

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ

FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND COMMUNICATION

ÚSTAV ELEKTROTECHNOLOGIE

DEPARTMENT OF ELECTRICAL AND ELECTRONIC TECHNOLOGY

ANALÝZY ČERPÁNÍ V EXPERIMENTÁLNÍ KOMOŘE PRO ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP POMOCÍ SYSTÉMU ANSYS

PUMPING ANALYSIS IN THE EXPERIMENTAL CHAMBER FOR ELECTRON MICROSCOPE USING ANSYS SYSTEM

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE AUTHOR Petra Klusáčková

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR

doc. Ing. Jiří Maxa, Ph.D.

BRNO 2019



Bakalářská práce

bakalářský studijní obor Mikroelektronika a technologie Ústav elektrotechnologie

Studentka: Petra Klusáčková Ročník: 3 *ID:* 186111 *Akademický rok:* 2018/19

NÁZEV TÉMATU:

Analýzy čerpání v experimentální komoře pro elektronový mikroskop pomocí systému ANSYS

POKYNY PRO VYPRACOVÁNÍ:

Seznamte se se systémem Ansys. Namodelujte v systému SolidWorks 3D objemový model experimentální komory a proveďte matematicko-fyzikální analýzu proudění při čerpání dané komory. Vyhodnoťte rozložení tlaku, teploty a rychlosti proudění v ose primárního svazku a na vybraných stěnách komory, na kterých budou umístěny teplotní a tlakové sondy. Výsledky budou použity jako podklad pro volbu sond a očekávaná měření připravovaného experimentu. V daném smyslu proveďte vyhodnocení matematicko-fyzikální analýzy.

DOPORUČENÁ LITERATURA:

Podle pokynů vedoucího práce.

Termín zadání: 4.2.2019

Termín odevzdání: 30.5.2019

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

doc. Ing. Jiří Háze, Ph.D. předseda oborové rady

UPOZORNĚNÍ:

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

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

ABSTRAKT

Bakalářská práce se zabývá problematikou čerpání v diferenciálně čerpané komoře environmentálního elektronového mikroskopu.

V teoretické části je popsána mikroskopie obecně. Poté se práce zabývá konkrétně environmentální rastrovací elektronovou mikroskopií s problematikou jejího vakuového systému, výpočetními programy a studií, ze které práce vychází.

V praktické části jsou provedeny a vyhodnoceny simulace čerpání v experimentální komoře pomocí systému Ansys Fluent.

KLÍČOVÁ SLOVA

Elektronová mikroskopie, environmentální rastrovací elektronový mikroskop, Ansys Fluent, diferenciálně čerpaná komora

ABSTRACT

The thesis is focused on issue of pumping in the differential pumped chambre of an environmental scanning microcope.

In the theoretical part, there are presented microscopy as science. Afterwards the thesis is focused on environmental scanning electron microscopy and its problem and vakuum system, computer program used for preparation of simulation and study that the experimental part is based on.

The experimental part contains the results of gas flow in the differential pumped chambre. The problematics were solved by Ansys Fluent system.

KEY WORDS

Electron microscopy, Environmental scanning electron microscope, Ansys Fluent, Differentially pumped chamber

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

KLUSÁČKOVÁ, Petra. Analýzy čerpání v experimentální komoře pro elektronový mikroskop pomocí systému ANSYS. Brno, 2019. Dostupné také z: <u>https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/119708</u>. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, Ústav elektrotechnologie. Vedoucí práce doc. Ing. Jiří Maxa, Ph.D.

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu bakalářské práce doc. Ing. Jiřímu Maxovi, Ph.D. za trpělivost, ochotu pomoci, výbornou komunikaci a další cenné rády při zpracování bakalářské práce.

V Brně dne 30.5.2019

.....

(podpis autora)

OBSAH

ABSTRAKT		3
KLÍČOVÁ S	LOVA	3
ABSTRACT		3
KEY WORD	S	3
BIBLIOGRA	FICKÁ CITACE	4
ORSAH		6
ÚVOD		0
UVOD		8
1ELEKTE	XONOVÁ MIKROSKOPIE	9
1.1	Historie elektronové mikroskopie	9
1.2	Princip mikroskopu	10
1.3	Rozdělení mikroskopů	10
1.3.	1 Transmisní elektronový mikroskop (TEM)	11
1.3.	2 Rastrovací elektronový mikroskop (SEM)	13
2ENVIRO	NMENTÁLNÍ ELEKTONOVÁ MIKROSKOPIE	15
2.1	Principy a metodika	15
2.2	Vakuový systém environmentálního elektronového mikroskopu	15
3 KRITIC	KÉ PROUDĚNÍ	17
4DANILA	TOS, STATISTICKÁ METODA MONTE CARLO	18
4.1	Dr. Danilatos	18
4.2	Metoda Monte Carlo	18
5MECHA	NIKA KONTINUA	19
5.1	Mechanika kontinua	19
5.2	Reynoldsovy rovnice	19
6 SROVNA	ÁNÍ METOD MONTE CARLO A MECHANIKY KONTINUA	21
7SYSTÉN	IY VYUŽITÉ PŘI ŘEŠENÍ PROBLÉMU	23
7.1	Ansys Fluent	23
7.2	Solidworks	23

8EXPERIMENTÁLNÍ KOMORA 9VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ		25
		28
9.1	Grafické rozložení jednotlivých fyzikálních veličin	
9.2	Výsledky simulací v ose primárního svazku	
9.3	Výsledky simulací na povrchu clonky	
9.4	Výsledky simulací na stěně komory	
9.5	Nadstavba	
9.6	Shrnutí výsledků	
10ZÁVĚR		43
LITERATURA		44

ÚVOD

Lidé již od pradávna rádi pozorovali a zkoumali okolní svět. V dnešní době již máme takové technologie a technické možnosti, které byly v minulosti nedostupné. To nás vede ke snaze hlouběji porozumět i struktuře různých předmětů. Nejprve k tomuto poznání sloužily optické mikroskopy, díky kterým jsme měli přiblížený obraz pozorovaného vzorku, dnes ale máme i mikroskopy elektronické, které nám poskytnou i informace o struktuře vzorku. Nevýhodou elektronových mikroskopů je ovšem to, že vzorky se musí speciálně připravovat, což vede k problémům s "reálným" pozorováním biologických vzorků, které jsou ve vakuu vysušeny a proto se pracuje na vývoji environmentálního elektronového mikroskopu, kde budou takové vzorky v přirozenějším prostředí.

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

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

Výpočetní model environmentálního elektronového mikroskopu je vytvořen v programu Solidworks, kterému, stejně tak jako simulačnímu programu ANSYS Fluent, je též věnována teoretická kapitola.

Cílem praktické části je provést a vyhodnotit simulace matematicko-fyzikálních podmínek, přesněji tlaku, teploty a rychlosti, při čerpání diferenciálně čerpané komory environmentálního elektronového mikroskopu. Výsledky těchto simulací poslouží jako podklad pro volbu sond a očekávaná měření pro připravovaný experiment. V práci je také zkoumán vliv tvaru použité clonky na průběhy zkoumaných fyzikálních veličin.

1 ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE

Elektronová mikroskopie umožňuje studium mikrostruktury zkoumaných objektů. Struktura je zkoumána pomocí elektronového svazku, který je fokusován magnetickým polem, nebo elektromagnetickým polem. Elektronovou mikroskopií je možné pozorovat povrch materiálu, jeho struktura a také je možné udělat jeho prvkovou analýzu [1].

1.1 Historie elektronové mikroskopie

K průlomu, který vedl k vynálezu elektronového mikroskopu došlo v roce 1897, kdy J.J Thompson objevil elektron. V roce 1925, pak došlo k dalšímu důležitému objevu, když Luis de Broglie tvrdil, že rychle letící částice mají nejen korpuskulární, ale i vlnový charakter jako např. viditelné světlo. Pro objevení elektronového mikroskopu bylo ale za potřebí mnoha dalších poznatků a objevů různých badatelů a vědců [1].

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

Ruska-Knoll Microscope



1906–1988



1897-**1961**



Obrázek 1 První mikroskop zkonstruovaný Knollem a Ruskou v roce 1930 [18]

1.2 Princip mikroskopu

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

Mikroskopy dělíme na elektronové nebo optické podle tzv. mezní rozlišovací schopnosti, která je úměrná vlnové délce záření využíváné daným typem mikroskopu a je tedy jednou z hlavních charakteristik mikroskopů. [1].

1.3 Rozdělení mikroskopů

Podle metody zobrazování dělíme mikroskopy na optické a elektronové. Princip obou dvou typů je podobný. Optický mikroskop tvoří optická část, která zajistí vznik a promítnutí obrazu, mechanická část a tubus, který chrání optickou část. Základem optické části jsou čočky, které tvoří objektiv a okulár. U elektronového mikroskopu jsou místo optických čoček použity čočky elektromagnetické a místo fotonů se pro zkoumání objektu využívá elektronů [2].

Rozlišení optického mikroskopu je ovlivněno vlnovou délkou použitého světelného záření a při použití kvalitní optiky je možné dosáhnout hodnoty zvětšení až 1 500x. U elektronových mikroskopů můžeme dosáhnout hodnot zvětšení až 1 000 000x. Je to dáno tím, že vlnové délky urychlených elektronů jsou mnohem nižší než je hodnota vlnové délky fotonu a tím můžeme dosáhnout větší rozlišovací schopnosti [2].

Elektronové mikroskopy podle využití elektronového svazku můžeme rozdělit na dva základní druhy, které můžeme vidět na obrázku č. 2. Prvním z nich je transmisní elektronový mikroskop (TEM – z angl. transmission electron microscope), kde se využívá elektronů, které projdou vzorkem a poskytují informaci o vnitřní struktuře vzorku. Druhým typem je rastrovací elektronový mikroskop (SEM - z angl. Scanning electron microscope), u kterého je využíváno elektronů odražených od povrchu a slouží ke zkoumání povrchu vzorku [2].



Obrázek 2 Schématické znázornění elektronových mikroskopů [6]

1.3.1 Transmisní elektronový mikroskop (TEM)

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

TEM je velice podobný světelnému mikroskopu. Světelný zdroj je zde nahrazen elektronovým dělem, místo skleněných čoček jsou zde čočky elektromagnetické zde a okulár nahrazuje fluorescenční stínítko. Ohnisková vzdálenost u elektromagnetických čoček lze nastavit velikostí proudu procházejícího cívkou. TEM pro svou činnost vyžaduje vakuum. Je to z toho důvodu, aby v prostoru, ve kterém procházejí elektrony, nemohlo dojít ke kontaminaci tubusu a vzorku molekulami vzduchu a také proto, že elektron by byl ve vzduchu absorbován. Výsledný obraz zkoumaného předmětu můžeme pozorovat pomocí fluorescenčního stínítka přes okno v projekční komoře, nebo pomocí CCD kamery [3].

Výhodou TEM je velké zvětšení, až stotisícinásobné. Je ale potřeba vzorek speciálně připravit. Tloušťka pozorovaného vzorku může být v závislosti na materiálu a energii elektronů 0,1 až 5 µm. Jeho průměr musí být uzpůsoben držáku vzorku a musí také být zbaven veškeré vody [4].

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



Obrázek 3: Zjednodušené schéma transmisního elektronového mikroskopu a jeho porovnání se světelným elektronovým mikroskopem [19]

Zkoumaný vzorek je do mikroskopu vkládán ve formě tenké folie ozařované elektrony. Při dopadu elektronů na pozorovaný vzorek dochází k více druhům interakcí. Většina elektronů projde vzorkem. Tyto prošlé elektrony interagují se vzorkem buď pružně či nepružně. V případě pružné interakce si se vzorkem vymění minimální kinetickou energii a dojde pouze ke změně směru letícího elektronu s tím, že toto odchýlení od původního směru je tím větší, čím blíže kolem jádra atomu elektron prolétne. U nepružných interakcí dochází k elektronovým excitacím vlivem nepružně interagujících elektronů, jejich energie se výrazně snižuje a dochází i ke změně vlnové délky, což má za následek zhoršení chromatické aberace [4].

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

vychýlené elektrony detekují na fluorescenčním stínítku, popřípadě na CCD kameře [4].

Na stínítku můžeme pozorovat obraz, který je tvořen pouze částí elektronů. Příliš vychýlené elektrony jsou zachyceny clonou objektivu a následně jsou vyřazeny. Fázový kontrast je způsoben elektrony, které jsou vychýleny pod různými úhly, což má za následek různé stupně šedi na zobrazení zkoumaného vzorku. Trvalý záznam vzorku, který může být zaznamenán na fotografický materiál, nebo v digitální formě pomocí CCD (SSC) kamery [4].

1.3.2 Rastrovací elektronový mikroskop (SEM)

Rastrovací elektronový mikroskop se využívá pro pozorování povrchu zkoumaného objektu. Je využíván zejména pro sledování struktur pevných látek. I u tohoto typu elektronového mikroskopu je zapotřebí vakuum. Vzorky připravené pro pozorování pomocí SEM nemusí být tak tenké jako je zapotřebí u TEM, jejich velikost je omezena velikostí vakuové komory. Do určité míry můžeme také pozorovat analogii SEM a optického mikroskopu s dopadajícím světlem, ale s rozdílem ve vytvoření výsledného obrazu [5].

Při zkoumání vzorku pomocí SEM dopadá tenký svazek elektronů na povrch vzorku. Díky vychylovací soustavě se elektronový svazek postupně posouvá na všechna místa vzorku. Po dopadu svazku elektronů o vysoké energii se některé z nich odrazí, případně může dojít k emisi sekundárních elektronů z povrchu vzorku. Vyhodnocením odražených a emitovaných elektronů se poté zobrazí požadovaná struktura na monitoru [6].

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



Obrázek 4 Rastrovací elektronový mikroskop

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

2 ENVIRONMENTÁLNÍ ELEKTONOVÁ MIKROSKOPIE

2.1 Principy a metodika

Environmentální rastrovací elektronová mikroskopie (ESEM) umožňuje pozorování vlhkých vzorků a izolantů, které není nutno nijak speciálně připravovat, takže na rozdíl od konvenčních SEM, které pracují ve vakuu, můžeme zkoumat prakticky jakékoli vzorky za jakýchkoli plynných podmínek. To je umožněno oddělením prostoru komory vzorku a tubusu systémem diferenciálního čerpání a speciálního dvojitého párového scintilačního detektoru zpětně odražených elektronů. V Takto realizovaný je mikroskop AQUASEM. Při provádění experimentů s elektricky nevodivými vzorky se potvrdilo, že při tlacích v komoře vzorku vyšších než 100 Pa dochází k odstranění tzv. nabíjecího jevu, který by u klasického SEM bez speciální úpravy vzorku pozorování znemožnil [7].

2.2 Vakuový systém environmentálního elektronového mikroskopu

Studium vzorku v komoře při tlaku do 2000 Pa je umožněno díky vakuovému mikroskopu systému environmentálního rastrovacího elektronového (ESEM). zobrazeného na obrázku č. 5, kde RV značí rotační vývěvy, DF vývěvu difúzní, V1-V4 vakuové jehly, JV jehlový ventil a C1 s C2 tlak omezující clony. V tubusu ESEM je ovšem potřeba velmi vysoké vakuum a to až 10⁻⁹ Pa při použití autoemisních trysek. Pokud by v tubusu byl vyšší tlak, nebyla by umožněna správná funkce trysek. Při vytváření primárního svazku elektronů by mohl nastat minimální rozptyl tohoto svazku. Vytváření vakua v tubusu je realizováno předčerpáním rotační vývěvou na úroveň vakua stanovenou požadavky na úroveň vakua, poté dochází k následnému čerpání difúzní vývěvou, kde se dosažený tlak v tubusu pohybuje řádově 10⁻⁷ Pa a nakonec je použita turbomolekulární vývěva, díky které můžeme dosáhnout tlaku v tubusu řádově 10⁻⁹ Pa [7][8].



Obrázek 5 Zjednodušené schéma vakuové soustavy ESEM [7]

Pro udržení velkého rozdílu tlaků mezi komorou a tubusem je zavedena diferenciální komora, která je čerpána samostatnou vývěvou a vytváří plynulý přechod mezi oblastmi s rozdílnými pracovními tlaky. Čerpání diferenciální komory se provádí rotační nebo turbomolekulární vývěvou [9].

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

3 KRITICKÉ PROUDĚNÍ

Vzhledem ke konstrukci environmentálního elektronového mikroskopu, která je charakteristická oblastmi oddělenými malou clonkou s velkými tlakovými spády, musíme uvažovat tzv. kritické proudění. Jedná se o zvláštní fyzikální jev proudění vznikající za clonou oddělující dvě oblasti s velmi výrazným tlakovým spádem. Ve clonce dochází k rychlému proudění. Rychlost proudění ve clonce vzrůstá úměrně rozdílu tlaků na obou stranách clonky, ovšem jen do chvíle, kdy rychlost proudění dosáhne hodnoty 1Mach. V tento moment dochází k tzv. kritickému proudění, kdy rychlost proudění ve clonce nenabyde hodnoty větší než 1 Mach a to ani při dalším zvyšování rozdílu tlaků na obou stranách clonky. Stejně tak platí, že není možné, aby clonkou prošlo větší množství plynu za jednotku času, než je množství, které clonkou prochází v momentě, kdy se rychlost plynu procházejícího clonkou rovná hodnotě 1 Mach [16].

Za clonkou pak vzniká nadzvukové proudění, ovšem s jistou oblastní sníženého tlaku. Ta vzniká z důvodu, že clonkou nemůže projít větší množství plynu, než jaké clonkou projde při rychlosti odpovídající rychlosti zvuku. V oblasti, kde rychlost proudícího plynu klesá pod hodnotu rychlosti zvuku, vzniká rázová vlna – je to velmi tenká oblast, ve které je zvýšená hustota plynu.

Na obrázku č. 11 jsou Schlierenovy obrázky získané metodou optického lomu, na kterých lze vidět, že za clonou tedy vzniká oblast nadzvukového proudění se sníženým tlakem, znázorněná světlejší barvou, která končí v místě, kde dochází k rázové vlně. Ta je zobrazena úzkou tmavou oblastí vyšší hustoty plynu. Jedná se o obrázky proudícího toku z osově symetrické zužující se trysky. V prvních dvou případech se jedná o slabé expanze, zbývající dva případy znázorňuji expanzi silnou [16] [17].



Obrázek 6 Kritické proudění [16]

4 DANILATOS, STATISTICKÁ METODA MONTE CARLO

4.1 Dr. Danilátos

Gerasimos D. Danilátos je řecko-australský fyzik a průkopník v oblasti environmentální elektronové mikroskopie. Narodil se roku 1946 v řecké Cefalonii. V důsledku zemětřesení se jeho rodina přestěhovala do Patrasu, kde žil až do dostudování střední školy. Získal fyzikální titul na Národní a Kapodistrianské univerzitě v Aténách. Poté v roce 1972 emigroval do Austrálie, kde za práci o Dynamických mechanických vlastnostech keratinových vláken, kterou dokončil v lednu roku 1978 na University od New Wales, získal titul Ph.D. Na téže univerzitě poté jako vědec vyvinul Environmentální skenovací elektronový mikroskop (ESEM) [10].

Dr. Danilátos pro své matematické studie pojednávající o proudění plynu při čerpání vakuových komor používá metodu Monte Carlo.

4.2 Metoda Monte Carlo

Monte Carlo je numerická metoda založená na vztahu mezi pravděpodobností různých charakteristik náhodných procesů a proměnných, které jsou řešením dané úlohy. Základní myšlenkou této metody je určit střední hodnotu veličiny, která je výsledkem náhodného děje. Vytvoří se počítačový model tohoto děje a po proběhnutí dostatečného množství simulací se mohou data zpracovat klasickými statistickými metodami[20].

Přesnost a efektivnost celého výpočtu metodou Monte Carlo pomocí výpočetní techniky je ovlivněna kvalitou generovaných náhodných čísel, výběrem racionálního algoritmu výpočtu a kontrolou přesnosti získaného výpočtu[20].

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

5 MECHANIKA KONTINUA

5.1 Mechanika kontinua

Využití Navier-Stokesovy rovnice je jednoznačnou výhodou tam, kde se jedná o spojité prostředí. Je to díky přesnému popsání spojitosti, neboť Navier-Stokesova rovnice se odvozuje od sil, které působí na jednotlivé části tekutiny, kterými jsou gravitace, tlak, tření o sousední časti tekutiny nebo vznik turbulence. Stav tekutiny můžeme popsat její rychlostí a tlaky ve všech bodech, ve kterých se tekutina nachází. V kontinuu působí na každý element tekutiny dvě síly, kterými jsou objemová (jednodušší) a plošná (složitější), jejíž původcem jsou sousední elementy. Plošná síla je navíc složena ze dvou částí: první souvisí s tlakem a druhá se připisuje viskozitě - smyku povrchu jednotlivých elementů tekutiny povrchy o sebe (vnitřnímu tření) a je složitější na popis. Tím, že Navier_Stokesovy rovnice neřeší na rozdíl od metody Monte Carlo problém statisticky, ale přesným popisem složitého chování kapaliny, dokáží velice dobře bilancovat složitý proces kontinua [11].

5.2 **Reynoldsovy rovnice**

Navier-Stokesovy rovnice, doplněné o rovnici kontinuity, popisují okamžité stavy proudového pole nestlačitelné kapaliny, avšak řešení těchto okamžitých stavů je pro praktické případy z různých důvodů stěží aplikovatelné. Z toho důvodu se používá úprava matematického modelu pro statistický výpočet středních stavů. Příslušné rovnice byly formulovány Reynoldsem a jsou po něm také nazvány [12].

Reynolds vychází z předpokladu, že lze rychlostní pole u(x,t) rozložit na časově střední složku u(x,t) a luktuaci u'(x,t). Jedná se o takzvaný "Reynoldsův rozklad":

(1)

$$u(x,t) = \overline{u(x,t)} + u'(x,t)$$

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

(2)

$$\frac{D\overline{u_i}}{Dt} = v \frac{\partial^2 \overline{u_i}}{\partial x_k^2} - \frac{\partial \overline{u'_i u'_k}}{\partial x_k} - \frac{1}{\rho} \frac{\partial \overline{p}}{\partial x_i}$$

Pravou stranu rovnice můžeme psát ve tvaru:

$$\frac{D\overline{u_i}}{Dt} = \frac{1}{\rho} \frac{\partial}{\partial x_k} \left[-\overline{p} \delta_{ik} + \mu \left(\frac{\partial \overline{u_i}}{\partial x_k} + \frac{\partial \overline{u_k}}{\partial x_i} \right) - \rho \overline{u_i' u_k'} \right]$$

(3)

V hranaté závorce rovnice je součet tří členů, které můžeme interpretovat jako napětí. První člen představuje napětí způsobené středním tlakem, druhý tenzor středního vazkého napětí a třetí pak tenzor napětí, jehož vznik souvisí s fluktuacemi rychlosti a je označován jako "tenzor Reynoldsových napětí" [12].

Reynoldsova napětí představují sílu na jednotku plochy spojenou s přenosem hybnosti fluktuačním rychlostním polem. Při praktickém použití Reynoldsových rovnic je pak třeba vypořádat se s problémem neuzavřenosti jejich systému [12].

20

6 SROVNÁNÍ METOD MONTE CARLO A MECHANIKY KONTINUA

Srovnání výsledků studie čerpání diferenciálně čerpané komory pomocí statistické metody Monte Carlo, provedené Dr. Danilátem, a simulace metodou continua, provedené na ústavu Elektrotechnologie můžeme vidět na obrázku č. 6. Vlevo vidíme výsledky dosažené pomocí metody Monte Carlo, vpravo pak výsledky získané pomocí programu ANSYS Fluent [11].



Obrázek 7: Srovnání výsledků simulací rozložení tlaku

Porovnáním těchto simulací rozložení tlaku lze tvrdit, že obě dvě metody dosahují srovnatelných výsledků.

Významná shoda lze vidět i při porovnání hodnot rychlosti a teploty primárního svazku v závislosti na dráze mezi dvěma clonami. Tyto průběhy můžeme pozorovat vynesené do grafů na obrázku č.8 a č.9.



Obrázek 8 Srovnání výsledků simulace rychlosti obou metod



Obrázek 9 Srovnání výsledků simulace teploty obou metod

Vzhledem ke skutečnosti, že výsledky obdržené metodou kontinua odpovídají výsledkům statistické metody Monte Carlo, provedené Dr. Danilátem, je možno považovat výsledky obdržené metodou kontinua za relevantní a správné. Navíc, pro spojité prostředí, oproti metodě Monte Carlo, metoda spojitého prostředí mnohem lépe popisuje problematiku rázových vln a kritického proudění z důvodu jevů, které vychází z vlastností materiálů.

7 SYSTÉMY POUŽITÉ PRO ŘEŠENÍ PROBLÉMU

7.1 Ansys Fluent

Pro simulace bude využit systém ANSYS Fluent. Jedná se o špičkový software pro výpočetní dynamiku kapalin (CFD, z anglického Computational Fluid Dynamics), který se využívá pro řešení fyzikálních, ale i chemických modelů úloh jako jsou např. laminární a turbulentní proudění, nestlačitelné a stlačitelné tekutiny či modelování chemických reakcí od těch jednoduchých až po heterogenní chemické reakce probíhající při spalování plynů, uhlí, či olejů [13].

Tento program je využíván celosvětově a nachází své uplatnění jak u malých firem, tak i u velkých nadnárodních koncernů kde je využíván hlavně pro simulace při vývojové fázi produktů před tím, než jde produkt do výroby, ale je možno jej využít i v pozdější fázi jako kontrolu již hotového výrobku a tím odhalit případné nedostatky, což významně snižuje výrobní náklady[13].

V současnosti nejvyužívanější celosvětový program, jak malými firmami, tak i velkými nadnárodními koncerny, pro výpočetní dynamiku kapalin je Ansys Fluent. Tento program využívá fyzikální modely pro rychlý výpočet přesných výsledků. Tento program se využívá v mnoha odvětvích jako například v automobilovém průmyslu, letectví, při stavbách nebo třeba zvyšování spolehlivosti vědeckých nástrojů[13].

Software ANSYS Fluent nabízí různé konkrétní nástroje dle účelu použití. Pro výpočty proudění kapalin je využívána platforma s názvem Ansys Meshing, která pro daný fyzikální model vytvoří síť vhodnou pro konkrétní analýzu. V případě odborných uživatelů je pak možno tuto síť upravovat pro jejich specifické požadavky[13].

Pro efektivitu a zkrácení doby výpočtů je také možné paralelizovat úlohy na více procesorů nebo jader. Také je možno kdykoli výpočet pozastavit pro posouzení výsledků a případným změnám parametrů nastavení a následnému pokračování ve výpočtu[13].

7.2 Solid Works

Navržený model experimentální diferenciálně čerpané komory environmentálního elektronového mikroskopu byl vytvořen v systému SolidWorks. Jedná se o počítačový program, který byl vyvinut pro modelování objektů ve 3D rozměrech – tzv. CAD technologie (z anglického Computer Aided Design). Byl vyvinut také s důrazem na uživatelskou přívětivost[14].

Systém Solidworks slouží k parametrickému modelování plošných a objemových těles a umožňuje nám pracovat s rozsáhlými sestavami a automaticky pak generuje výrobní podklady. Solidworks také neustále zajišťuje 100% asociativitu, což znamená,

že jakákoli změna ve výkresu se okamžitě automaticky promítá do celého modelu dílu či sestavy[14].

Výhodou tohoto systému je vysoký výkon programu i na běžně používaném hardware a také česká technická podpora či lokalizace všech nabízených produktů[15].

8 EXPERIMENTÁLNÍ KOMORA

Na Ústavu elektrotechnologie byla původně navržena experimentální komora kopírující tvar Danilátova výpočetního modelu, pro který byla provedena srovnávací studie, avšak takto navržená komora by byla jednoúčelová, z toho důvodu vznikla víceúčelová komora, ve které budou měřeny různé fyzikální úlohy. Mezi tyto úlohy může patřit např. rychlost proudění tryskou, simulace tlaku a teploty na stěnách komory nebo tlak za tryskou.

Na obrázku č. 10 je celkový pohled na experimentální diferenciálně čerpanou komoru. Řez touto komorou je znázorněn na obrázku č. 11 a zvětšená část zkoumané oblasti je znázorněna na obrázku č. 12.



Obrázek 10 Celkový pohled na experimentální diferenciálně čerpanou komoru



Obrázek 11 Řez experimentální diferenciálně čerpanou komorou



Obrázek 12 Popis komory



Obrázek 13 Okrajové podmínky pro simulace

Na obrázku 13 je znázorněno nastavení okrajových podmínek pro 2D osově symetrický výpočet pro Ansys Fluent. Pro simulace bude v komoře vzorku (specimen chambre) jako okrajová podmínka použit tlak v rozmezí 200 až 2000 Pa. Tyto hodnoty odpovídají obvyklému rozsahu použití v komoře vzorku environmentálního elektronového mikroskopu.

9 VYHODNOCENÍ VÝSLEDKŮ

Úkolem v této bakalářské práci tedy bylo zmapovat matematicko-fyzikálním modelem, co se v experimentální komoře dá očekávat ještě předtím, než se tento model pustí do výroby. Podle získaných výsledků se následně připraví rozmístění teplotních, rychlostních a tlakových sond.

Při simulacích byly použity 2 tvary clonky a to kuželová a válcová.



Obrázek 14 Kuželový tvar clonky



Obrázek 15 Válcový tvar clonky

Simulace probíhaly na dráze 1, která se v praxi kryje s dráhou primárního svazku elektronů při průchodu diferenciálně čerpanou komorou, na dráze 2 (v případě válcového tvaru clonky se jedná i o dráhu 4), která odpovídá proudění po stranách clonky a také na dráze 3, která koresponduje s prouděním na povrchu komory.

9.1 Grafické rozložení jednotlivých fyzikálních veličin

Nejprve byly pro oba dva tvary clonky provedeny simulace rozložení rychlosti, tlaku a teploty při čerpání diferenciálně čerpané komory. Následně byly připraveny parametry jednotlivých drah určených pro simulace jednotlivých zkoumaných veličin.



Obrázek 16 Grafické znázorněné rozložení tlaku při použití kuželové clonky



Obrázek 17 Grafické znázornění rozložení tlaku při použití válcové clonky



Obrázek 18 Grafické znázornění rozložení teploty při použití kuželové clonky



Obrázek 19 Grafické znázornění rozložení teploty při použití válcové clonky



Obrázek 20 Grafické znázornění rozložení rychlosti při použití kuželové clonky



Obrázek 21 Grafické znázornění rozložení rychlosti při použití válcové clonky

9.2 Výsledky simulací v ose primárního svazku

Z výsledků simulace na dráze 1 (obr.15) můžeme vidět, že se prudce mění rychlostní i tlakové průběhy, dochází zde k nadzvukovému proudění i s oblastí rázových vln. Budou tedy připraveny rychlostní i tlakové sondy pro změření těchto prudkých změn. Z grafu je také zřejmé, že tvar clonky na tyto průběhy nemá téměř žádný vliv.



Obrázek 22 Průběh rychlosti a tlaku v ose primárního svazku

Z důvodu nadzvukového proudění dochází k prudkému poklesu teplot, a proto je třeba počítat se zavedením teplotní sondy, která je schopna měřit teplotu až k – 180°C. Zde již můžeme pozorovat mírný vliv tvaru clonky.



Obrázek 23 Teplotní průběh v ose primárního svazku

9.3 Výsledky simulací na povrchu clonky

V případě kuželového tvaru clonky dochází k výraznému rozdílu tlaku i teploty, jak je vidět na následujícím grafu. Budou připraveny tlakové sondy a také bude vhodné povrch clonky měřit i termokamerou.



Obrázek 24 Průběh tlaku a teploty na povrchu kuželové clonky

V případě válcového tvaru clonky je patrný obrovský podtlak, který bude také třeba zachytit. Budou tedy použity tlakové i teplotní sondy



Obrázek 25 Průběh tlaku a teploty na povrchu clonky na dráze 2



Obrázek 26 Průběh tlaku a teploty na stěně válcové clonky na dráze 4

9.4 Výsledky simulací na stěně komory

Z průběhů simulace je zřejmé, že z oblasti nadzvukového proudění se šíří odražená rázová vlna. Tuto vlnu bude na stěně komory tedy třeba zaznamenat i v čase, v místě, kde se nachází clonka, jsou průběhy statické.



Obrázek 27 Teplotní průběh při čerpání na stěně komory v čase t = 0s



Obrázek 28 Rozložení teploty v čase T = 10 sec



Obrázek 29 Rozložení teploty v čase T = 10 min



Obrázek 30 Rozložení teploty v čase T = 20 min



Obrázek 31 Rozložení teploty v čase T = 38 min

Vzhledem k měnícímu se rozložení byly zvoleny 4 body, ve kterých byl sledován časový průběh teploty. Z grafu pak vidíme, že v jednotlivých bodech se teplota kontinuálně zvyšuje.



Obrázek 32 Zvolené body pro pozorování teplotního průběhu v čase



Obrázek 33 Průběh teploty v závislosti na čase v daných bodech

9.5 Nadstavba

Vzhledem k rázové vlně, která vzniká za clonkou při čerpání diferenciálně čerpané komory, je snaha tuto rázovou vlnu zachytit co nejlépe. Proto byl dodatečně navržen nový tvar clonky pro další krok výzkumu. Tento tvar clonky je vhodný pro dobré pozorování rázové vlny pomocí optických metod. Clonka je uzpůsobena tak, aby nadzvukové proudění bylo umístěno proti pozorovacímu oknu.

Simulace čerpání byly provedeny na dráze jedna, která se, jak již bylo zmíněno, reálně kryje s dráhou primárního svazku elektronů při průchodu diferenciálně čerpanou komorou.



Obrázek 34 Průzorná clonka i s jejími rozměry



Obrázek 35 Grafické rozložení tlaku při použití průzorné clonky



Obrázek 36 Grafické rozložení rychlosti při použití průzorné clonky

Na obr. 35 je dobře patrný výrazný pokles tlaku až do hodnot pod 20 Pa v oblasti nadzvukového proudu vzduchu zakončený rázovou vlnou, ve které dochází k nárůstu tlaku až do hodnoty 50 Pa. Tento charakteristický výkyv tlaků je možné dobře zachytit experimemntálním měřením a bude srovnávacím kriteriem mezi experimentem a matematicko-fyzikální analýzou. V tomto experimentu bude ale především zkoumán pomocí optických metod a bude sledováno uvedené kolísání tlaku a hustoty plynu za clonou.

Průběh rychlostí zachycený na obr. 36 odpovídá tlakovým poměrům z obr. 35 pro nadzvukové proudění za clonou a bude rovněž vyhodnocen



Obrázek 37 Grafické rozložení teploty při použití průzorné clonky

Proudění plynu za clonou – prudké gradienty tlaku – jsou charakteristické také s prudkými gradienty teploty. Toto je možné pozorovat a uvedené výsledky na obr. 37 srovnat s experimentálním měřením pomocí teplotních sond.



Obrázek 38 Průběh tlaku na dráze 1 při použití průzorné clonky



Obrázek 39 Průběh rychlosti na dráze 1 při použití průzorné clonky



Obrázek 40 Průběh teploty na dráze 1 při použití průzorné clonky

9.6 Shrnutí výsledků

V bakalářské práci bylo zmapováno očekávané rozložení rychlosti, tlaku a teploty při čerpání v experimentální komoře. Dosažené výsledky ukázaly, že bude potřeba připravit rychlostní, tlakové a teplotní sondy pro kryogenní režim v oblasti nadzvukového proudění, kdy teploty dosahují až -180°C.

Tvar použité clonky bude mít vliv na teploty v oblasti nadzvukového prouděni v oblasti dráhy 2, odpovídající proudění na povrchu clonky, u kuželového i kónického tvaru. V případě kónického tvaru clonky ovšem na jejím povrchu nebude mít vliv na dráze 4.

U třetího tvaru – nadstavby – je dle matematicko-fyzikální analýzy očekáván charakteristický průběh tlaku a teploty v závislosti na nadzvukové rychlosti plynu za clonou s prudkým gradientem tlaku a teploty v oblasti nadzvukového proudění.

10 ZÁVĚR

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

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

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

Následující 3 kapitoly slouží k seznámení se studií Dr. Daniláta a jeho statistickým přístupem k simulaci čerpání diferenciálně čerpané komory pomocí metody Monte Carlo, dále metodou kontinua, která byla provedena na ústavu elektrotechnologie VUT v Brně pomocí systému ANSYS Fluent a jejich následnému srovnání.

Další kapitola se týká počítačových systému použitých při řešení problému, kterými jsou Solidworks a ANSYS Fluent.

Na závěr teoretické části byla představena experimentální komora navržená pro environmentální elektronový mikroskop a nastavení okrajových podmínek pro provedení simulací.

V praktické části bakalářské práce byly provedeny analýzy proudění plynu v experimentální komoře, především simulace rozložení tlaku, teploty a rychlosti proudění s ohledem na místa, ve kterých je plánováno umístění tlakových a teplotních sond. Podle výsledků budou voleny vhodné sondy schopné zachytit očekávané výsledky, především jde o velmi nízké teploty vznikající v nadzvukovém proudu plynu, velmi nízké tlaky a malé diference tlaků na jednotlivých měřených místech. Výsledky práce slouží jako podklad pro korekci a ověření finální podoby konstrukce experimentální komory a také jako srovnávací kritérium pro očekávané experimentální výsledky získané pomocí tlakových a teplotních sond a výsledky získané pomocí optických metod. Srovnání bude sloužit pro ověření matematicko-fyzikálních výsledků získaných pomocí Reynoldsových rovnic a jejich platnost pro prostředí nízkých tlaků, ve kterých probíhá čerpání diferenciálně čerpaných komor.

LITERATURA

- [1] Jana Nebesářová. Elektronová mikroskopie pro biology[online]. České Budějovice, 2001 [cit. 2018-12-01]. Dostupné z: <u>http://triton.paru.cas.cz/old-lem/book/Podkap/1.0.html</u>
- [2] Elektronový mikroskop [online]. 2017 [cit. 2018-12-1]. Dostupné z: http://www.wikiskripta.eu/index.php/Elektronov%C3%BD_mikroskop
- [3] ŠAFÁŘOVÁ, Klára. Transmisní elektronová mikroskopie [online]. Olomouc, 2008 [cit. 2018-12-03]. Dostupné z: http://atmilab.upol.cz/texty/TEMteorie.pdf. Univerzita Palackého v Olomouci.
- Klára Šafářová. Skenovací (rastrovací) elektronová mikroskopie [online]. 2009
 [cit. 2018-12-3]. Dostupné z: <u>http://nanosystemy.upol.cz/download/2009/12-</u>ws/safarova_sem.pdf
- [5] JIRÁK, Josef, Svatopluk HAVLÍČEK a Zdenka ROZSÍVALOVÁ. Diagnostika a zkušebnictví. Brno. 53s. Skriptum. Vysoké učení technické v Brně.
- [6] JÄGER, V, V. GÄRTNEROVÁ: Elektronovým mikroskopem do nitra materiálů aneb jak vypadá jejich struktura [online]. 2008 [cit. 2018-12-4]. Dostupné z: <u>http://www.fzu.cz/popularizace/elektronovym-mikroskopem-donitra-materialu-aneb-jak-vypada-jejich-struktura</u>
- [7] NOVÁK, Pavel. Scintilační a ionizační detektor sekundárních elektronů pro REM pracující při vyšším tlaku v komoře vzorku [online]. Brno, 2009 [cit. 2018-12-3]. Dostupné z: http://hdl.handle.net/11012/2888. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií. Vedoucí prácedoc. Ing. Josef Jirák, CSc.
- [8] DEBBIE, J. Stokes. Principles and practice of variable pressure/environmental scanining electron microscopy (VP-ESEM). Chichester: Wiley, 2008, 7. vyd. 221 s. ISBN 978-0-470-06540-2.
- [9] BEDNÁŘ, E. Analýza vlivu proudění plynu v oblasti umístění vzorku v komoře environmentálního rastrovacího elektronového mikroskopu. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2016. 112s. Vedoucí bakalářské práce Doc. Ing. Mgr. Jiří Maxa, Ph.D
- [10] DANILATOS, G.D. ESEM Science and Technology [cit. 2018-11-3]. Dostupné z: <u>http://www.danilatos.com</u>
- [11] LEPLTOVÁ, K. Matematicko fyzikální analýza dynamického tlaku pro experimentální diferenciální komoru. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2018. 85 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Jiří Maxa, Ph.D..

- [12] URUBA, V. Turbulence. Praha, 2009, 141 s. Skriptum. ČVUT v Praze, Fakulta strojní
- [13] ANSYS [online]. Canonsburg: ANSYS [cit.2018-10-12]. Dostupné z: http://www.ansys.com/
- [14] SolidWorks 3D CAD navrhování. SolidVision, s.r.o. [online]. Brno: SolidVision [cit. 2018-10-20]. Dostupné z: https://www.solidvision.cz/solidworks/
- [15] Informace o společnosti [online]. Qaltham (Massachussets): Dassault Systèmes SolidWorks, 2017 [cit.2018-10-20]. Dostupné z: https://www.solidworks.cz/uvodni-stranka/menu-horni/informace-ofirme/informace-o-spolecnosti/
- [16] DEJČ, M.J. Technická dynamika plynů. SNTL, 1967
- [17] HLAVATÁ, P. Analýza proudění plymu v experimentální komoře diferenciálního čerpání. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2018. 94 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Jiří Maxa, Ph.D.
- [18] DEAN, Thomas. Structural and Functional Connectomics [online]. [cit. 2019-02-20].Dostupné
 http://cs.brown.edu/people/tld/note/blog/14/10/16/index.html
- [19] Elektronová mikroskopie. Elektronová mikroskopie transmisní a rastrovací [online]. [cit.2019-02-20]. Dostupné z: http://jointlab.upol.cz/~soubusta/OSYS/El_mikr/El_mikr.html