



PHYSIKALISCHES INSTITUT The logo for the Physikalisch Institut (EMI) consists of the acronym "EMI" in a stylized, italicized font, enclosed within a circular emblem that resembles a stylized atom or molecule model.

DIPLOMARBEIT

Quantitative Überprüfung der Anwendbarkeit des χ^2 -Tests bei EFTEM Bildern

vorgelegt von: Thomas Wassiltschenko

Matrikelnummer: 329332

Erstgutachter: Prof. Dr. Helmut Kohl

Zweitgutachter: Prof. Dr. Heinrich F. Arlinghaus

Betreuer: Dipl. Phys. Michael Entrup

26. März 2015

Inhaltsverzeichnis

Begriffsverzeichnis	I
Abbildungsverzeichnis	IV
Tabellenverzeichnis	V
1. Einleitung	1
2. Theoretische Grundlagen	3
2.1. Energiegefilterte Transmissionselektronenmikroskopie (EFTEM)	3
2.1.1. Der Energiefilter	5
2.1.2. Das EEL-Spektrum	6
2.2. Die Drei- und Vier-Fenstermethode	7
2.3. Signaluntergrund und Rauschen	9
2.3.1. Weighted Least Square Fit Verfahren	9
2.3.2. Rauschen	10
2.4. χ^2 -Test und χ^2 -Verteilung	11
2.4.1. Der χ^2 -Test	11
2.4.2. Die χ^2 -Verteilung	14
2.4.3. Anwendung des χ^2 -Tests	16
3. Simulation	17
3.1. Zielsetzung	17
3.2. Simulation dreier Vorkantenbilder am Beispiel von Eisen	17
3.3. Simulierte Fehler im Bild	22
3.4. Programm BackgroundFit zur Ermittlung der χ^2 -Werte	25
4. Auswertung	27
4.1. Poissonverteilung simulierter Bilder	29
4.1.1. Fehler im ersten Bild	29

4.2. χ^2 als Mittelwert	33
4.2.1. Mittelwerte bei Fehlern im ersten Bild	34
4.2.2. Mittelwerte bei Fehlern im zweiten Bild	37
4.2.3. Mittelwerte bei Fehlern im dritten Bild	38
4.2.4. Mittelwerte bei Fehlern in zwei und drei Bildern	38
4.3. χ^2 Verteilungen der simulierten Bilder	41
4.4. χ^2 Verteilungen realer Bilder	46
5. Zusammenfassung	50
A. Anhang	51
Literatur und Quellen	70
Danksagung	72
Erklärung	73

Begriffsverzeichnis

TEM Transmissionselektronenmikroskop

TEMie Transmissionselektronenmikroskopie

EFTEM Energiefilterte Transmissionselektronenmikroskopie

EELS Electron Energy Loss Spectroscopy

WLSF Weighted Least Squares Fit

WLSFV Weighted Least Squares Fit Verfahren

SRV Signal zu Rausch Verhältnis

Abbildungsverzeichnis

2.1.	Wechselwirkung zwischen Elektronenstrahl und Probenmaterial	4
2.2.	Schematische Wirkungsweise eines Energiefilter	5
2.3.	EEL-Spektrum von AL_2O_3	6
2.4.	Schematische Anwendung der Vier-Fenstermethode	8
2.5.	Ausschnitt der Quantiltabelle für das Signifikanzniveau α	12
2.6.	χ^2 -Verteilung verschiedener Freiheitsgrade	15
3.1.	Ermittlung des Eisensignals im FeCr-Schichtsystem	18
3.2.	Drei simulierte Vorkantenbilder in der Rohfassung mit definierten Zählraten	20
3.3.	Poisson-verteilte Intensitätswerte im simulierten Vorkantenbild	20
3.4.	Poissonverteilung der Bildintensitäten bei einem Energieverlust von 616 eV	21
4.1.	Beispiel eines Fehlers im Bild mit erhöhter und verringelter Intensität . . .	29
4.2.	Poissonverteilung Bild616eVF5G5	30
4.3.	Poissonverteilung Bild616eVF20G15	31
4.4.	Poissonverteilung Bild616eVIUF50G50	32
4.5.	Poissonverteilung Bild616eVIDF50G50	33
4.6.	χ^2 -Mittelwerte für Bild616eVFRIU	34
4.7.	χ^2 -Mittelwerte für Bild616eVRFIU	35
4.8.	χ^2 -Mittelwerte für Bild616eVFRID	36
4.9.	χ^2 -Mittelwerte für Bild616eVRFID	37
4.10.	χ^2 -Map Fehlerloser Vorkantenbilder	41
4.11.	χ^2 -Häufigkeitsverteilung Fehlerloser Vorkantenbilder	42
4.12.	Grafische Darstellung der Untergrundabweichungen	45
4.13.	χ^2 -Verteilung dreier Leerbilder mit Binning 8	46
4.14.	Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Leerbilder mit Binning 8	47
4.15.	Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Leerbilder mit Binning 4	48
A.1.	EEL-Spektrum von Eisen-Chrom	52
A.2.	EEL-Spektrum von Eisen-Chrom vor der Fe $L_{2,3}$ Kante	52

A.3.	χ^2 -Mittelwerte für Bild666eVFRIU	53
A.4.	χ^2 -Mittelwerte für Bild666eVRFIU	53
A.5.	χ^2 -Mittelwerte für Bild666eVFRID	54
A.6.	χ^2 -Mittelwerte für Bild666eVRFID	54
A.7.	χ^2 -Mittelwerte für Bild693eVFRIU	55
A.8.	χ^2 -Mittelwerte für Bild693eVRFIU	55
A.9.	χ^2 -Mittelwerte für Bild693eVFRID	56
A.10.	χ^2 -Mittelwerte für Bild693eVRFID	56
A.11.	χ^2 -Mittelwerte für Alle drei Bilder FRIU	57
A.12.	χ^2 -Mittelwerte für Alle drei Bilder RFIU	57
A.13.	χ^2 -Mittelwerte für Alle drei Bilder FRID	58
A.14.	χ^2 -Mittelwerte für Alle drei Bilder RFID	58
A.15.	χ^2 -Mittelwerte für Fehler im ersten und zweiten Bild FRID	59
A.16.	χ^2 -Mittelwerte für Fehler im ersten und dritten Bild RFIU	59
A.17.	χ^2 -Mittelwerte für Fehler im zweiten und dritten Bild FRID	60
A.18.	χ^2 -Verteilung für Bild1FRIUF5G5	60
A.19.	χ^2 -Verteilung für Bild1FRIUF50G50	61
A.20.	χ^2 -Verteilungen für Bild1FRIUF5G5 und Bild1FRIDF50G50	61
A.21.	Abweichungen zur χ^2 -Verteilung im Bild 616 eV	62
A.22.	χ^2 -Verteilungen für Fehler im zweiten Bild	62
A.23.	Abweichungen zur χ^2 -Verteilung im Bild 666 eV	63
A.24.	χ^2 -Verteilungen für Fehler im dritten Bild	63
A.25.	Abweichungen zur χ^2 -Verteilung im Bild 693 eV	64
A.26.	χ^2 -Verteilungen für Fehler in allen drei Bildern	64
A.27.	Abweichungen zur χ^2 -Verteilung für alle drei Bildern	65
A.28.	Angepasste χ^2 -Verteilung für Si B8 bei 210 eV, 260 eV, 280 eV	65
A.29.	Angepasste χ^2 -Verteilung für Si B4 bei 440 eV, 460 eV, 480 eV	66
A.30.	Angepasste χ^2 -Verteilung für Si B4 bei 500 eV, 520 eV, 540 eV	66
A.31.	Angepasste χ^2 -Verteilung für Si B4 bei 560 eV, 580 eV, 600 eV	67

A.32. Angepasste χ^2 -Verteilung für Si B4 bei 1560 eV, 1600 eV, 1640 eV	67
A.33. Angepasste χ^2 -Verteilung für Si B4 bei 1680 eV, 1720 eV, 1760 eV	68
A.34. Angepasste χ^2 -Verteilung für Si B4 bei 1800 eV, 1840 eV, 1880 eV	68
A.35. Angepasste χ^2 -Verteilung für SiO B4 bei 210 eV, 260 eV, 280 eV	69
A.36. Angepasste χ^2 -Verteilung für SiO B8 bei 210 eV, 260 eV, 280 eV	69

Tabellenverzeichnis

2.1.	Kontingenztafel mit zwei statistischen Merkmalen X und Y	13
3.1.	Intensitätsmittelwerte des Eisensignals im Eisen-Chrom Schichtsystem . . .	18
3.2.	Counts pro simuliertem Bild	19
3.3.	Konfigurationstabelle für konstruierte Fehler im Bild	23
3.4.	Anzahl zu untersuchender Messreihen von jeweils drei Vorkantenbildern .	24
3.5.	Feld der Bildintensitäten	25
A.1.	Tabelle mit berechneten Zählraten zur Simulation von drei Vorkantenbildern	51

1. Einleitung

Schon immer haben Menschen danach gestrebt zu „sehen“, die Struktur der Materie sichtbar zu machen, beziehungsweise zu erfahren, welche Vorgänge in den kleinsten, mit dem Auge nicht sichtbaren, Bereichen existieren. Für diesen Zweck wurden bereits in der Vergangenheit große Anstrengungen unternommen. Unter anderem wurden mit der Entwicklung des TEM, die Möglichkeiten zu „sehen“ effektiv erweitert. Nun lässt sich ein TEM für verschiedene Zwecke einsetzen um mehr über Strukturen und Zusammensetzungen von Proben zu erfahren. Zum einen können Proben in der hochauflösenden TEMie bis zu einer Auflösungsgrenze einiger hundertstel Nanometer effektiv untersucht werden. Zum anderen lässt sich mit einem TEM auch auf eindrucksvolle Weise Spektroskopie betreiben, da die Strahlelektronen im Gerät mit einem Probenmaterial wechselwirken und damit in ihren Eigenschaften verändert werden.

In dieser Arbeit möchte ich mich mit der Frage auseinander setzen, ob der χ^2 -Test eine Möglichkeit bietet, Aussagen über die Qualität von EFTEM-Bildern zu machen. Für diese Untersuchung dient die Tatsache, dass es sich bei EFTEM-Bildern um Zählexperimente, gezählte Elektronen pro Bildpunkt, handelt. Das bedeutet, dass jeder Intensitätswert eines im TEM aufgenommenen Bildes einer statistischen Schwankung unterliegt, die der Poisson-Verteilung gehorcht. Aus diesem Grund erscheint die Anwendung des χ^2 -Tests eine sinnvolle Wahl für die Untersuchung der Qualität von EFTEM-Bildern.

Für die Aufnahme von EFTEM-Bildern, muss ein TEM mit einem Energiefilter ausgerüstet sein. Dieser Filter sortiert die Elektronen nach dem Probendurchgang ihrer Energie nach. Die Elektronen erleiden beim durchdringen der Probe einen Energieverlust, da sie mit den Atomen des Probenmaterials wechselwirken. Dieser Energieverlust der Elektronen, lässt sich als Verlustspektrum, dem sogenannten „Electron Energy Loss Spectrum“ (EELS) aufzeichnen und darstellen. Zwei Streuprozesse bilden dabei die hauptsächliche Form des EEL-Spektrums. Zum einen werden Elektronen elastisch-, und zum anderen werden sie

inelastisch an der Struktur des Probenmaterials gestreut. Die im Bild aufgenommenen inelastisch gestreuten Elektronen sind charakteristisch für die in einer Probe enthaltenen Elemente, werden jedoch von anderen inelastisch gestreuten Elektronen im Signal überlagert, sodass das aufgenommene Signal stets einen Untergrund oder Rauschanteil enthält. Die in dieser Arbeit zur Untersuchung herangezogenen Bilder sind simuliert worden um mögliche Tendenzen bezüglich ihrer Qualität erkennen zu können. Die gewonnenen Erkenntnisse werden dann im weiteren Verlauf zurate gezogen, um Aussagen über reale EFTEM-Bilder vorzunehmen.

Um den χ^2 -Test bei EFTEM-Bildern durchführen zu können, ist es notwendig einen Datenfit des Untergrundsignals vorzunehmen. Abweichungen der χ^2 -Werte und χ^2 -Verteilung gegenüber gemessener und berechneter Intensitätswerte, könnten damit Aufschluss über die Bildqualität gewährleisten. Um ein geeignetes Testkriterium zu schaffen, wurden die simulierten Bilder mit einem Rauschsignal und Fehlern versehen. Das Programm BackGroundFit dient dann zur Berechnung des Untergrundes und ermittelt gleichzeitig den χ^2 -Wert jedes Bildpunktes.

2. Theoretische Grundlagen

2.1. Energiegefilterte Transmissionselektronenmikroskopie (EFTEM)

In einem TEM werden Elektronen beschleunigt und mit Hilfe elektromagnetischer Linsen zu einem Elektronenstrahl gebündelt, bevor sie eine zu untersuchende Probe durchdringen. Beim Durchdringen des Probenmaterials können die Strahlelektronen mit den Atomen des Probenmaterials wechselwirken. Der größte Anteil jedoch durchdringt ungehindert und ohne Wechselwirkung das sehr dünne Probenmaterial. Jene Elektronen erfahren dabei keinen Energieverlust und bilden im aufgezeichneten EEL-Spektrum den „Zero Loss Peak“, siehe Abschnitt 2.1.2. Treten Wechselwirkungen auf, so werden die Strahlelektronen in ihren Eigenschaften verändert. Sie können elastisch oder inelastisch mit der Struktur des Probenmaterials wechselwirken.

Bei der elastischen Streuung verlieren die Strahlelektronen nur einen sehr geringen Betrag ihrer kinetischen Energie. Sie werden durch das Potenzial des Atomkerns von ihrer Bahn abgelenkt. Bei der in-elastischen Streuung verlieren die Strahlelektronen durch Stöße mit den gebundenen Elektronen des Probenmaterials einen größeren Teil kinetischer Energie.

Nun hängt die Differenz $\Delta E = E_i - E_s$ der kinetischen Energie einfallender (i) und gestreuter (s) Elektronen davon ab, wie oft sie an den Atomen des Probenmaterials gestreut werden. Verantwortlich für die Art der Streuung sind die Elementspezifischen Energiezustände gebundener Elektronen in einem Probenmaterial. Die Proben selbst werden so gefertigt, dass sie eine Dicke von 0,4 bis 0,7, multipliziert mit der mittleren freien Weglänge, nicht überschreiten. Dadurch sollen mehrfach Streuprozesse effektiv vermieden werden.

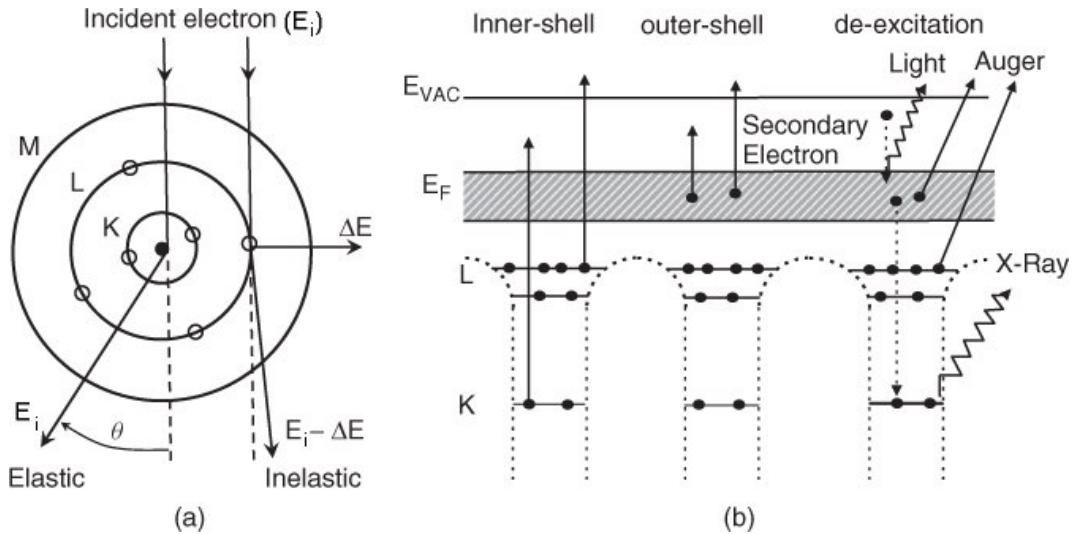


Abbildung 2.1: a) Elastische und inelastische Streuung beim Durchdringen der Strahlelektronen durch ein Probenmaterial. b) Prozesse bei in-elastischer Streuung. Anregung gebundener Zustände durch Stöße[1]

Abbildung 2.1 a) zeigt, dass die elastisch gestreuten Elektronen zu größeren Winkeln θ gebeugt werden. Der Grund dafür ist das große Potential des Atomkerns einerseits und andererseits seine große Masse als Stoßpartner gegenüber des Strahlelektrons. Der Betrag seines Impulses und seine kinetische Energie bleiben in guter Näherung erhalten $E_i \approx E_s$. Des weiteren ist seinerseits die äquivalente Masse des gebundenen Elektrons als Stoßpartner bei inelastischer Streuung verantwortlich für die kleinere Richtungsänderung und den größeren Energieübertrag der Strahlelektronen. Durch die hohe kinetische Energie der Strahlelektronen von üblicherweise 100 keV bis 300 keV kommt es nach einem inelastischen Stoß zur Anregung eines Huellelektrons im Atom des Probenmaterials. Abbildung 2.1 b) zeigt die möglichen Effekte nach der Anregung bei inelastischer Streuung, wobei Ionisierung als primärer Prozess und Röntgen- beziehungsweise Augerelektronenemission als die sekundären Prozesse zu betrachten sind.

2.1.1. Der Energiefilter

Nachdem die Strahlelektronen das Probenmaterial durchdrungen haben, trägt ein Teil von ihnen weniger kinetische Energie. Das bedeutet sie haben an Geschwindigkeit verloren. Um nun energiedispersive Spektroskopie betreiben zu können, müssen die Strahlelektronen ihrer Energie nach sortiert werden. Dies geschieht durch Ausnutzen der Lorentzkraft. In

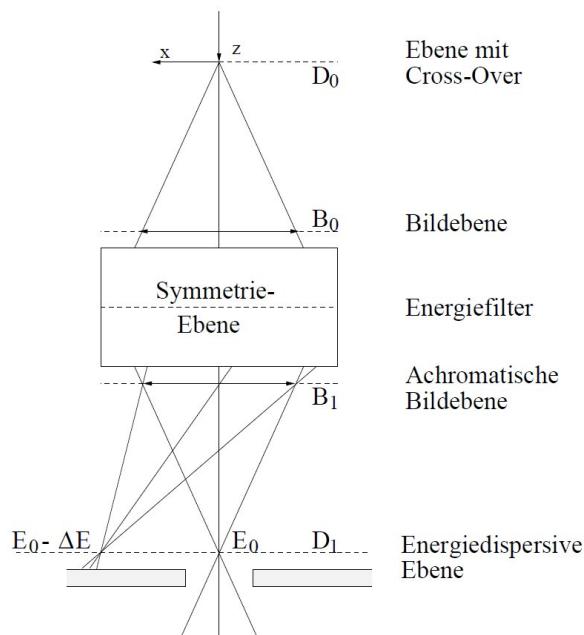


Abbildung 2.2: Schematische Wirkungsweise eines Energiefilters. Nach [2]S. 43ff] erfolgt die Energieselektion nicht in der Bildebene sondern in einer Beugungsebene. Selektion der Bildgebenden Elektronen durch verschieben des Energiespaltes D_1 in der Energiedispersiven Ebene

einem Magnetfeld werden geladene Teilchen abgelenkt. Langsame Strahlelektronen, die einen höheren Energieverlust erlitten haben, werden demnach stärker abgelenkt als jene mit geringerem Energieverlust. Abbildung 2.2 zeigt schematisch die Wirkungsweise eines für EFTEM Zwecke benötigten Energiefilters. Der Spalt in der energiedispersiven Ebene lässt nur Elektronen mit der Energie $E_0 \pm \Delta E/2$ durch und ermöglicht damit die genaue Betrachtung eines Energieverlustbereiches (Energienster).

2.1.2. Das EEL-Spektrum

Möchte man das gesamte EEL-Spektrum darstellen, muss die energiedispersive Ebene im Detektor, unterhalb der Endbildebene, abgebildet werden. In Abbildung 2.3 ist ein typisches

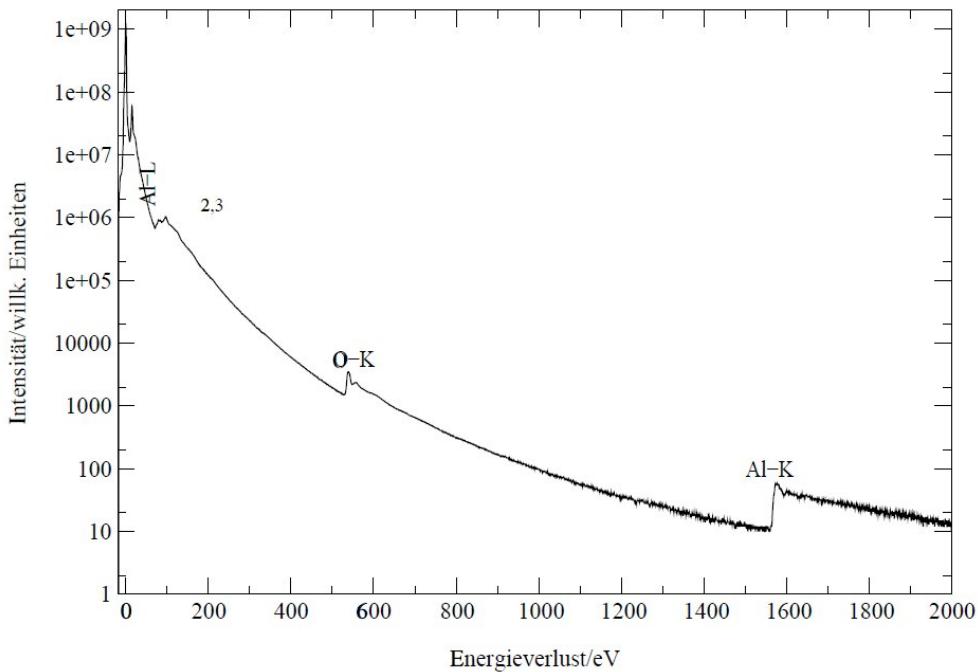


Abbildung 2.3: Typisches EEL-Spektrum am Beispiel von Al_2O_3 [3]

EEL-Spektrum zu sehen. Es setzt sich aus dem Zero-Loss-Peak, dem Low-Loss-Bereich und einem Bereich abfallender Intensität, zu größeren Energieverlusten hin, zusammen. Zum Zero-Loss-Peak, tragen ausschließlich Elektronen bei, die keinen oder nur einen sehr geringen Energieverlust beim Durchdringen des Probenmaterials erlitten haben. Es sind an seiner Form die Elektronen beteiligt, die keine oder nur elastische Streuung an den Atomen des Probenmaterials erfahren haben. Die Höhe des Zero-Loss-Peaks ist abhängig von der Belichtungszeit und seine Breite ist abhängig von der Energieauflösung des im TEM verwendeten Energiefilters. Der Bereich unmittelbar hinter dem Zero-Loss-Peak, der Low-Loss-Bereich setzt sich aus Plasmonen-Anregungen zusammen. Er erstreckt sich bis etwa 50 eV. Mit einem EEL-Spektrum ist es möglich die chemische Zusammensetzung

einer Probe zu untersuchen. Der Bereich $\Delta E \geq 50\text{ eV}$ wird nahezu ausschließlich durch inelastisch gestreute Elektronen gebildet. Im Verlauf des Spektrums wird die Streuung an gebundenen Elektronen durch elementspezifische Ionisationskanten sichtbar. Der Bereich abfallender Intensität vor einer Ionisationskante besteht aus den Elektronen, die durch inelastische Streuung zur Ionisation schwächer gebundener Zustände beigetragen haben. Dieser Bereich dient der Berechnung des Untergrundes.

2.2. Die Drei- und Vier-Fenstermethode

Bei der Drei-Fenstermethode [2], werden zwei Bilder vor einer elementspezifischen Ionisationskante und ein Bild auf der Ionisationskante aufgenommen. Dies wird realisiert, indem der Energiespalt in der Energiedispersiven Ebene, jeweils den infrage kommenden Verlustbereich selektiert. Somit tragen nur Elektronen, die einen bestimmten Energieverlust erlitten haben, zur Bildgebung bei. Mit den zwei Bildern vor der Kante wird der Untergrund bestimmt. Der Verlauf des Untergrundes wird als Potenzfunktion (2.1) angesetzt und logarithmiert (2.2). Das Resultat ist eine Geradengleichung, für die im allgemeinen zwei Punkte zur eindeutigen Bestimmung ausreichen.

Der im weiteren Verlauf dieser Arbeit beschriebene χ^2 -Test, benötigt für seine Durchführung eine anzugebende Anzahl von Freiheitsgraden, siehe 2.4. Die Anzahl der Freiheitsgrade berechnet sich durch $f = m - n - 1$ wobei f die Anzahl der Freiheitsgrade, m die Anzahl der Grundgesamtheit und n die Anzahl ihrer Parameter ist. Die Grundgesamtheit m ist bei zwei Vorkantenbildern $m = 2$. Als Parameter wird der Erwartungswert der Poissonverteilten Energie detektierter Elektronen mit $n = 1$ vorausgesetzt. Damit ist die Drei-Fenstermethode mit $f = 2 - 1 - 1 = 0$ Freiheitsgraden nicht für die Analyse durch den χ^2 -Test geeignet.

Bei der Vier-Fenstermethode werden zum einen drei Bilder vor einer Ionisationskante, und eines direkt auf der Ionisationskante aufgenommen. In [5] wird die optimale Position und Breite der Energiefenster für diese Methode ausführlich behandelt. Die optimale Position

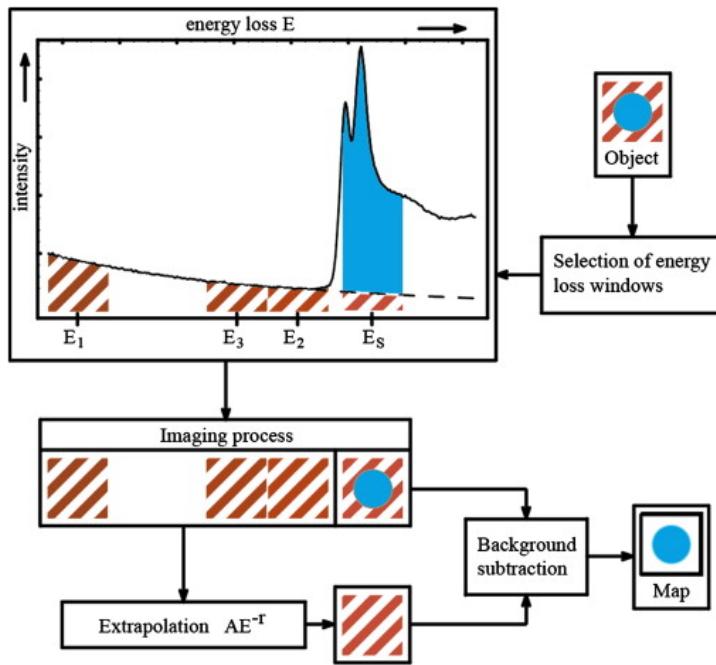


Abbildung 2.4: Vier-Fenstermethode zur Signal-Untergrundkorrektur. Drei Bilder im Vorkantenbereich dienen zur bestimmung des Untergrundsignals.[4]

der Energiefenster wird demnach in einem Bereich niedrigen Energieverlustes vor der Ionisationskante (Kantenfernberich) und in zwei Bereichen unmittelbar vor der Ionisationskante (Kantennahberich) realisiert. Abbildung 2.4 zeigt das Vorgehen zur Aufnahme der vier Bilder. Die drei Bilder vor der Ionisationskante werden zur Bestimmung des Untergrundes benötigt. Dadurch wird ein Freiheitsgrad mit $f = 3 - 1 - 1 = 1$ geschaffen, der es ermöglicht, den χ^2 -Test für den Untergrund bei der Vier-Fenstermethode durchzuführen. Dieser berechnete Untergrund wird in den Kantenbereich extrapoliert und vom Kantisignal abgezogen. Anwendung findet die Vier-Fenstermethode vor allem beim elemental mapping [4]. Das Spektrum im Vorkantenbereich kann nach [6] als Potenzfunktion, „Power Law“ Modell, in Abhängigkeit des Energieverlustes beschrieben werden.

$$I_U(E_U) = A \cdot E_U^{-r} \quad (2.1)$$

Dabei sind A und r die zu bestimmenden Fitparameter während I die Intensität und E den Energieverlust beschreibt.

2.3. Signaluntergrund und Rauschen

Um die Fitparameter in (2.1) bestimmen zu können wird die Gleichung zunächst logarithmiert.

$$I_{U_i}(E_{U_i}) = A \cdot E_{U_i}^{-r} \iff \ln(I_{U_i}(E_{U_i})) = \ln(A \cdot E_{U_i}^{-r}) = \ln(A) - r \cdot \ln(E_{U_i}) \quad (2.2)$$

dabei bezeichnet i, die Anzahl der Vorkantenfenster $i \in \{1, 2, 3\}$. Durch die Ersetzung

$$y_i = \ln(I_{U_i}(E_{U_i})), \quad a = \ln(A) \quad \text{und} \quad x_i = \ln(E_{U_i}).$$

erhält man aus (2.2) eine Geradengleichung:

$$y_i = a - r \cdot x_i \quad (2.3)$$

Die Fitparameter werden dann per linearer Regression für jeden Bildpunkt der drei Vorkantenbilder mit Hilfe des „Weighted Least Square Fit Verfahren“ (WLSFV)[7] bestimmt.

2.3.1. Weighted Least Square Fit Verfahren

Das WLSFV nutzt das Prinzip der kleinsten Fehlerquadrate, mit einem Wichtungsfaktor ω . Dieser Faktor trägt zur Minimierung der Fehlersumme ϵ^2 durch Iteration bei.

$$\epsilon^2 = \sum_{i=1}^3 \omega_i (y_i - a + r \cdot x_i)^2 \quad (2.4)$$

Die Intensitätswerte in den EFTEM-Bildern sind als gezählte Elektronen eines Energiebereichs zu verstehen. Sie machen sich in Form von Helligkeitsunterschieden in jedem Punkt des Bildes bemerkbar. Jeder Punkt oder besser, jedes Bildpixel ist daher in seiner Intensität näherungsweise Poisson-verteilt [8]. Das bedeutet, die gemessenen Intensitätswerte entsprechen jeweils der Varianz und gleichzeitig dem Mittelwert.

$$\omega_i = \frac{1}{var(y_i)} \approx I_{U_i} \quad (2.5)$$

Zur Minimierung der Fehlersumme in (2.4) wird ϵ^2 jeweils nach a und r abgeleitet:

$$\frac{\partial \epsilon^2}{\partial a} = -2 \sum_{i=1}^3 \omega_i (y_i - a + r \cdot x_i) = 0 \quad (2.6)$$

und

$$\frac{\partial \epsilon^2}{\partial r} = 2 \sum_{i=1}^3 \omega_i (y_i - a + r \cdot x_i) x_i = 0 \quad (2.7)$$

Aus diesem Gleichungssystem lassen sich nun a und r bestimmen:

$$a = \frac{\sum_i \omega_i y_i \sum_i \omega_i x_i^2 - \sum_i \omega_i x_i \sum_i \omega_i y_i x_i}{\sum_i \omega_i x_i^2 \sum_i \omega_i - (\sum_i \omega_i x_i)^2} \quad (2.8)$$

$$r = \frac{\sum_i \omega_i y_i \sum_i \omega_i x_i - \sum_i \omega_i x_i \sum_i \omega_i y_i x_i}{\sum_i \omega_i x_i^2 \sum_i \omega_i - (\sum_i \omega_i x_i)^2}. \quad (2.9)$$

Für den ersten Iterationsschritt wird nun (2.5) benutzt, die Wichtung wird mit der gemessenen Intensität ersetzt. Ab dem zweiten Schritt, wird die Wichtung ω mit (2.3) durch die Parameter a und r berechnet. Damit die Fehlersumme effektiv minimiert werden kann, ist eine gewisse Anzahl an Iterationsschritten notwendig um ω anzupassen. Konkret sieht das folgendermaßen aus:

- Berechne a und r mit (2.8) und (2.9) indem ω durch y_i (Intensitätswert) ersetzt wird,
- berechne das neue ω mit (2.3) ($y_i = \omega$) und vergleiche es mit dem vorherigen ω .
- Sofern der Vergleich „klein“ genug ist berechne mit (2.4) die Fehlersumme ϵ^2 .
- Abgeschlossen ist die Iteration, wenn ϵ^2 nahezu konstant bleibt.

2.3.2. Rauschen

In dieser Arbeit werden zur Durchführung des χ^2 -Tests drei Vorkantenbilder verwendet. Die aufgenommenen Vorkantenbilder beinhalten Intensitätswerte von Elektronen, die einen spezifischen Energieverlust beim Durchdringen einer Probe erlitten haben. Jeder Bildpunkt eines aufgenommenen Bildes, repräsentiert demnach eine bestimmte Anzahl detekterter Elektronen. Diese gezählten Elektronen pro Bildpunkt werden durch eine Poissonverteilung, mit dem Erwartungswert als Intensität, am besten beschrieben. Aus diesem Grund wird angenommen, dass die Intensitäten in den Bildern, Poisson-verrauscht sind.

Möchte man elemental-mapping betreiben, so muss der Rauschanteil des aufgenommenen Signals bestimmt werden. Wesentlich für das Signalrauschen ist zum einen die Streustatistik der Strahlelektronen und zum anderen der Detektor. Mit Hilfe einer Fehlerrechnung für die berechneten Parameter a und r , kann der Rauschanteil und das SRV bestimmt werden. Diese Instrumente sind allerdings nicht für die Durchführung des χ^2 -Tests relevant und werden hier nicht weiter verwendet.

2.4. χ^2 -Test und χ^2 -Verteilung

2.4.1. Der χ^2 -Test

Das Kriterium in dieser Arbeit, Aussagen für die Bewertung von EFTEM-Bildern zu erhalten, ist der χ^2 -Test. Es gibt eine Vielzahl von Signifikanz- und Hypothesentests um eine effektive Datenanalyse zu gewährleisten. An dieser Stelle möchte ich allerdings nur kurz die zwei wichtigsten χ^2 -Tests zur Datenanalyse vorstellen. Für jeweils ausführlichere Erläuterungen wird hier lediglich auf die Werke [9] und [10] verwiesen.

Um statistische Tests durchführen zu können, müssen selbstverständlich erst einmal Daten als Grundgesamtheit vorliegen. In der Statistik wird stattdessen in der Regel von Stichproben gesprochen. Die Grundgesamtheit nimmt dann Bezug darauf, dass ein Merkmal existiert, dessen Wahrscheinlichkeit stets für jedes Stichprobenergebnis berechenbar ist. Die allgemeine Vorgehensweise besteht dann in der Formulierung einer Hypothese, in der Berechnung einer Testgröße und mit der Festlegung eines Wertebereichs für die Ablehnung beziehungsweise Annahme der Hypothese.

1. Der χ^2 Anpassungstest
 2. Der χ^2 Unabhängigkeitstest
- 1.) Beim Anpassungstest wird überprüft, ob die Daten der Grundgesamtheit zu einem bestimmten Merkmal X , dessen Wahrscheinlichkeitsverteilung nicht bekannt ist, zu einer angenommenen Wahrscheinlichkeitsverteilung $P_0(x)$ passen. Die Hypothese H_0 ist dabei die angenommene Wahrscheinlichkeitsverteilung $P_0(x)$. Um die Testgröße berechnen zu

können, wird angenommen, dass die Daten als Häufigkeitstabelle mit m Spalten vorliegen. Die Spalten werden häufig auch als Klassen bezeichnet. Damit lassen sich die Klassenwahrscheinlichkeiten p_j berechnen, für den Fall, dass H_0 wahr ist. Bei n vorliegenden Daten, bezeichnet $n \cdot p_j$ die Erwartungshäufigkeit der Stichprobe. Die Testgröße besitzt dann $m - 1$ Freiheitsgrade und berechnet sich als:

$$T = \sum_{j=1}^m \frac{(h_j - n \cdot p_j)^2}{n \cdot p_j} \equiv \chi^2 \quad (2.10)$$

wobei h_j die erwartete Klassenhäufigkeit bezeichnet. Wichtig für die Annahme oder Ablehnung von H_0 ist die Festlegung des Signifikanzniveaus α . Das Signifikanzniveau α ist ein prozentualer Wert der angibt, um wie viel Prozent die beobachteten Häufigkeiten von den berechneten Häufigkeiten abweichen dürfen. Falls gilt, $\chi^2 > \chi^2_{(m-1;1-\alpha)}$ wird H_0 abgelehnt. $\chi^2_{(m-1;1-\alpha)}$ kann einer Quantiltabelle, siehe Abbildung 2.5, für die χ^2 -Verteilung entnommen werden.

f	α								
	0,005	0,01	0,025	0,05	0,5	0,95	0,975	0,99	0,995
1	-	-	0,001	0,004	0,455	3,84	5,02	6,63	7,88
2	0,010	0,020	0,051	0,103	1,39	5,99	7,38	9,21	10,6
3	0,072	0,115	0,216	0,352	2,37	7,81	9,35	11,3	12,8
4	0,207	0,297	0,484	0,711	3,36	9,49	11,1	13,3	14,9
5	0,412	0,554	0,831	1,15	4,35	11,1	12,8	15,1	16,7
6	0,676	0,872	1,24	1,64	5,35	12,6	14,4	16,8	18,5
7	0,989	1,24	1,69	2,17	6,35	14,1	16,0	18,5	20,3
8	1,34	1,65	2,18	2,73	7,34	15,5	17,5	20,1	22,0
9	1,73	2,09	2,70	3,33	8,34	16,9	19,0	21,7	23,6
10	2,16	2,56	3,25	3,94	9,34	18,3	20,5	23,2	25,2
11	2,60	3,05	3,82	4,57	10,3	19,7	21,9	24,7	26,8
12	3,07	3,57	4,40	5,23	11,3	21,0	23,3	26,2	28,3
13	3,57	4,11	5,01	5,90	12,2	22,4	24,7	27,7	29,9

Abbildung 2.5: Ausschnitt einer Quantiltabelle für χ^2 mit Signifikanzniveau α und f Freiheitsgraden [10]

- 2.) Beim Unabhängigkeitstest wird geprüft, ob zwei Merkmale X und Y einer Grundgesamtheit statistisch unabhängig sind. Die Hypothese H_0 hieße dann, X und Y seien unabhängig. Die Daten liegen hierbei als Häufigkeitstabelle in Form einer Kontingenztafel

vor. Stichproben mit Merkmal X befänden sich dabei in den Zeilen und welche mit Merkmal Y seien in den Spalten eingetragen. Es gäbe k -Zeilen und m -Spalten also insgesamt $m \cdot k$ Daten, Tabelle 2.1. Die Zeilensumme beziehungsweise Spaltensumme ergibt jeweils die absolute Randhäufigkeit.

$$h_{i\bullet} = \sum_{j=1}^m h_{ij} \quad \text{Summe der i-ten Zeile} \quad (2.11)$$

$$h_{\bullet j} = \sum_{i=1}^k h_{ij} \quad \text{Summe der j-ten Spalte} \quad (2.12)$$

Die Summe aller Häufigkeiten erhält man dann wie folgt:

$$h_{\bullet\bullet} = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^m h_{ij} = n \quad (2.13)$$

		Y				$h_{\bullet\bullet}$
		b_1	b_2	\dots	b_m	
X	a_1	h_{11}	h_{12}	\dots	h_{1m}	$h_{1\bullet}$
	a_2	h_{21}	h_{22}	\dots	h_{2m}	$h_{2\bullet}$
	\vdots	\vdots	\vdots	\dots	\vdots	\vdots
	a_k	h_{k1}	h_{k2}	\dots	h_{km}	$h_{k\bullet}$
		$h_{\bullet 1}$	$h_{\bullet 2}$	\dots	$h_{\bullet m}$	$h_{\bullet\bullet}$

Tabelle 2.1: Kontingenztafel als Häufigkeitstabelle mit Merkmal Y in den Zeilen und Merkmal X in den Spalten [10]

Die Annahme, X und Y seien unabhängig, setzt voraus, dass die absoluten Häufigkeiten in der Kontingenztafel auch unabhängig sein müssen. Daraus folgt, dass die Randhäufigkeiten ebenso unabhängig sind. Man ersetzt die absoluten Häufigkeiten h_{ij} durch ihre Erwartungshäufigkeit

$$e_{ij} = \frac{h_{i\bullet} \cdot h_{\bullet j}}{n}. \quad (2.14)$$

Ist nun die Abweichung der absoluten Häufigkeiten h_{ij} gegenüber den Erwartungshäufigkeiten e_{ij} groß, dann ist davon auszugehen, dass die beiden Merkmale X und Y voneinander

abhängig sind. Das ist die Aussage des χ^2 Unabhängigkeitstest

$$\chi^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^m \frac{(h_{ij} - e_{ij})^2}{e_{ij}} \quad (2.15)$$

Ebenso wird beim Unabhängigkeitstest ein Signifikanzniveau α festgelegt und H_0 abgelehnt sofern $\chi^2 > \chi^2_{(m-1)(k-1);1-\alpha}$ mit $(m-1) \cdot (k-1)$ Freiheitsgraden ist.

Bezogen auf die in dieser Arbeit verwendeten Messdaten, lässt sich über den χ^2 -Test sagen, dass stets die Abweichung zwischen gemessenen und erwarteten Werten betrachtet werden soll. In [7] wird eine Möglichkeit vorgestellt, den χ^2 -Test anzuwenden, um Aussagen zwischen Messdaten und vorgenommenen Datenfits machen zu können. Es handelt sich dabei um eine vereinfachte Anwendung des χ^2 -Anpassungstests. Die Vorgehensweise besteht darin an vorhandenen Messdaten einen Datenfit durchzuführen. Die gemessenen und berechneten Daten, werden dann in (2.10) verwendet um einen χ^2 -Mittelwert zu berechnen. Das Kriterium für die Güte der Fitfunktion wird dann wie folgt definiert:

- $\bar{\chi^2} = 1$; in diesem Fall passen Messdaten und Fitfunktion perfekt zueinander.
- $\bar{\chi^2} > 1$; in diesem Fall weichen Messdaten und Fitfunktion zu sehr voneinander ab.
- $\bar{\chi^2} < 1$; in diesem Fall kann keine eindeutige Aussage getroffen werden.

2.4.2. Die χ^2 -Verteilung

Die χ^2 -Verteilung zählt zu den sogenannten Prüfverteilungen. Sie kann aus der Normalverteilung $\mathcal{N}(\mu, \sigma^2)$ gewonnen werden [11]. Sie wird als Prüfverteilung bezeichnet, da man mit ihr Hypothesen prüfen kann. Zur Definition betrachtet man n unabhängige, Standard-normalverteilte Zufallsvariablen Z_i mit $i \in \{1 \dots n\}$. Die Summe der Quadrate der Z_i ist dann χ^2 -verteilt.

$$\chi_n^2 \sim \sum_{i=1}^n Z_i^2 \quad (2.16)$$

Die Anzahl der n Zufallsvariablen gibt Aufschluss über den Freiheitsgrad der Verteilung. Diese besitzt dann ebenfalls n Freiheitsgrade. Die Dichte der χ^2 -Verteilung lässt sich mit

Hilfe der Gammafunktion beschreiben.

$$f_n(x) = \begin{cases} \frac{x^{\frac{n}{2}-1} \cdot e^{-\frac{n}{2}}}{2^{\frac{n}{2}} \cdot \Gamma(\frac{n}{2})}, & x > 0 \\ 0 & x \leq 0 \end{cases} \quad (2.17)$$

Für $n = 1$ mit der Gammafunktion $\Gamma(\frac{1}{2}) = \sqrt{\pi}$ hat die Dichteverteilung dann folgende, für die spätere Auswertung wichtige, Form:

$$f_1(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi x}} \cdot e^{-\frac{x}{2}} \quad (2.18)$$

Existieren n Daten X_i mit $i \in \{1 \dots n\}$ aus einer standardnormalverteilten Grundgesamtheit, deren Stichprobenvarianz σ sei, so ist die quadratische Abweichung der X_i vom Mittelwert \bar{X} annähernd χ^2 verteilt.

$$\chi_n^2 \sim \frac{1}{\sigma^2} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 \quad (2.19)$$

Abschließend zu erwähnen ist noch, dass der Erwartungswert der χ^2 -Verteilung $E(\chi_n^2) = n$ und die Varianz $\text{var}(\chi_n^2) = 2n$ ist. Die χ^2 -Verteilung ist also durch Angabe der Freiheitsgrade n eindeutig bestimmt.

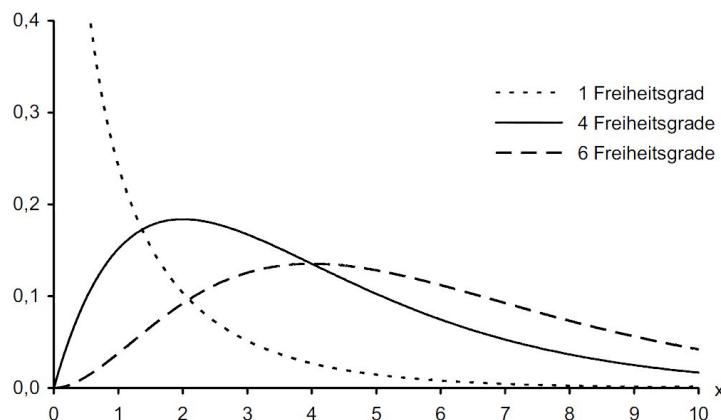


Abbildung 2.6: Dichte der χ^2 -Verteilung [10] verschiedener Freiheitsgrade. Mit steigender Anzahl der Freiheitsgrade nähert sich die χ^2 -Verteilung der Normalverteilung an.

2.4.3. Anwendung des χ^2 -Tests

Um den χ^2 -Test auf den Untergrundfit anwenden zu können, wird der normierte χ^2 -Anpassungstest verwendet. Die Normierung erfolgt mit Hilfe der Varianz beziehungsweise des Erwartungswertes Poisson-verteilter Zählexperimente $\sigma^2 = E(x)$. Die Normierung hat den Effekt, dass die Ergebnisse direkt mit der Zahl eins verglichen werden können, um Aussagen über die Güte des Untergrundfits zu gewährleisten [7]. Die Intensitäten der Bildpunkte in den Vorkantenbildern werden wie in Abschnitt 2.3.2 beschrieben, als Poisson-verteilt vorausgesetzt. Bei der Poisson-Verteilung sind Erwartungswert und Varianz identisch. Der Erwartungswert ist der, in einem Bildpunkt gemessene Intensitätswert I . Die Anzahl der Freiheitsgrade beträgt wie in Abschnitt 2.2 beschrieben $f = m - n - 1 = 3 - 1 - 1 = 1$. Damit kann der χ^2 -Test wie folgt durchgeführt werden:

$$\chi_i^2 = \frac{1}{f} \sum_{m=1}^3 \frac{(I_m^i - y_m^i(E))^2}{I_m^i} \quad (2.20)$$

Wobei m die Nummer des Vorkantenbildes, I^i der Intensitätswert des i-ten Pixels im Bild und $y(E)$ die berechnete Intensität des Untergrundfits beschreibt. Bei Bildern mit k Pixeln berechnet sich der χ^2 -Mittelwert dann aus:

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^k \chi_i^2}{k} \quad (2.21)$$

In [7] wird beschrieben, dass für $\chi^2 = 1$ die Fitfunktion exakt den gemessenen Daten entspricht. Für einen Wert $\chi^2 < 1$ würde das heißen, dass die Fitfunktion „zu gut“ zu den betrachteten Daten passt. Man kann davon ausgehen, dass dies der Fall ist, sofern das Signal weniger verrauscht ist als erwartet. Weniger verrauscht könnte man auch mit glatten, ineinander übergehende Bereiche, beschreiben. Für $\chi^2 > 1$ kann keine eindeutige Aussage getroffen werden.

Für die χ^2 -Verteilung werden alle χ^2 -Werte der Bildpunkte benötigt. Sie müssen ebenfalls normiert werden und können gegen ihre Häufigkeiten aufgetragen werden. Da nur ein Freiheitsgrad existiert, können die χ^2 -Dichteverteilungen mit Gleichung (2.18) beschrieben werden. Die Form der Verteilung müsste dann jener für einen Freiheitsgrad aus Abbildung 2.6 entsprechen.

3. Simulation

3.1. Zielsetzung

Diese Arbeit hat das Ziel, die Anwendung des χ^2 -Tests bei EFTEM-Bildern auf die Probe zu stellen. Zu diesem Zweck sollen drei Vorkantenbilder am Beispiel des Eisenspektrums simuliert werden siehe Abschnitt 3.2. Diese Bilder werden dann in Abschnitt 3.3 mit einem Rauschsignal und Intensitätsfehlern versehen. Das Rauschsignal wird in Form, Poisson-verteilter Zufallszahlen auf die Pixelintensitäten gelegt. Im Anschluss werden die Bilder mit Hilfe des χ^2 -Tests ausgewertet. Für die Auswertung spielt der durchzuführende Untergrundfit eine wichtige Rolle. Für den Untergrundfit und die Berechnung der χ^2 -Werte ist das Programm „BackGroundFit“ mit der Programmiersprache Java erstellt worden siehe Abschnitt 3.4. Die Bewertung soll die Frage beantworten, ob der χ^2 -Test Aufschluss über die Fehler in den Bildern geben kann. Die Bildsimulation nimmt Bezug auf das EEL-Spektrum von Eisen vor der $L_{2,3}$ -Kante [12]. Für die Erstellung und Manipulation der Bilder wurde die Grafik-Analysesoftware „ImageJ“ [13] und ihre Distribution „FIJI“ [14] verwendet. Mit dieser Software ist es möglich, Bilder pixelweise zu bearbeiten, beziehungsweise zu analysieren. Für das automatische Bearbeiten einzelner oder mehrerer Bilder ist ein programminterner Editor für eine Vielzahl an Programmiersprachen integriert. Man kann so einfache Makros bis hin zu großen Plugins schreiben, um beliebige Bilder zu manipulieren und/oder zu analysieren.

Mögliche Aussagen des Testverfahrens könnten sein, dass aufgenommene Elementverteilungsbilder anhand großer Abweichungen vom χ^2 -Mittelwert oder der erwarteten χ^2 -Verteilung verworfen und neu aufgenommen werden müssten. Beziehungsweise könnte der Untergrundfit, mit zu großen Abweichungen gegenüber den Messwerten, ein falsches Endbild liefern.

3.2. Simulation dreier Vorkantenbilder am Beispiel von Eisen

Verantwortlich für die Intensität, eines im Bild aufgenommenen Pixels, ist die Belichtungszeit. Mit Belichtungszeit ist gemeint, wie lang die Dauer der Aufnahme eines Bildes

im TEM gewählt wird. Je länger die Belichtungszeit ist, desto mehr Elektronen werden pro Pixel gezählt (Counts). Um Vorkantenbilder simulieren zu können, wurde hier ein Eisen-Chrom Schichtsystem als Referenzdatenquelle gewählt. Dabei wurde aus drei Vorkantenbildern das Eisensignal markiert und die jeweiligen Mittelwerte der Zählraten bestimmt. Mit der FIJI Application ist es möglich in ein Bild, ein Rechteck zu ziehen um

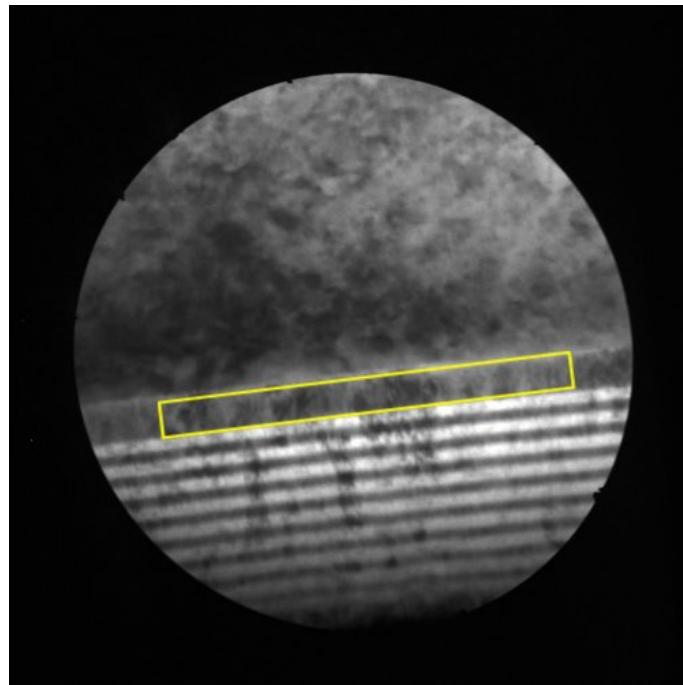


Abbildung 3.1: Zur Ermittlung des Eisensignals im FeCr-Schichtsystem. Die mittlere Anzahl der Counts wurde mit FIJI ermittelt.

den Bereich dann zu analysieren. Dieser Bereich ergab einen Mittelwert von 9548 Counts. Das gleiche wurde mit zwei weiteren Vorkantenbildern bei spezifischen Energieverlusten gemacht um die Mittelwerte der Counts in diesem Bereich zu erhalten. Das Ziel dieser

	Bild 1	Bild 2	Bild 3
$\Delta E/\text{eV}$	616	666	693
$\overline{I_U}/\text{Counts}$	9548	6903	7007

Tabelle 3.1: Intensitätsmittelwerte des Eisensignals im Eisen-Chrom Schichtsystem

Überlegung war, Zählraten zu erhalten um diese anschließend für die Bildsimulation zu verwenden. Dazu wurden die Gleichungen (2.2), (2.8) und (2.9) verwendet um mit Hilfe der Energieverlustwerte und der Mittelwerte für die Intensitäten, die Potenz r und den Faktor a für $y_i = a \cdot E_i^{-r}$ zu bestimmen. Für die Potenz r konnte der Wert $r = 2,8392575$ und für den Faktor a konnte der Wert $a = 18,2113197$ berechnet werden. Durch diese Werte ist es möglich, Zählraten durch Gleichung (2.2) zu berechnen. Für die Energieverlustwerte aus Tabelle 3.1 können so Zählraten für die Simulation der Vorkantenbilder gewählt werden. Die Tabelle mit den berechneten Zählraten ist als Tabelle A.1 im Anhang A zu finden. Für die Simulation der Vorkantenbilder wurden in dieser Arbeit Zählraten aus Tabelle 3.2 gewählt. Die Counts repräsentieren die Anzahl gezählter Elektronen pro Bildpunkt. Der Grund für die Wahl dieser Counts liegt in der Verarbeitungsgeschwindigkeit des Auswertungsprogramms BackgroundFit. Für höhere Intensitäten benötigt das Programm einen zu großen Rechen- beziehungsweise Zeitaufwand. Mit Hilfe der FIJI Application ist

	Bild 1	Bild 2	Bild 3
$\Delta E/\text{eV}$	616	666	693
Counts	100	80,12	71,58

Tabelle 3.2: Simulierte Counts pro Bildpunkt

es möglich Bilder zu konstruieren und die Pixel mit Intensitätswerten zu belegen. So sind drei Vorkantenbilder mit einer Größe von 1024×1024 Pixeln, mit den in Tabelle 3.2 angegebenen jeweils konstanten Zählraten, entstanden. Die Größe der Bilder beziehungsweise ihre Pixelmasse entspricht dem Binning 4 Modus eines im TEM aufgenommenen Bildes. Beim Binning 4 Modus werden jeweils (4×4) Pixel zu einem Pixel zusammengefasst. Das Programm Backgroundfit kann Bilder bis zu einer maximalen Pixelmasse von 1024×1024 verarbeiten. Der Grund dafür liegt einmal mehr beim Rechen- beziehungsweise Zeitaufwand des Algorithmus.

Um reale Bedingungen zu simulieren sind die Intensitäten der drei Vorkantenbilder mit einem Poisson-Rauschen überlagert worden. Dazu dient der Algorithmus von D. Knuth [15]. Dieser Algorithmus generiert Poisson-verteilte Zufallszahlen zwischen Null und Eins.

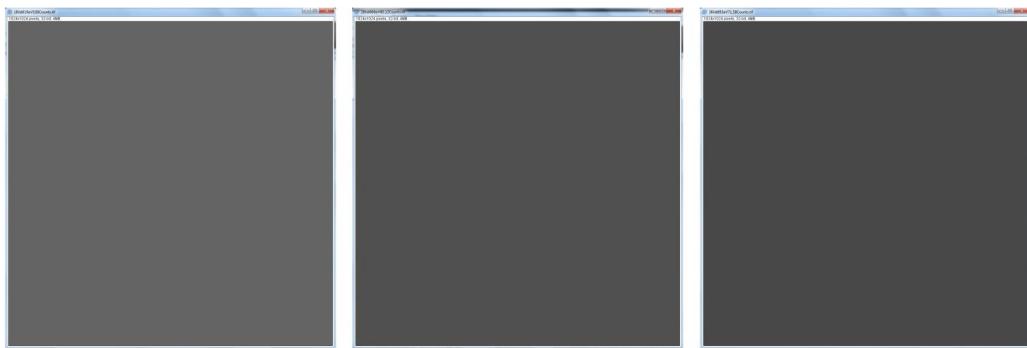


Abbildung 3.2: Drei simulierte Vorkantenbilder in der Rohfassung mit definierten Zählraten.

Der Java-Code dazu ist im Anhang A als Listing 1 zu finden. Der Algorithmus übernimmt als Argument die Intensitätswerte und rechnet sie über Zufallszahlen, zwischen null und eins, in Poissonverteilte Werte um.

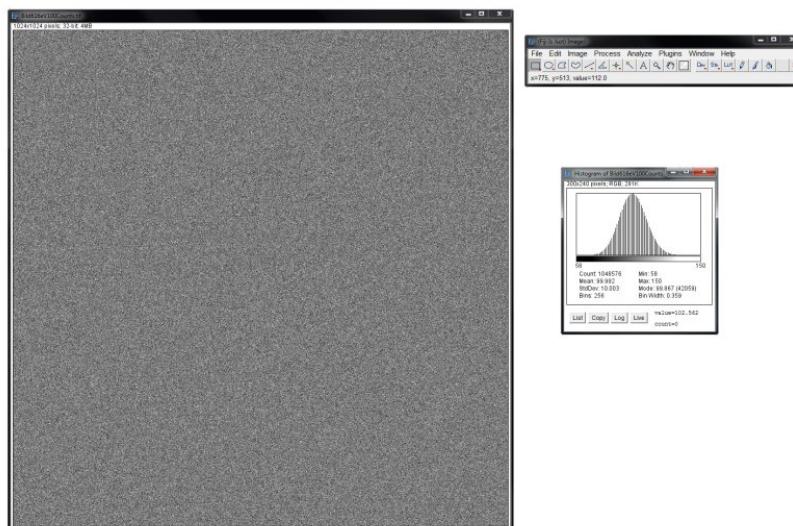


Abbildung 3.3: Veranschaulichung des simulierten Rauschsignals in einem Vorkantenbild

Zur Überprüfung dieses Sachverhaltes ist für das erste Vorkantenbild bei einem Energieverlust von 616 eV, ein Histogramm erstellt worden. Der Mittelwert der Pixelintensitäten beträgt $\bar{I}_{616} = 99,992$ Counts. Um die gemessene Verteilung mit der Poissonverteilung

zu vergleichen, müssen die gemessenen Counts Normiert werden. Die Normierung erfolgt, indem die absoluten Intensitätswerte in relativen Intensitätswerte umgerechnet werden. Eine Näherungsformel für die Poissonverteilung mit Erwartungswert λ kann der Wikipedia Seite entnommen werden [16].

$$P_\lambda(k) = \frac{\lambda^k}{k!} \cdot e^{-\lambda} \approx \frac{e^{-\lambda}}{\sqrt{2\pi}} \frac{e^{k(1+\ln(\frac{\lambda}{k}))}}{\sqrt{k + \frac{1}{6}}} \quad (3.1)$$

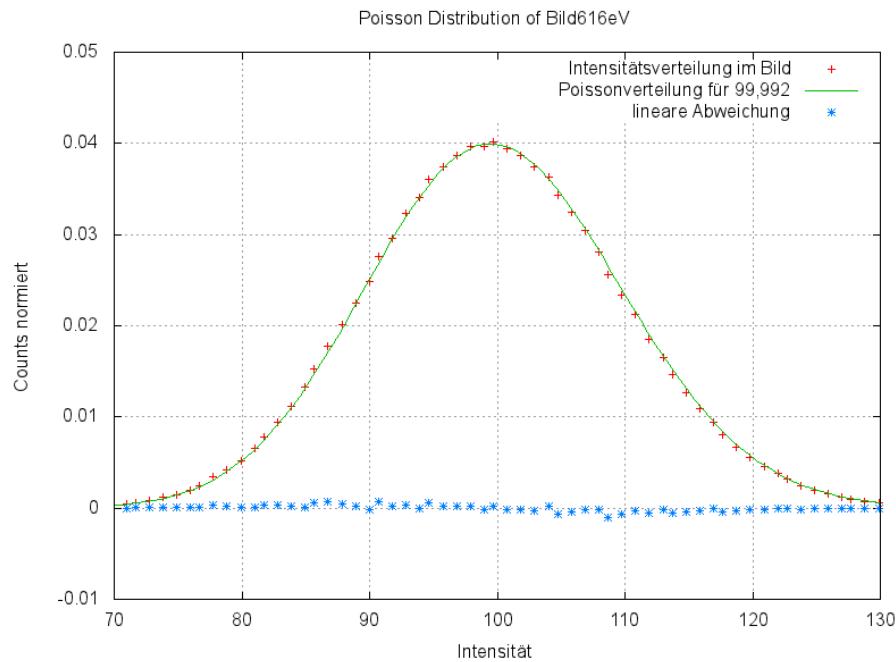


Abbildung 3.4: Poissonverteilung der Bildintensitäten bei einem Energieverlust von 616 eV

Abbildung 3.4 zeigt die Ähnlichkeit zwischen der simulierten Intensitätsverteilung der Bildpixel gegenüber der theoretisch erwarteten Poissonverteilung. Die Blauen Dots in der Abbildung entsprechen der linearen Abweichung beider Verteilungen. Aufgrund der normierten, sehr kleinen Häufigkeitswerte bei $\lambda = 99,992$ wurde auf die quadratische Abweichung in der Abbildung verzichtet.

3.3. Simulierte Fehler im Bild

Damit die Analyse eines Satzes aus drei Vorkantenbildern Aufschluss über Tendenzen liefern kann, ist es sinnvoll Abweichungen, Unterschiede und Vergleiche darzustellen. Ein zu analysierender Datensatz besteht in diesem Fall aus drei Vorkantenbildern, deren Unterschiede man durch Hinzufügen von Abweichungen beziehungsweise Manipulation ihrer Intensitätswerte realisieren kann. Mit diesen Überlegungen sind definierte Fehler, mittels Manipulation der Bildintensität, in verschiedenen Konfigurationen entstanden. Des weiteren wurde untersucht, ob Fehler in einzelnen Bildern, in zwei Bildern oder in allen drei Bildern jeweils Auswirkungen auf den χ^2 -Wert hat. Die zu untersuchenden Bildreihen lauten wie folgt:

- Fehler nur im ersten Bild
- Fehler nur im zweiten Bild
- Fehler nur im dritten Bild
- Fehler im ersten und zweiten Bild
- Fehler im zweiten und dritten Bild
- Fehler im ersten und dritten Bild
- Fehler in allen drei Bildern

Zunächst sind zwei grundlegende Konfigurationen entstanden. Die drei Vorkantenbilder wurden jeweils zuerst mit dem Rauschsignal versehen um anschließend einen definierten Fehler zu erhalten. Im zweiten Fall wurde umgekehrt zuerst der Fehler im Rauschfreien Bild eingebaut und das Bild danach mit dem Rauschsignal überlagert. Die Definition der Fehler bestand zum einen in der Größe des zu manipulierenden Pixelbereiches der Bilder und zum anderen in der Stärke der Manipulation. Das bedeutet, für jedes Bild ist ein Bereich definierter Größe verändert worden. Die Veränderung bestand jeweils zum einen in der Verringerung der Intensität in diesem Bereich und zum anderen in der Erhöhung

der Intensität in diesem Bereich. Die Größe des Fehlers bezeichnet konkret einen relativen Wert bezogen auf die Gesamtgröße des Bildes. In den jeweiligen Messreihen sind dadurch Bildflächen von 5%, 10%, 15%, 20%, 30%, 40% und 50% als Bereichsgrößen für Fehler gewählt worden. Ebenso verhält es sich mit der Stärke des Fehlers. Für die Stärke des Fehlers wurde ebenfalls ein relativer Intensitätswert bezogen auf die Gesamtintensität der Bilder verwendet. So sind die Fehlerbereiche mit Intensitätsunterschieden von jeweils 5%, 10%, 15%, 20%, 30%, 40% und 50% versehen worden. Tabelle 3.3 soll einen kleinen Überblick über die Konfiguration der Fehler pro Bild liefern. In Tabelle 3.4 ist die Anzahl

<i>Bild_i</i>			
Rauschen → Fehler		Fehler → Rauschen	
Intensität↑	Intensität↓	Intensität↑	Intensität↓
Fehlergröße	Fehlergröße	Fehlergröße	Fehlergröße
Fehlerstärke	Fehlerstärke	Fehlerstärke	Fehlerstärke

Tabelle 3.3: Konfigurationstabelle für konstruierte Fehler im *Bild_i* $i \in \{1, 2, 3\}$. Der Pfeil ↑ bedeutet, dass die Intensität erhöht wird. Bei ↓ wird verringert.

der zu untersuchenden Messreihen von jeweils drei Bildern aufgelistet. Alle Messreihen zu untersuchen wäre aus zeitlichen- und rechentechnischen Gründen nicht angemessen. Aus diesem Grund werden in Abschnitt 4 ausgewählte Messreihen zur Auswertung herangezogen, um Tendenzen der χ^2 -Werte zu untersuchen. Die prozentuale Größe sowie die Stärke des Fehlers ist über ein Makro mit der FIJI Application in den Bildern umgesetzt worden.

Die Begründung der Annahme solcher Fehler, liegt im Verlauf des Untergrundes in einem EEL-Spektrum und deren Datenauswertung. Die Betrachtung, dass zuerst das Rauschsignal und danach ein Fehler implementiert wird, könnte auf eine fehlerhafte Datenaufzeichnung schließen. So eine Fehlerkonfiguration könnte beispielsweise durch einen Fehler im Detektorsystem beim Aufnehmen von EFTEM-Bilder entstehen. Im umgekehrten Fall, könnte ein Fehler durch den Elektronenstrahl und/oder den Energiefilter entstehen, bevor das Signal vom Detektor aufgezeichnet wird. Dieser Sachverhalt entspräche dann der Fehler → Rauschen Konfiguration.

Fehler in Bild	Rauschen und Fehler	Intensität↑↓	Fehlergröße	Fehlerstärke	Messreihen
1	2	2	7	7	196
2	2	2	7	7	196
3	2	2	7	7	196
1, 2	4	8	7	7	1568
2, 3	4	8	7	7	1568
1, 3	4	8	7	7	1568
1, 2, 3	6	12	7	7	3528
Gesamt					8820

Tabelle 3.4: Anzahl zu untersuchender Messreihen von jeweils drei Vorkantenbildern. Jede Messreihe beinhaltet eine unterschiedliche Fehlerkonfiguration

Die Fehler, von Größe und Stärke, in den Bildern entsprechen Intensitätsschwankungen des EEL-Spektrums im Vorkantenbereich. Zur Veranschauung soll in Abbildung A.1, das EEL-Spektrum eines Eisen-Chrom Schichtsystems dienen. Diese Abbildung ist im Anhang A zu finden. Vor allem verdeutlicht sich die Fehlersituation in Abbildung A.2. Im dritten Bild ist die Chrom L_1 -Kante zu sehen. Die Abweichung des Cr L_1 -Peaks vom Untergrund, trägt zur Veränderung des Untergrundfits in diesem Bereich bei. Die Breite des Peaks ist als Größe des Fehlerbereiches in diesem Bild zu verstehen. Seine Abweichung vom Untergrund ist ein Maß für die Stärke des Fehlers.

3.4. Programm BackgroundFit zur Ermittlung der χ^2 -Werte

Wie in Abschnitt 2.2 bis 2.4 beschrieben wurde, ist die Berechnung des Untergrundes eine wichtige und notwendige Grundlage für die Bestimmung des χ^2 -Wertes. Das Programm BackgroundFit benötigt als Eingabe drei Vorkantenbilder im Tiff Format und deren Energieverlustwerte. BackgroundFit ist mit Hilfe der Entwicklungsumgebung Eclipse [17] entstanden und wurde als Java Application implementiert. Es führt mittels WLSFV einen Untergrund Fit durch, indem ϵ^2 aus Gleichung (2.4) minimiert wird. Die Minimierung für jedes Bildpixel erfolgt per Iteration bis zu einem festen Vergleichswert von $\Delta\omega$. Des weiteren ermittelt das Programm den χ^2 -Mittelwert aller Pixel und eine chiSquaredMap, die als Tiff Bild gespeichert wird. Die χ^2 -Mittelwerte jeder Messreihe werden als Textdatei gespeichert. Sie könnten Aufschluss darüber geben, ob es ausreicht, einen Mittelwert für die Bewertung von EFTEM-Bildern zu betrachten. Die chiSquaredMap besteht aus $1024 \times 1024 = 2^{20}$ χ^2 -Werten. Mit Hilfe der Map ist es möglich die Häufigkeit der χ^2 -Werte als DichteVerteilung zu plotten. Die Abweichung der gemessenen Verteilung von der theoretischen χ^2 -Verteilung ist dabei das Kriterium für die Güte des Fits.

Beim Start des Programms wird ein Dialog zur Auswahl der Bilder geöffnet. Die Intensitätswerte der Bilder werden aus den Pixeln ausgelesen und als Feld von drei Arrays übernommen. Das Feld kann als Matrix aufgefasst werden, bei der die Bildnummer in den Zeilen- und die Pixelintensität in den Spalten eingetragen ist. Die Matrix besitzt dann drei Zeilen und hat, bei einem Bild von 1024×1024 Pixeln, 2^{20} Spalten.

	0	1	2	...
Bild 1	I_{11}	I_{12}	I_{13}	...
Bild 2	I_{21}	I_{22}	I_{23}	...
Bild 3	I_{31}	I_{32}	I_{33}	...

Tabelle 3.5: Feld der Bildintensitäten

Für die Minimierung der Fehlersumme (2.4) werden zwei weitere Felder verwendet. Beide Felder beinhalten jeweils die Wichtungen ω für jedes Pixel und haben gleiche Dimension

wie das Intensitätsfeld aus Tabelle 3.5. In das erste Feld $\underline{\omega}_1$ wird die jeweils aktuelle Wichtung ω_a eingesetzt, während im zweiten Feld $\underline{\omega}_2$ an der jeweils gleichen Position die „neue“, berechnete Wichtung ω_n gesetzt wird. Beide Felder sind vor dem Iterationsstart leer. Zu Beginn der Iteration wird an die erste Position des Feldes $\underline{\omega}_1$ als Startwert, wie in Abschnitt 2.3.1 beschrieben, der Intensitätswert $\omega_a = I_{11}$ aus Tabelle 3.5 gesetzt. Der Wert wird anschließend von $\underline{\omega}_2$ an der jeweils gleichen Stelle übernommen um fortwährend als Vergleichswert zu dienen. Mit dem Wert ω_a , wird dann so lange die neue Wichtung ω_n mit (2.8), (2.9) und (2.3) berechnet, bis $\Delta\omega = |\omega_n - \omega_{n-1}| \leq 0,001$ erfüllt ist. Die Fehlersumme ist damit minimal und es kann der für die Iteration verwendete letzte Wert für a und r übernommen werden. Da die Iteration pixelweise durchgeführt wird, erhält man, bei Bildern von 1024×1024 Pixeln, jeweils ein Array mit 2^{20} Werten für a und r . Aus diesen Werten wird der Mittelwert zur Berechnung des Untergundfits mit $y = \bar{a} - \bar{r} \cdot x$ verwendet.

Der χ^2 -Test bedient sich, in einer weiteren Funktion des Programms, zum einen der Intensitätswerte aus Tabelle 3.5 und zum anderen der berechneten Werte $y_i = a_i - r_i \cdot x$ des Untergundfits. Mit Hilfe von (2.10) wird dann für jeden der 2^{20} -Intensitätserste der χ^2 -Wert berechnet und in einem weiteren Array gespeichert. Aus diesem Array wird der Mittelwert bestimmt und in einer Textdatei ausgegeben. Des weiteren werden die 2^{20} χ^2 -Werte wieder als Bild im Tiff Format als chiSquaredMap, zur weiteren Untersuchung gespeichert.

4. Auswertung

Zur Auswertung der Messreihen wurden mit der FIJI Application die Pixelwerte der chiS-squaredMap ausgelesen beziehungsweise verarbeitet. Des weiteren werden die Auswirkungen der in den Bildern simulierten Fehler auf die χ^2 -Mittelwerte untersucht. Alle Datenplots wurden mit Gnuplot durchgeführt.

Wie in Abschnitt 3.3 beschrieben wurde, gibt es vier unabhängige Konfigurationsklassen, einen Fehler in ein Bild einzubauen. Es sollen zur Erinnerung hier nochmal kurz diese vier Klassen beschrieben werden.

1. Die erste Konfigurationsklasse besteht aus zwei Einstellungen. Zum einen wird auf ein Bild konstanter Intensität zuerst das Rauschsignal gelegt bevor es mit einem Fehler versehen wird. Die Vorgehensweise der zweiten Einstellung ist, dass zuerst ein Bereich des Bildes manipuliert wird und danach mit dem Rauschsignal bearbeitet zu werden. Beide Einstellungen werden im weiteren Verlauf der Auswertung folgendermaßen abgekürzt:
 - Zuerst Rauschen dann Fehler → RF
 - Zuerst Fehler dann Rauschen → FR
2. Die Zweite Konfigurationsklasse besteht wieder aus zwei Einstellungen. Die erste Einstellung besagt, dass im manipulierten Fehlerbereich die Intensität erhöht wurde. In der zweiten Einstellung ist der Fehlerbereich in seiner Intensität verringert worden. Dies beschreibt im weiteren Verlauf folgende Abkürzung:
 - Intensität erhöht → IU
 - Intensität verringert → ID
3. Die dritte Klasse umfasst die Stärke des Fehlers. Die Fehlerstärke ist ein relativer Wert bezogen auf die Grundintensität eines Bildes. Im ersten Bild beträgt die Grundintensität 100 Counts/Pixel. Ein Fehler von 5% bedeutet dann, dass in einem Fehlerbereich die Intensität um 5%, also um 5 Counts/Pixel verändert wurde. Es

sind sieben unterschiedliche relative Werte für die Veränderung der Intensität gewählt worden. Diese sind 5%, 10%, 15%, 20%, 30%, 40% und 50%. Mit folgenden abkürzungen:

- F5, F10, F15, F20, F30, F40 und F50
4. Zuletzt beschreibt die vierte Konfigurationsklasse den flächenmäßigen Bereich eines Bildes, der zur Veränderung der Intensität gewählt wurde. Die Größe des Fehlerbereiches ist ein relativer Wert bezogen auf die Gesamtgröße des zu untersuchenden Bildes. Bei einer Gesamtbildgröße von 1024×1024 Pixeln, bezieht sich dann eine Fehlergröße von 5%, auf einen Bereich von ca. 51×51 Pixeln. Es sind wie in Klasse 3, sieben unterschiedliche relative Werte für die Bereichsgröße gewählt worden. Diese sind 5%, 10%, 15%, 20%, 30%, 40% und 50%. Mit folgenden abkürzungen:
- G5, G10, G15, G20, G30, G40 und G50.

Mit diesem Werkzeug lässt sich ein zur Untersuchung gewähltes Bild leichter adressieren. Alle mit dem χ^2 -Test zu untersuchenden Messreihen bestehen aus jeweils drei simulierten Bildern pro Einzelmessung, die aus dem Verlustspektrum von Eisen vor der L_2 Kante stammen. Das erste Bild bezieht sich auf einen Energieverlust von $\Delta E_1 = 616$ eV, das zweite von $\Delta E_2 = 666$ eV und das dritte von $\Delta E_3 = 693$ eV. In der ersten Messreihe ist lediglich das erste Bild verändert worden. Durch die Konfigurationsklassen, lässt sich das erste Bild auf 196 verschiedene Arten verändern. In der zweiten Messreihe ist lediglich das zweite der Bilder verändert worden, sowie in der dritten Messreihe nur das dritte der drei Bilder verändert worden ist. Die Bezeichnung

$$\text{Bild}616\text{eVRFIU}F5G5$$

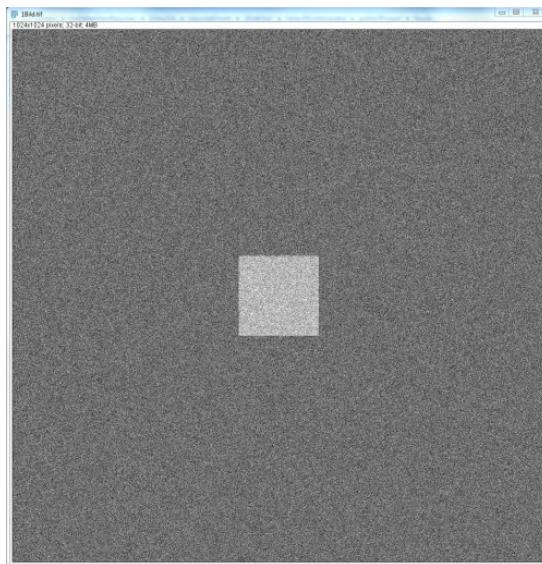
bezieht sich auf die erste Messreihe, in der nur das erste der drei Bilder verändert wurde „Bild616eV“. Dieses Bild besitzt die Fehlerkonfiguration, Erst Rauschen dann Fehler „RF“, die Intensität wurde erhöht „IU“ mit der Stärke „F5“ in der Flächengröße „G5“.

4.1. Poissonverteilung simulierter Bilder

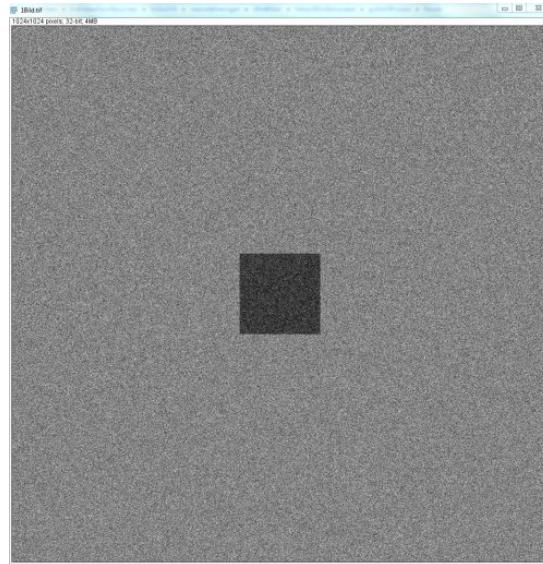
In diesem Abschnitt soll anhand einiger Messreihen die Auswirkung der Fehler auf die Intensitätsverteilung gezeigt werden. Die Auswertung der Intensitätsverteilung bezieht sich auf jeweils ein Bild.

4.1.1. Fehler im ersten Bild

Wie bereits erwähnt, besteht der simulierte Fehler in einem Vorkantenbild, in der Manipulation eines Intensitätsbereiches. Die Bilder sind Quadrate mit 1024 Pixel Kantenlänge. Der Fehlerbereich ist ebenfalls ein Quadrat, dass mittig im zu betrachtenden Bild integriert worden ist.



(a) Fehler mit 20 % erhöhter Intensität



(b) Fehler mit 20 % verringriger Intensität

Abbildung 4.1: Beispiel eines Fehlers im Bild. In beiden Bildern beträgt die Größe des Fehlerbereichs 15 %.

Die Fehlerkonfiguration ist in allen Messreihen gleich. Aus diesem Grund werden zur Anschauung der Poissonverteilung lediglich Bilder der ersten Messreihe verwendet. Die Verteilungen der zweiten und dritten Messreihe sehen in ihrem Verlauf nahezu identisch aus. Der Unterschied liegt lediglich in der Position und Höhe der Peaks, da die Intensitäten

der Vorkantenbilder zur Ionisationskante hin abnehmen. Das heißt je näher ein Vorkantenbild vor der Ionisationskante aufgenommen wird, desto niedriger ist seine Zählrate beziehungsweise Intensität pro Pixel.

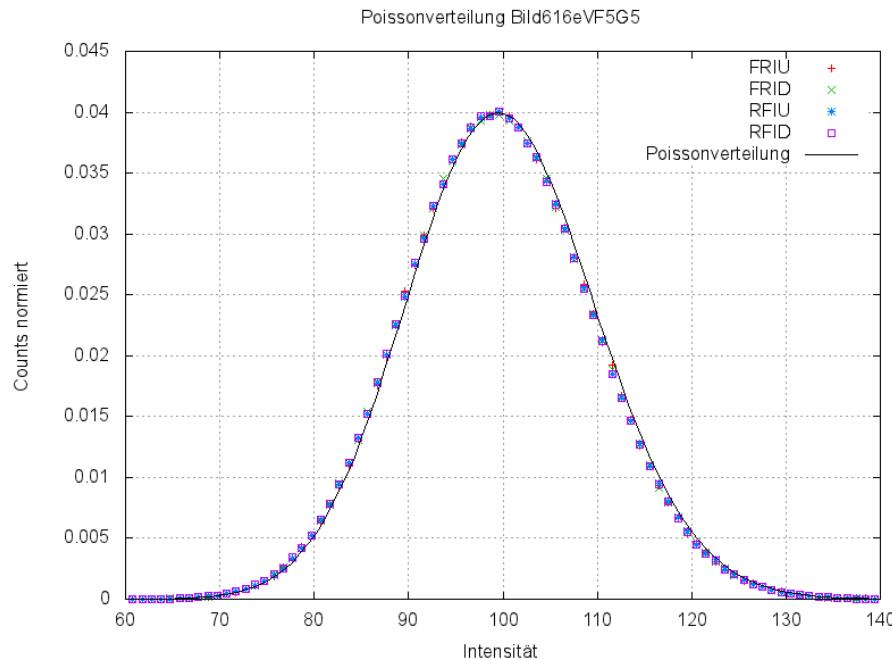


Abbildung 4.2: Poissonverteilung für Bild616eV, Die Fehlergröße und die Stärke des Fehlers betragen jeweils 5 %.

In Abbildung 4.2 sind die Poissonverteilungen der Bilder mit einem Energieverlust von 616 eV aller Konfigurationen zu sehen, deren Intensitätsfehler 5 % beträgt. Die Fehlergröße beträgt ebenfalls 5 %. Auffällig ist in der Tat nichts. Offensichtlich ist eine Intensitätsschwankung von 5 %, in einem kleinen Bereich von 5 % Größe gegenüber dem Gesamtbereich, nicht in der Lage große Abweichungen von der „normalen“ Poissonverteilung zu zeigen. Das bedeutet, dass höchstwahrscheinlich auch die Abweichungen von einem χ^2 -Mittelwert von eins, nicht zu betrachten sein werden.

Als nächstes sollen die Poissonverteilungen von Bild616eV betrachtet werden, die ebenfalls alle Rausch- und Intensitätsfehler-Konfigurationen beinhalten. Der Fehler soll

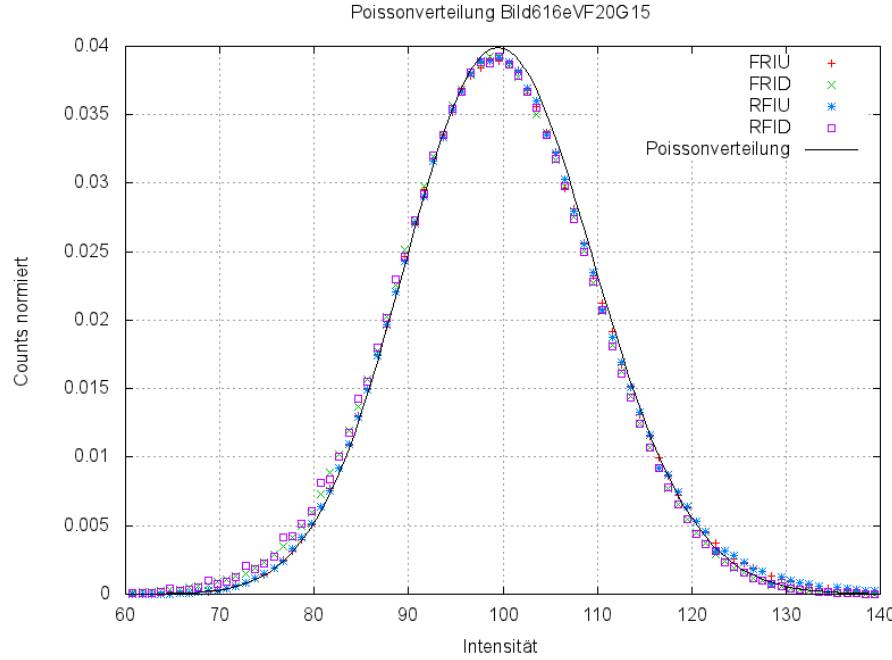


Abbildung 4.3: Poissonverteilung für Bild616eV, Die Fehlergröße beträgt 15 % und die Stärke des Fehlers beträgt 20 %.

dabei 20 %, bei einer Größe von 15 %, betragen.

In Abbildung 4.3 sind die Abweichungen von der „normalen“ Poissonverteilung schon etwas größer. Man kann sehen, dass die Konfigurationen IU (Intensität erhöht) minimal zu größeren Intensitäten verschoben sind. Ebenfalls sind Konfigurationen ID (Intensität verringert) minimal zu kleineren Intensitäten verschoben. Aller Wahrscheinlichkeit nach wird wohl auch bei diesen Messreihen keine große Abweichung von einem χ^2 -Mittelwert von eins zu erwarten sein.

In Abbildung 4.4 sind deutlich zwei Poissonverteilungen zu erkennen. Der Peak bei 150 Intensität/Counts kommt durch die Intensitätserhöhung von 50% im Bildfehlerbereich zustande. Auffällig ist, dass die Konfiguration RF eine höhere Ausprägung an dieser Stelle besitzt. Der Grund liegt in der Simulation des Fehlers. RF bedeutet, dass die Grundintensität zuerst mit dem Rauschsignal bearbeitet wurde, bevor der Bereich in

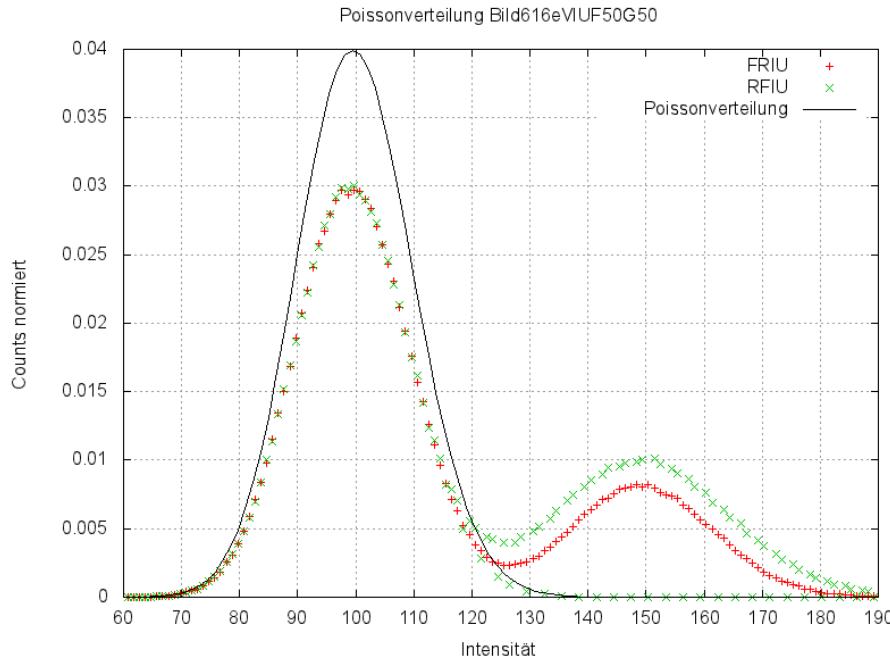


Abbildung 4.4: Poissonverteilung für Bild616eV mit dem größten Fehler von 50% Stärke und 50% Bereichsgröße bei erhöhter Intensität.

seiner Intensität manipuliert worden ist. Das Rauschsignal versorgt den Fehlerbereich mit Werten oberhalb von 100 Intensität/Counts, hinzu kommt dann die Fehlerstärke von 50% in diesem Bereich. Mit dieser Art von Fehler wird sich der Intensitäts-Erwartungswert ändern, sodass dadurch eine starke Abweichung eines Untergrundfits vom χ^2 -Mittelwert zu erwarten ist.

In ähnlicher Weise verhält sich eine Intensitätsverteilung, wenn der Fehler von 50% Fehlergröße, sowie 50% Fehlerstärke bei verringriger Intensität untersucht wird. Dadurch, dass die Intensität verringert wird, wird sich eine zweite Poissonverteilung bei der verringerten Intensität ausbilden. Abbildung 4.5 zeigt wieder zwei ineinanderliegende Poissonverteilungen. Der Peak bei 50 Intensität/Counts kommt durch die Intensitätsverringerung von 50%, in einem Fehlerbereich von 50% bezogen auf die Gesamtgröße des Bildes zustande. Auffällig ist wieder, dass der Peak der Verteilung RF höher ist als FR. Die Erklärung ist äquivalent zu Abbildung 4.4. Ebenso ist mit diesen Messreihen eine größere Abweichung

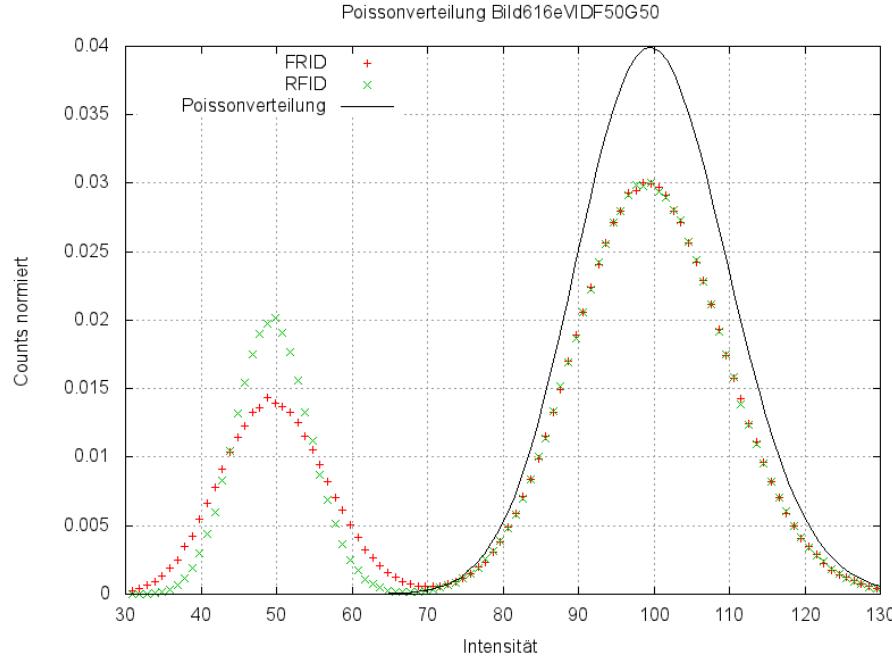


Abbildung 4.5: Poissonverteilung für Bild616eV mit dem größten Fehler von 50% Stärke und 50% Bereichsgröße bei verringrigerter Intensität.

vom χ^2 -Wert zu erwarten.

4.2. χ^2 als Mittelwert

Um den χ^2 -Mittelwert zu erhalten, werden drei simulierte Vorkantenbilder mit dem Programm BackgroundFit ausgewertet. Alle Messreihen bestehen aus drei Vorkantenbildern bei einem Energieverlust von 616 eV im ersten Bild, 666 eV im zweiten und 693 eV im dritten Bild. Die erste Betrachtung dient zur Überprüfung des Programms, indem der χ^2 -Mittelwert der leeren Vorkantenbilder ermittelt wird. Leer bedeutet in diesem Zusammenhang, dass in keines der Bilder ein Fehler eingebaut worden ist. Der mit dem Programm ermittelte Mittelwert beträgt

$$\overline{\chi^2} = 1,0108(10)$$

wobei der Fehler durch zehnmaliges Wiederholen von Poissonrauschen und Auswerten, berechnet wurde. Die Poissonverteilungen der drei Fehlerlosen Vorkantenbilder entsprechen

damit den theoretisch erwarteten Poissonverteilungen mit den im Bild vorkommenden Zählraten als Erwartungswert. Damit ist bestätigt, dass das Programm die gewünschte Ausgabe liefert und die Berechnung des Untergrundfits nahezu keine Abweichung zu den gemessenen Zählraten darstellt.

4.2.1. Mittelwerte bei Fehlern im ersten Bild

In der ersten Messreihe ist lediglich das erste Bild bei 616 eV mit einem Fehler versehen worden. Die χ^2 -Mittelwerte sind zur Veranschauung gegen die Fehlergrößen aufgetragen um Tendenzen für Fehler in EFTEM-Bilder mittels χ^2 -Werten zu ermitteln.

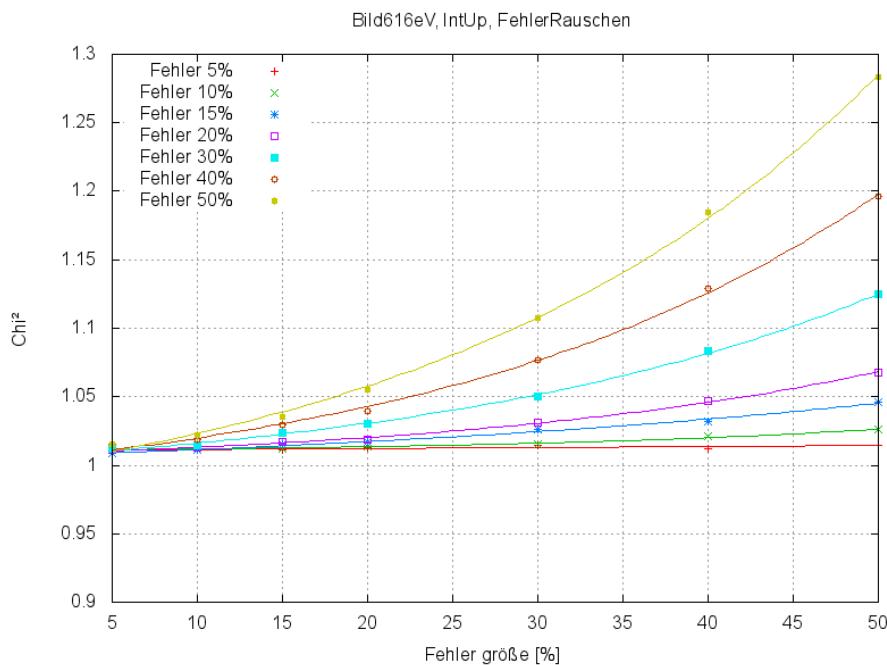


Abbildung 4.6: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im ersten Bild bei 616 eV die Konfiguration ist Fehler → Rauschen bei erhöhter Intensität

In Abbildung 4.6 sind die χ^2 -Mittelwerte gegen die Fehlergröße aufgetragen. Die Fehlergröße bezieht sich auf einen nur im ersten der drei Bilder befindlichen Fehler. Jede Kurve

entspricht einer anderen Stärke, mit der ein Fehlerbereich auf der x-Achse verändert worden ist. Man kann deutlich erkennen, wie sehr der χ^2 -Mittelwert zu größeren Fehlern zunimmt und von $\overline{\chi^2} = 1$ abweicht. Das bedeutet, dass die Abweichungen des Untergrundfits von den Zählraten im Bild mit zunehmender Fehlergröße und Fehlerstärke zunimmt. Das ist mit den Poissonverteilungen der Bilder zu erklären. Mit zunehmendem Fehler im Bild sind die Poissonverteilungen der Bildintensitäten als Überlagerung zweier Poissonverteilungen zu verstehen. Dadurch sind Erwartungswert und Mittelwert der Zählraten nicht mehr äquivalent. Die Erwartungswerte werden für die Berechnung des Untergrundfits verwendet, sodass eine Abweichung der Messwerte die Berechnung verfälscht und damit die Abweichung der gemessenen Zählraten zum Untergrundfit zunimmt.

Ähnlich verhalten sich die χ^2 -Mittelwerte bei RF Konfiguration in Abbildung 4.7. Auch

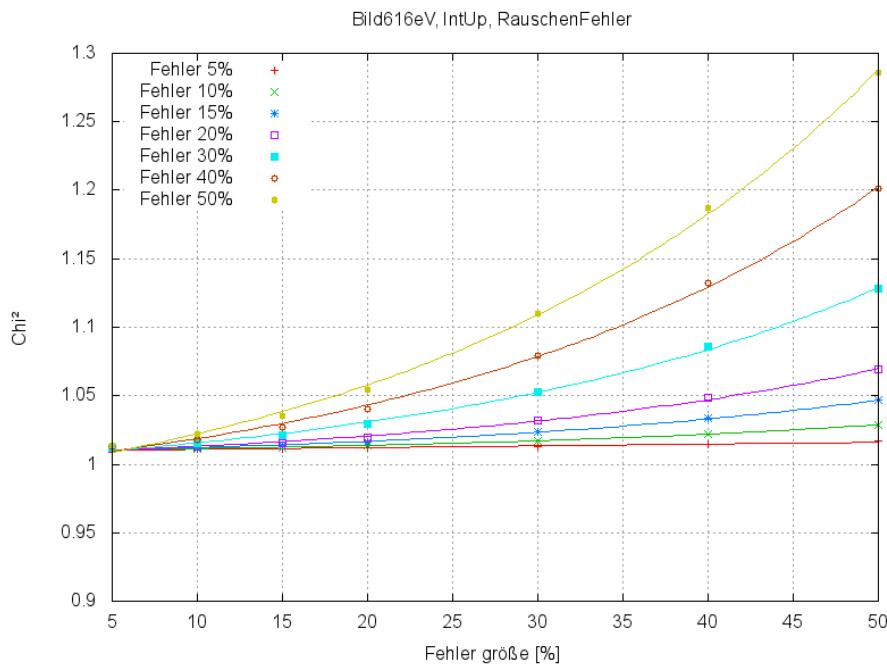


Abbildung 4.7: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im ersten Bild bei 616 eV die Konfiguration ist Rauschen → Fehler bei erhöhter Intensität

hier steigen die Mittelwerte zu größeren Fehlern an. Der Unterschied zu den Mittelwerten

der FR Konfiguration ist minimal. Die Abweichungen sind jedoch trotzdem auf die Konfigurationen und ihre Poissonverteilungen zurückzuführen. Die Poissonverteilungen, der Fehlerhaften Bilder, weichen bei den unterschiedlichen Konfigurationen ebenfalls minimal von einander ab, sodass damit auch ihre χ^2 -Werte von einander abweichen.

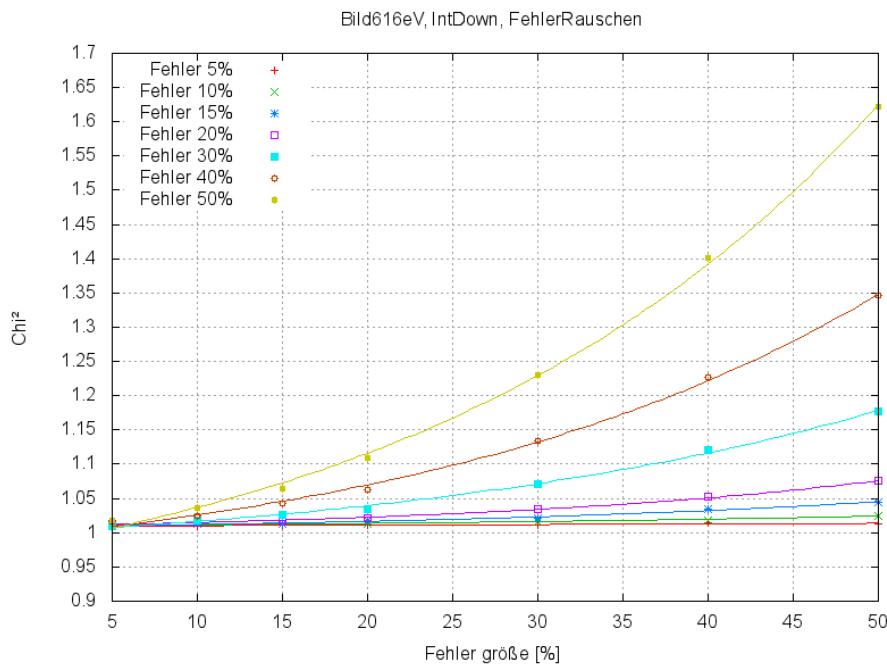


Abbildung 4.8: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im ersten Bild bei 616 eV die Konfiguration ist Fehler → Rauschen bei verringelter Intensität

Auch in Abbildung 4.8 steigen die Mittelwerte bei größeren Fehlern an. Auffällig ist hier allerdings, dass die Unterschiede der Mittelwerte bei verringelter Intensität, im Vergleich zu den Mittelwerten bei erhöhter Intensität wie in den Abbildungen 4.6 und 4.7, größer ist. Offensichtlich führt eine Intensitätsverringerung als Fehler zu einer stärkeren Abweichung des Untergrundfits zu den Zählraten im Bild.

Als letzte Darstellung der χ^2 -Mittelwerte ist in Abbildung 4.9 die Abhängigkeit des Mittelwertes von der Fehlergröße zu sehen. Ähnlich wie in Abbildung 4.8 ist auch hier der Anstieg des Mittelwertes zu größeren Fehlern zu sehen. Auch in diesen beiden Abbildungen

macht sich der Unterschied zwischen den Konfigurationen FR und RF bemerkbar. FR

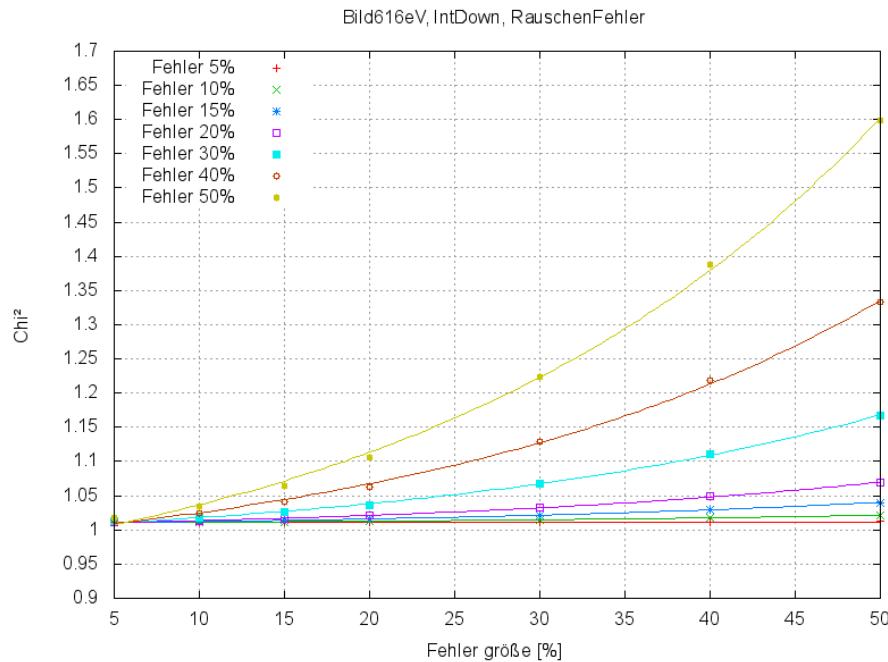


Abbildung 4.9: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im ersten Bild bei 616 eV die Konfiguration ist Rauschen → Fehler bei verringriger Intensität

liegt mit seinen Mittelwerten minimal höher als RF, was ebenfalls auf die Unterschiede der Poissonverteilungen der Bilder zurückzuführen ist.

4.2.2. Mittelwerte bei Fehlern im zweiten Bild

Der Untergrundfit wird stets aus drei Vorkantenbilder berechnet. Ein Intensitätsfehler im zweiten Bild führt zu einer stärkeren Abweichung der Zählrate gegenüber der Annahme einer fallenden Potenzfunktion als Untergrund. Dies macht sich in den χ^2 -Werten bemerkbar. Die Abbildungen der Mittelwerte für das zweite Bild sind in ihrem Verlauf ähnlich zu denen bei Fehlern im ersten Bild. Sie sind daher im Anhang A zu finden.

In Abbildung A.3 sind die χ^2 -Mittelwerte gegen die Fehlergrößen im zweiten der drei Vorkantenbilder aufgetragen. Es macht sich schnell die Abweichung von $\overline{\chi^2} = 1$ bemerkbar.

Anhand dieser Tendenz ließe sich schließen, dass Fehler in Bildern mit höheren Energieverlusten zu größeren Abweichungen des χ^2 -Mittelwertes führen können. Des weiteren ist in dieser Messreihe ein deutlicher Unterschied zwischen der Konfiguration IU und ID zu erkennen. Die Abweichungen der χ^2 -Mittelwerte von $\overline{\chi^2} = 1$ machen sich durch Abweichungen des Erwartungswertes der Poissonverteilung im zweiten Bild, zu größeren Fehlern offensichtlich stärker bemerkbar. Abbildung A.5 zeigt die χ^2 -Mittelwerte für die Konfiguration „FRID“. Die Mittelwerte weichen für größere Fehler viel stärker von $\chi^2 = 1$ ab als beispielsweise A.3.

4.2.3. Mittelwerte bei Fehlern im dritten Bild

Sofern sich nur ein Fehler im dritten Bild befindet kann auf ähnliche Weise, wie bei den Fehlern im ersten und zweiten Bild, der χ^2 -Mittelwert gegen die Fehlergröße aufgetragen werden. Der Verlauf der χ^2 -Mittelwerte ist dann erneut ähnlich wie auch bei den Verläufen der χ^2 -Mittelwerte für das erste beziehungsweise zweite Bild. Die Annahme aus 4.2.2 muss allerdings verworfen werden, da bei der Auswertung der χ^2 -Mittelwerte des dritten Bildes, keine größeren Abweichungen zu höheren χ^2 -Werten gefunden worden sind. In Anhang A sind die Plots der χ^2 -Mittelwerte gegen die Fehlergrößen unterschiedlicher Konfigurationen zu sehen. Während bei Fehlern im zweiten Bild in Abschnitt 4.2.2 ein maximaler χ^2 -Mittelwert von etwa $\overline{\chi^2} \approx 6$ beispielsweise bei Abbildung A.5 zu sehen ist, beträgt der maximale χ^2 -Mittelwert für Fehler im dritten Bild etwa die Hälfte siehe Abbildung A.9.

4.2.4. Mittelwerte bei Fehlern in zwei und drei Bildern

Die Auswertung von Fehlern in drei Bildern, wäre für die in Tabelle 3.4 berechnete Anzahl von Konfigurationskombinationen zeitlich zu aufwändig. So wurde die Auswertung auf die Fälle beschränkt, bei denen alle der drei Vorkantenbilder mit dem gleichen Fehler in seiner Größe und Stärke bestückt worden sind. Die Auswertung und Plots sind wieder in Anhang A zu finden. Für die Auswertung der χ^2 -Werte bei Fehlern in mindestens zwei Bildern, hat sich gezeigt, dass der χ^2 -Test kein geeignetes Instrument ist. Obwohl man bei

aufgenommenen EFTEM-Bildern diese χ^2 -Mittelwert- Auswertung durchführen könnte, so würden die Abweichungen von $\overline{\chi^2} = 1$ beispielsweise keinen Aufschluss auf die Bildnummer geben, in der ein Fehler zu dieser Abweichung führt. Des weiteren variieren die berechneten χ^2 -Werte entweder zu stark oder gar nicht.

Die Auswertung der χ^2 -Mittelwerte gegenüber der Fehlergröße ist bei Fehlern in zwei und drei Vorkantenbilder nicht zufriedenstellend, da Tendenzen nicht eindeutig festzustellen sind. In den Abbildungen A.11 und A.13, bleiben die χ^2 -Mittelwerte auch bei Variation der Fehler in Größe und Stärke nahezu konstant. Dieser Umstand liegt in der Wahl der Fehler in den drei Bildern. Für die Überprüfung wurden lediglich gleiche Fehlerkonfigurationen in den drei Bildern zur Auswertung herangezogen. Das heißt, dass jeweils der χ^2 -Mittelwert beispielsweise der Konfiguration von „FRIUF5G5“ bis „FRIUF50G50“ im ersten, zweiten und dritten Bild, bestimmt worden ist. Aus diesem Grund, bleibt der Abstand der Fitfunktion des Untergrundes jeweils in allen drei Bildern konstant zum Untergrund und führt somit, zu keiner nennenswerten Abweichung der Mittelwerte. In Abbildung A.12 hingegen steigen die Mittelwerte wieder mit dem Fehler an. Der Grund hierfür liegt in der „RFIU“ Konfiguration. Wird das Rauschsignal durch einen Fehler verstärkt und in seiner Stärke durch das erhöhen der Intensität in diesem Bereich nochmals erhöht, so führt dies ohne weiteres zu einer stärkeren Abweichung des Untergrundfits zu den Messwerten, womit jeweils auch der χ^2 -Mittelwert erhöht wird. Im umgekehrten Fall, führt, wie in Abbildung A.14, eine Verringerung der Intensität in den Fehlerbereichen dazu, dass das Rauschsignal geglättet wird und somit die Abweichungen der Messwerte zum Untergrundfit kleiner werden, womit auch die χ^2 -Mittelwerte kleiner werden.

Bei Fehlern in zwei Bildern gestaltet sich die Auswertung kompliziert. In Abbildung A.15 sind wieder die χ^2 -Mittelwerte gegenüber den Fehlergrößen, bei Fehlern im ersten und zweiten Bild, zu sehen. Das Problem bei einem Plot mit zwei Fehlern ist, dass man nur eine Fehlerachse hat. So funktioniert die Auswertung so, dass die Fehlergröße der einen Messung konstant gehalten wird und die andere sich im Verlauf der x-Achse verändert. So ist es möglich, zwei Fehlergrößen in ein Plot zu setzen und zu vergleichen. Ähnlich wie bei den Analysen mit einem beziehungsweise drei fehlerhaften Bildern, bleibt der χ^2 -Mittelwert

bei einem schwachen Fehler von 5% auch bei variablen Fehlergrößen beider Bilder nahezu konstant bei $\overline{\chi^2_{12}} \approx 1$. Beträgt der Intensitätsfehler in beiden Bildern 50% und beträgt die Fehlergröße im zweiten Bild 50%, so verringert sich der χ^2 -Mittelwert mit steigender Fehlergröße im ersten Bild. Man könnte annehmen, dass sich durch die Vergrößerung des Fehlers im ersten Bild, eine Annäherung der Fitfunktion an die gemessenen Intensitätswerte ergibt und sich dadurch der χ^2 -Mittelwert verringert. Auf der anderen Seite erhöhen sich die χ^2 -Mittelwerte bei einem Intensitätsfehler von 50% im ersten und zweiten Bild, sofern die Fehlergröße im ersten Bild bei 50% liegt und die Fehlergröße im zweiten Bild steigt. Als Grund könnte hier genannt werden, dass eine Vergrößerung des Fehlers im zweiten Bild, zu größeren Abweichungen der Messwerte gegenüber dem Untergrundfit führt.

Befinden sich Fehler im ersten und dritten Bild, so sind auch in diesem Fall nahezu keine Abweichungen von $\overline{\chi^2_{13}} \approx 1$, bei schwachen Intensitätsfehlern zu sehen. Allerdings führen jegliche Vergrößerungen der Fehlerbereiche zu größeren Abweichungen der Messwerte bezüglich der Untergrundfitfunktion. Das macht sich am Anstieg der χ^2 -Mittelwertkurven in Abbildung A.16 deutlich bemerkbar. Je größer also die Fehler im ersten und dritten Bild sind, desto größer werden auch die Abweichungen der Messwerte bezüglich des Untergrundfits.

Bei Fehlern im zweiten und dritten Bild, bleiben ebenfalls schwache Intensitätsfehler auch bei größeren Fehlerbereichen nahezu konstant bei $\overline{\chi^2_{23}} \approx 1$. Wie in Abbildung A.17 zu sehen ist, sind die Verläufe der χ^2 -Mittelwertkurven, denen bei Fehlern im ersten und zweiten Bild ähnlich, wobei sich, im Vergleich zu Abbildung A.15, die Beträge der χ^2 -Mittelwerte unterscheiden. Auffällig ist auch, dass sich der χ^2 -Mittelwert, bei einem konstanten Fehler im zweiten Bild und Vergrößerung des Fehlers im dritten Bild, verringert. Dieser Umstand beschreibt, dass durch die Annäherung eines Fehlers im ersten oder dritten Bild an den Fehler im zweiten Bild, der Unterschied der Messwerte zur Untergrundfitfunktion verringert wird. Im umgekehrten Fall steigt der χ^2 -Mittelwert, sofern der Fehler im zweiten Bild ebenfalls größer wird. Abschließend kann man sagen, dass größtenteils Fehler im zweiten Bild, für die Abweichung $\overline{\chi^2} \geq 1$ verantwortlich sind.

4.3. χ^2 Verteilungen der simulierten Bilder

Mit Hilfe des Programms BackgroundFit ist es möglich eine ChiSquare-Map zu erstellen. Die Map besteht aus 1024×1024 χ^2 -Werten, die aus den Untergrundfits dreier Vorkantenbilder berechnet werden. Mit der FIJI-App können die Werte der Pixel aus der Map gelesen und verarbeitet werden. In Abbildung 4.10 ist eine χ^2 -Map zu sehen. Die unterschiedlichen

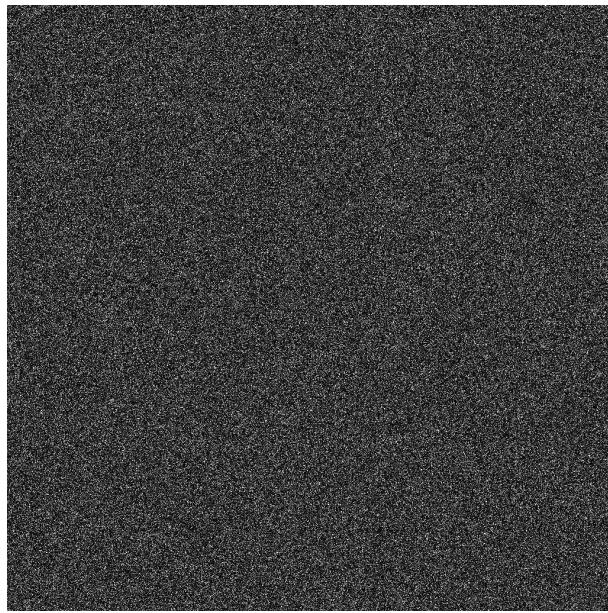


Abbildung 4.10: χ^2 -Map aus drei fehlerlosen Vorkantenbildern bei Energieverlusten von 616 eV, 666 eV und 693 eV.

Intensitäten in der Map stellen die unterschiedlichen χ^2 -Werte der Untergrundanpassung in jedem Pixel dar. Mit FIJI werden die Pixelintensitäten aus der Map gelesen und als Tabelle ihrer Häufigkeiten gespeichert. Um die Häufigkeitsverteilung mit der χ^2 -Verteilung vergleichen zu können, müssen die Werte aus der χ^2 -Map normiert werden. In Abbildung 4.11 ist die normierte Häufigkeitsverteilung als χ^2 -Dichteverteilung zu sehen. Die Verteilung repräsentiert eine χ^2 -Map aus drei Fehlerlosen Vorkantenbildern. Es wurde zusätzlich in der Abbildung die theoretisch zu erwartende Verteilung nach Gleichung (2.18) eingezeichnet. Des weiteren wurde ein Fit mit dem Ansatz:

$$f(x) = \frac{a}{\sqrt{2\pi x}} e^{-b\frac{x}{2}} \quad (4.1)$$

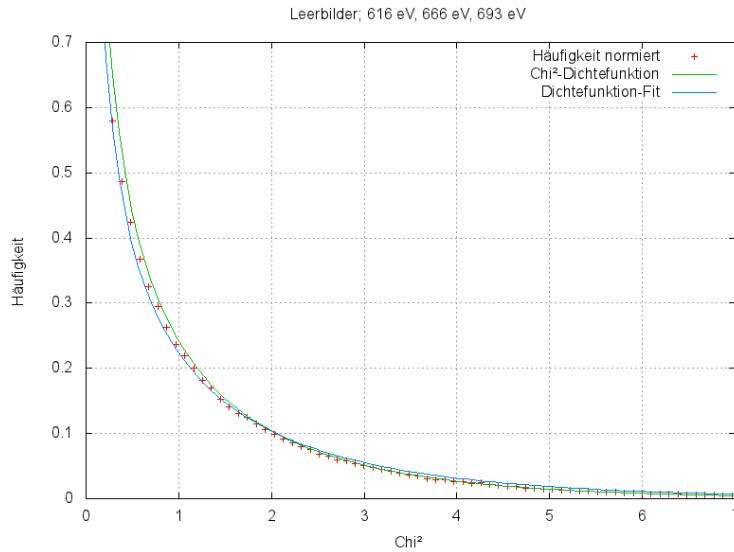


Abbildung 4.11: Normierte χ^2 -Häufigkeitsverteilung aus drei Fehlerlosen Vorkantenbildern im Vergleich zur theoretisch erwarteten χ^2 -Verteilung mit $n = 1$ Freiheitsgraden.

für die Parameter a und b , mit der Open Source Software Gnuplot durchgeführt. Für die Parameter ergaben sich folgende Werte:

$$a = 0,852 \pm 0,005 \quad \text{und} \quad b = 0,84 \pm 0,01$$

dies soll zeigen, dass beide Werte im Rahmen der Fehler gleich sind. In der „normalen“ χ^2 -Verteilung sind $a = b = 1$, der Unterschied zu den berechneten Parametern beträgt etwa 14%. Die Abweichung ergibt sich aus der Tatsache, dass es sich bei der Simulation des Poissonrauschens, durch das numerische Berechnungsverfahren, um genäherte Werte handelt.

Da es sich bei den Messreihen um sehr viele Bilder handelt, wird zur Auswertung lediglich ein kleiner aussagekräftiger Teil von fehlerhaften Bildern verwendet.

Alle Abbildungen dieses Kapitels sind aus Platzgründen im Anhang A zu finden. Um Aussagen über die Bildqualitäten zu erhalten, werden die χ^2 -Verteilungen dreier Vorkantenbilder zum Vergleich gegenüber der „normalen“ χ^2 -Verteilung, herangezogen. Durch die eingebauten Fehler in den Bildern, sollten sich Abweichungen bemerkbar machen, sodass

eine Grundlage für Erklärungen, in Bezug auf reale Bilder, geschaffen werden kann. Der erste zu betrachtende Fehler befindet sich im ersten Bild bei einem Energieverlust von 616 eV und hat eine Größe von 5%, bei einem Intensitätsunterschied von ebenfalls 5%. Wie in Abbildung A.18 zu sehen ist, ist bei der Konfiguration „FRIU“ der Unterschied zwischen einem kleinen Fehler zur Verteilung fehlerloser Bilder und der theoretischen χ^2 -Verteilung nicht relevant.

Für die nächste Untersuchung wird ein Fehler von jeweils 50% in Bereich und Intensität gewählt. Die Fehlerkonfiguration ist ebenfalls „616 eVFRIU“. Der Unterschied zur Verteilung fehlerloser Bilder ist in Abbildung A.19 minimal jedoch erkennbar. Auffällig ist, dass die Abweichung der Verteilung für einen großen Fehler von 50% in Bereich und Intensität, gegenüber der fehlerlosen Verteilung, zu kleinen χ^2 -Werten größer wird. Eine Überschneidung beider Verteilungen tritt bei etwa $\chi^2 \approx 1,2$ auf. Zu größeren χ^2 -Werten nimmt der Abstand zur fehlerlosen Verteilung dann wieder zu.

Wie in Kapitel 4.2 beschrieben wurde, sind die größten Unterschiede der χ^2 -Mittelwerte zwischen den Konfigurationen „IU“ und „ID“ zu sehen. Für einen Fehler im ersten Bild bei 616 eV bedeutet das, einen maximalen Unterschied der χ^2 -Mittelwerte von etwa $\overline{\Delta\chi^2} \approx 1,6$. Der Unterschied bezieht sich auf die Konfiguration mit dem „kleinsten Fehler FRIUF5G5“ verglichen mit der Konfiguration „größtem Fehler FRIDF50G50“. In Abbildung A.20 sind die χ^2 -Verteilungen beider Konfigurationen zu sehen. Wesentlich deutlicher sind die Abweichungen der fehlerhaften Verteilungen zu erkennen, indem man lediglich die Unterschiede zwischen den Verteilungen gegen den χ^2 -Wert aufträgt. In Abbildung A.21 sind die Beträge der linearen Abweichungen für die Konfigurationen „616FRIUF5G5“, „616FRIUF50G50“ und „616FRIDF50G50“ zur „normalen“ χ^2 -Verteilung zu sehen. Wie zu erwarten ist, steigt die Abweichung mit größerem Fehler an.

Befindet sich ein Fehler im zweiten Bild bei einem Energieverlust von 666 eV, so sind die Unterschiede zur „normalen“ χ^2 -Verteilung, vor allem bei größeren Fehlern, deutlicher. Der Grund dafür liegt bei den Wichtungen, die für die WLSF-Methode zur Bestimmung des Untergrundfits, gemacht worden sind. Durch einen Fehler im zweiten Bild, wird der Ansatz als Potenzfunktion erheblich beeinflusst, da jedes Pixel die gleiche Wichtung erhält.

Die Abweichungen des Untergrundes zur Fitfunktion werden dadurch größer, womit auch der χ^2 -Mittelwert mit zunehmendem Fehler ansteigt. Die Bandbreite der Mittelwerte im zweiten Bild bei 666 eV zwischen kleinstem Fehler bei „IU“ und größtem Fehler bei „ID“ beträgt $\overline{\Delta\chi_2^2} \approx 6$. In Abbildung A.22 sind die χ^2 -Verteilungen der Fehlerkonfigurationen „666FRIUF5G5“, „666FRIUF50G50“ und „666FRIDF50G50“ im Vergleich zur theoretischen χ^2 -Verteilung dargestellt. Aufgrund der relativ großen χ^2 -Mittelwerte, sind die Abweichungen für große Fehler im zweiten Bild bei einem Energieverlust von 666 eV gegenüber der theoretischen χ^2 -Verteilung gut erkennbar. In Abbildung A.23 sind zur Verdeutlichung dieses Sachverhaltes, die Abweichungen der Verteilungen aus Abbildung A.22 zur theoretischen χ^2 -Verteilung aufgetragen.

Bei Fehlern im dritten Bild mit einem Energieverlust von 693 eV sind ebenfalls Abweichungen zur theoretischen χ^2 -Verteilung zu erkennen. Allerdings sind diese nicht so stark ausgeprägt wie bei Fehlern im zweiten Bild mit Energieverlust 666 eV. Offensichtlich fallen Abweichungen des Untergrundes zur Fitfunktion bei höheren Energieverlusten durch ihre geringeren Intensitäten nicht sehr ins Gewicht. Zur Anschauung sind in Abbildung A.24 dadurch Abweichungen geringer ausgeprägt, verglichen mit den Verteilungen für Fehler im zweiten Bild. Dies macht sich auch in Abbildung A.25 bemerkbar.

Treten Fehler in allen drei Vorkantenbildern auf, so werden sich Abweichungen in den χ^2 -Verteilungen kaum bemerkbar machen. Zur Vereinfachung der Auswertung sind für Fehler in allen drei Bildern lediglich gleiche Bedingungen eingeflossen. Das heißt es sind lediglich alle drei Bilder mit der gleichen Fehlerkonfiguration versehen worden, wie in Abschnitt 4.2 beschrieben worden ist. Zur Veranschaulichung soll Abbildung 4.12 dienen. In 4.12(d) liefert ein gleichwertiger Fehler in allen drei Bildern immernoch einen perfekten Fit. Lediglich die Werte a und r aus Gleichung (2.6) und (2.7) weichen gegenüber dem Fit fehlerloser Bilder ab. In Abbildung A.26 ist aufgrund dessen keine nennenswerte Abweichung zwischen den fehlerhaften Verteilungen zur theoretischen χ^2 -Verteilung zu erkennen. Ähnlich verhält es sich in Abbildung A.27, die Abweichungen sind auch quantitativ nicht relevant.

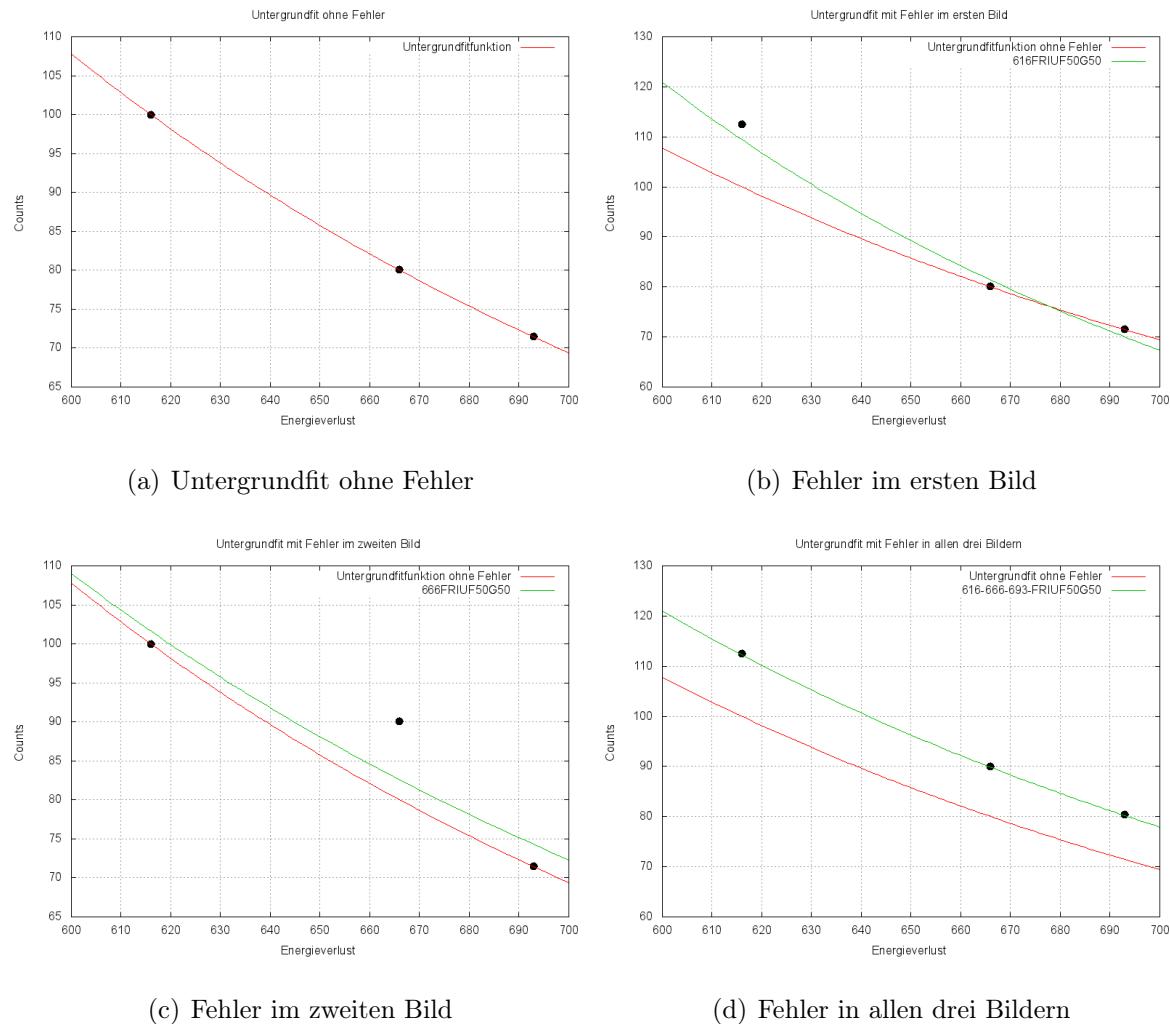


Abbildung 4.12: Verhalten des Untergrundfits durch Bildfehler. Abweichungen der Erwartungswerte der Bildintensitäten (Punkte) zur Fitfunktion, verdeutlichen das Verhalten der unterschiedlichen χ^2 -Mittelwerte.

4.4. χ^2 Verteilungen realer Bilder

Um das Programm BackgroundFit mit realen Bedingungen zu testen, sind am Zeiss Libra, drei Bilder aufgenommen worden, die die Zählraten des Eisenspektrums simulieren sollen. Die Belichtungszeit wurde so eingestellt, dass mittlere Zählraten von 100 Elektronen im ersten Bild, 80 Elektronen im zweiten Bild und 72 Elektronen im dritten Bild aufgenommen worden sind. Es wurden dabei jeweils zwei Modi eingestellt. Zum einen wurden die Bilder im Binning 8 Modus aufgenommen, womit sie eine Größe von 512×512 Pixel besitzen, zum anderen wurde der Binning 4 Modus verwendet wobei die aufgenommenen Bilder eine Größe von 1024×1024 Pixeln vorweisen. Die Bilder selbst haben eine ähnliche Struktur wie in Abbildung 3.3 und sollen hier nicht zusätzlich gezeigt werden.

Mit der FIJI-App ist die Poissonverteilung der Pixelintensitäten überprüft und bestätigt worden. Die Poissonverteilung beinhaltete einen Erwartungswert von $E_1(I) \approx 745$ Counts bei Binning 8 im ersten Bild indem 100 Elektronen aufgenommen worden sind. Der Erwartungswert des zweiten Bildes bei Binning 8 mit 80 aufgenommenen Elektronen, hatte einen Wert von $E_2(I) \approx 596$ Counts. Das dritte Bild mit 72 Elektronen, hatte bei Binning 8 einen Erwartungswert von $E_3(I) \approx 532$ Counts. Das ergibt einen mittleren Umrechnungsfaktor von $\bar{F} \approx 7,4$ Counts/Elektron. Mit Hilfe des Programms BackgroundFit wurde zudem eine chiSquared-Map erstellt und wieder mit der FIJI-App ausgewertet. Abbildung 4.13

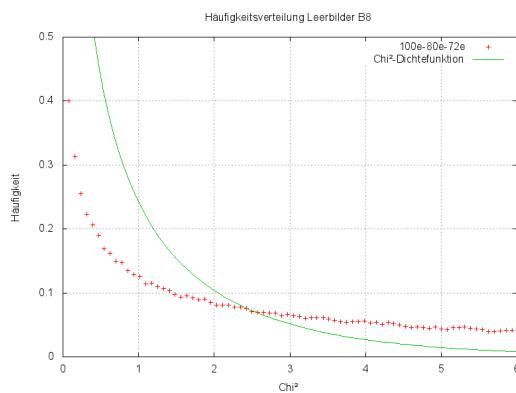


Abbildung 4.13: χ^2 -Verteilung dreier Leerbilder mit Binning 8 bei mittleren Zählraten von 100 Elektronen, 80 Elektronen und 72 Elektronen.

zeigt die Verteilung der drei Leerbilder bei den angegebenen mittleren Zählraten. Der χ^2 -Mittelwert beträgt $\overline{\chi^2} \approx 8,64$. Man erkennt deutlich den Unterschied zur theoretischen χ^2 -Verteilung. Mit Hilfe des Faktors \overline{F} ist es möglich, die χ^2 -Werte von Intensitätswerten in χ^2 -Werte gezählter Elektronen umzurechnen.

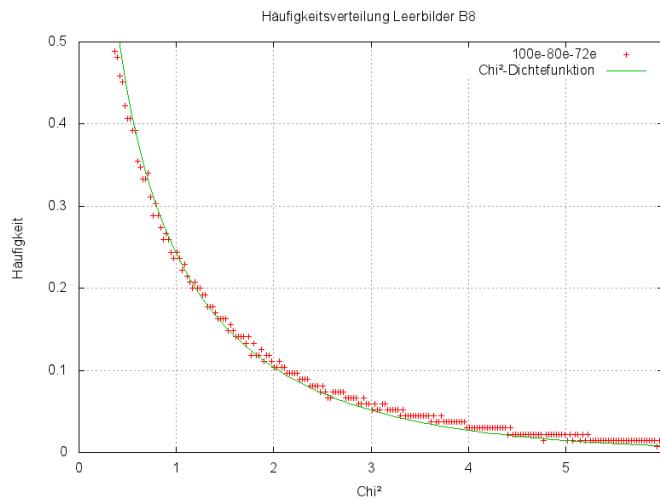


Abbildung 4.14: χ^2 -Verteilung dreier Leerbilder bei Binning 8. Durch den Umrechnungsfaktor $\overline{F} = 7,4$ Counts/Elektron kann die wahre χ^2 -Verteilung gezählter Elektronen dargestellt werden.

In Abbildung 4.14 sind die normierten Counts mit dem Umrechnungsfaktor \overline{F} angepasst worden. Der χ^2 -Mittelwert beträgt dann $\overline{\chi^2} \approx 1,17$. Der Verlauf repräsentiert die Poissonverteilung detekтирter Elektronen in den Bildern. Kleine Abweichungen zeigen, dass die Intensitätsverteilung in den Bildern nicht exakt Poissonverteilt ist.

In Abbildung 4.15 zeigt der Verlauf der Verteilung mit Binning 4 unterhalb der χ^2 -Verteilung, dass der Untergrundfit, mit einem χ^2 -Mittelwert von $\overline{\chi^2} \approx 0,62$, „zu gut“ zum gemessenen Intensitätsverlauf der Bilder passt. Dieser Sachverhalt macht sich beim Verlauf der χ^2 -Werte im Vergleich zur theoretischen χ^2 -Verteilung bemerkbar. Die berechneten χ^2 -Werte verlaufen unterhalb der theoretischen χ^2 -Verteilung. Dadurch erscheint das Bildsignal weniger verauscht als erwartet, womit die Messwerte kleinere Abstände zum Untergrundfit aufweisen.

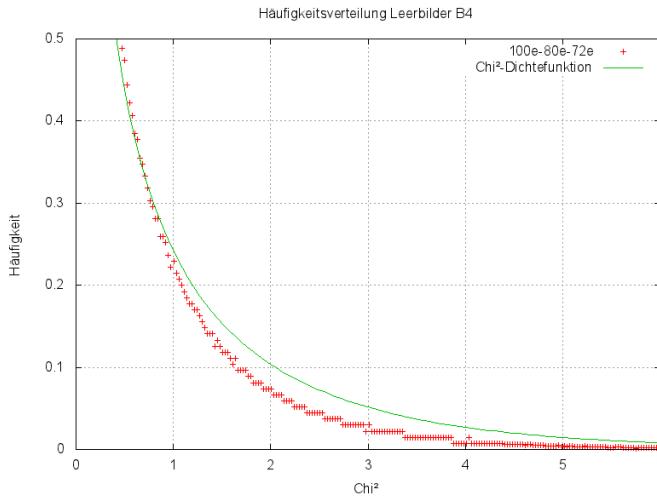


Abbildung 4.15: χ^2 -Verteilung dreier Leerbilder mit Binning 4 bei mittleren Zählraten von 100 Elektronen, 80 Elektronen und 72 Elektronen nach Anpassung mit \bar{F} .

Weitere Untersuchungen wurden mit Silizium und Silizium-Oxid bei unterschiedlichen Energieverlusten und Binning Einstellungen durchgeführt. Wie in Abschnitt 3 und 4 gezeigt wurde, wird zur Auswertung von EFTEM-Bildern mittels χ^2 -Tests angenommen, dass die Intensitätswerte in aufgenommenen Bildern poissonverteilt sind. Dies ist allerdings in der Realität nicht der Fall. Vielmehr sind die Intensitätswerte realer EFTEM-Bilder „annähernd“ poissonverteilt. Abweichungen der χ^2 -Verteilungen von der theoretischen χ^2 -Verteilung sind lediglich auf Abweichungen des Untergrundmodells und nicht poissonverteilte Intensitäten detekterter Elektronen zurückzuführen. Im Anhang A sind die Verteilungen von Silizium und Silizium-Oxid zu finden. In Abbilung A.28 sind dementsprechend nur kleine Unterschiede der χ^2 -Verteilung dreier Vorkantenbilder aus dem Silizium-Spektrum bei Energieverlusten von 210 eV, 260 eV und 280 eV mit Binning 8 zu sehen. Der χ^2 -Mittelwert beträgt $\overline{\chi^2} \approx 1,21$.

In den Abbildungen A.29 bis A.34 sind jeweils χ^2 -Verteilungen aus dem Silizium-Spektrum mit Binning 4 bei Energieverlusten von 440 eV bis 1880 eV zu sehen. Die χ^2 -Mittelwerte gehen von $1,06 \leq \overline{\chi^2} \leq 1,61$. Aufgrund der kleinen und nahe an eins liegenden Mittelwerte, sind nahezu keine Abweichungen der χ^2 -Verteilungen zu der theoretischen

χ^2 -Verteilung zu erkennen.

Die letzten beiden Untersuchungen beziehen sich auf das Silizium-Oxid Spektrum bei Energieverlusten von 210 eV, 260 eV und 280 eV. In Abbildung A.35 sind drei Bilder mit Binning 4 bei den angegebenen Energieverlusten über eine chiSquared-Map ausgewertet worden. Der Mittelwert beträgt $\bar{\chi^2} \approx 0,71$. Ähnlich wie bei den Bildern in Abbildung 4.15 verhält sich die Verteilung mit dem angegebenen Mittelwert so, als ob der Untergrundfit wieder „zu gut“ mit den Messwerten übereinstimmt. Womit, wie oben bereits beschrieben wurde, das Signal weniger Rauschanteil beinhaltet als erwartet. Abschließend sind in Abbildung A.36 bei gleichen Energieverlusten drei Vorkantenbilder von SiO im Binning 8 Modus ausgewertet worden. Bei einem Mittelwert von $\bar{\chi^2} \approx 1,33$ ist allerdings kein wesentlicher Unterschied der beobachteten χ^2 -Verteilung zur theoretischen χ^2 -Verteilung zu erkennen.

5. Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit war, die quantitative Anwendbarkeit des χ^2 -Tests bei EFTEM-Bildern zu überprüfen. Zu diesem Zweck wurden Bilder am Beispiel des Eisenspektrums vor der L_{23} Ionisationskante simuliert und mit Hilfe des Programms BackgroundFit ausgewertet. Das Programm berechnet bei Bildern bis zu einer Größe von 1024×1024 Pixeln, für jeden Punkt den χ^2 -Wert und gibt darüber hinaus den χ^2 -Mittelwert aus. Zur Durchführung dieser Berechnungen wird aus drei Vorkantenbildern der Untergrund, als „Power Law“ Modell, mit Hilfe des WLSF-Verfahrens pixelweise, berechnet. Die Intensitätswerte der berechneten Fitfunktion und die gemessenen Intensitätswerte der Bilder, bilden dann die Berechnungsgrundlage zur Durchführung des χ^2 -Tests.

Die zur Auswertung herangezogenen simulierten Bilder, sind mit definierten Intensitätsfehlern versehen worden. Damit sollte zur quantitativen Analyse mittels χ^2 -Tests auch eine qualitative Aussage über die Güte von Untergrundfits überprüft werden. Es hat sich gezeigt, dass kleine Abweichungen zwischen gemessenen Intensitätswerten und berechnetem Untergrundfit, keine nennenswerten Abweichungen zum Wert $\chi^2 \approx 1$ betragen. Lediglich bei großen Fehlern in Abweichungen von Mittelwert und Verteilung, liefert dieser Test Kriterien zur qualitativen Analyse von Elementverteilungsbildern. Andererseits ist es möglich, Abweichungen von Untergrundfit und gemessenen Intensitätswerten über χ^2 -Verteilungen gemessener Werte gegenüber der theoretisch zu erwartenden χ^2 -Verteilung, darzustellen und somit das Untergrundmodell einer qualitativen Prüfung zu unterziehen.

Diese Arbeit hat gezeigt, dass χ^2 -Mittelwerte einen quantitativen Bezug, bei Abweichungen zu ihren χ^2 -Verteilungen, gewährleistet. Des weiteren wurde gezeigt, dass Untergrundrauschen bis zu einer Fehlerquelle von etwa 20% in Intensität und Bildbereich, nur sehr schwach zu Abweichungen gegenüber der theoretischen χ^2 -Verteilung führt. Grundsätzlich ist also die Anwendung des χ^2 -Tests eine Möglichkeit Untergrundfitfunktionen bei EFTEM-Bildern auf ihre Güte zu testen und mögliche Abweichungen von χ^2 -Mittelwerten von eins, beziehungsweise Abweichungen der χ^2 -Verteilung dreier Vorkantenbilder von der theoretischen χ^2 -Verteilung, zu analysieren.

A. Anhang

	Bild 1	Bild 2	Bild 3
$\Delta E/\text{eV}$	616	666	693
Counts	1	0,80124914	0,7157557
	100	80,124914	71,57556997
	200	160,249828	143,1511399
	300	240,374742	214,7267099
	400	320,499656	286,3022799
	500	400,62457	357,8778499
	600	480,749484	429,4534198
	700	560,874398	501,0289898
	800	640,999312	572,6045598
	900	721,124226	644,1801298

Tabelle A.1: Tabelle mit berechneten Zählraten zur Simulation von drei Vorkantenbildern

```

public static double randPoisson( float i ) {
    double L = Math.exp( - (double) i );
    double k = 0;
    double p = 1;
    while ( p > L ) {
        k = k + 1;
        p = p * Math.random();
    }
    return k - 1;
}

```

Listing 1: Der Algorithmus von D. Knuth zur Ausgabe Poissonverteilter Zufallszahlen [15].

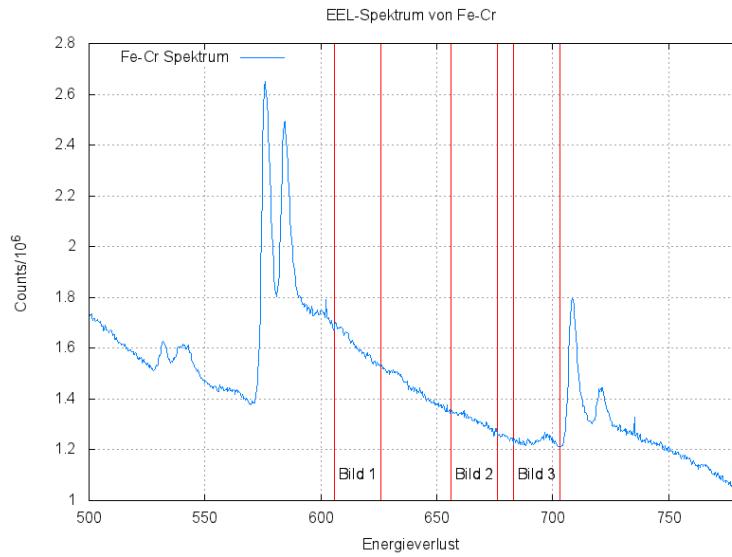


Abbildung A.1: EEL-Spektrum eines FeCr-Schichtsystems. Das gesamte Spektrum mit den Sauerstoff K-Kanten, den Chrom L-Kanten und den Eisen L-Kanten.

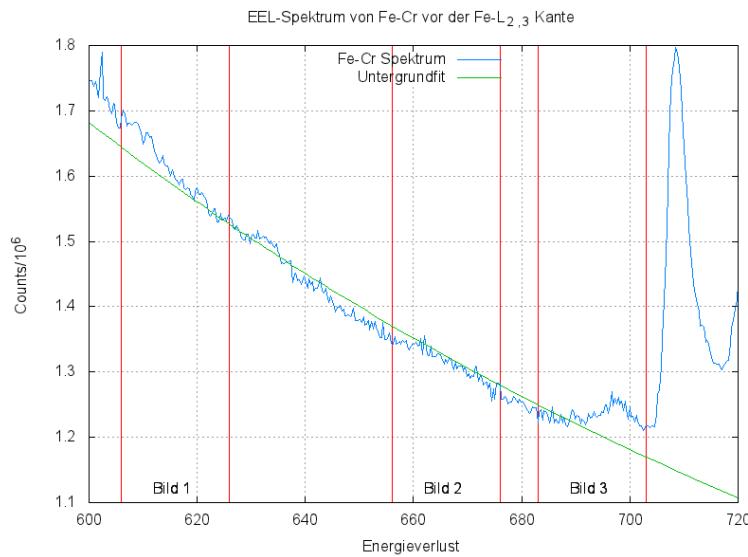


Abbildung A.2: Man sieht den Untergrundverlauf vor der Eisen L_{2,3}-Kante. Der Fehlerbereich in Bild 3, bei $\Delta E \approx 695$ eV entspricht der Cr L₁-Kante

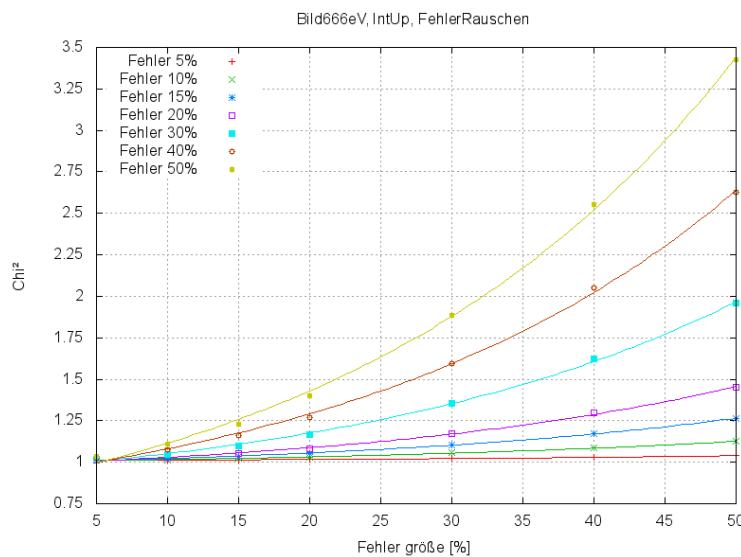


Abbildung A.3: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im zweiten Bild bei 666 eV die Konfiguration ist Fehler → Rauschen bei erhöhter Intensität

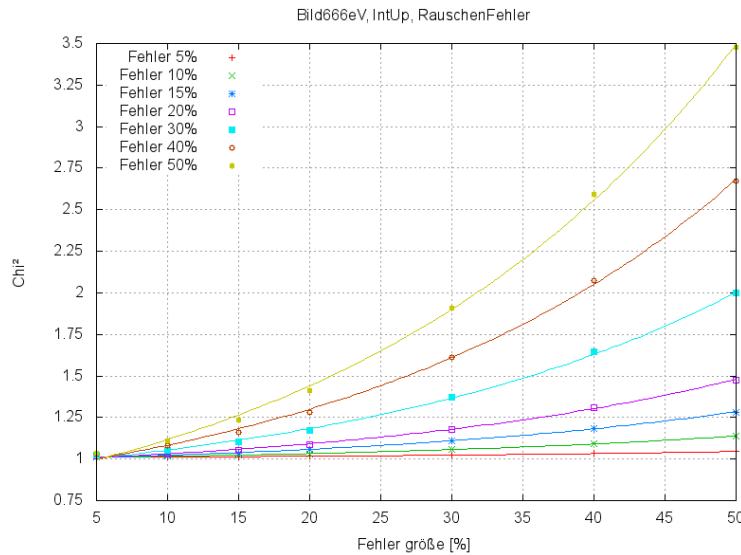


Abbildung A.4: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im zweiten Bild bei 666 eV die Konfiguration ist Rauschen → Fehler bei erhöhter Intensität

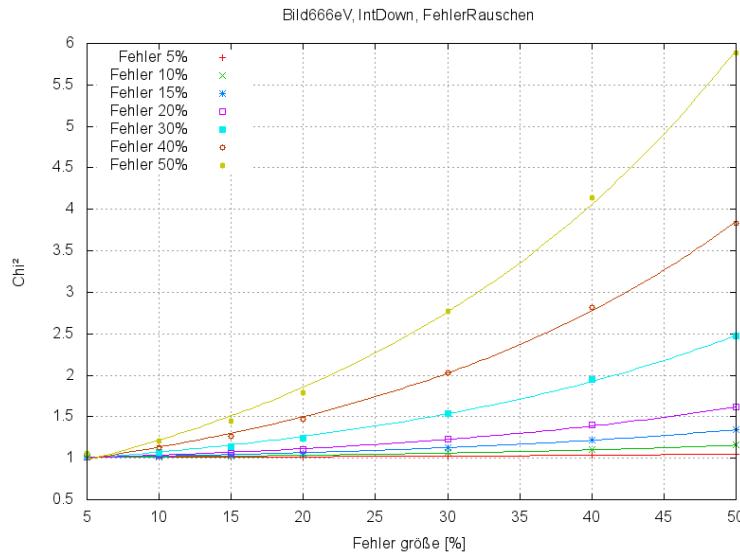


Abbildung A.5: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im zweiten Bild bei 666 eV die Konfiguration ist Rauschen → Fehler bei verringriger Intensität

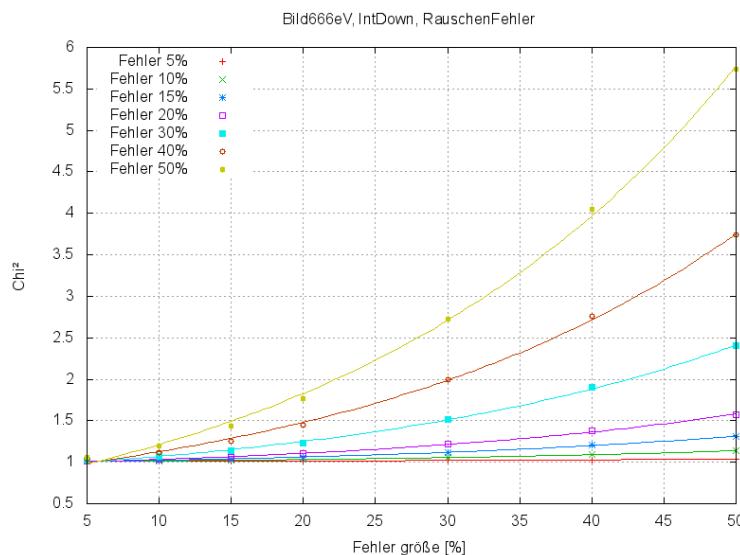


Abbildung A.6: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im zweiten Bild bei 666 eV die Konfiguration ist Fehler → Rauschen bei verringriger Intensität

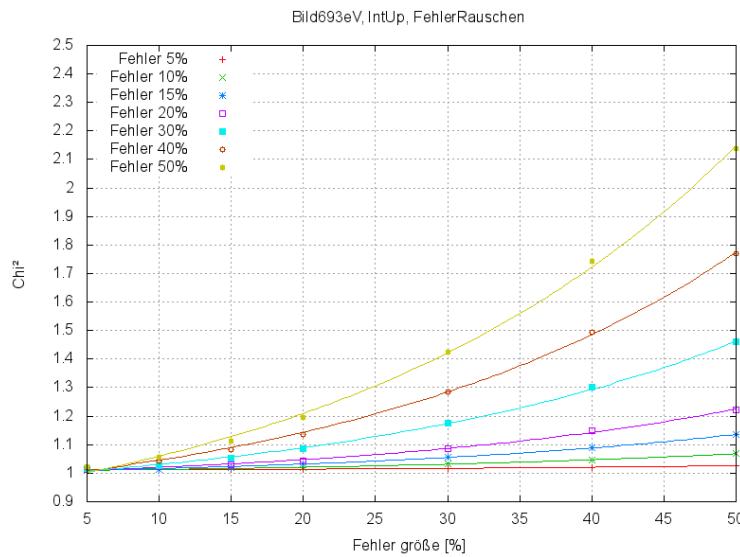


Abbildung A.7: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im dritten Bild bei 693 eV die Konfiguration ist Fehler → Rauschen bei erhöhter Intensität

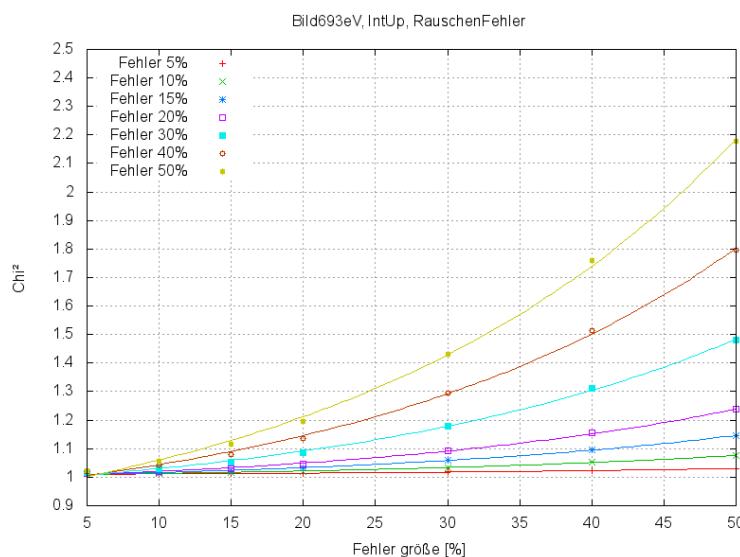


Abbildung A.8: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im dritten Bild bei 693 eV die Konfiguration ist Rauschen → Fehler bei erhöhter Intensität

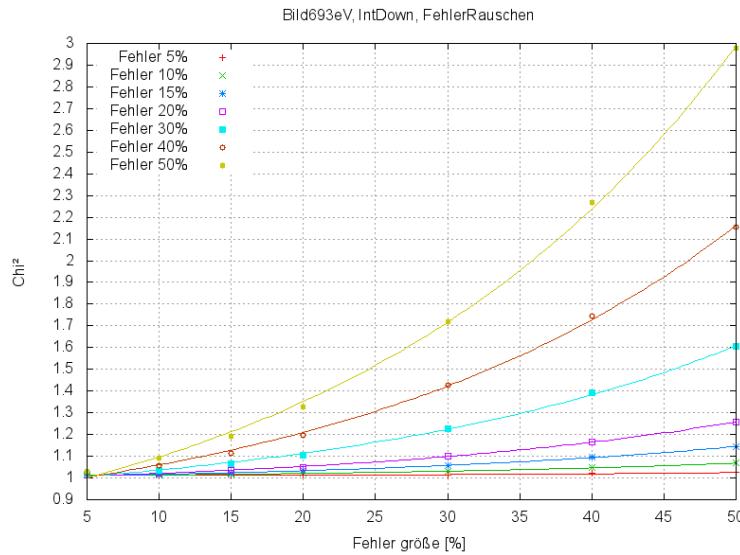


Abbildung A.9: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im dritten Bild bei 693 eV die Konfiguration ist Fehler → Rauschen bei verringriger Intensität

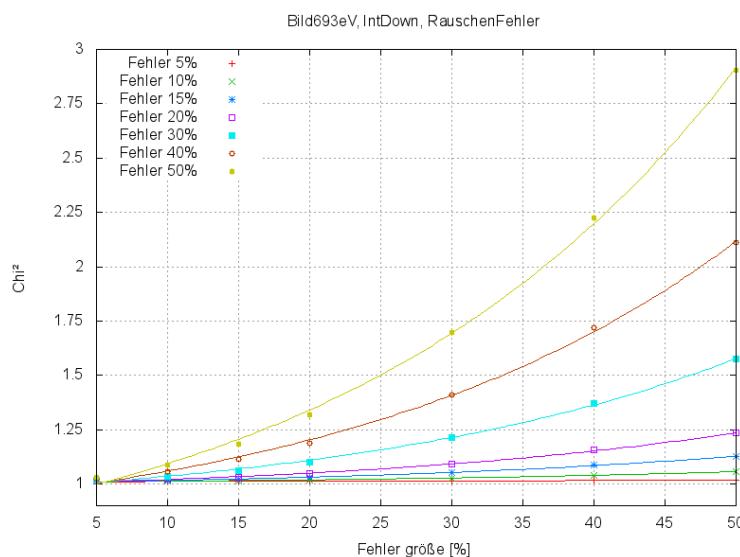


Abbildung A.10: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke im dritten Bild bei 693 eV die Konfiguration ist Rauschen → Fehler bei verringriger Intensität

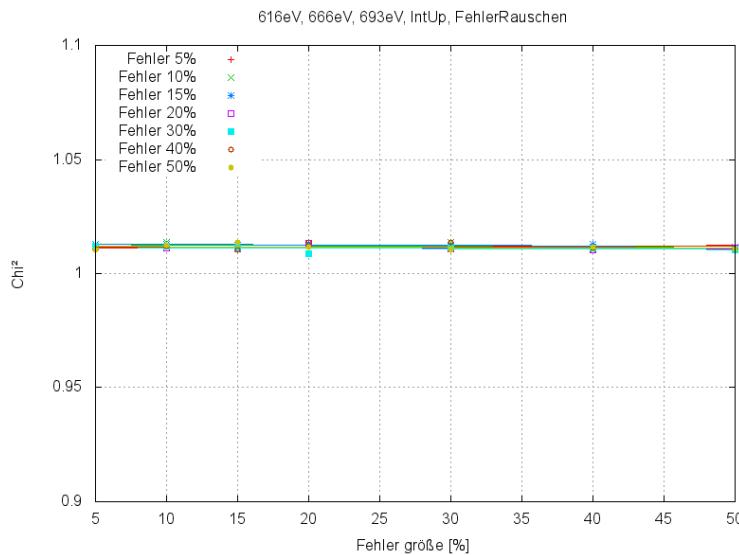


Abbildung A.11: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke in allen drei Vorkantenbildern die Konfiguration ist Fehler → Rauschen bei erhöhter Intensität

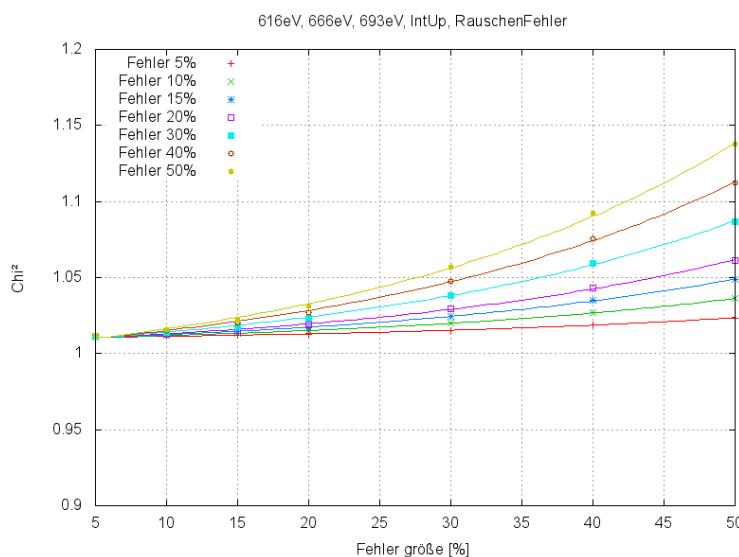


Abbildung A.12: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke in allen drei Vorkantenbildern die Konfiguration ist Rauschen → Fehler bei erhöhter Intensität

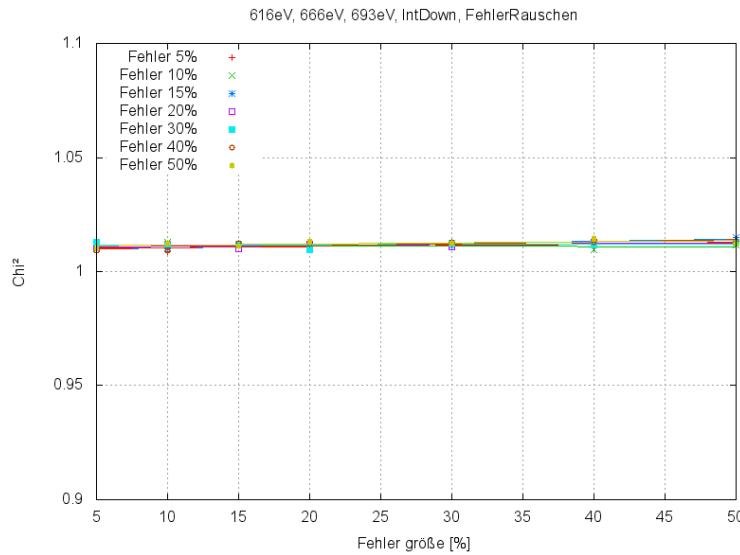


Abbildung A.13: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke in allen drei Vorkantenbildern die Konfiguration ist Fehler → Rauschen bei verringriger Intensität

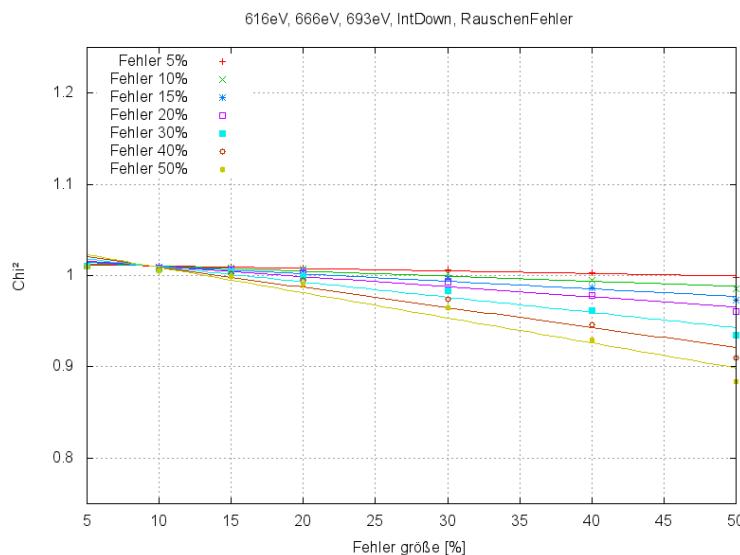


Abbildung A.14: χ^2 -Mittelwerte für einen Fehler verschiedener Größe und Stärke in allen drei Vorkantenbildern die Konfiguration ist Rauschen → Fehler bei verringriger Intensität

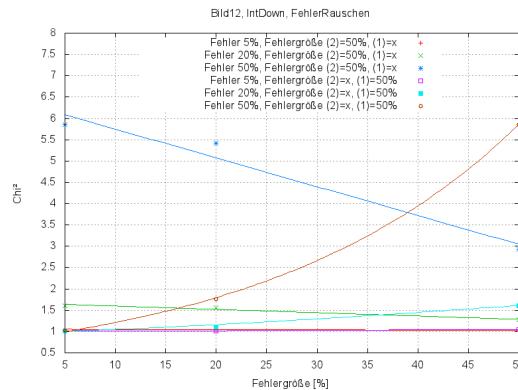


Abbildung A.15: χ^2 -Mittelwerte gegen die Fehlergröße bei Fehlern im ersten und zweiten Bild. Die Fehlerkonfiguration bei beiden Bildern ist FRID. Der Fehler in der Legende deutet die Stärke an, die Zahl in Klammern deutet an um welches Bild es sich handelt. Das x steht für die veränderte Fehlergröße auf der x-Achse. Bei den Plots wurde jeweils der Fehler im einen Bild konstant gehalten (50%) und der Fehler im anderen Bild verändert.

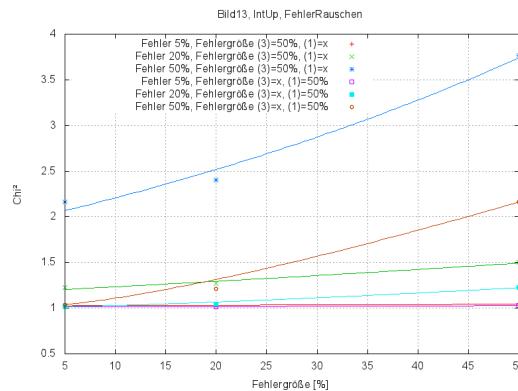


Abbildung A.16: χ^2 -Mittelwerte gegen die Fehlergröße bei Fehlern im ersten und dritten Bild. Die Fehlerkonfiguration bei beiden Bildern ist RFIU. Der Fehler in der Legende deutet die Stärke an, die Zahl in Klammern deutet an um welches Bild es sich handelt. Das x steht für die veränderte Fehlergröße auf der x-Achse. Bei den Plots wurde jeweils der Fehler im einen Bild konstant gehalten (50%) und der Fehler im anderen Bild verändert.

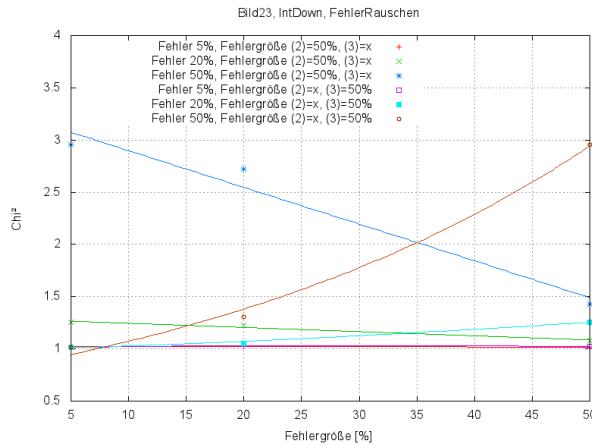


Abbildung A.17: χ^2 -Mittelwerte gegen die Fehlergröße bei Fehlern im zweiten und dritten Bild. Die Fehlerkonfiguration bei beiden Bildern ist FRID. Der Fehler in der Legende deutet die Stärke an, die Zahl in Klammern deutet an um welches Bild es sich handelt. Das x steht für die veränderte Fehlergröße auf der x-Achse. Bei den Plots wurde jeweils der Fehler im einen Bild konstant gehalten (50%) und der Fehler im anderen Bild verändert.

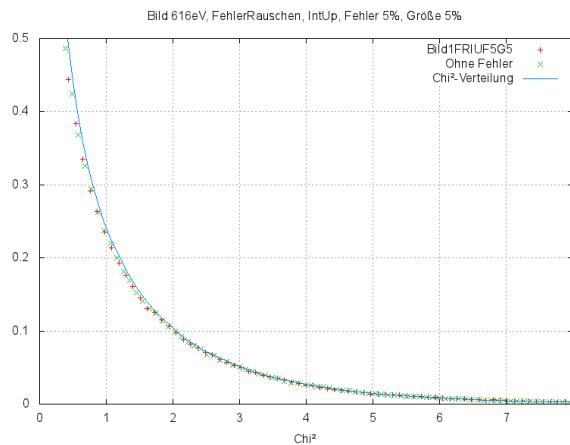


Abbildung A.18: χ^2 -Verteilung für die Fehlerkonfiguration FRIUF5G5 im ersten Bild bei einem Energieverlust von 616 eV. Zum Vergleich zur Verteilung Fehlerloser Bilder und der theoretisch erwarteten χ^2 -Verteilung.

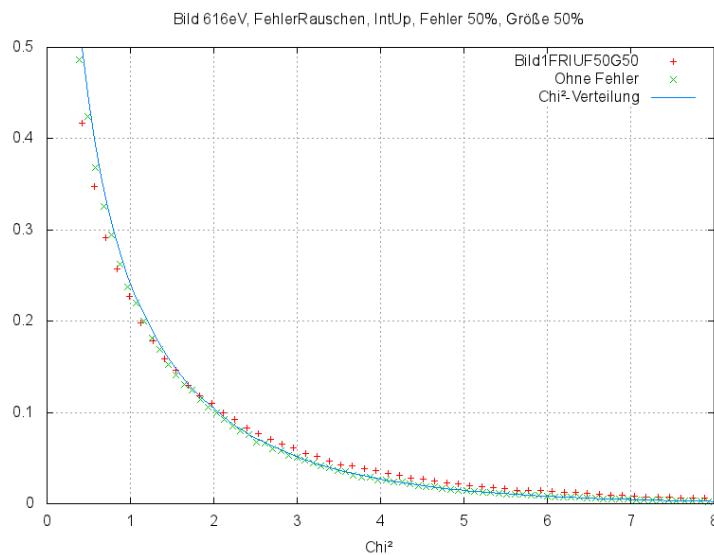


Abbildung A.19: χ^2 -Verteilung für die Fehlerkonfiguration FRIUF50G50 im ersten Bild bei einem Energieverlust von 616 eV. Zum Vergleich zur Verteilung Fehlerloser Bilder und der theoretisch erwarteten χ^2 -Verteilung.

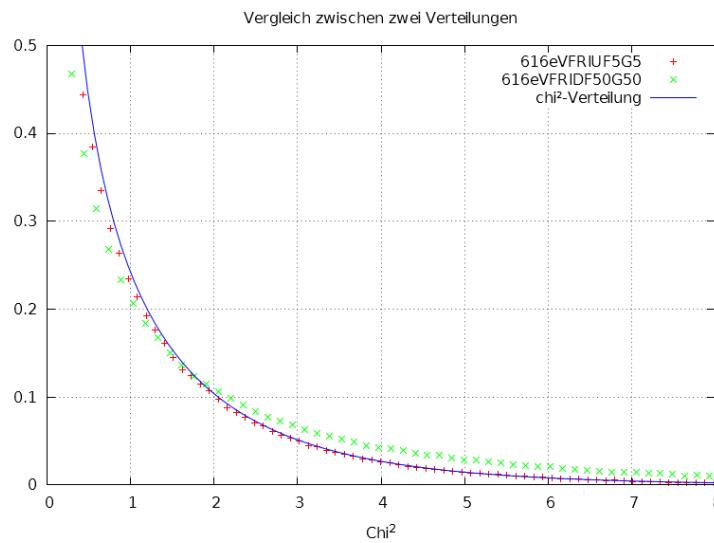


Abbildung A.20: Vergleich der χ^2 -Verteilungen zwischen Bild1FRIUF5G5 und Bild1FRIDF50G50. Größte Abweichung zwischen kleinstem und größtem Fehler im ersten Bild bei 616 eV

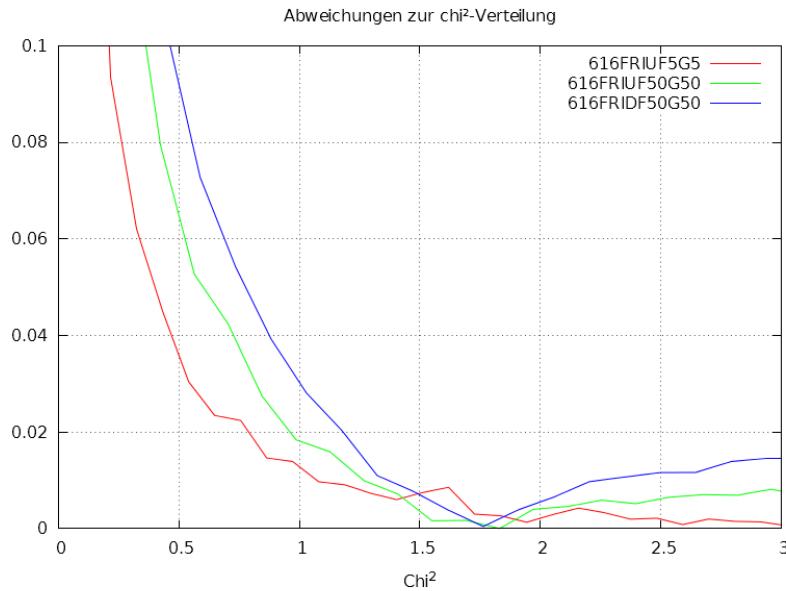


Abbildung A.21: Abweichungen der Verteilungen für Fehler im ersten Bild. Die Abweichungen steigen mit Größe der Fehler an.

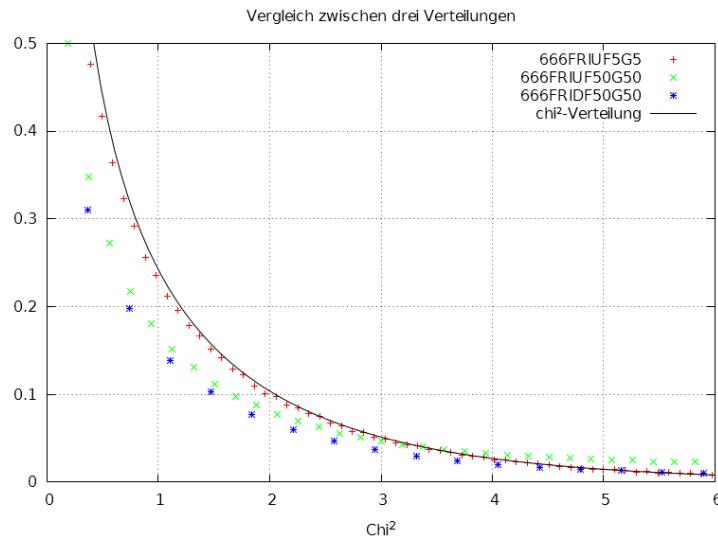


Abbildung A.22: χ^2 -Verteilungen für Fehler im zweiten Bild. Mit zunehmendem Fehler werden die Abweichungen zur „normalen“ χ^2 -Verteilung größer.

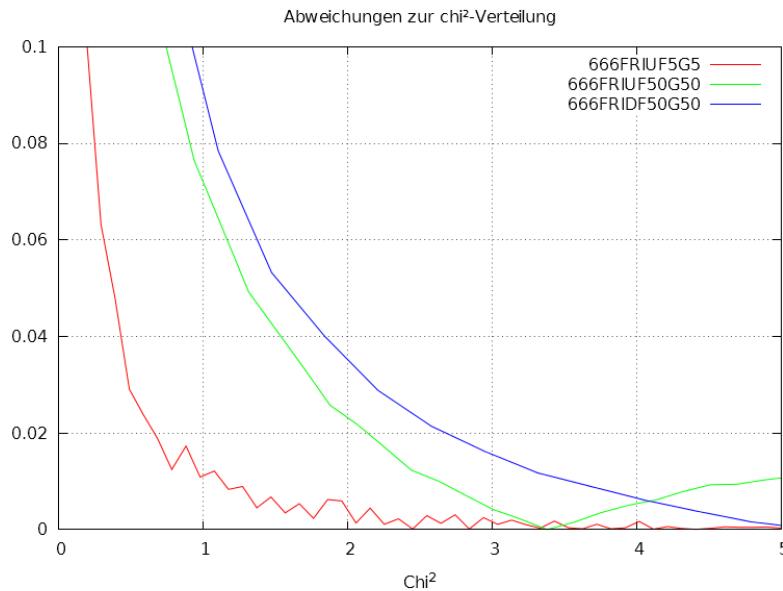


Abbildung A.23: Abweichungen der Verteilungen für Fehler im zweiten Bild. Die Abweichungen steigen mit Größe der Fehler erheblich an, verglichen zum Fehler im ersten Bild bei 616 eV.

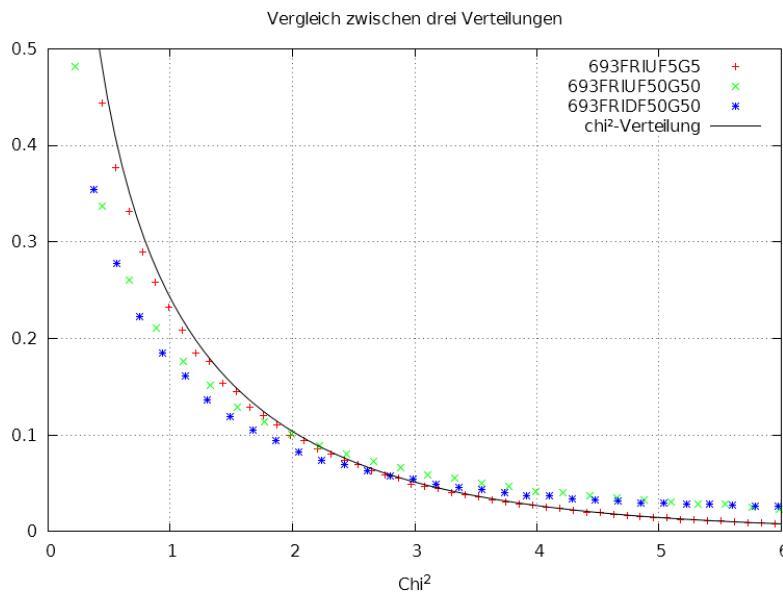


Abbildung A.24: χ^2 -Verteilungen für Fehler im dritten Bild. Mit zunehmendem Fehler werden die Abweichungen zur „normalen“ χ^2 -Verteilung größer.

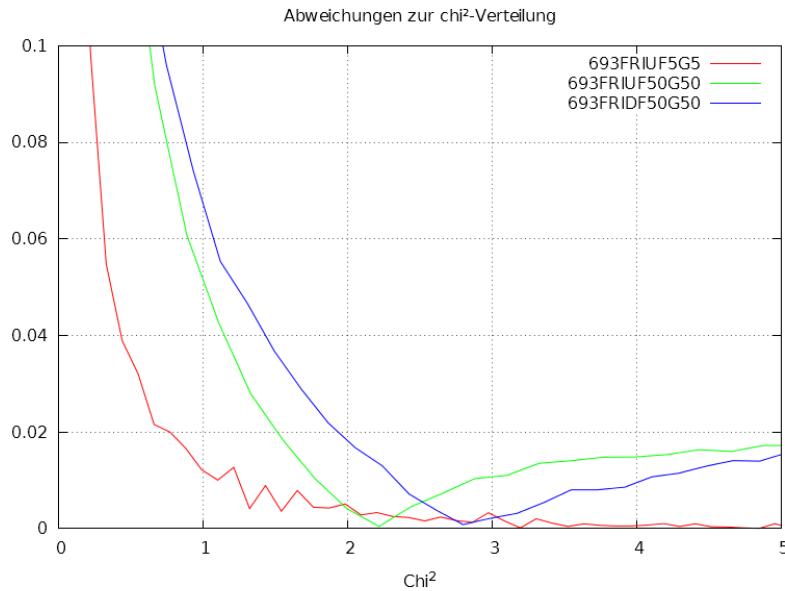


Abbildung A.25: Abweichungen der Verteilungen für Fehler im dritten Bild. Die Abweichungen sind aufgrund kleinerer χ^2 -Mittelwerte im Vergleich zu den Abweichungen im zweiten Bild geringer.

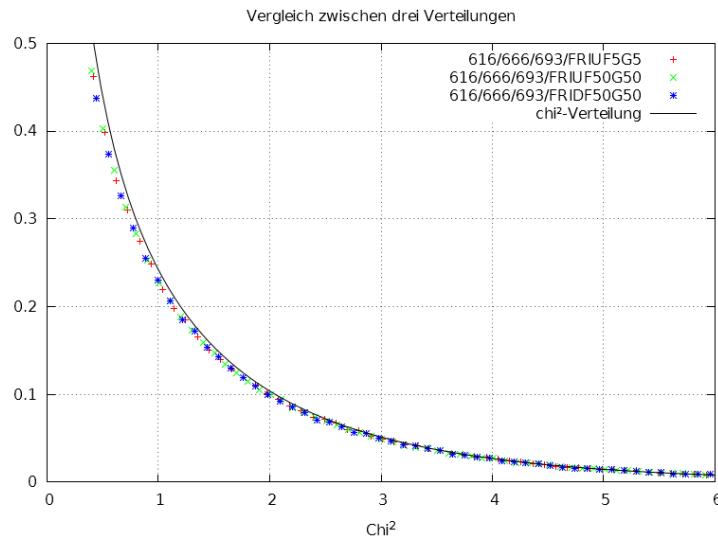


Abbildung A.26: χ^2 -Verteilungen für Fehler in allen drei Vorkantenbildern. Auch bei großen Fehlern erkennt man keine nennenswerten Unterschiede zur „normalen“ χ^2 -Verteilung.

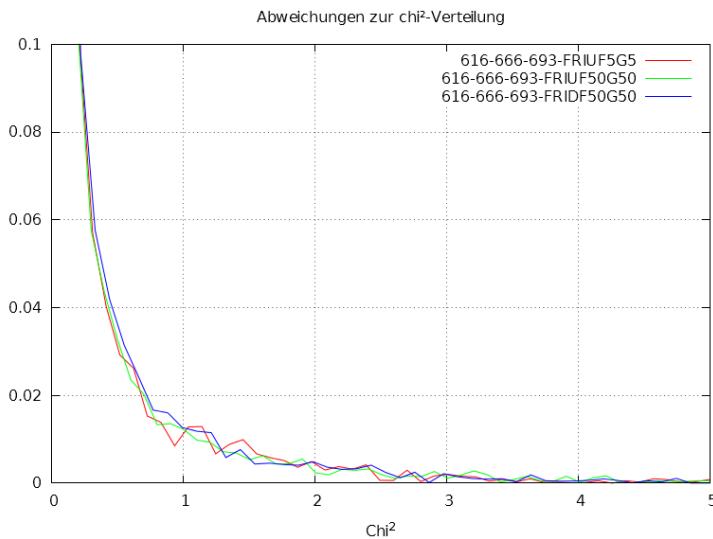


Abbildung A.27: Abweichungen der Verteilungen für Fehler in allen drei Vorkantenbildern.

Durch die Fitfunktion wird der Effekt, größere Abweichungen bei größeren Fehlern, eliminiert.

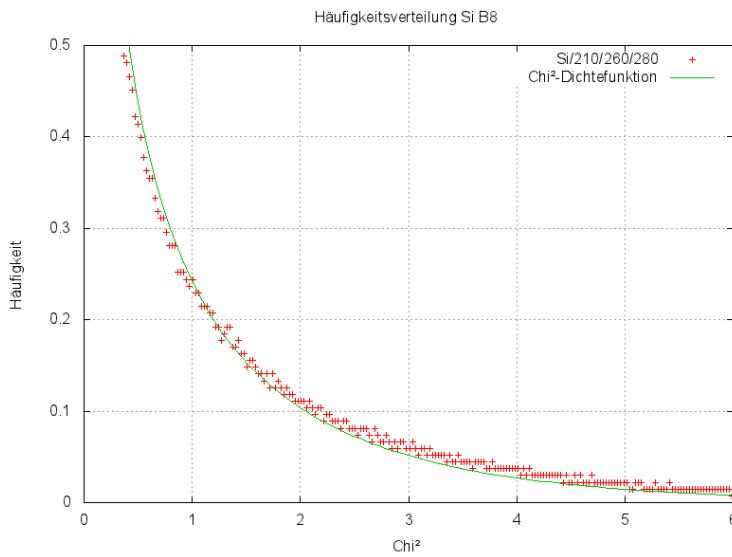


Abbildung A.28: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Si Vorkantenbilder mit Binning 8. Der Mittelwert beträgt $\bar{\chi}^2 \approx 1,2$ bei Energieverlusten von 210 eV, 260 eV und 280 eV.

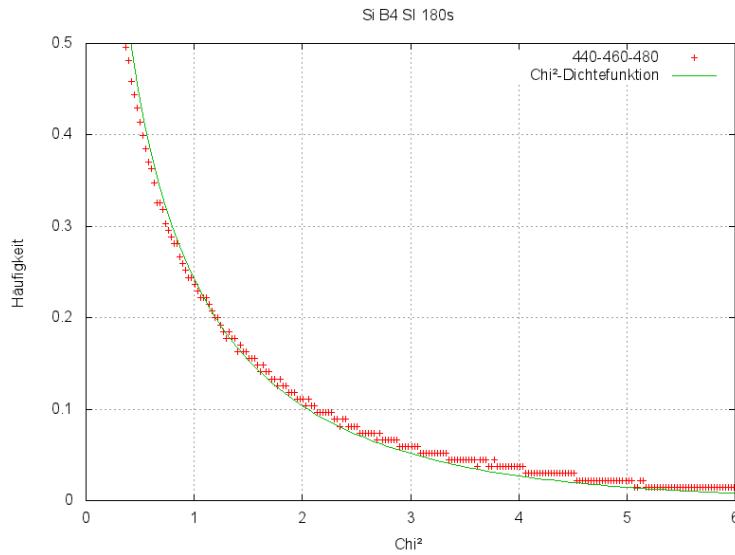


Abbildung A.29: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Si Bilder mit Binning 4. Der Mittelwert beträgt $\overline{\chi^2} \approx 1,22$ bei Energieverlusten von 440 eV, 460 eV und 480 eV.

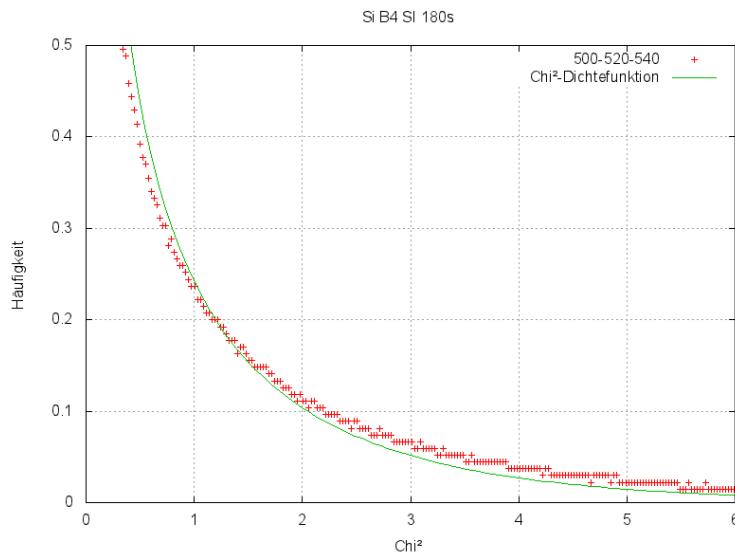


Abbildung A.30: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Si Bilder mit Binning 4. Der Mittelwert beträgt $\overline{\chi^2} \approx 1,35$ bei Energieverlusten von 500 eV, 520 eV und 540 eV.

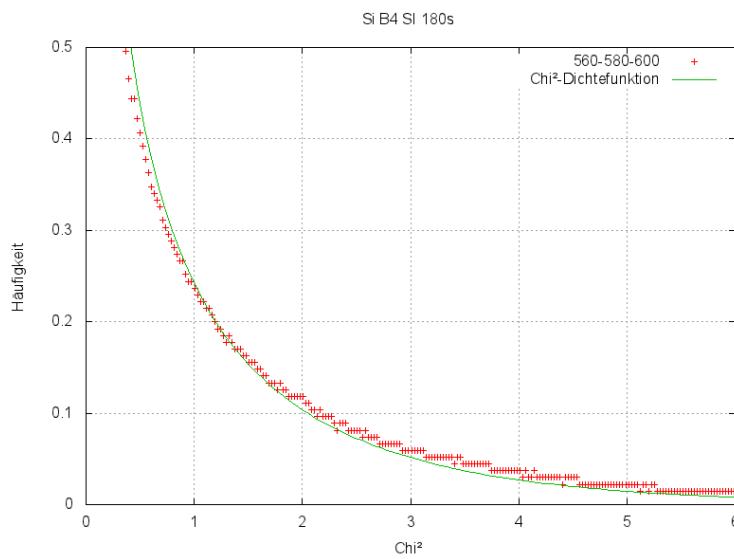


Abbildung A.31: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Si Bilder mit Binning 4. Der Mittelwert beträgt $\overline{\chi^2} \approx 1,09$ bei Energieverlusten von 560 eV, 580 eV und 600 eV.

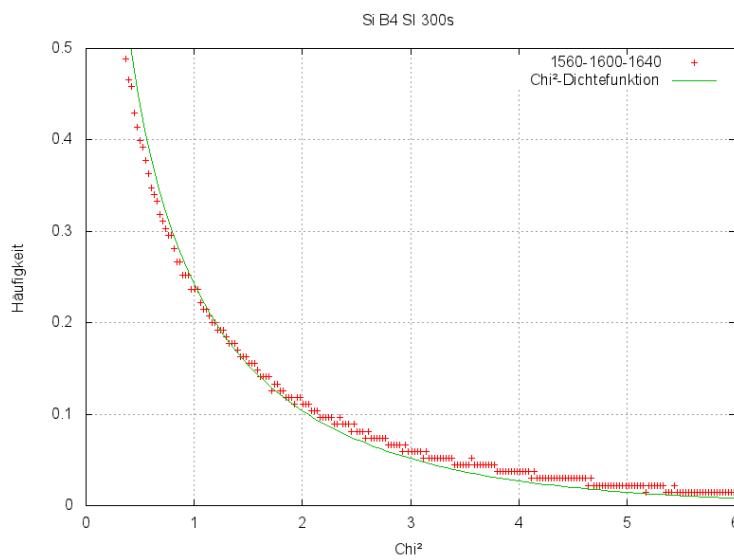


Abbildung A.32: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Si Bilder mit Binning 4. Der Mittelwert beträgt $\overline{\chi^2} \approx 1,14$ bei Energieverlusten von 1560 eV, 1600 eV und 1640 eV.

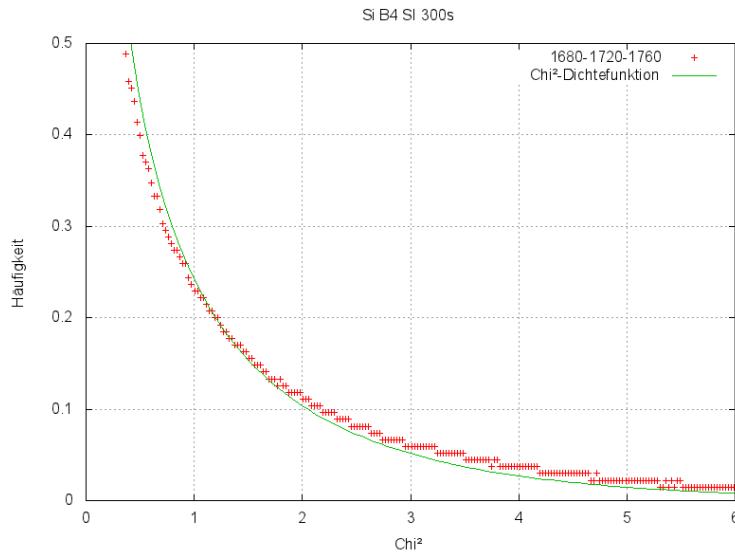


Abbildung A.33: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Si Bilder mit Binning 4. Der Mittelwert beträgt $\overline{\chi^2} \approx 1,06$ bei Energieverlusten von 1680 eV, 1720 eV und 1760 eV.

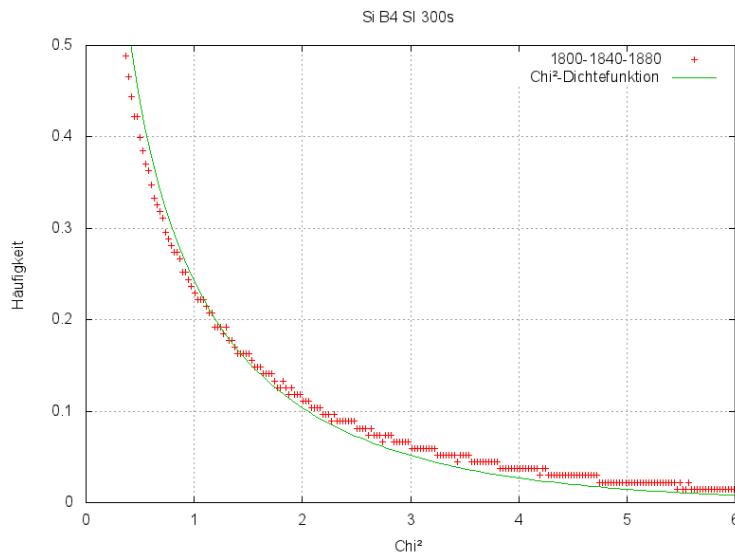


Abbildung A.34: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier Si Bilder mit Binning 4. Der Mittelwert beträgt $\overline{\chi^2} \approx 1,61$ bei Energieverlusten von 1800 eV, 1840 eV und 1880 eV.

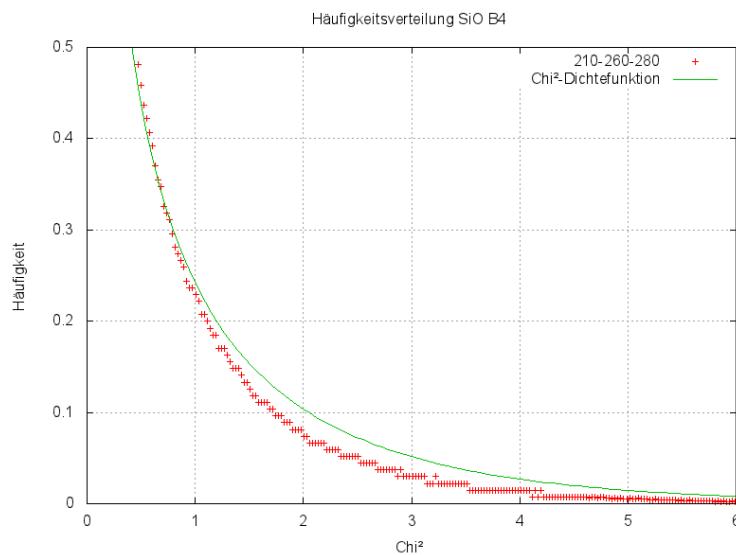


Abbildung A.35: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier SiO Vorkantenbilder mit Binning 4. Der Mittelwert beträgt $\bar{\chi}^2 \approx 0,71$ bei Energieverlusten von 210 eV, 260 eV und 280 eV.

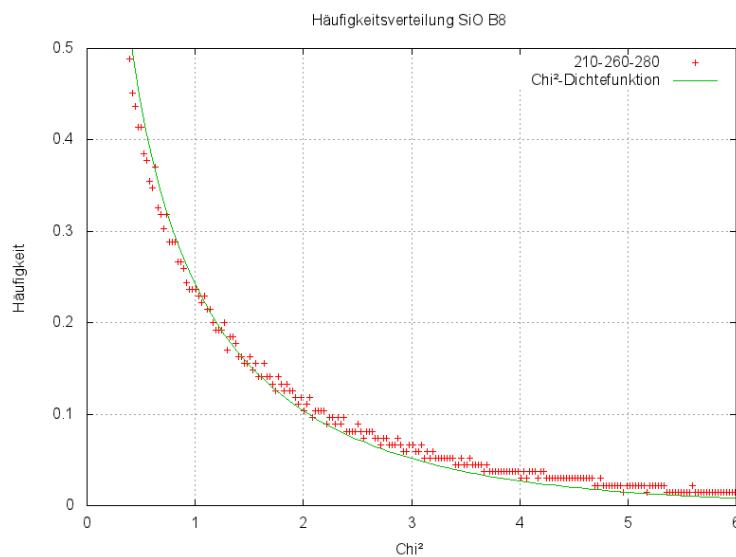


Abbildung A.36: Angepasste χ^2 -Verteilung dreier SiO Vorkantenbilder mit Binning 8. Der Mittelwert beträgt $\bar{\chi}^2 \approx 1,33$ bei Energieverlusten von 210 eV, 260 eV und 280 eV.

Literatur und Quellen

- [1] BELL, D. ; ERDMAN, N. ; BROOKS, S. (Hrsg.): *Low Voltage Electron Microscopy: Principles and Applications*. John Wiley & Sons Ltd., 2013
- [2] REIMER, L. ; HAWKES (Hrsg.) ; SCHAWLOW (Hrsg.) ; SIEGMAN (Hrsg.) ; TAMILIR (Hrsg.) ; LOTSCH (Hrsg.): *Energy-Filtering Transmission Electron Microscopy*. Springer-Verlag, 1995
- [3] KOHL, H.: Script zur Vorlesung Analytische Elektronenmikroskopie. In: *WWU Münster* (2000/2001)
- [4] HEIL, T. ; GRALLA, B. ; EPPING, M. ; KOHL, H.: Improving the reliability of the background extrapolation in transmission electron microscopy elemental maps by using three pre-edge windows. In: *Ultramicroscopy* (2012)
- [5] GRALLA, B.: *Optimierung der Energieverlustfensterpositionen und Fensterbreite für die Aufnahme von Elementverteilungsbildern*, WWU-Münster, Diplomarbeit, 2003
- [6] EGERTON, R. F.: *Electron Energy Loss Spectroscopy in the Electron Microscope*. Plenum Press, New York, 1986
- [7] BEVINGTON, P. R. ; ROBINSON, Keith D. (Hrsg.): *Data reduction and error analysis for the physical science*. McGraw-Hill, New York, 1992
- [8] UNSER, M. ; ELLIS, S. ; PUN, T. ; EDEN, M.: Optimal background estimation in EELS. In: *Journal of Microscopy* (1987), S. 245–256
- [9] BRANDT, S. ; SPILLNER, Dr. V. (Hrsg.) ; BARTELS, S. (Hrsg.): *Datenanalyse für Naturwissenschaftler und Ingenieure*. Springer Spektrum, 2013
- [10] BANKHOFER, U. ; VOGEL, Jürgen ; KRAMER, S. (Hrsg.) ; HINRICHSEN, J. (Hrsg.): *Datenanalyse und Statistik*. Gabler Verlag, 2008
- [11] TOUTENBURG, H ; HEUMANN, C (Hrsg.): *Induktive Statistik*. Springer Verlag, 2008

-
- [12] AHN, C. C. ; KRIVANEK, O. L.: *EELS Atlas*. Januar 1983
 - [13] <http://rsb.info.nih.gov/ij/index.html>
 - [14] <http://fiji.sc/Fiji>
 - [15] KNUTH, D. E.: *The art of computer programming*. Addison-Wesley, 2001 (The art of computer programming: Seminumerical algorithms)
 - [16] <http://de.wikipedia.org/wiki/Poisson-Verteilung#N.C3.A4herung>
 - [17] <https://eclipse.org/home/index.php>

Danksagung

Diese Arbeit hat viel Zeit und Mühe gekostet jedoch wäre sie durch meine Ideen und meine Fantasie alleine nie entstanden. So möchte ich mich doch eher über mich selbst wundern als mir danken, dass letztendlich dieses Ausführliche Kapitel meines Lebens vollendet werden möchte.

Widmen möchte ich außerdem dieses Werk meiner Mutter Gabriele Wassiltschenko, die sowohl durch physische Nähe als auch enge mentale Verbundenheit, nicht immer die Möglichkeit hatte meine schwierige Zeit als Jugendlicher zu meiden.

Des weiteren gilt mein uneingeschränkter Dank:

- **Herrn Prof. Dr. Helmut Kohl** für ein stets offenes Ohr; für Verständnis und Geduld; für trockenen, sehr angenehmen Humor; für die Themenrichtung dieser Arbeit die im laufe der Zeit mehr und mehr interessant wurde; für Rat und Tipps; für Menschlichkeit und Wissen.
- **Den Mitarbeitern und Kollegen der Arbeitsgruppe EMI** für ein angenehmes und kompetentes Arbeitsumfeld.
- **Michael „Hightower“ Entrup** für 99% hilfreicher Antworten; für Hilfe bei programmiertechnischem- sowie auswertungstechnischem Stirnrunzeln; für viel Verständnis und noch mehr Geduld.
- **Meinen Eltern** Hans und Gabi Wassiltschenko für ihre Hilfe(n); für ihre Sorgen; für ihr Verständnis; für ihre Geduld; für ihren Glauben; für ihren Trost; für ihr Vertrauen; für ihre Liebe.
- **Meinem Bruder samt Familie** für die Fragen nach Ergebnissen.
- **Donald E. Knuth** für das L^AT_EX System und geniale Algorithmen.
- Allen die mich auf diesem Weg begleitet haben, allen die immer an mich geglaubt haben, alle die ich an dieser Stelle vergessen habe, alle die ich an dieser Stelle bewusst vergessen habe.

Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich diese Diplomarbeit „Quantitative Überprüfung der Anwendbarkeit des χ^2 -Tests bei EFTEM Bildern“ eigenständig, ohne Hilfe weiterer Personen und nur mit den angegebenen Hilfsmitteln, verfasst habe.

Münster, 26. März 2015