný. V blízkosti hrany plynule silnie BF signál a proporcionálne klesá zastúpenie rozptýlených elektrónov. Výstup simulácie na hrane dvojitej vrstvy reflektuje prítomnosť okraja objektu.

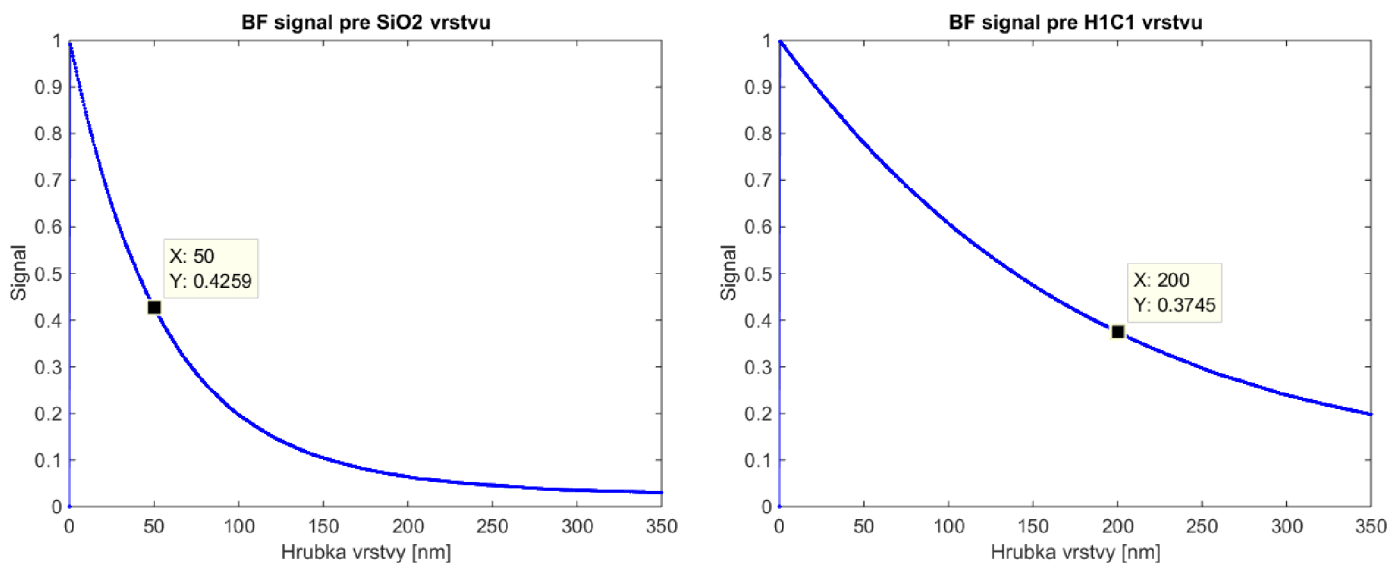


Obr. 2.14 - Výsledok simulácie na zloženej vrstve

Overenie výsledku je založené na útlme BF signálu v prvej a následne v druhej vrstve. Výsledný BF signál vznikne prienikom BF signálov z oboch vrstiev. Pri výpočte je DF a HAADF signál sčítaný do jedného sumárneho. Veľkosť BF signálu odpovedajúci hrúbke latexovej vrstvy 200 nm je 0,3745. Z celkovej frakcie 37,45% prechádzajúcich elektrónov je v spodnej vrstve SiO_2 utlmených ešte 42,59%. Výsledný očakávaný BF signál má veľkosť 0,1595. Hodnoty pochádzajú z procedúry pre analýzu vrstiev (Obr. 2.15) a sú uložené v Tab. 2.5. Takto vypočítaný signál je v podstate skoková funkcia, ktorá nezahŕňa vplyv tvaru objektu.

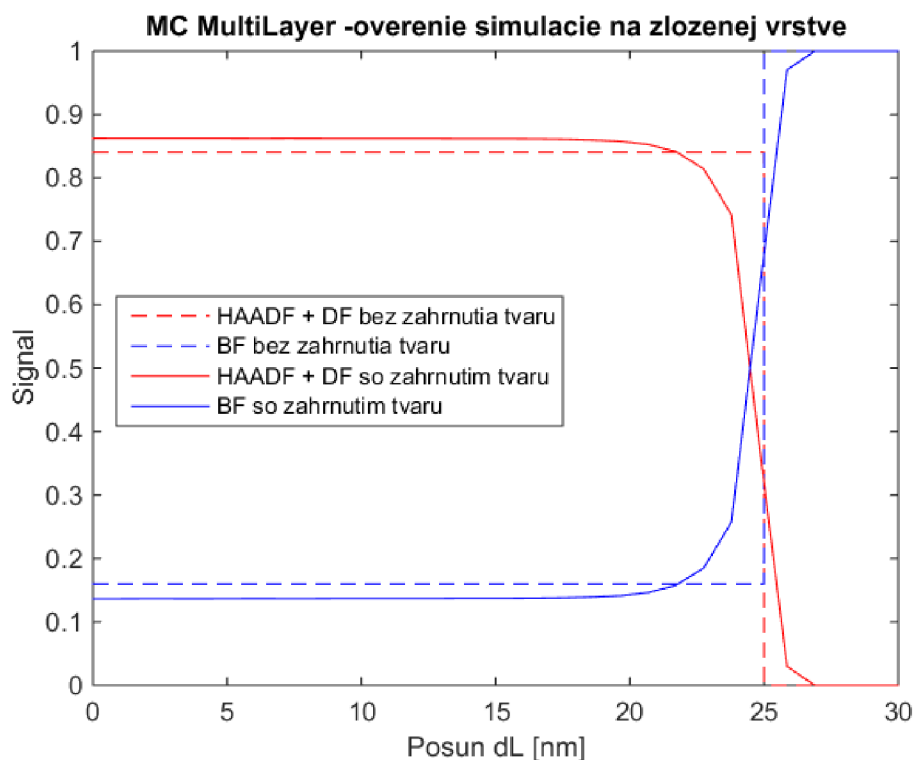
Tab. 2.5 - Očakávané signály získané analýzou vrstiev (bez efektu hrany) a signály získané z MC simulácií na zloženej vrstve (s efektom hrany).

	Hrúbka	BF	HAADF + DF
Vrstva H_1C_1	200 nm	0,3745	0,6255
Vrstva SiO_2	50 nm	0,4259	0,5741
Bez efektu hrany	250 nm	0,1595	0,8405
S efektom hrany	250 nm	0,1363	0,8623



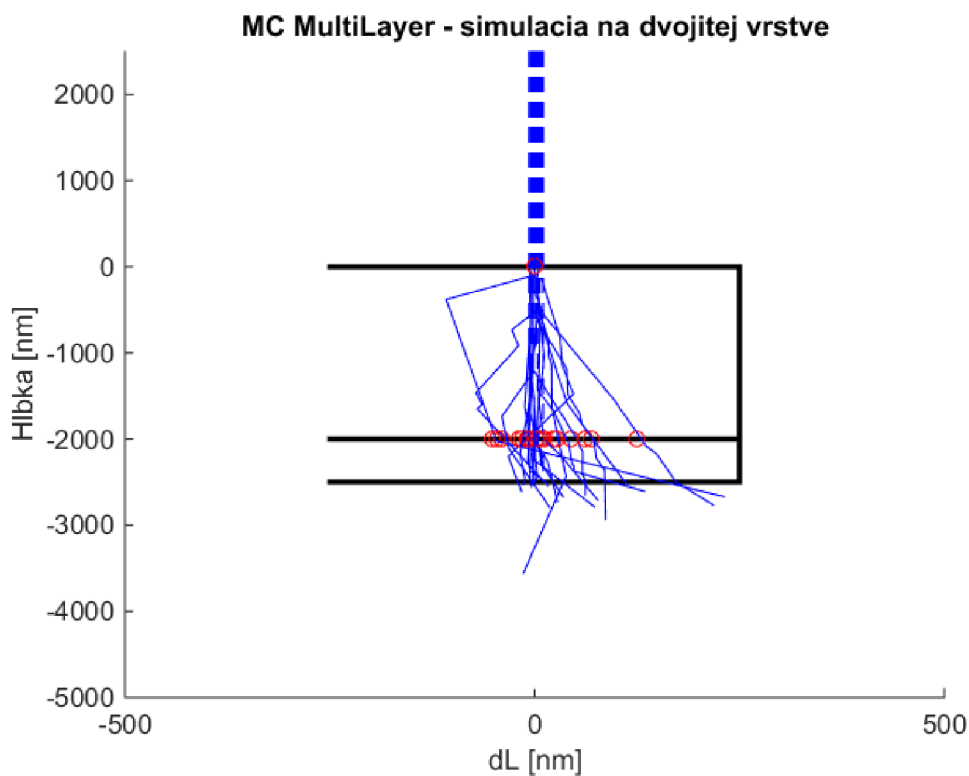
Obr. 2.15 - Veľkosť BF signálu pre vrstvu latexu s hrúbkou 200 nm a SiO₂ s hrúbkou 50 nm

Výsledok poukazuje na podobnosť signálov. V obrázku je badateľná malá odchýlka v amplitúdach. Tvar signálu sa podobá očakávanému. Znovu je možné sledovať vplyv blízkosti hrany. S blížiacim sa koncom hrany stúpa BF signál a klesá sumárny signál pre rozptýlené elektróny (HAADF + DF).



Obr. 2.16 - Simulácia na zloženej vrstve - efekt hrany

Grafické znázornenie rozptylu na zloženej vrstve je na Obr. 2.17. Červenou značkou je vyznačený prienik trajektórie elektrónu s rozhraním vrstiev.



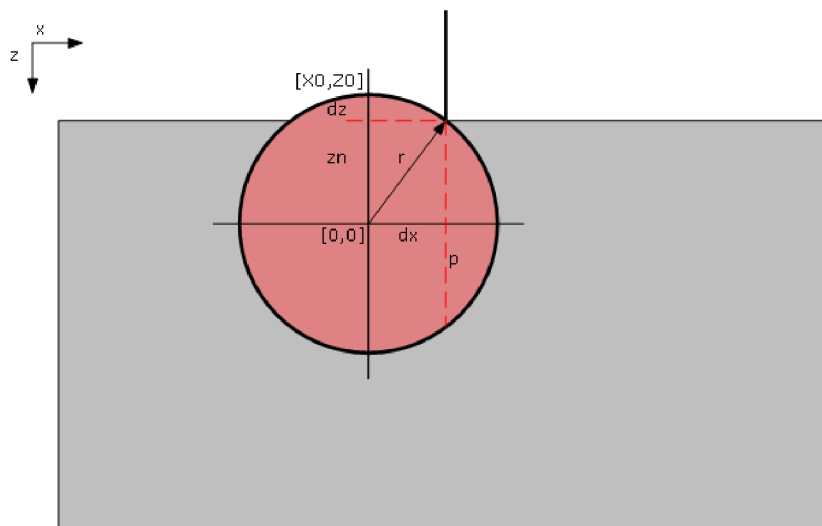
Obr. 2.17 - Obrázok zloženej vrstvy. Vrchná 200 nm vrstva latexu, spodná 50 nm vrstva SiO₂.

2.4.5 Guľa

Algoritmus na začiatku funguje obdobne ako v predchádzajúcom prípade. Každému elektrónu je pridelený náhodný náklon a posun v rámci primárneho zväzku. U zakriveného objektu je problém s miestom vstupu elektrónu. Priesečník s okrajom gule sa počíta pomocou vzťahu (34). Ak prienik neexistuje, elektrón je automaticky započítaný do BF signálu. Doteraz sa hĺbka kolízie počítala v kladných hodnotách. Pre zjednodušenie výpočtov na guli bolo nutné pozmeniť súradnicový systém a pracovať so stredom gule v bode [0;0;0] (detail na Obr. 2.18). Poloha rozptýleného elektrónu sa bude overovať vzdialenosťou d od nového počiatku súradnicového systému na základe

$$d = \sqrt{(X + dx)^2 + Y^2 + Z^2}, \quad (36)$$

kde X , Y a Z sú súradnice elektrónu. Elektrón bude vo vnútri objektu ak vzdialenosť d od stredu bude menšia ako polomer gule r ($d < r$).



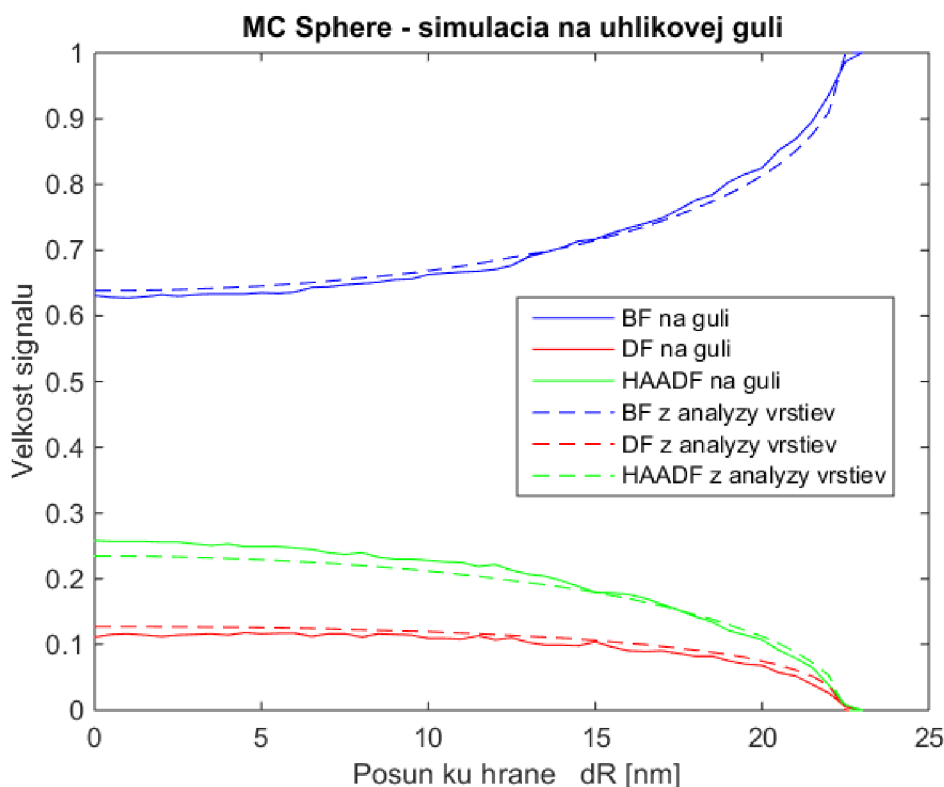
Obr. 2.18 - Súradnicový systém pre výpočet rozptylu na guli

Znovu sa opakuje koncová časť algoritmu. Nájde sa posledný vnútorný rozptyl elektrónu a tieto hodnoty sa berú ako konečné. Z výstupného uhlu alebo polohy rozptylu je možné určiť typ elektrónu a smer jeho pohybu. Výstup algoritmu je rovnaký ako v prípade predchádzajúcej štruktúry – hrany. Pre zvyšujúcu sa vzdialenosť od $[X_0, Y_0, Z_0]$ sa bude meniť BF, DF a HAADF signál. Ich pomer závisí na vzdialenosti primárneho zväzku od vrcholu gule. So zvyšujúcou sa vzdialenosťou od stredu gule sa znižuje veľkosť vrstvy, ktorú musí elektrón prekonať aby guľou preletel. Menšia dráha letu vo vnútri objektu znamená menej kolízií, čo vedie k nárastu BF signálu v oblasti hrany.

Algoritmus bol overený simuláciami. Podmienky sa okrem tvaru objektu a materiálu nezmenili (Tab. 2.6).

Tab. 2.6 Podmienky simulácií na uhlíkovej guli

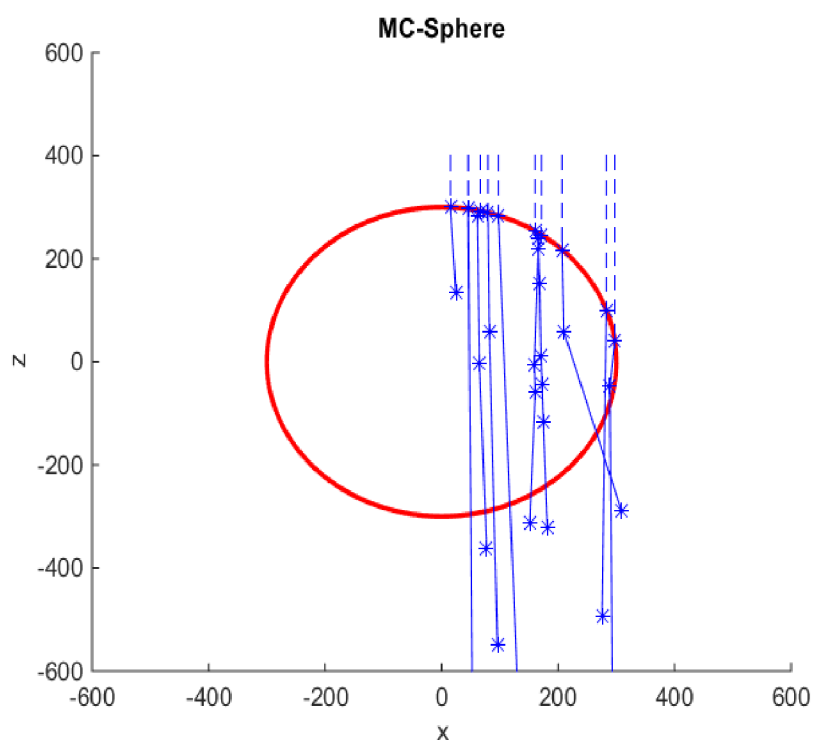
Materiál		C (uhlíková vrstva)
Hustota	[g/cm ³]	2
Počet elektrónov		10 ⁴
Polomer	[nm]	45
Krok	[nm]	1
Zberné uhly detektoru	[mrad]	BF: 0-34; DF: 34-54; HAADF: >54
Energia zväzku	[keV]	30
Apertúrny uhol	[mrad]	0,76
Priemer zväzku	[nm ²]	1



Obr. 2.19 Simulácia na uhlikovej guli. Čiarkovane je znázornený signál odpovedajúci hrúbke objektu, plnou čiarou signál získaný zo simulácií na guli

Na Obr. 2.19 je znázornená simulácia na uhlikovej guli. Čiarkovaný signál bol získaný analýzou vrstiev. V každom bode posunu zväzku smerom k okraju je spočítaná aktuálna hrúbka gule. Každéj hrúbke odpovedá signál z analýzy vrstiev. Spočítaný signál zahŕňa tvar objektu a výstup simulácií na guli by sa mu mal v ideálnom prípade rovnať. V prípade simulácie na uhlikovej guli sa výstupný signál rovná dopočítanému. Jemným artefaktom je zvlnenie signálu spôsobené nedostatočným počtom simulovaných elektrónov (iba 10^4).

Vizualizácia rozptylu na guli je zobrazená na nasledujúcom obrázku Obr. 2.20. Ide o schematické znázornenie rozptylu v ose x a hĺbke z , zo simulácie na guli s polomerom 300 nm. Materiál a parametre zväzku odpovedajú podmienkam v Tab. 2.6. Na obrázku je možné vidieť priesečníky s guľou a rozptyly. V obrázku je zachovaný aj prvý rozptyl mimo objekt.

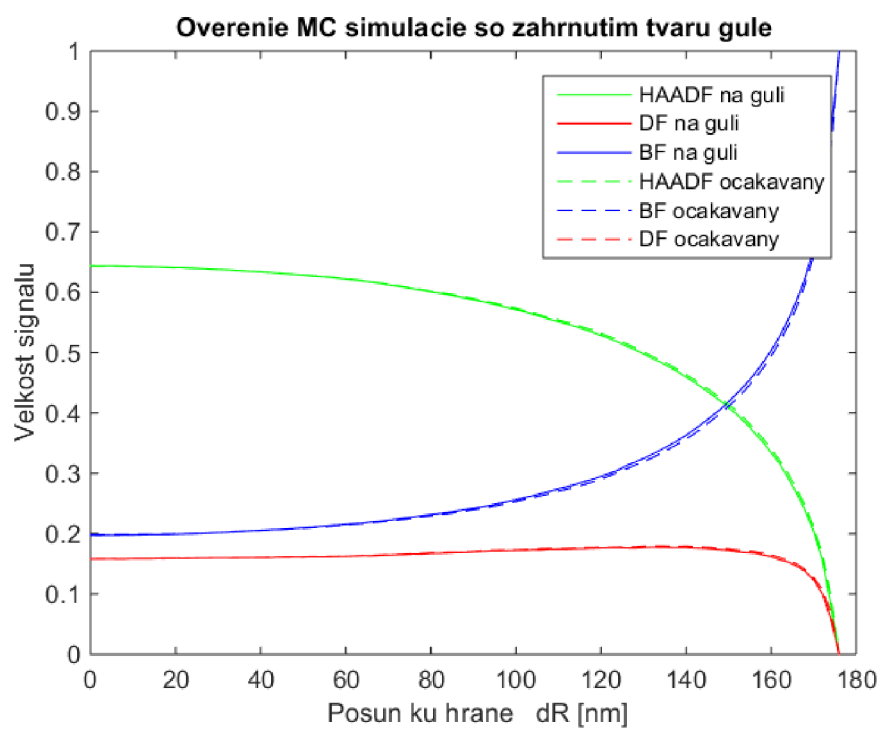


Obr. 2.20 - 2D vizualizácia simulácie na guli. Čiarkovane je znázornený dopadajúci elektrón, označený je aj priesečník dráhy a gule.

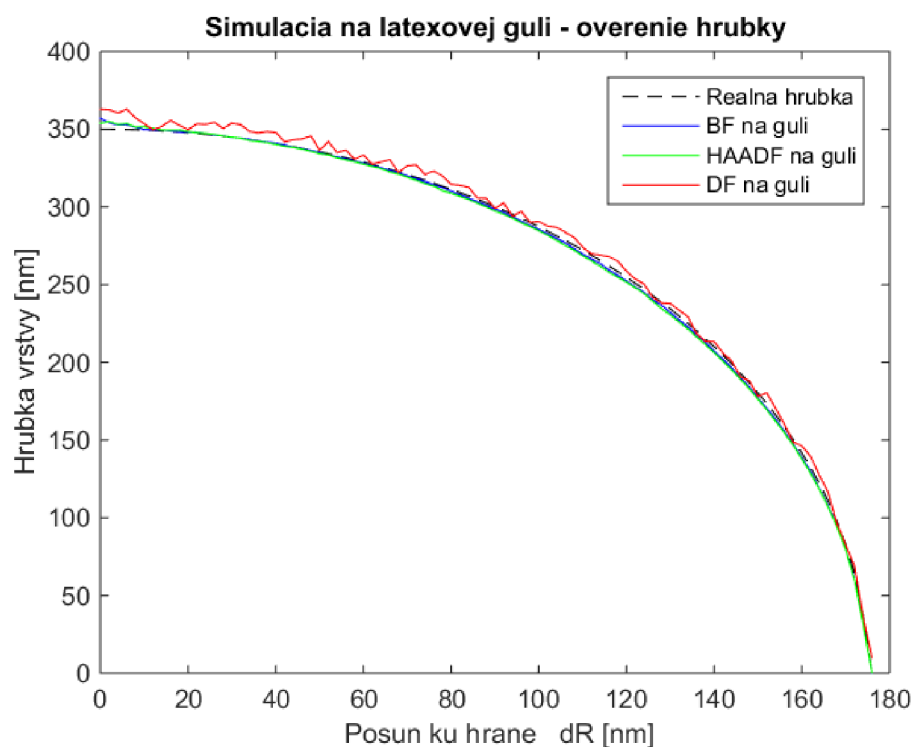
Príkladom reálneho objektu, používaného v STEM aplikáciách je latexová (polystyrénová) guľa. Výsledky simulácií na nej sú znázornené na obrázkoch Obr. 2.21 a Obr. 2.22.

Tab. 2.7 Parametre simulácií na latexovej guli

Materiál		Latex (polystyrén) H1C1
Hustota	[g/cm ³]	1,049
Počet elektrónov		10 ⁵
Polomer	[nm]	175
Krok	[nm]	1
Zberné uhly detektoru	[mrad]	BF: 0-34; DF: 34-54; HAADF: >54
Energia zväzku	[keV]	30
Apertúrny uhol	[mrad]	0,76
Priemer zväzku	[nm ²]	1



Obr. 2.21 - Porovnanie vypočítaných a simulovaných signálov



Obr. 2.22 Simulácia na latexovej guli – porovnanie reálnej hrúbky a hrúbky stanovenej simuláciami.

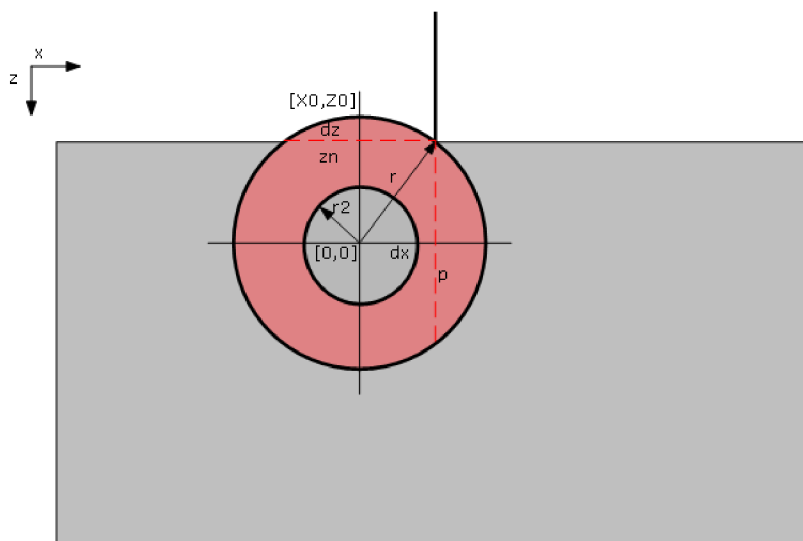
V prípade porovnania teoretického signálu z analýzy vrstiev a signálu zo simulácie na guľu Obr. 2.21 je zrejmé, že simulované dáta zodpovedajú odhadovaným. Signál je hladký a takmer identický. Výsledky sa potvrdili aj v prípade overenia hrúbky vrstvy na Obr. 2.22. Reálna hrúbka by sa mala rovnať hrúbke stanovenej na základe signálov zo simulácií. Získané BF, DF a HAADF signály boli interpolované s výsledkami analýzy vrstiev. Výsledkom interpolácie je krivka udávajúca hrúbku vrstvy v každom bode posunu. Obr. 2.22 potvrdzuje správnosť výsledkov simulácie pre latexovú guľu.

2.4.6 Dutá kapsula

Špecifickým objektom je kapsula. V tomto prípade ide hlavne o kapsulu s dutým vnútrom, ale návrh sa týka aj kapsule, ktorá vo vnútri obsahuje materiál iného chemického zloženia. Postup zmeny počiatku súradníc je analogický zmene pre guľu. Elektrón sa bude nachádzať vo vnútri kapsule ak je splnená podmienka

$$r_2 \leq \sqrt{(X + dx)^2 + Z^2} \leq r \quad (37)$$

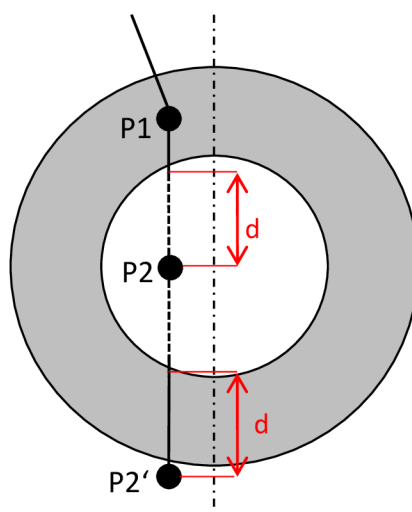
Posun súradníc do nového počiatku $[0,0,0]$ je znázornený na Obr. 2.23.



Obr. 2.23 Súradnicový systém pre výpočet rozptylu na kapsli

Výpočet je postavený na výsledkoch zo simulácie na guľu. Výstup simulácie na guľu je vstupom do simulačnej funkcie pre dutú vrstvu. Dôvodom je zníženie výpočtovej náročnosti. Na začiatku sa na základe vstupných premenných simuluje rozptyl na guľu s rovnakými parametrami aké má kapsula. Pomocou vzťahu (37) sa určí, ktorá kolízia sa nachádza v dutine (pozícia $P2$). Keďže musí byť zachovaná voľná dráha letu elektrónu materiálom, prepočíta sa pozícia každého rozptylu tak, aby vo vnútri dutiny nenastával žiadny rozptyl (vo vnútri sa uvažuje dokonalé vákuum). Priesečník trajektórie

s vnútornou vrstvou kapsule udáva pozíciu, kde elektrón vstupuje do dutiny. Situáciu sledujeme na Obr. 2.24. Kolízia $P2$ nastala vo vnútri kapsule. Vzdialenosť d udáva zvyšok voľnej dráhy elektrónu medzi kolíziami $P1$ a $P2$, ktorá musí byť zachovaná. Tento zvyšok je pripočítaný ku druhému prieniku, kde sa elektrón vracia späť do kapsle. Pozícia rozptylu $P2$ sa posúva do novej pozície $P2'$. Nová kolízia sa už nachádza mimo objektu. Ukladajú sa jej pozície, výstupný uhol a celková strata energie elektrónu. Pokiaľ sa nový rozptyl nachádza v materiáli, trajektória sa zachováva a hľadá sa miesto výstupu elektrónu z objektu. Simulácia započítava aj elektróny, ktoré prechádzajú kapsulou bez rozptylu a aj tie ktoré prechádzajú len obalom a do vnútra sa nedostávajú.

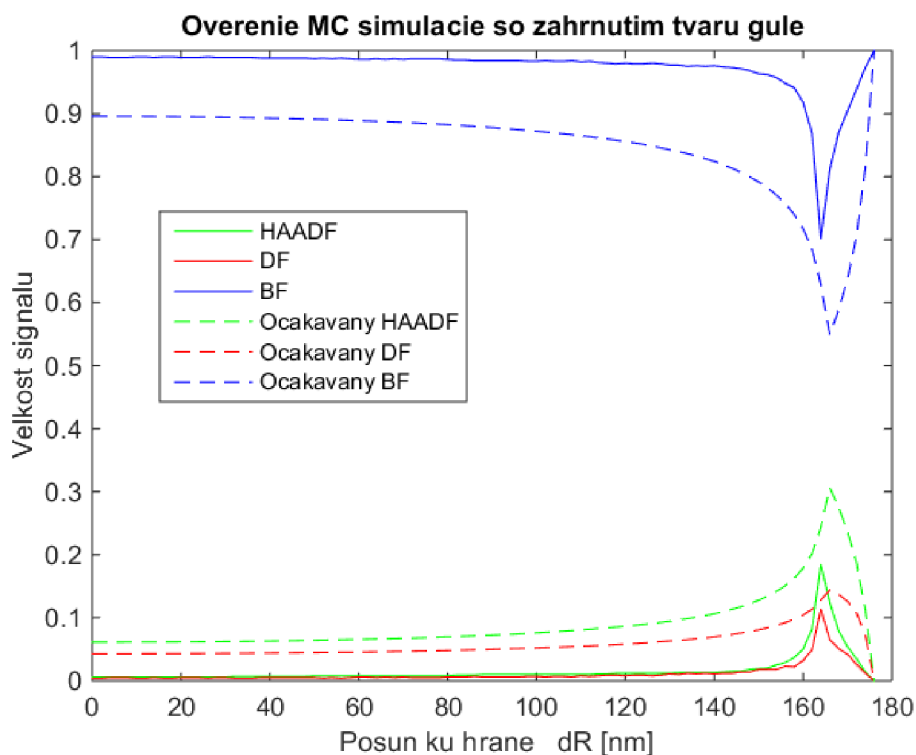


Obr. 2.24 - Prepočet voľnej dráhy - simulácia na dutej kapsli

Pre overenie simulácie na reálnom objekte bola použitá simulácia na PSS kapsli s nasledovnými parametrami (Tab. 2.8).

Tab. 2.8 - Parametre simulácie na dutej kapsli

Materiál		PSS (sodium poly(styrene sulfonate), $C_8H_7NaSO_3$)
Hustota	[g/cm ³]	1,023
Počet elektrónov		10^5
Vonkajší Polomer	[nm]	175
Vnútorň Polomer	[nm]	165
Krok	[nm]	1
Zberné uhly detektoru	[mrad]	BF: 0-34; DF: 34-54; HAADF: >54
Energia zväzku	[keV]	30
Apertúrny uhol	[mrad]	0,76
Priemer zväzku	[nm ²]	1

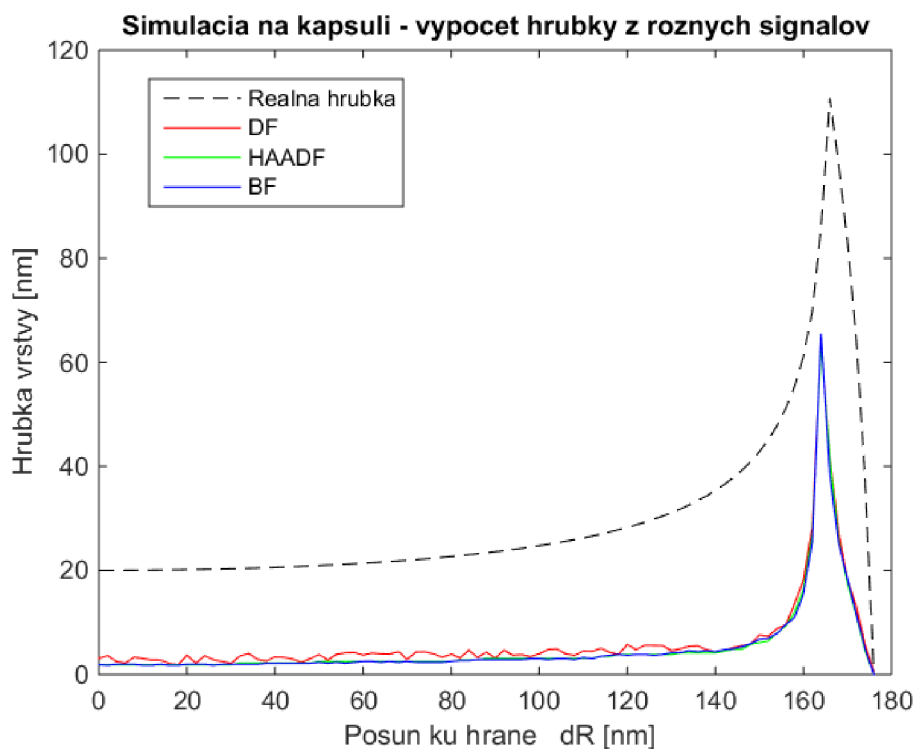


Obr. 2.25 Overenie výsledkov simulácií. Plná čiara je signál získaný zo simulácií. Čiarkovaná čiara je signál zodpovedajúci hrúbke vrstvy v danom kroku (interpolovaný z MC simulácie vrstiev pre PSS).

Výsledok simulácie z Obr. 2.25 poukazuje na odchýlku pri výpočte simulácie. Plná čiara reprezentuje signál získaný z procedúry `MC_HollowCapsle`, ktorá simuluje rozptyl na dutej kapsli. Čiarkovaný signál je signál získaný z analýzy vrstiev. Odpovedá správne mu signálu pre danú vrstvu. BF signál z kapsule je vyšší než by mal byť, z toho vyplýva, že elektróny sa rozptyľujú menej akoby sa mali a preto aj vypočítaná hrúbka je nižšia ako by mala byť (Obr. 2.26). V procedúre sa však elektrónový rozptyl neprepočítava, takže by nemalo ísť o fyzikálny problém.

Tvar signálu zodpovedá realite, signál v BF oblasti postupne klesá a minimum dosahuje vtedy, keď je elektrónový zväzok tesne za polomerom vnútornej dutiny ($dR > R_2$). Následne sa dráha, ktorú musí elektrón uraziť zvyšuje a BF znovu stúpa.

Výsledky sú z pohľadu hrúbky vrstvy skreslené. Dôvodom je pravdepodobne chyba vo výpočtovom algoritme.



Obr. 2.26 Overenie výsledkov simulácií na kapsli. Čiarkovaná čiara reprezentuje skutočnú hrúbku kapsule, ostatné sú získané zo simulácie na kapsli

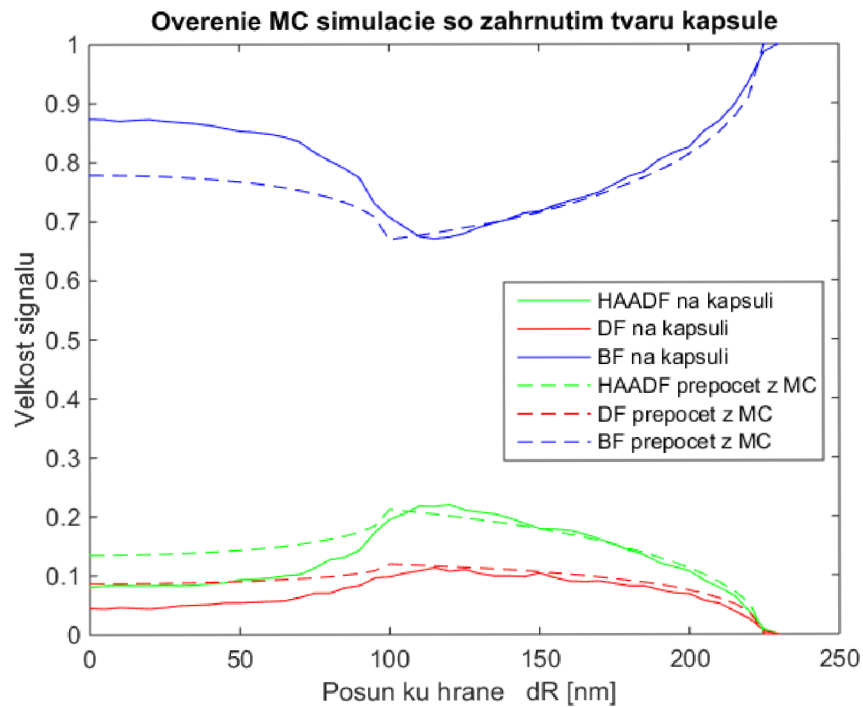
Podobné výsledky boli získané aj pre uhlíkovú kapslu. Parametre sú uvedené v nasledujúcej tabuľke.

Tab. 2.9- Parametre simulácie na uhlíkovej kapsli

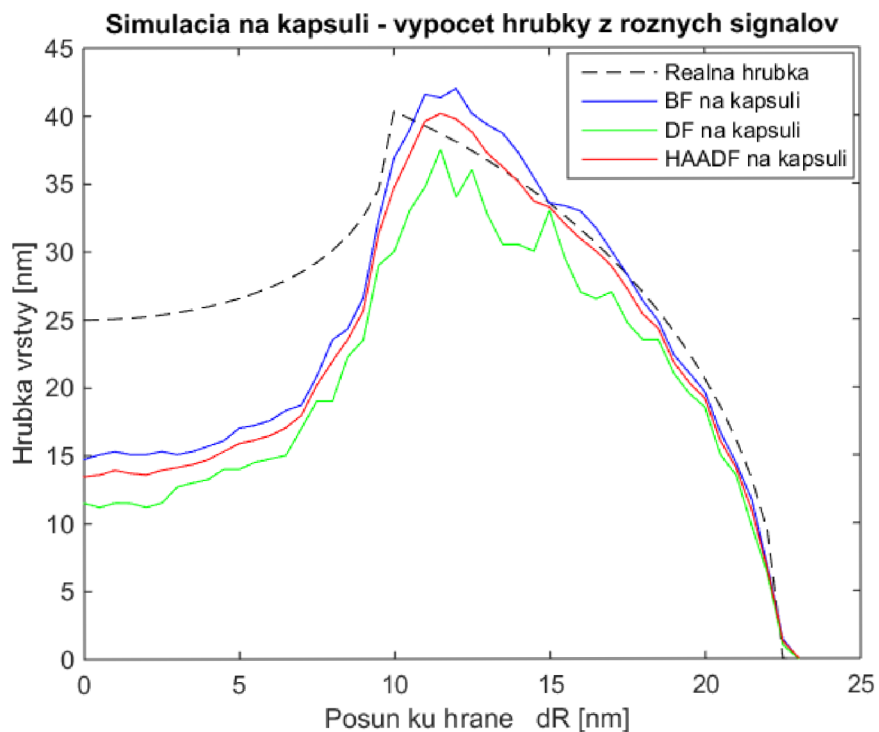
Materiál		C (uhlíková vrstva)
Hustota	[g/cm ³]	2
Počet elektrónov		10 ⁴
Vonkajší polomer	[nm]	45
Vnútorý polomer	[nm]	20
Krok	[nm]	1
Zberné uhly detektoru	[mrad]	BF: 0-34; DF: 34-54; HAADF: >54
Energia zväzku	[keV]	30
Apertúrny uhol	[mrad]	0,76
Priemer zväzku	[nm ²]	1

Výsledok simulácie na PSS a uhlíkovej kapsli je podobný. Elektronový rozptyl je kvantifikovaný nesprávne, výsledkom simulácie je príliš veľký BF signál a príliš malá

hrúbka steny kapsule.



Obr. 2.27 - Porovnanie signálu z analýzy vrstiev (čiarkovaný) a signálu z MC simulácie na dutej kapsli.



Obr. 2.28 Porovnanie skutočnej a nasimulovanej hrúbky kapsule

2.4.7 Vyplnená kapsula

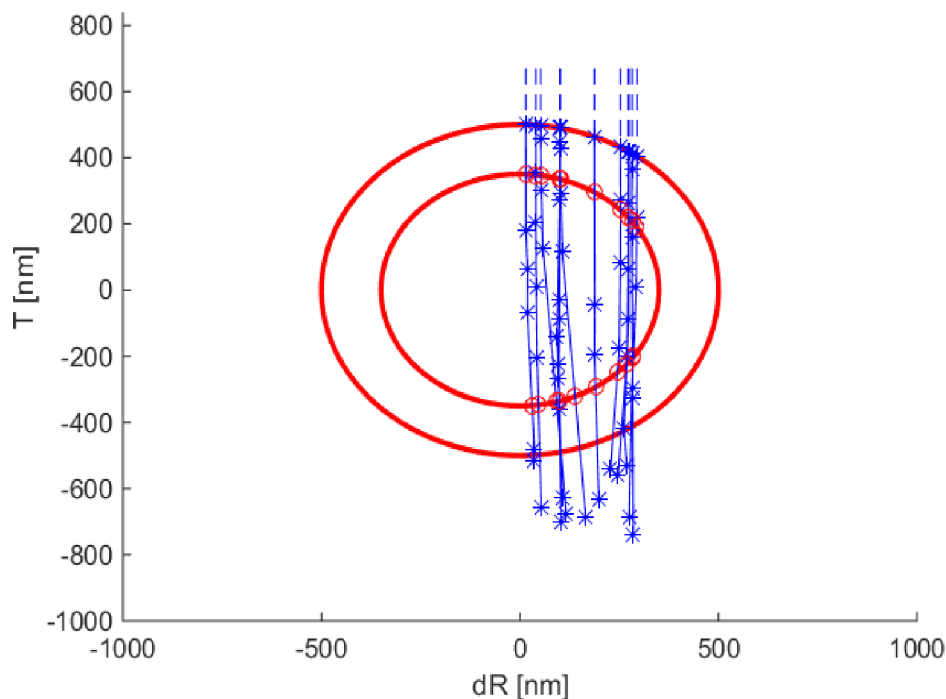
Vyplnená kapsula je objekt zložený z dvoch častí, z vonkajšieho obalu a jadra. Z toho dôvodu je potrebné simulovať dva rôzne materiály. Pri výpočte je nutné zachovať parametre zväzku a materiálu (zberné uhly, apertúrny uhol, energiu primárneho zväzku, priemer zväzku, počet dopadajúcich elektrónov, hĺbku ostrosti a typ simulácie), inak by simulácie neodpovedali realite. Princíp prepočtu súradníc a výstupného uhlu je podobný výpočtom na zloženej vrstve.

Simuláciu vykonáva procedúra `MC_FilledCapsle`. Vstupom sú parametre zväzku a dve premenné obsahujúce nasimulované dáta na požadovaných materiáloch.

Prvým krokom je simulácia na guli s polomerom vonkajšieho obalu kapsule. Následne sú spočítané parametre vnútra kapsule. Pre každý elektrón sa overuje pozícia rozptylov a určí sa, ktorý z rozptylov nastal vo vnútri kapsule. Vypočíta sa priesečník trajektórie elektrónu s prechodom medzi vnútrom a vonkajškom. Na priesečníku končí dráha elektrónu z obalu kapsule a začína tu dráha elektrónu z vnútra (elektrón pochádza zo simulácie druhého materiálu). Dráha druhého menovaného elektrónu musí byť upravená. Začiatok trajektórie je posunutý na priesečník a dráha je naklonená o rozptylový uhol prvého elektrónu.

Elektrón sa pohybuje vo vnútri kapsule po trajektórii danej simulácii druhého materiálu. Znovu sa hľadá miesto, kde elektrón opúšťa vnútro kapsule a prechádza rozhraním do obalu alebo úplne opúšťa objekt. V prípade prechodu do obalu, kde znovu dochádza k aspoň jednej kolízii, sa počíta priesečník trajektórie a rozhrania jadra s obalom. Od priesečníku sa napojuje nový elektrón z obalu (zo simulácie na prvom materiáli). Následne sa určí miesto výstupu z objektu a uloží sa rozptylový uhol, zmena energie a pozícia posledného rozptylu. Úbytok energie elektrónu sa kumulatívne sumuje vždy na rozhraní materiálov, do simulácie sa ale nezahrňa. Dôvod je vysvetlený v kapitole 2.5.2.

Rozptyl na plnej kapsli je znázornený na Obr. 2.29. Znázorňuje korektný výpočet priesečníku letiaceho elektrónu s rozhraním materiálov (znázornené červeným krúžkom). Rozptylový uhol je zachovaný (náklon celej trajektórie elektrónu v nasledujúcom materiáli). Obrázok je iba ilustráciou funkčnosti, nie je výsledkom reálneho experimentu. Použité polomery vrstiev kapsule boli 500 nm a 300 nm , materiálom je v oboch prípadoch čistý uhlík, s hustotou $1,6\text{ g/cm}^3$ v obale a $2,0\text{ g/cm}^3$ vo vnútri kapsle. Posun dR bol generovaný náhodne s úmyslom zobrazit' správny výpočet priesečníkov v celom rozmere objektu.



Obr. 2.29 - Simulácia na plnej kapsli. Ide o ilustráciu funkčnosti výpočtu prienikov (červený krúžok) a náklonu zväzku pri prechode z materiálu do materiálu. Nejedná sa o praktickú simuláciu.

Výpočet rozptylu na plnej kapsli bol overený pomocou dát zo simulácie vrstiev `mc_layers_multipf`. Simulované materiály boli PSS a Silica. Polomery obalu a jadra boli 175 a 155 nm. Ide o objekt reálne využívaný v praxi.

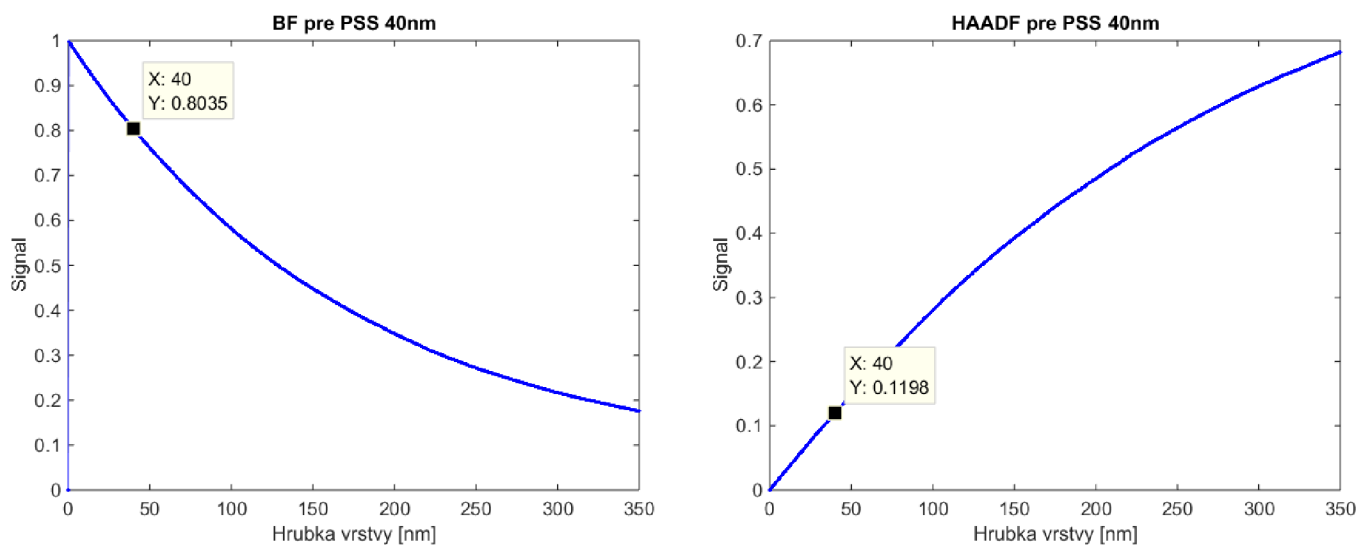
Tab. 2.10 - Podmienky simulácie na plnej kapsli.

Materiál obalu		PSS (sodium poly(styrene sulfonate), $C_8H_7NaSO_3$)
Hustota obalu	[g/cm ³]	1,023
Materiál jadra		Silica, SiO_2
Hustota jadra	[g/cm ³]	2,648
Počet elektrónov		105
Vonkajší Polomer	[nm]	175
Vnútorý Polomer	[nm]	155
Krok	[nm]	1
Zberné uhly detektoru	[mrad]	BF: 0-34; DF: 34-54; HAADF: $54-\pi/2$
Energia zväzku	[keV]	30
Apertúrny uhol	[mrad]	0,76
Priemer zväzku	[nm ²]	1

Pre každý posun primárneho zväzku smerom k hrane dR bola kvantifikovaná celková hrúbka obalu a tiež hrúbka jadra. Každý hrúbke vrstvy bol priradený odpovedajúci signál z grafu pre analýzu vrstiev Obr. 2.30. Výsledný signál vznikne prienikom signálov z oboch vrstiev. Frakcia BF elektrónov, ktoré prejdú z PSS obalu s minimálnym rozptylom je 80,35 %. Tieto elektróny vstupujú do jadra (Silica) a tam sa ich rozptýli 96,61 %. Výsledný BF signál vzniká prienikom BF signálu z obalu a BF signálu z jadra (Tab. 2.11).

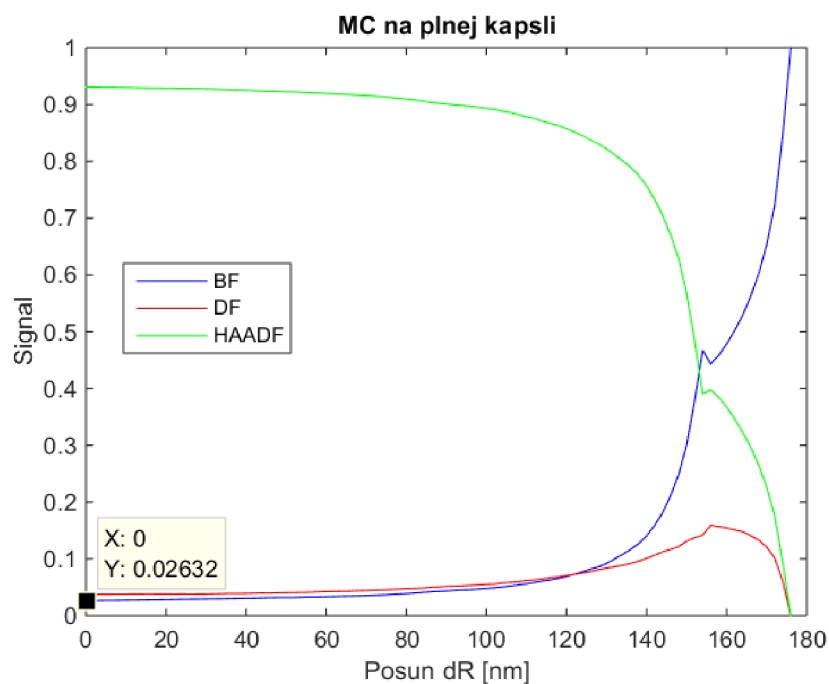
Tab. 2.11 - Signál odpovedajúci hrúbke vrstvy pri posune $dR=0$

	Hrúbka pre $dR=0$	BF	HAADF + DF
Obal	40 nm	0,8035	0,1965
Jadro	310 nm	0,0339	0,9661
Výsledok	350 nm	0,0272	0,9728

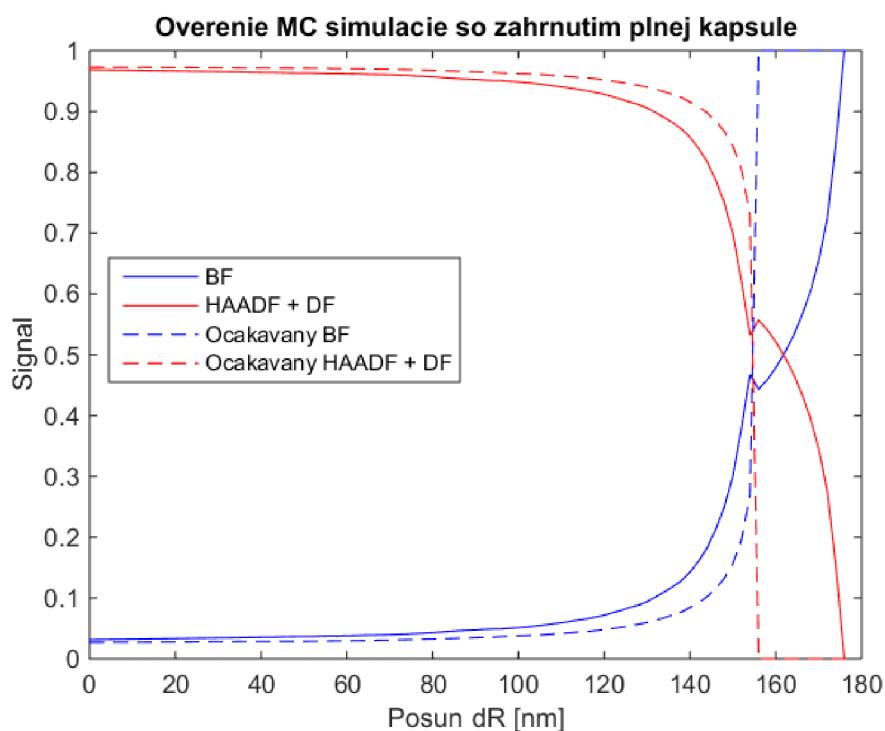


Obr. 2.30 - Signál z analýzy vrstiev odpovedajúci hrúbke vrstvy pre aktuálny posun na objekte

Takto vypočítaný signál je očakávaným signálom, ktorý by sme mali získať zo simulácie. Výsledok simulácie je na Obr. 2.31. Pre posun $dR=0$ je hodnota signálu BF 0,0263. Očakávaný signál v tomto bode je 0,0272. Na signáloch zo simulácie je prítomný artefakt v oblasti polomeru jadra. Tvar a amplitúda signálu takmer odpovedá očakávanému signálu. Simulácia na plnej kapsli odpovedá očakávanému signálu s výnimkou artefaktu, ktorý vzniká na rozmedzí materiálov. Procedúra funguje správne.



Obr. 2.31 - Výsledok rozptylu na reálnej plnej kapsli s vyznačenou hodnotou signálu BF pre posun $dR=0$

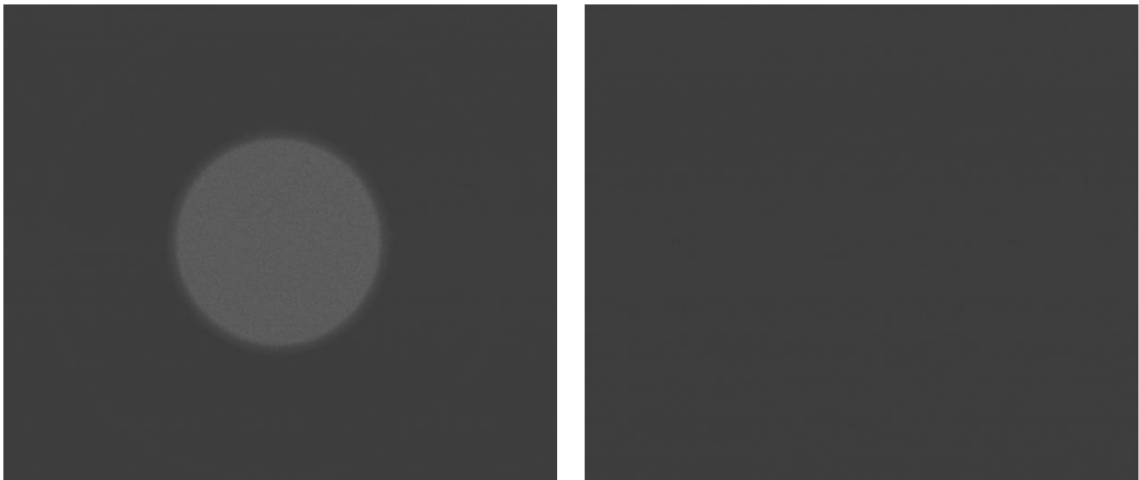


Obr. 2.32 - Porovnanie celkového očakávaného a simulovaného signálu

2.5 Porovnanie simulácií s výsledkami experimentu

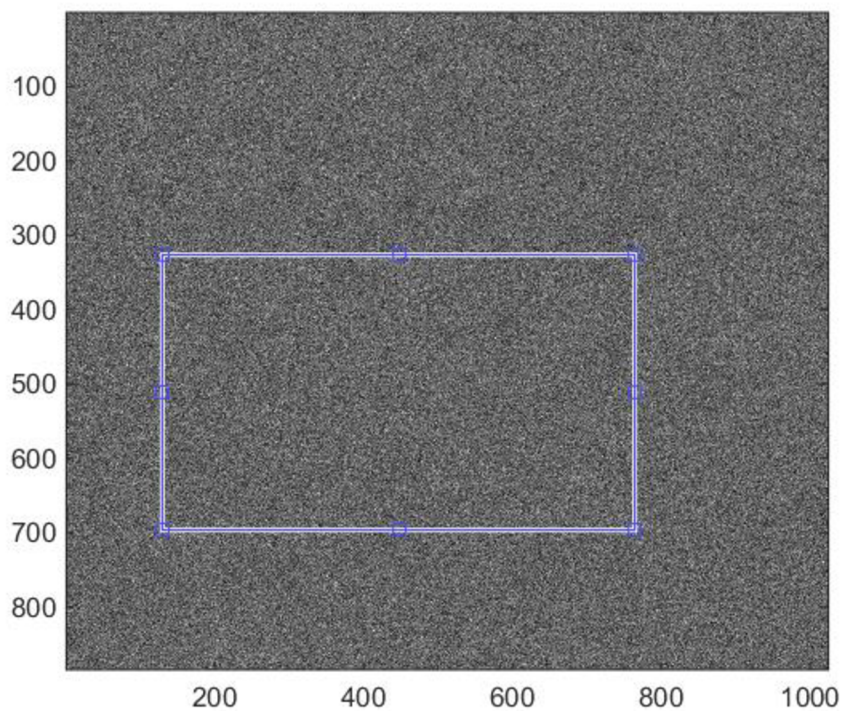
Pre overenie funkčnosti simulácií bol uskutočnený experiment s amorfným uhlíkom. Amorfný uhlík bol naparený a splavený na podpornú mriežku. Sila vrstvy bola zmeraná pomocou vibrujúceho kryštálu v prístroji *Leica Microsystems ACE 600*. V experimente boli použité vrstvy s hrúbkou *2,5 nm; 5 nm; 16,2 nm; 21,6 nm; a 43,2 nm*.

Pripravené vzorky boli vložené do systému SEM Magellan 400L (FEI) a zobrazené v zobrazovacom režime STEM. V prvom kroku prebehla kalibrácia detektoru, ktorý bol vystavený priamemu elektrónovému zväzku a následným odklonením zväzku bolo zmerané pozadie Obr. 2.33. Po kalibrácii boli postupne zobrazované jednotlivé vzorky. Na každej vzorke bolo nasnímaných 10 obrázkov v bright-field (ďalej len BF) režime STEM detektoru. Výsledný obraz nesie v každom pixli fyzikálnu informáciu o počte dopadajúcich elektrónov, rozptýlených maximálne do zberného uhlu BF detektoru (v našom prípade *0 - 34 mrad*). Analýzou obrazu bolo možné stanoviť signál na BF segmente. Elektrónový rozptyl je závislý na atómovom hmotnostnom čísle ale aj hrúbke osvetlenej vrstvy, čo je dôležité zahrnúť do výpočtov.



Obr. 2.33 – Vľavo plný kalibračný bright-field signál, vpravo pozadie

Obrázok uhľíkovej fólie neobsahuje žiadne štruktúry, iba spomínanú informáciu o frakcii BF elektrónov. Z obrázku je nutné vybrať homogénnu oblasť, na ktorej prebieha výpočet.



Obr. 2.34- Obrázok 2,5 nm vrstvy uhlíku. Frakcia nerozptýlených elektrónov je 0,9765. Štvorec vo vnútri slúži na výber vhodnej oblasti pre výpočet signálu.

Výber záujmovej oblasti môže ovplyvniť veľkosť získaného BF signálu. Kvôli minimalizácii tohto vplyvu bolo pre každú vrstvu uložených 10 obrázkov a na každom obrázku prebehol výber oblasti dva krát. Z celkového počtu 20 hodnôt signálu pre jednu vrstvu bola spočítaná priemerná hodnota a štandardná odchýlka. Priemerné hodnoty signálu na danej vrstve boli použité pre porovnanie so signálom získaným z MC simulácií.

Tab. 2.12 - Tabuľka obsahuje veľkosti BF signálov stanovené z obrázkov vrstiev uhlíka.

		Frakcia BFE				
Vrstva	[nm]	2,5	5	16,2	21,6	43,2
Oblasť vybraná pre výpočet	1	0,969	0,976	0,852	0,829	0,671
	2	0,963	0,968	0,862	0,831	0,680
	3	0,963	0,959	0,858	0,825	0,684
	4	0,962	0,957	0,866	0,811	0,691
	5	0,970	0,951	0,868	0,819	0,685
	6	0,972	0,958	0,868	0,825	0,691
	7	0,979	0,958	0,865	0,834	0,689
	8	0,981	0,959	0,865	0,828	0,692
	9	0,987	0,964	0,865	0,830	0,688
	10	0,988	0,957	0,868	0,830	0,695
	11	0,985	0,951	0,864	0,840	0,678
	12	0,987	0,982	0,855	0,829	0,684
	13	0,986	0,979	0,864	0,831	0,691
	14	0,992	0,976	0,859	0,829	0,691
	15	0,985	0,966	0,866	0,814	0,689
	16	0,980	0,958	0,869	0,815	0,691
	17	0,971	0,951	0,869	0,830	0,696
	18	0,988	0,960	0,864	0,834	0,690
	19	0,980	0,958	0,864	0,857	0,688
	20	0,971	0,960	0,863	0,841	0,680
Priemer		0,978	0,962	0,864	0,829	0,687
Odchýlka		0,010	0,009	0,005	0,010	0,006

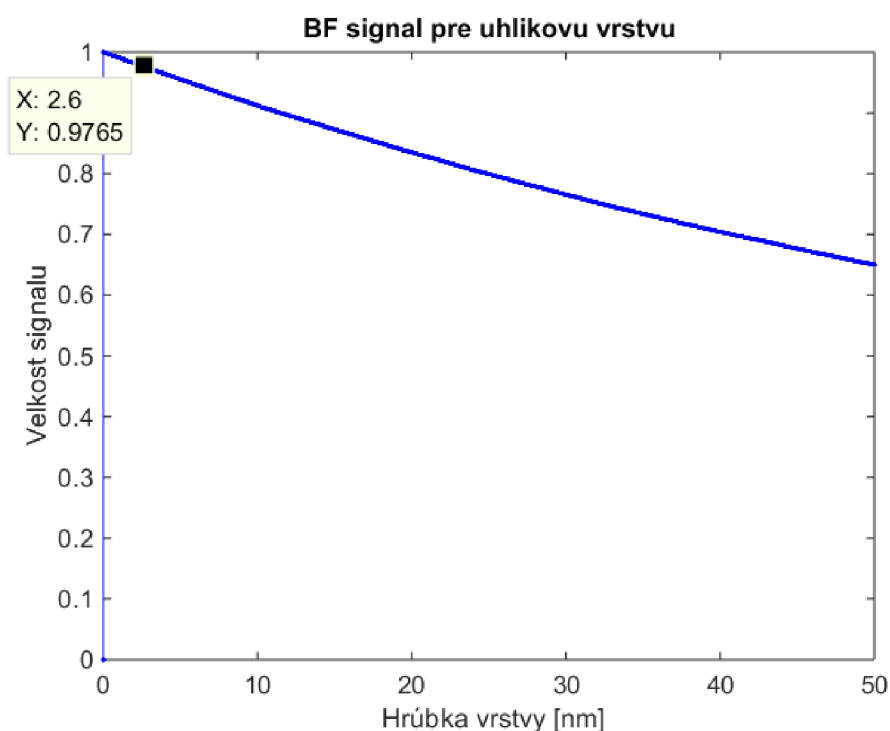
Experimentálne podmienky boli následne použité v simuláciách elektrónového rozptylu.

Tab. 2.13 - Podmienky experimentu (WD - pracovná vzdialenosť)

Energia [keV]	Prúd [pA]	WD [mm]	Zväčšenie	Zobraz. Mód	Hrúbka vrstvy [nm]
30	1,6	4,5	100 000x	STEM Bright Field	2,5; 5; 16,2; 21,6; 43,2

Simulácie boli vyhodnotené algoritmom `mc_layers_multipf`, ktorý zadanú štruktúru virtuálne rozdelí na rezy a v každom reze stanoví frakciu (signál) rozptýlených, nerozptýlených a spätne odrazených BSE elektrónov a kvantifikuje signály dopadajúce na STEM detektor (viac v kapitole 2.3). Interpoláciou experimentálne nameraného signálu pre danú vrstvu a signálu z MC simulácií je možné stanoviť, v ktorej nasimulovanej vrstve sa signál zhoduje a aká je hrúbka tejto vrstvy. Týmto spôsobom bola kvantifikovaná úspešnosť simulácií.

Príklad takéhoto porovnania je na Obr. 2.35. BF signál z obrázku Obr. 2.34 má veľkosť $0,9765$. Hodnota je interpolovaná so signálom získaným z MC simulácií analýzy vrstiev. Hodnota $0,9765$ odpovedá v simulácii hrúbke $2,6$ nm. Reálna vrstva má hrúbku $2,5$ nm. Takýmto spôsobom boli kvantifikované dáta zo všetkých obrazov.

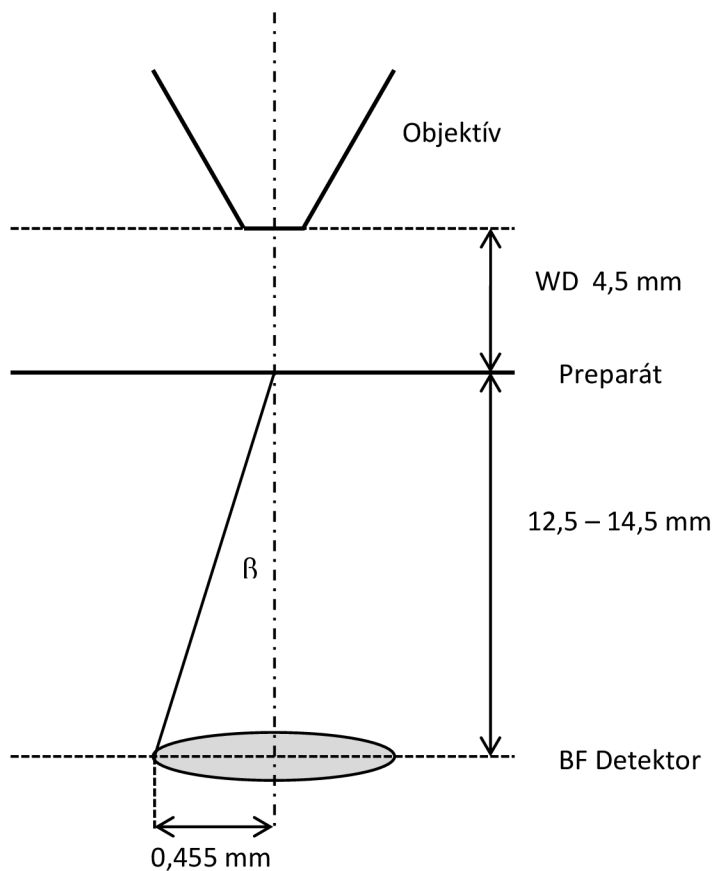


Obr. 2.35 - Výsledok simulácie na vrstve s maximálnou hrúbkou 50 nm – bright-field signál.
Rezy vrstvou sú s krokom 0,1 nm.

V tomto prípade sú výsledky veľmi podobné a dá sa hovoriť o presnosti simulácií. Na druhej strane je nutné zahrnúť faktory ovplyvňujúce výsledky simulácií a tiež reálne nameraných dát. Najdôležitejšie sú najmä tri neznáme – hustota uhlíku, zberný uhol detektoru a skutočná hrúbka uhlíkovej vrstvy stanovená prístrojom. Prvé dve veličiny je možné v simuláciách zahrnúť a určiť ich vplyv na výsledok. Avšak reálna hrúbka vrstvy je stanovená samotným naparovacím prístrojom a je kontrolovaná kryštálom, zabudo-

vaným v prístroji. Nie je známa citlivosť ani presnosť prístroja a preto predpokladáme, že hodnota na prístroji zodpovedá skutočnej hrúbke materiálu.

Hustota uhlíku sa v dokumentácii k prístroju pohybuje od $1,6$ do 2 g/cm^3 . Počas testovania boli simulácie uskutočnené s hustotami $1,6$; $1,8$ a 2 g/cm^3 aby bol zvýraznený efekt zloženia materiálu. Zberný uhol BF detektoru je závislý od geometrie zobrazovacej sústavy, počínajúc objektívom, končiac samotným detektorom. Pri experimente bola pracovná vzdialenosť pevne nastavená na $4,5 \text{ mm}$. Vzdialenosť STEM detektoru od objektívu je podľa technickej dokumentácie 18 mm . STEM detektor je umiestnený na retraktibilnom mechanizme, prebiehajú na ňom konštrukčné a údržbové činnosti preto je nutné brať do úvahy horizontálny pohyb detektoru vzhľadom ku objektívu, ktoré mohli spôsobiť malú zmenu v zbernom uhle BF segmentu STEM detektoru. Vzdialenosť detektoru a objektívu nameraná zaostrením zväzku priamo na STEM detektor v režime SEM bola stanovená na $17 - 19 \text{ mm}$ ($12,5 - 14,5 \text{ mm}$ od preparátu). Ak poznáme polomer použitého BF segmentu na STEM detektore, ktorá je $0,455 \text{ mm}$, je jednoduché dopočítať zberný uhol β . Ten sa pohybuje od asi 32 mrad do 36 mrad . V simulácii boli použité uhly 32 , 34 a 36 mrad .



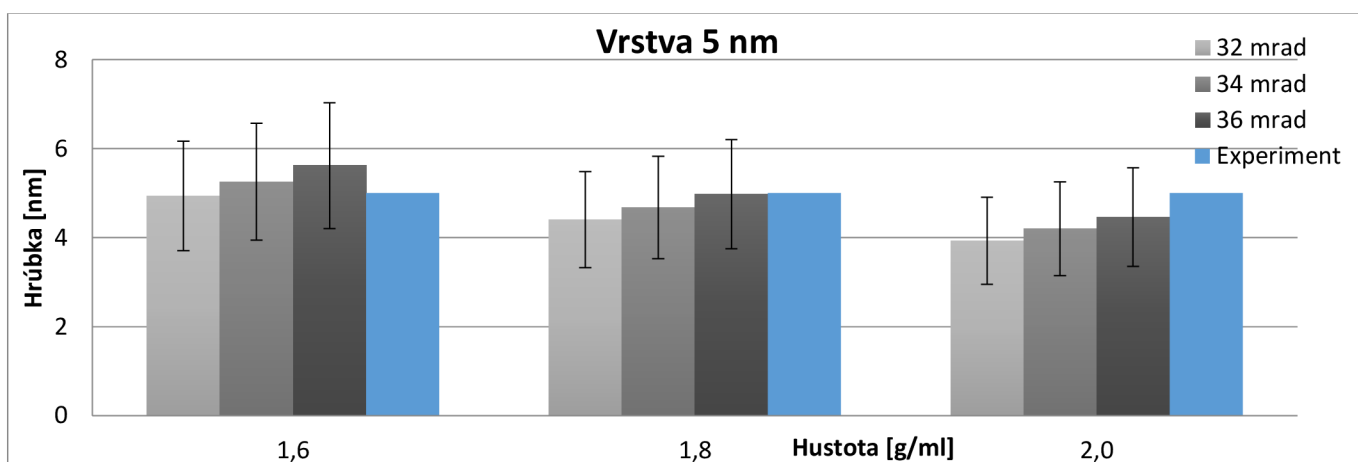
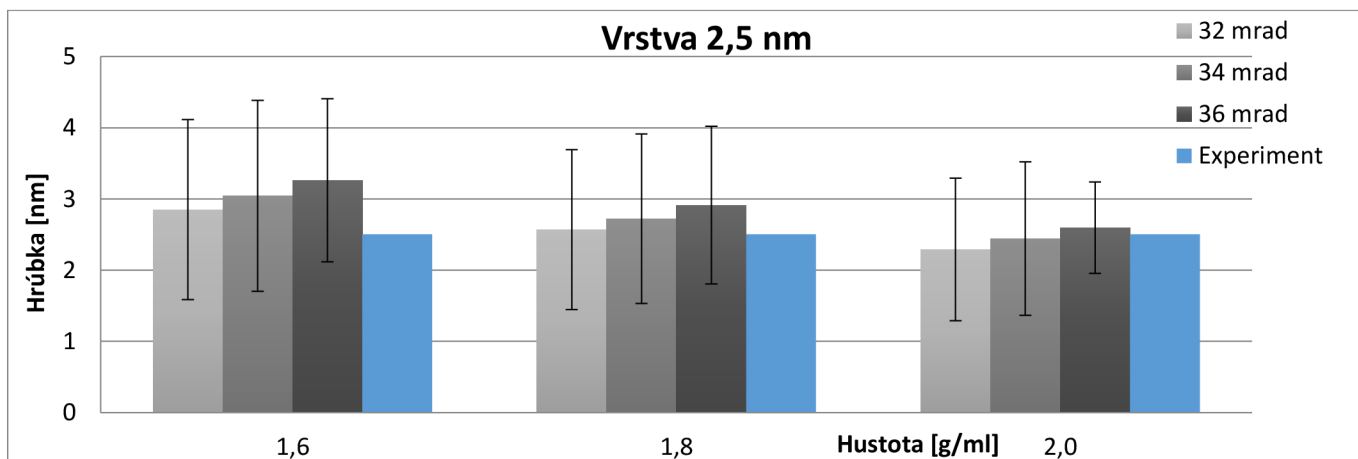
Obr. 2.36 Geometria zobrazovacej sústavy

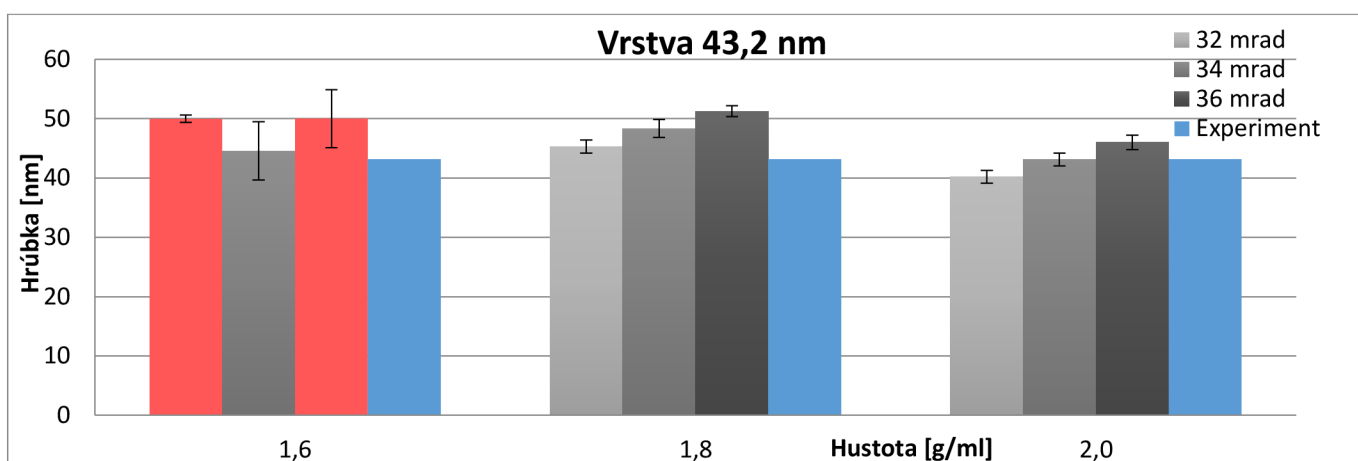
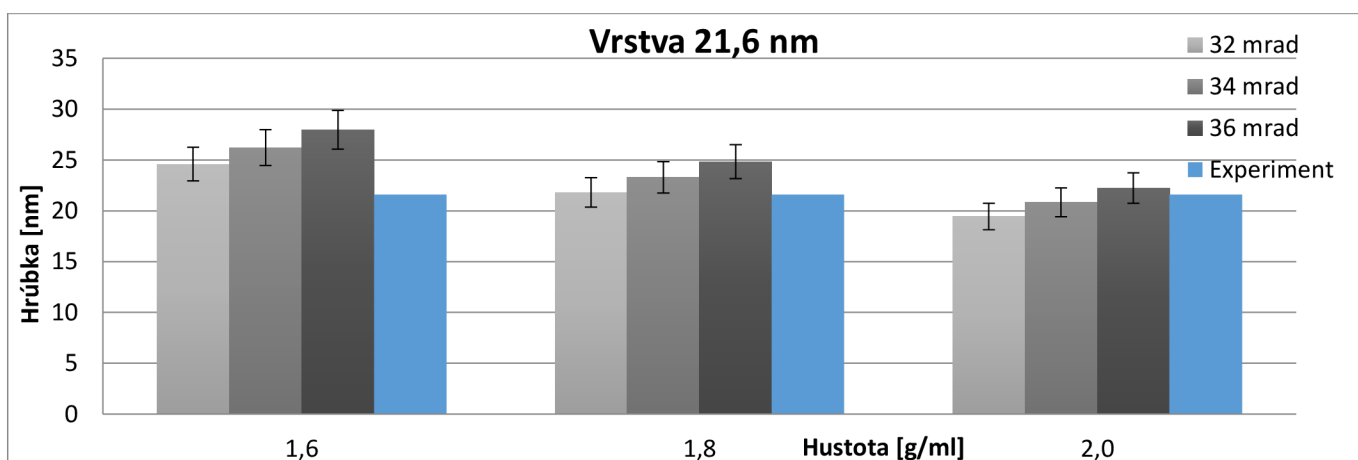
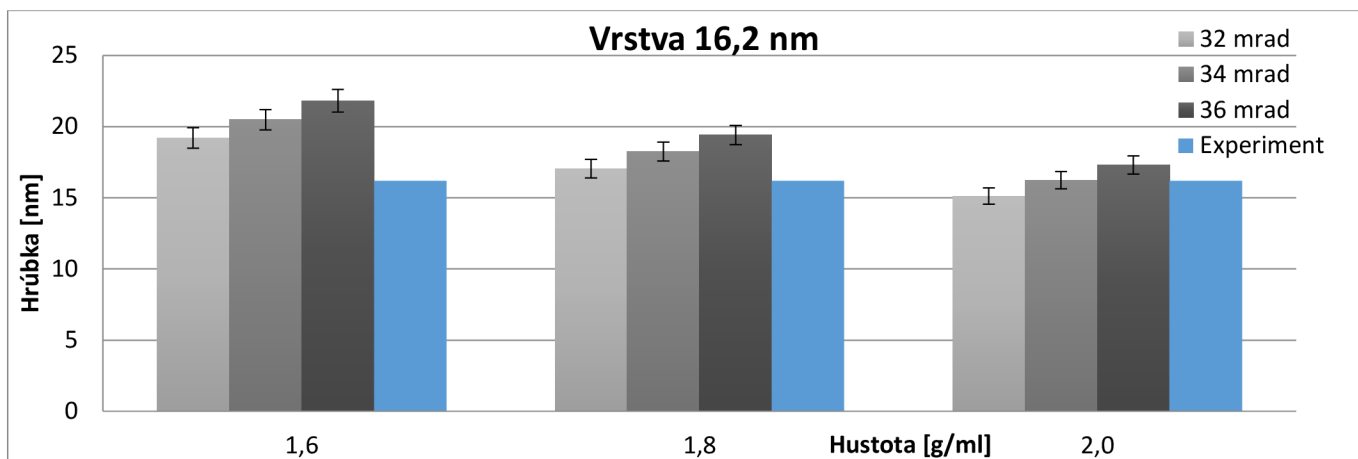
Výsledky simulácií pre uhlík poukazujú na vplyv hustoty a zberného uhlu. Hrúbka bola stanovená najpresnejšie pri hustote 2 g/cm^3 a zbernom uhle 34 mrad .

Hustota [g/ml]	Uhol [mrad]	Hrúbka vrstvy [nm]									
		Priemer	StD	Priemer	StD	Priemer	StD	Priemer	StD	Priemer	StD
1,6	32	2,85	1,27	4,94	1,23	19,21	0,72	24,60	1,65	50,00	0,63
	34	3,04	1,34	5,26	1,32	20,48	0,73	26,22	1,77	44,58	4,90
	36	3,26	1,43	5,62	1,41	21,82	0,79	27,96	1,90	>50	-
1,8	32	2,57	1,12	4,41	1,08	17,05	0,65	21,82	1,45	45,30	1,12
	34	2,72	1,19	4,68	1,15	18,25	0,67	23,28	1,54	48,36	1,51
	36	2,91	1,26	4,98	1,23	19,41	0,68	24,83	1,67	51,26	0,92
2	32	2,29	1,00	3,93	0,98	15,12	0,58	19,44	1,32	40,22	1,09
	34	2,44	1,08	4,20	1,05	16,23	0,61	20,84	1,40	43,13	1,09
	36	2,60	1,15	4,46	1,11	17,31	0,64	22,26	1,49	46,01	1,19
Experiment		2,5	-	5	-	16,2	-	21,6	-	43,2	-

Tab. 2.14 Výsledky simulácie pre amorfný uhlík. V tabuľke je výsledná hrúbka so štandardnou odchýlkou (StD) v závislosti na hustote a zbernom uhle.

V nasledujúcich grafoch sú znázornené výsledky z Tab. 2.14. Pre každú vrstvu je porovnaná simulovaná hrúbka s reálnou v závislosti na zbernom uhle a hustotou uhlíka.





Obr. 2.37 Grafy výsledkov MC simulácií a porovnanie s reálnou hrúbkou vrstiev. (V grafe 43,2 nm pre hustotu 1,6 g/ml a uhol 32 a 36 mrad nebolo možné vypočítať silu vrstvy)

Výsledky nie sú jednoznačné. Na nižších vrstvách je štandardná odchýlka vzhľadom na hrúbku vrstvy pomerne vysoká. Keď sa pozrieme na výsledky a budeme hľadať variantu, ktorá je najpodobnejšia so skutočnými hodnotami, dostaneme sa ku variante s hustotou 2,0 g/cm³ a zberným uhlom 34 mrad. V grafe pre vrstvu 43,2 nm je možné

sledovať chybné dáta. Pri hustote $1,6 \text{ g/cm}^3$ a zbernom uhle 32 a 36 *mrad* vyšiel signál príliš vysoký a z grafu nie je možné odčítať presnú hodnotu hrúbky vrstvy. Vypočítaná sila vrstvy by ale bola určite väčšia než 50 *nm*, čo hovorí o chybnom výsledku.

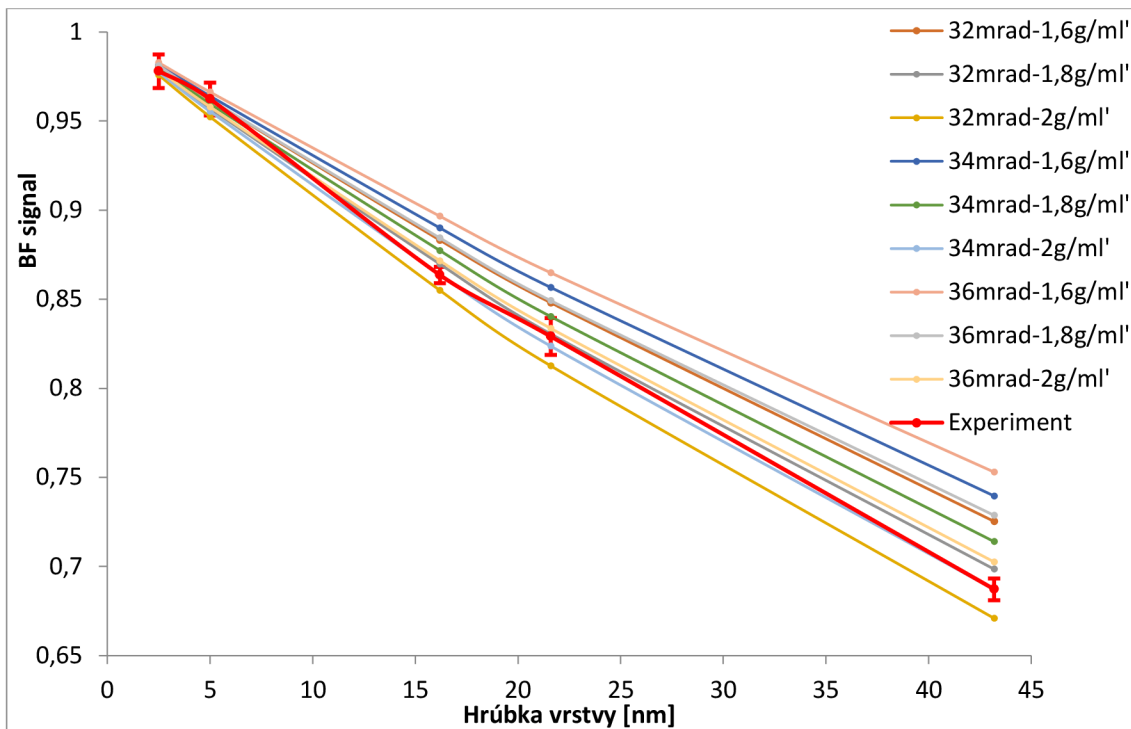
Hrúbka [nm]	Hustota [g/ml]	Zberný uhol [mrad]
2,5	2,0	34
5,0	1,8	36
16,2	2,0	34
21,6	1,8	32
43,2	2,0	34
Konsenzus	2,0	34

Tab. 2.15 - Konsenzus výsledkov- najpodobnejšia varianta simulácií

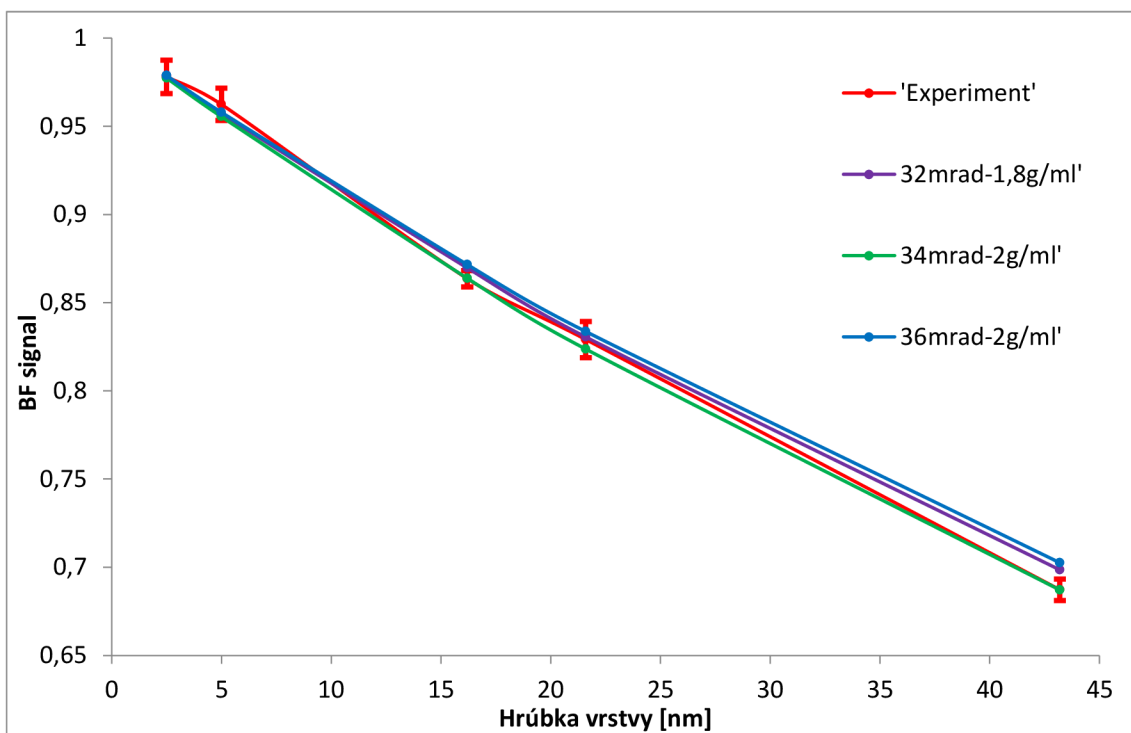
Voľba zberného uhla je významným faktorom ovplyvňujúcim výsledok simulácie. So zvyšujúcim sa zberným uhlom sa zvyšuje veľkosť vrstvy stanovená MC simuláciami. Fyzikálne ide o zväčšenie rozmedzia rozptylových uhlov, ktoré ešte patria do bright-field oblasti. Vyšší uhol znamená viac elektrónov zachytených na detektore, čo v simulácii spôsobí virtuálne zvýšenie hrúbky materiálu. Mierny vplyv je možné sledovať aj u hustoty uhlíka. So zvyšujúcou sa hustotou klesá stanovená hrúbka vrstvy. Vyššia hustota znamená vyšší elektrónový rozptyl, preto dopadá na BF detektor menšia frakcia z celkového počtu elektrónov. Vo výsledkoch sa tento jav vzhľadom na kalibráciu prejaví ako zníženie hrúbky materiálu.

Výsledky je možné reprezentovať aj veľkosťou BF signálu pre rôznu hrúbku materiálu. Na nasledujúcich obrázkoch (Obr. 2.38 a Obr. 2.39) je červenou farbou vyznačený signál získaný analýzou experimentálnych dát. Hodnoty signálu pre konkrétnu hrúbku vrstvy sú spolu so štandardnou odchýlkou získané z Tab. 2.12. Ostatné signály sú získané z MC simulácií, kde každej hrúbke vrstvy odpovedá hodnota BF signálu.

Prvý graf na Obr. 2.38 obsahuje všetky signály získané simuláciami, pre všetky kombinácie hustôt a zberných uhlov. V grafe je možné sledovať rozdiel v sklone experimentálneho a simulovaných signálov. Pri hodnotách nad 5 *nm* sa viaceré simulované signály neprekrývajú s oblasťou obojstrannej štandardnej odchýlky. Avšak pokiaľ podmienky nastavené v MC simuláciách odpovedajú realite, signály ostávajú v úzkej oblasti okolo experimentálneho signálu (Obr. 2.39). Najlepší výsledok bol získaný pre simuláciu so zberným uhlom 34 *mrad* a hustotou 2 g/cm^3 .



Obr. 2.38 Graf BF signálov MC simulácií na hodnotách hrúbky vrstvy v experimente. Červenou je vyznačený signál získaný z experimentu aj s jeho štandardnými odchýlkami.



Obr. 2.39 - Z predchádzajúceho grafu vybrané len krivky odpovedajúce reálnemu signálu z experimentu

Z experimentálnych a simulovaných dát a ich vzájomnej podobnosti je možné usúdiť, že simulácie odpovedajú realite. Podmienky výpočtu však musia pomerne presne odpovedať reálnym hodnotám. Už malá zmena nastavenia zberného uhlu a hustoty preparátu môže spôsobiť odklon od presných výsledkov.

2.5.1 Odchýlka pri stanovení hrúbky vrstvy

Pri hodnotení hrúbky vrstvy sa okrem spomínaných faktorov (hustota, zberný uhol, overenie reálnej hrúbky) vyskytujú aj iné možné skreslenia. Stanovenie signálu získaného z obrázku sa deje výberom homogénnej oblasti z obrázku uhlíkovej vrstvy (príklad Obr. 2.34). Vybraná oblasť v grafe ovplyvní hodnotu výsledného signálu. V Tab. 2.16 je možné vidieť vplyv výberu oblasti na konečný signál.

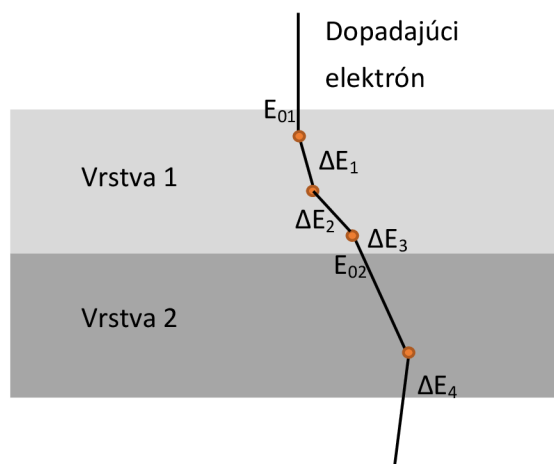
		Veľkosť signálu pre rôzne oblasti záujmu				
Obrázok		24340.tif	24347.tif	24371.tif	24384.tif	24399.tif
Hrúbka [nm]		2,5	5	16,2	21,6	43,2
Oblasť	1	0,9802	0,9768	0,8614	0,8318	0,6833
	2	0,9788	0,9752	0,8605	0,8155	0,6847
	3	0,9804	0,9772	0,8600	0,8286	0,6821
	4	0,9771	0,9761	0,8598	0,8189	0,6851
	5	0,9801	0,9754	0,8610	0,8305	0,6823
	6	0,9799	0,9764	0,8607	0,8273	0,6845
	7	0,9770	0,9764	0,8606	0,8122	0,6841
	8	0,9794	0,9762	0,8614	0,8231	0,6833
	9	0,9787	0,9751	0,8602	0,8230	0,6815
	10	0,9788	0,9760	0,8609	0,8237	0,6840
Priemer		0,9790	0,9761	0,8607	0,8235	0,6835
Št. Odchýlka		0,0012	0,0007	0,0005	0,0064	0,0012

Tab. 2.16 - Hodnotenie odchýlky pri výpočte frakcie nerozptýlených elektrónov. Signál získaný pre obrázok z vybraného miesta obrázku.

Pre každú vrstvu bol vybraný jeden obrázok z ktorého sa frakcia počíta. V každom obrázku bol 10 krát vybraný iný región pre výpočet a z výsledkov bol stanovený priemer a štandardná odchýlka. Odchýlka sa pohybuje v jednotkách percent, čím je možné konštatovať, že výber oblasti nie je rozhodujúcim faktorom chyby pri stanovení hrúbky vrstvy.

2.5.2 Strata energie primárneho elektrónu

Simulácia na viacerých plochých vrstvách a simulácia na vyplnenej kapsli vyžaduje zloženie trajektórií a dát z dvoch rôznych simulácií.



Obr. 2.40 - Simulácia na dvojitej vrstve a straty energie dopadajúceho elektrónu

Zdalo by sa, že po priechode elektrónu prvou vrstvou materiálu, stráca elektrón časť svojej primárnej energie E_{01} . Pri vstupe elektrónu do druhej vrstvy by mala byť uvažovaná strata jeho energie (ΔE_1 až ΔE_3). Simulácia druhej materiálu v poradí by mala byť počítaná pre novú energiu $E_{02} = E_{01} - \text{sum}(\Delta E_{1-3})$. Avšak ako je zrejme z výsledkov simulácií, strata energie pre vyššie energie primárneho zväzku (> 5 keV) je pre zámery budúceho využitia programu zanedbateľná. Pre simuláciu druhej vrstvy materiálu je možné použiť rovnakú energiu ako v prvej vrstve E_{01} . Výsledky simulácií a percentuálny úbytok energie primárneho zväzku sú uvedené v Tab. 2.17.

Energia zväzku [keV]	0,5	1	1,5	4,5	5	5,5	Vrstva
Strata energie [%]	4,87	3,29	2,19	0,50	0,43	0,37	20 nm
	8,96	7,81	5,69	1,30	1,11	0,96	50 nm
	-	9,50	10,13	2,79	2,35	1,99	100 nm
Energia zväzku [keV]	9,5	10	10,5	29,5	30	30,5	Vrstva
Strata energie [%]	0,16	0,15	0,13	0,03	0,03	0,02	20 nm
	0,40	0,37	0,34	0,06	0,06	0,06	50 nm
	0,81	0,76	0,70	0,13	0,12	0,12	100 nm

Tab. 2.17 - Percentuálna strata energie v závislosti na energii primárneho zväzku a hrúbke vrstvy. Použitý materiál je uhlík s hustotou 2 g/ml.

Z analýzy vyplýva, že strata energie elektrónu pre nízke energie primárneho zväzku (< 2 keV) je aj pre tenké vrstvy výrazná (5 – 10 %). Skutočnosť, že simulácie na

nízkyh energiách nie sú presné bola známa už pri návrhu algoritmu. Fyzikálny model použitý pre simulácie funguje pre ľahšie (biologické) prvky a vyššie energie ($>5 \text{ keV}$). Jeho budúce využitie bude zamerané práve na tento druh výpočtov.

ZÁVER

Pochopenie teórie elektrónového rozptylu a Monte Carlo simulácií, bolo kľúčovým faktorom pre následnú orientáciu v problematike. Detailné porozumenie simulačného algoritmu, ktorý bol navrhnutý Reicheltom a Engelmom [12] a aplikovaný do prostredia MATLAB vedúcim práce, bolo časovo najnáročnejšou úlohou. Algoritmus slúži na výpočet elektrónového rozptylu pre materiál a parametre zväzku zadané užívateľom. Výstupom sú informácie o povahe rozptylu a jeho vlastnosti pre každý jeden simulovaný elektrón na nekonečnej vrstve.

Prvá časť práce zahŕňa stručný popis STEM systému, pre ktorý sú simulácie určené. Okrem toho bol popísaný matematicko-fyzikálny princíp pružného, nepružného a viacnásobného rozptylu elektrónov a tiež typ vznikajúcich častíc.

Ďalšou úlohou v rámci diplomovej práce bol návrh nadstavby algoritmu, kvantifikujúci elektrónový rozptyl na objektoch s rôzne definovaným tvarom a rozmermi. Konkrétne ide o objekty v tvare hrany, gule a dutej kapsule. Okrem spomínaných objektov bol výpočet navrhnutý aj pre vrstvu zloženú z viacerých materiálov a vyplnenú kapsulu. Dôraz je kladený na zmenšujúcu sa vzdialenosť miesta dopadu primárneho zväzku a hrany objektu, kedy nastávajú významné efekty v detegovanom signáli. Zmena výstupného signálu je jedinečná pre každý typ objektu a je pozorovateľná pri zobrazovaní vo svetlom aj tmavom poli. Navrhnuté simulačné algoritmy boli vo forme výpočtových funkcií implementované v prostredí MATLAB.

Vstupom algoritmov sú parametre materiálu a objektu. Algoritmus prepočítava polohu elektrónu a náklon jeho trajektórie vzhľadom na vlastnosti primárneho zväzku. Pre každý elektrón sú počítané polohy kolízií, uhly rozptylu, úbytok energie a súradnice výstupu z objektu v 3D priestore. Na základe týchto veličín je kvantifikovaný výstupný signál. Veľkosti BF, DF alebo HAADF signálu závisia na tvare objektu. Najzaujímavejší vplyv má prítomnosť hrany objektu.

Simulácie na objektoch boli overené pomocou analýzy vrstiev. Z výsledkov analýzy bolo možné vyjadriť signál nezahrňujúci tvar štruktúry pre daný materiál. V prípade simulácie na hrane vrstvy, guli a zloženej vrstve je výsledný signál blízky očakávanému. Výsledky simulácií na vyplnenej kapsli obsahujú mierny artefakt spojený z prechodom medzi materiálmi. Simulácie na dutej kapsli nedopadli príliš presne. Výstup algoritmu sa výrazne líši od očakávaného výsledku.

Funkčnosť simulácií bola overená experimentálne. Pri pokuse boli použité vrstvy amorfného uhlíka. Vrstvy s hrúbkou od $2,5 \text{ nm}$ až po $43,2 \text{ nm}$ boli zobrazené vo svetlom

poli. Na základe kalibrácie obrazu, bola vyhodnotená dávka a z nej prepočítaná veľkosť signálu, dopadajúceho na BF segment detektoru. Výsledok reálneho experimentu a signály zo simulácií boli porovnané. Výsledky simulácií odpovedajú skutočným signálom. Experiment poukázal na citlivosť simulácií, kde malá zmena zberného uhla alebo hustoty preparátu, spôsobí výraznú zmenu v detegovanom signáli.

Na záver bola overená skutočnosť že pri simulácií na zloženej vrstve alebo vyplnenej kapsli, je možné zanedbávať stratu energie v predchádzajúcej vrstve. Použitý fyzikálny model je presný pre vyššie energie primárneho zväzku (viac ako 5 keV) a malé hustoty preparátu. Model je určený pre simulácie na biologických vzorkách, ktoré majú z pravidla malú hustotu a obsahujú ľahké prvky.

Simulácie na zadaných objektoch môžu byť v biomedicínskych aplikáciách využité napríklad pri návrhu kapsulovaných, polymérne balených liečiv. Simulácie sú vhodným nástrojom pri vyšetovaní možných vlastností biologických vzoriek, ktoré sú často nákladné a náročné na prípravu. Funkčnosť výpočtov by bolo vhodné testovať na reálnej kapsli, guli alebo zloženej vrstve.

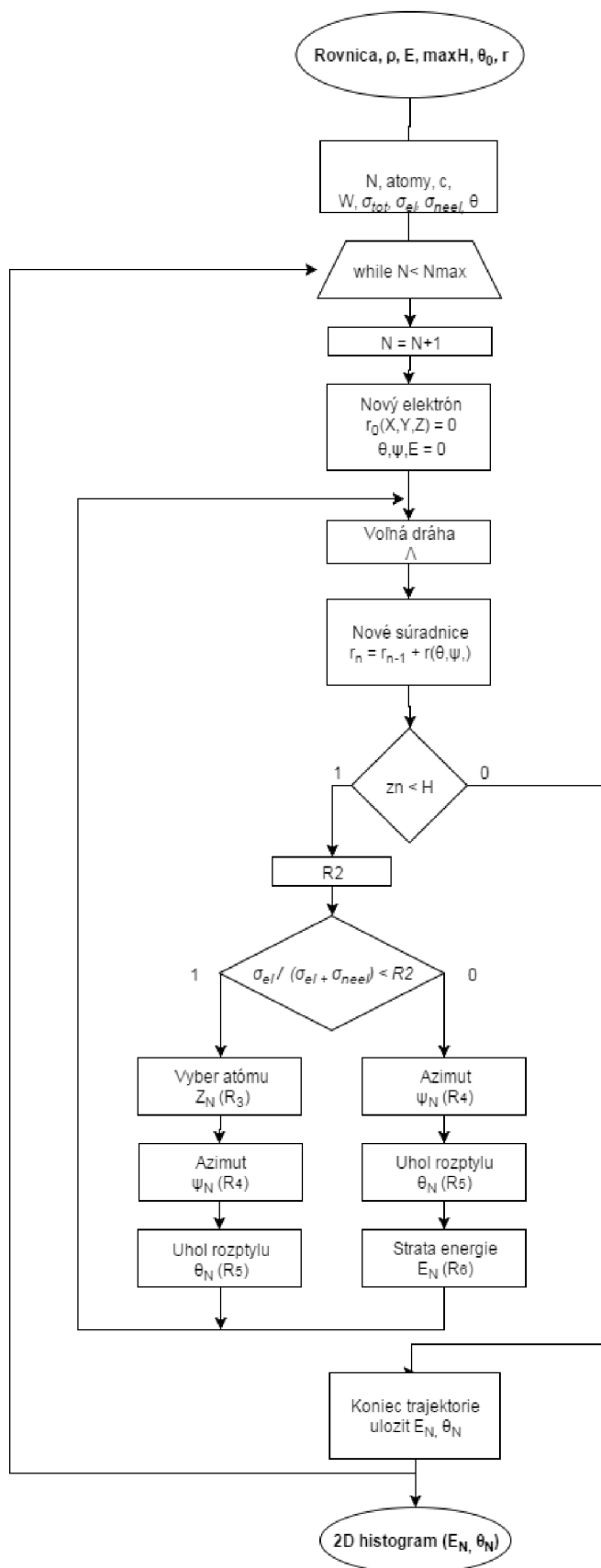
LITERATURA

- [1] ALAM, M. K. a A. NOJEH. Monte Carlo simulation of electron scattering and secondary electron emission in individual multiwalled carbon nanotubes: A discrete-energy-loss approach. *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures*[online]. 2011, **29**(4): 041803- [cit. 2016-01-04]. DOI: 10.1116/1.3605300. ISSN 10711023. Dostupné z: <http://scitation.aip.org/content/avs/journal/jvstb/29/4/10.1116/1.3605300>
- [2] BUSLENKO, Nikolaj Pantelejmonovič a Julij Anatoljevič ŠREJDER. *Stochastické početní metody: metody Monte Carlo*. 1. vyd. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1965, 195 s. Řada teoretické literatury.
- [3] DRÍMAL, Jiří a David TRUNEC. *Úvod do metody Monte-Carlo*. 1. vyd. Brno: Masarykova univerzita, 1989, 122 s. ISBN 80-210-0022-8.
- [4] EGERTON, Ray. *Physical principles of electron microscopy: an introduction to TEM, SEM, and AEM*. New York, NY: Springer, c2005, s. 27-55. ISBN 0387258000
- [5] JOY, David. An introduction to monte carlo simulations. *Scanning Microscopy*. 1991, **1**(5): 329-337.
- [6] MASON, Edited by W.T. Fluorescent and luminescent probes for biological activity a practical guide to technology for quantitative real-time analysis. 2nd ed. San Diego, Calif: Academic Press, 1999, s. 303-310. ISBN 9780080531779.
- [7] MÜLLER, Shirley A. a Andreas ENGEL. *Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM)* [online]. 2009 [cit. 3.1.2014]. Dostupné z: http://download.nccr-nano.org/study/lectures/archive/nano3_fs09/nano3/STEM1.pdf
- [8] NAVRÁTIL, Leoš a Jozef ROSINA. *Medicínská biofyzika*. Vyd. 1. Praha: Grada, 2005, 524 s. ISBN 80-247-1152-4.
- [9] PENNYCOOK, Stephen J. a Peter D. NELLIST. *Scanning transmission electron microscopy: imaging and analysis*. 1., st Edition. New York: Springer, 2010, s. 91-115. ISBN 9781441971999.
- [10] PFAFF, M., E. MÜLLER, M. F. G. KLEIN, A. COLSMANN, U. LEMMER, V. KRZY-ZANEK, R. REICHELDT a D. GERTHSEN. Low-energy electron scattering in carbon-based materials analyzed by scanning transmission electron microscopy and its application to sample thickness determination. *Journal of Microscopy* [online]. 2011, **243**(1): 31-39 [cit. 2016-01-04]. DOI: 10.1111/j.1365-2818.2010.03475.x. ISSN 00222720. Dostupné z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1365-2818.2010.03475.x>

- [11] POWELL, C. J. a A. JABLONSKI. Evaluation of electron inelastic mean free paths for selected elements and compounds. *Surface and Interface Analysis* [online]. 2000, roč. 29, č. 2, s. 108–114. ISSN 01422421.
- [12] REICHEL, R. a A. ENGEL. Monte Carlo calculations of elastic and inelastic electron scattering in biological and plastic materials. *Ultramicroscopy* [online]. 1984, **13**(3): 279–293 [cit. 2015-12-07]. DOI: 10.1016/0304-3991(84)90206-7. ISSN 03043991. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0304399184902067>
- [13] REIMER, Ludwig a H KOHL. *Transmission electron microscopy: physics of image formation*. 5th ed. New York, NY: Springer, c2008, xvi, 587 p. ISBN 9780387400938.
- [14] REIMER, Ludwig. *Scanning Electron Microscopy Physics of Image Formation and Microanalysis*. Second Completely Revised and Updated Edition. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1998. ISBN 9783540389675.
- [15] SALVAT, Francesc, Aleksander JABLONSKI a Cedric J. POWELL. Elsepa—Dirac partial-wave calculation of elastic scattering of electrons and positrons by atoms, positive ions and molecules. *Computer Physics Communications* [online]. 2005, **165**(2): 157–190 [cit. 2016-01-02]. DOI: 10.1016/j.cpc.2004.09.006. ISSN 00104655. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0010465504004795>
- [16] SOUSA, A. A., M. F. HOHMANN-MARRIOTT, G. ZHANG a R. D. LEAPMAN. Monte Carlo electron-trajectory simulations in bright-field and dark-field STEM: Implications for tomography of thick biological sections. *Ultramicroscopy* [online]. 2009, roč. 109, č. 3, s. 213–221. ISSN 03043991. Dostupné z: doi:10.1016/j.ultramic.2008.10.005
- [17] STARY, V. Applications of Monte Carlo Method in Science and Engineering. *Applications of Monte Carlo Method in Science and Engineering* [online]. 2011, s. 195–230. Dostupné z: doi:10.5772/1954
- [18] VIRIUS, Miroslav. *Aplikace matematické statistiky: metoda Monte Carlo*. Vyd. 3. Praha: České vysoké učení technické, 1998, 168 s. ISBN 80-01-01779-6.
- [19] WILLIAMS, David B. a Barry C. CARTER. *Transmission electron microscopy: a textbook for materials science*. 2nd ed. New York: Springer, 2008, s. 23–38. Wilson and Wilson's Comprehensive Analytical Chemistry. ISBN 9780387765006.
- [20] WILLIAMS, David Bernard a C CARTER. *Transmission electron microscopy: a textbook for materials science*. 2nd ed. New York: Springer, 2009, lxii, 760 s. ISBN 978-0-387-76500-6.

PRÍLOHA 1

Vývojový diagram simulačného algoritmu.



PRÍLOHA 2

Príklad zostavenia algoritmu pre výpočet rozptylu na kapsli - vývojový diagram.

