

11;12

Измерение глубоких микрорельефов и стереосъемка в растровой электронной микроскопии

© Д.А. Саксеев,¹ Е.М. Ершенко,¹ С.В. Барышев,¹ А.В. Бобыль,¹ Д.В. Агафонов²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: dmitrysakseyev380@gmail.com, eershenko2@yandex.ru

² Санкт-Петербургский государственный технологический институт,
190013 Санкт-Петербург, Россия

(Поступило в Редакцию 6 апреля 2010 г.)

Проанализированы принципиальные различия между обычной фотографией и съемкой микрообъектов в растровой электронной микроскопии (РЭМ). Описаны основные правила и приемы для получения стереоскопических изображений в РЭМ методом поворота образца, а также техника их наблюдения. Показано, что стереофотография дает правильную оценку пространственного взаимного расположения элементов образцов со сложным микрорельефом и позволяет с высокой точностью рассчитывать глубину (в ряде случаев превышающую размер поля зрения при больших увеличениях) этого рельефа в широких пределах (от 0.5 до 100 μm). На примере развитой поверхности оксида $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ и нитевидных монокристаллов GaAs описана методика такого расчета, основанная на линейных измерениях одного и того же участка образца, снятого до и после его поворота.

Введение

В настоящее время одним из наиболее распространенных инструментов, применяемых для изучения строения разнообразных объектов, от биологических образцов до объектов микро- и нанoeлектроники, является растровый электронный микроскоп (РЭМ). Этот прибор позволяет всесторонне, в микродеталях, изучать морфологию и кристаллическую структуру [1], состав [2], некоторые электрофизические параметры объекта [3] и пр., не прибегая к сложной предварительной подготовке. Однако при всем многообразии специальных режимов для получения изображений, доступных в РЭМ, наиболее удобным и наглядным является вторично-эмиссионный (ВЭ) топографический режим. При этом сканирование электронным лучом по поверхности сопоставляется с синхронным представлением на экране (в яркостной модуляции) величины выхода вторичных электронов из каждой точки этой поверхности. Получаемое изображение отображает распределение углов наклона поверхности в каждой точке по отношению к направлению зондирующего электронного луча и расположений этих наклонов по отношению к детектору вторичных электронов (рис. 1).

Благодаря тому что детектор вторичных электронов имеет ограниченные размеры и расположен в стороне от зондирующего луча, процесс создания изображения можно представить как фотографирование объекта, освещаемого в полной темноте весьма малым, но интенсивным световым пятном, последовательно (строка за строкой, без пропусков) обходящим всю заданную площадь (кадр). Затвор фотоаппарата, стоящего в стороне от источника света, при этом остается открытым, пока не обойден весь кадр. Регистрируемый световой сигнал

(интенсивность рассеянного света) от микроучастков объекта соответствует их отражающей (рассеивающей) способности и их ориентации относительно направления на фотоаппарат. Разумеется, запись и воспроизведение получаемого изображения может осуществляться и по телевизионному принципу, применявшемуся на заре телевидения [4], если соблюдается строгая синхронизация освещающего и воспроизводящего устройств. Других фотографических аналогий нет.

Таким образом, типичные условия регистрации сигнала в РЭМ, формирующего изображение в ВЭ-контрасте, приводят к результату, сходному с обычной монохромной фотографией объекта, освещенного боковым односторонним источником света (рис. 1, *a*). Часто, при рассмотрении плоского объекта „в лоб“ такое истолкование почти безупречно. Однако, огромная глубина резкости (в 100 и более раз бóльшая по сравнению с оптическими микроскопами [2]) изображения в РЭМ при больших увеличениях позволяет эффективно снимать объекты, имеющие существенную глубину (например, плоские микроструктуры, обозреваемые „с высоты птичьего полета“, см. рис. 1, *b*). При этом пространство объекта автоматически воспринимается на основе нашего повседневного визуального опыта и опыта интерпретации обычных фотографий. В этом случае очевидность наблюдаемой картины, как правило, не позволяет вникнуть в особенности такого изображения. Основная особенность — это практически полное отсутствие „нормальных“ перспективных искажений вплоть до эффекта обратной перспективы (рис. 1, *c*). Такие ВЭ-фотографии в большой степени аналогичны обычным фотографиям удаленных объектов, выполненным очень длиннофокусным объективом, что искажает восприятие глубины изображенного пространства, зачастую она существенно

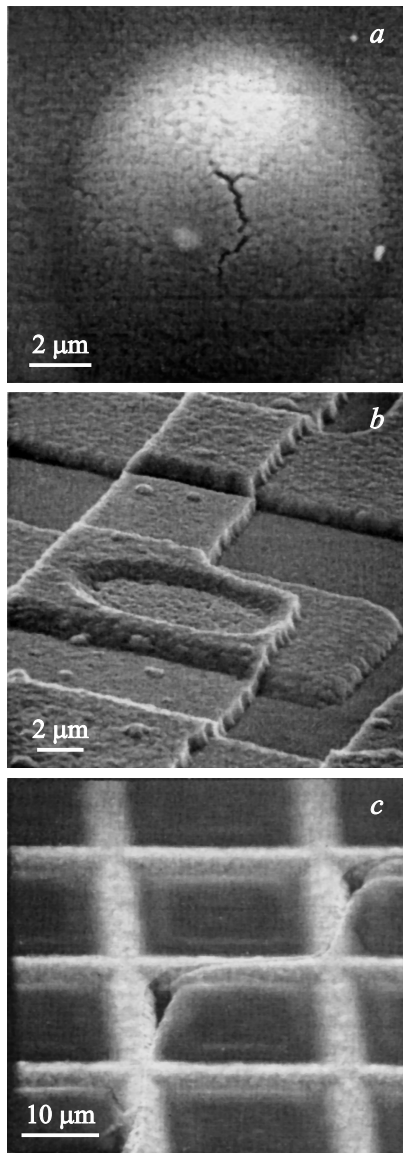


Рис. 1. Фотографии, полученные с помощью РЭМ в ВЭ-режиме.

недооценивается. „На глаз“ по одиночной фотографии определить относительную глубину расположения деталей объекта невозможно, и для точного измерения вертикальной составляющей полученного изображения приходится прибегать к сложным поворотам образца, что тоже не всегда приводит к быстрым и/или достоверным результатам.

В настоящей работе описана процедура, требующая выполнения ряда несложных правил, для регистрации пары изображений (стереопары) одного и того же выбранного участка исследуемой поверхности в ВЭ-контрасте до и после его поворота относительно заданной оси, называемой осью стереоповорота. Такая пара может быть использована как для сведения в одну стереофотографию анаглифическим методом для корректной оцен-

ки пространственного взаиморасположения элементов образцов со сложным микрорельефом (в том числе и с полупрозрачными деталями), так и для точного расчета глубины расположения различных точек на плоском изображении.

Стереосъемка

В распоряжении исследователей имеется удобный, но редко используемый способ как для наблюдения, так и для точного измерения глубины рельефа разветвленных поверхностей — метод, обычно именуемый стереоскопическим [5,6]. Для его реализации необходимо получить как минимум две микрофотографии одного и того же участка поверхности до и после поворота объекта на определенный (точно известный) угол вокруг оси, лежащей в плоскости получаемого изображения, т.е. перпендикулярной направлению фотосъемки. Предметные столы РЭМ, начиная с самых ранних моделей, позволяют провести эту операцию. Кроме того, некоторые модели приборов оснащались специальными приспособлениями для стереосъемки образцов и для стереонаблюдения их микрорельефа непосредственно во время исследования (JEOL JSM-35 и JSM-50A [7], Cambridge Stereoscan 600) путем автоматического переключения наклона электронного зонда по отношению к поверхности образца, имитирующего видение двумя глазами.

Бесспорная информативность метода стимулировала работу по всестороннему пониманию геометрических аспектов получения и обработки стереоизображений [8]. Однако в докомпьютерную эпоху классического фотопроцесса общее количество шагов при получении стереоизображений и дальнейшем их использовании для измерений обусловила практическую нерентабельность и в конечном счете, — забвение этого метода. В настоящее время цифровые методы регистрации и обработки изображений должны расширить и развить область применения стереоскопических методов в РЭМ.

Наиболее просто стереосъемка реализуется путем получения (из одной точки!) двух изображений объекта до и после его поворота на определенный угол. Строго говоря, эта операция является псевдостереосъемкой, поскольку не имитирует реальной ситуации видения двумя глазами. В этом случае удачные стереоизображения (с точки зрения их рассматривания) получаются при соблюдении определенных правил, выполнение которых уменьшает разницу между стереосъемкой и псевдостереосъемкой.

Прежде всего следует помнить, что используемый при псевдостереосъемке угол поворота образца должен в идеале соответствовать углу между двумя лучами зрения (из правого и левого глаза) при рассматривании объекта. Этот угол в общем случае не постоянен и однозначно связан с истинной глубиной объекта и расстоянием до него. Желательно, чтобы глубина объекта была заметно меньше кажущегося расстояния до него.

Понятие расстояния до объекта в микроскопии как таковое отсутствует и возникает только при рассмотрении и компоновке псевдостереоснимков. Большая глубина объекта для получения правильного стереоэффекта требует имитации большого расстояния между ним и наблюдателем и, следовательно, меньшего угла поворота образца. Большие увеличения автоматически приводят к увеличению глубины изучаемого пространства, и также требуют применения малых углов поворота. Здесь стоит отметить, что с точки зрения компоновки и наблюдения стереоснимков на экране монитора наиболее прост и удобен анаглифический метод, когда через специальные очки (обычно красно-синие/красно-зеленые) для каждого глаза подается одно, предназначенное только ему, изображение [6,9]. Существуют и другие способы наблюдения, использующие коммерческие оптические приспособления [10].

Измерения глубины микрорельефа

В бытовой стереофотографии практически не приходится сталкиваться с необходимостью измерения удаленности изображенных объектов. Обычно вполне достаточно рассматривания стереопар с помощью стереоскопа или в виде анаглифов; восприятие изображенного пространства не противоречит зрительному опыту наблюдателя, тем более, что перспективные искажения при фотосъемке стандартным 50-миллиметровым объективом почти такие же, как у человеческого глаза. В то же время измерения глубины наблюдаемого пространства широко применяются на практике в оптических дальномерах, использующих измерение малых углов между направлениями на удаленный объект из двух объективов, расстояние между которыми точно известно и используется в сопутствующих расчетах. Этот метод неприемлем для обработки микроскопических изображений, в принципе получаемых из одной точки.

Полное геометрическое сопоставление пары таких изображений (при всех возможных комбинациях увеличения и рабочего расстояния) проведено в работе [5], но если ограничиться рассмотрением только больших увеличений, когда рабочее расстояние превосходит величину поля зрения в 100 и более раз, расчеты значительно упрощаются. В этом случае разностью наклонов зондирующего луча на противоположных краях обзораемого поля можно пренебречь и считать, что каждая фотография представляет собой массив проекций всех точек объекта на плоскость, перпендикулярную оси луча (направлению наблюдения). Тогда определение разностей высоты точек объекта на основании линейных измерений по двум стереофотографиям (до и после поворота образца) представляет собой достаточно простую геометрическую задачу.

На рис. 2 представлена пара изображений поверхности титаната лития $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ со сложным рельефом. Анаглиф, созданный из стереопары, однозначно

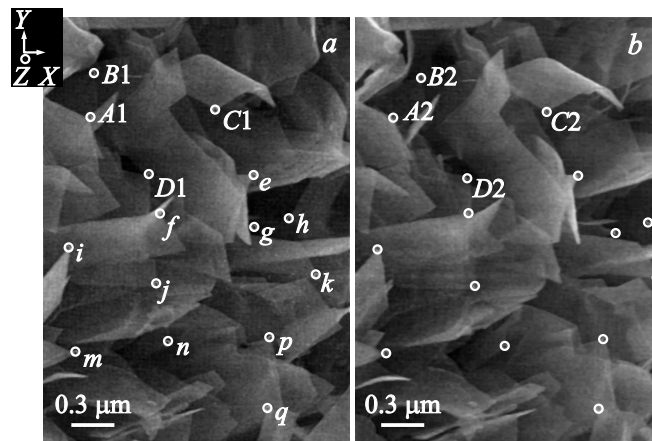


Рис. 2. Стереопара, сделанная в РЭМ (в ВЭ-контрасте) на примере $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12}$ и использованная для расчета, результат которого приведен на рис. 4: *a* — для левого глаза, *b* — для правого глаза (ширина поля зрения каждого фото — $2\ \mu\text{m}$, угол стереоповорота $\alpha = 9^\circ$). На вставке расположение декартовых осей, используемое в тексте.

интерпретирует эту поверхность как конгломерат тонких ($\sim 10\ \text{nm}$) лепестков большой площади (различной для разных температур, времен синтеза), „торчащих“ к наблюдателю. Корректная оценка структуры и площади поверхности анодного материала для литий-ионных аккумуляторов вместе с данными рентгеновской дифракции (кристаллография лепестков) позволяет делать выводы об эффективности интеркаляции/деинтеркаляции ионов лития через границу лепестка по схеме $\text{Li}_4\text{Ti}_5\text{O}_{12} \leftrightarrow \text{Li}_7\text{Ti}_5\text{O}_{12}$, что определяет итоговую эффективность работы батареи и ее циклируемость (число циклов заряд-разряд).

Поворот объекта произведен вокруг оси, параллельной левой границе фотографии на угол $\alpha = 9^\circ$ (против часовой стрелки, если смотреть вдоль этой оси снизу). На обеих фотографиях отмечены проекции точек (A, B, C и D), соответствующих деталям объекта, расположенным на неизвестной и не обязательно разной глубине.

Примем, что оси OY и OX параллельны соответственно вертикальной и горизонтальной сторонам фотографии. Тогда ось OZ совпадает с направлением наблюдения. При повороте образца происходит изменение расстояний между отмеченными точками. Тогда при указанном расположении оси поворота и неизменном увеличении вертикальная составляющая (по оси OY) расстояний между парами одноименных точек на фотографиях не изменится, а горизонтальная (по оси OX) изменится на строго определенную величину, однозначно обусловленную углом поворота и истинной разностью глубин расположения точек в „теле“ объекта.

На рис. 3 представлены точки A и B, расположенные на разной глубине (высоте) от плоскости изображения (расположение проекций точек A и B на плоскость ZOХ в нашей системе координат). С геометрической точки

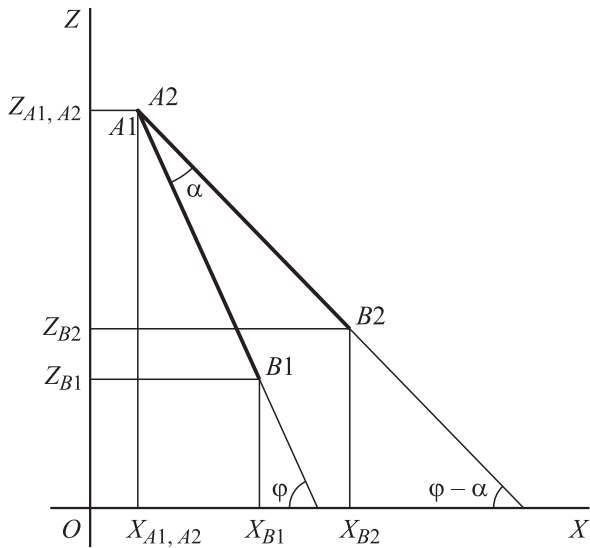


Рис. 3. Геометрия изменяющихся по длине отрезков, которые соединяют выбранные на стереопаре рис. 2 точки $A1$ с $B1$ и $A2$ с $B2$ в плоскости ZOX . Здесь ось Y (как и во всем тексте), — ось стереоповорота.

зрения точное расположение оси поворота (параллельной оси Y и перпендикулярной плоскости рис. 3) во время перехода ко второй фотографии не важно. Тогда допустимо принять, что ось проходит через точку A . При повороте образца точка $B1$ (исходное положение, см. рис. 2, a) занимает положение $B2$ (новое положение, рис. 2, b), а представленная на схеме проекция отрезка $A1B1$ на плоскость ZOX занимает положение $A2B2$ и составляет угол $\alpha = 9^\circ$ с исходным отрезком. При этом изменяется и разность значений глубины расположения точек объекта, но для определенности будем считать, что нас интересует эта разность только для рис. 2, a , т.е. абсолютная величина отрезка $\Delta Z_{A1B1} = Z_{A1} - Z_{B1}$. По фотографиям возможно измерить только проекции отрезков $A1B1$ и $A2B2$ на плоскость XOY (ΔX_{A1B1} , ΔY_{A1B1} , ΔX_{A2B2} и ΔY_{A2B2} в выбранной нами системе координат). Угол φ между отрезком $A1B1$ и осью OX на нашей схеме также неизвестен. Однако известных параметров достаточно, чтобы рассчитать все, что нам нужно.

Так как из чертежа:

$$\Delta X_{A1B1} = A1B1 \times \cos \varphi, \quad \Delta X_{A2B2} = A2B2 \times \cos(\varphi - \alpha)$$

и $A1B1 = A2B2$,

(1)

то из уравнения

$$\frac{\Delta X_{A1B1}}{\cos \varphi} = \frac{\Delta X_{A2B2}}{\cos(\varphi - \alpha)}$$

легко получить значение угла φ

$$\varphi = \arctg\left(\operatorname{ctg} \alpha - \frac{\Delta X_{A2B2}}{\Delta X_{A1B1} \times \sin \alpha}\right) \quad (2)$$

и разности высот $\Delta Z_{A1B1} = Z_{A1} - Z_{B1}$ для точек A и B на рис. 2, a

$$\Delta Z_{A1B1} = \Delta X_{A1B1} \times \left(\operatorname{ctg} \alpha - \frac{\Delta X_{A2B2}}{\Delta X_{A1B1} \times \sin \alpha}\right), \quad (3)$$

где ΔX_{A1B1} и ΔX_{A2B2} — разность X -координат точек A и B на первой и второй фотографиях соответственно и α — угол стереоповорота.

Глубина изображенного участка образца на рис. 2 не может быть оценена даже приблизительно по одной фотографии и, как показывают результаты расчетов, оказывается весьма большой. На диаграмме (рис. 4) показаны результаты расчетов расположения расставленных на ряде деталей рис. 2 точек „по глубине“. За нулевой уровень принята координата самой глубокой точки (точка g на рис. 4).

Аналогичный расчет (рис. 5 и 6) был проведен для образцов, имеющих глубину, значительно превышающую размер поля зрения, представляющих собой поле нитевидных монокристаллов GaAs с отношением длина/поперечник ≥ 100 и выращенных методом молекулярно-лучевой эпитаксии. За нулевой уровень принята координата самой глубокой точки (точка b на рис. 5).

Следует отметить, что для проведения подобных измерений и расчетов принципиальным являются (кроме точности и одинаково высокого качества используемых фотографий):

- соблюдение высокой точности в определении величины угла стереоповорота;
- сохранение взаимной перпендикулярности оси стереоповорота и направления наблюдения;
- идентификация на обеих фотографиях одних и тех же точек объекта, относительную глубину (высоту) которых необходимо рассчитать;
- совпадение увеличения на обоих изображениях;

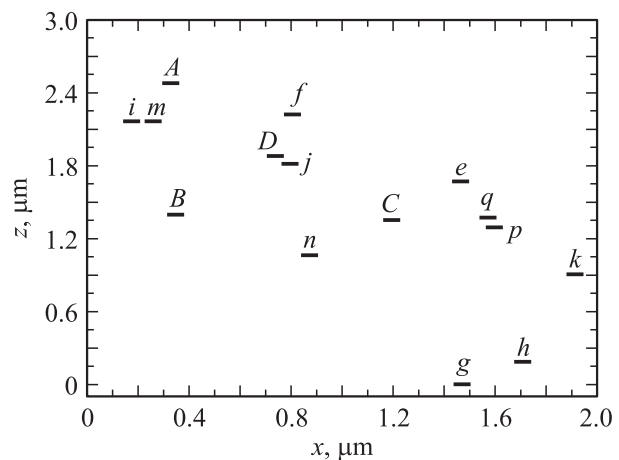


Рис. 4. Диаграмма взаимного расположения по глубине (вдоль оси Z) точек, выделенных на рис. 2. Обозначения точек/ширина диаграммы совпадают с обозначениями/шириной поля зрения на рис. 2. За нулевой уровень принята координата самой глубокой точки g .

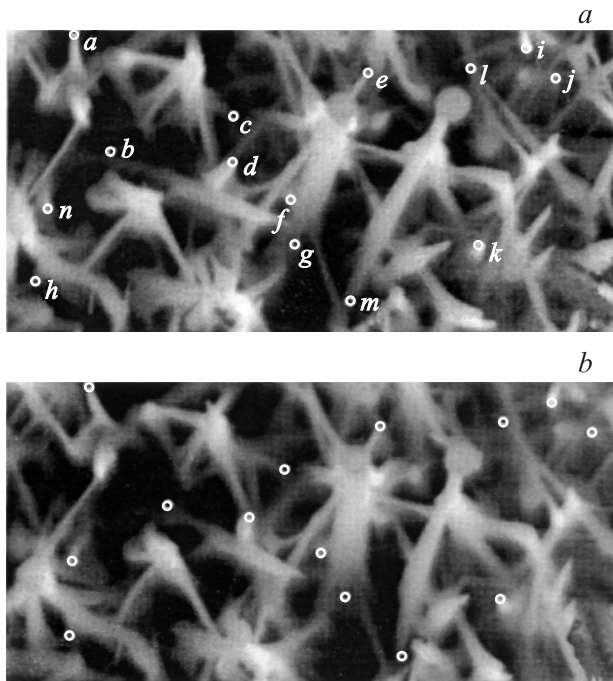


Рис. 5. Стереопара, сделанная в РЭМ (в ВЭ-контрасте) на примере нитевидных монокристаллов GaAs и использованная для расчета, результат которого приведен на рис. 6: *a* — для левого глаза, *b* — для правого глаза (ширина поля зрения каждого фото — $12\ \mu\text{m}$, угол стереоповорота $\alpha = 3^\circ$).

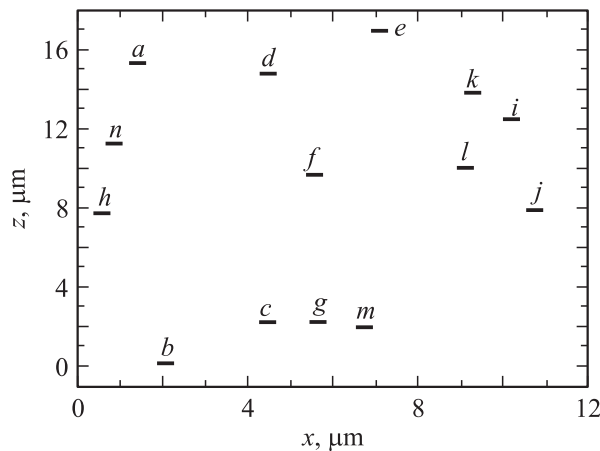


Рис. 6. Диаграмма взаимного расположения по глубине (вдоль оси Z) точек, выделенных на рис. 5. Обозначения точек/ширина диаграммы совпадают с обозначениями/шириной поля зрения на рис. 5. За нулевой уровень принята координата самой глубокой точки *b*.

— расположение оси стереоповорота на обеих фотографиях (в рассмотренных случаях — параллельной вертикальному краю всех фотографий).

В реальности первые два условия обычно обеспечиваются механическими возможностями предметного стола РЭМ и соответствующим поставленной задаче расположением на нем исследуемого образца. Третье

и четвертое условия зависят от „одинаковости“ качества (чем выше, тем лучше) обеих фотографий и от конкретных свойств выбранного фрагмента (опорных точек). Выполнение последних двух условий требует основательных практических навыков в управлении ориентацией образца по отношению к ориентации развертки электронного луча, поскольку в общем случае эта ориентация не сохраняется жестко при манипулировании столом РЭМ и корректировках увеличения во время съемки. Однако, проведение точных расчетов возможно и в том случае, когда снимки не имеют совпадающего масштаба и известного направления оси стереоповорота. Для этого необходимо найти совпадающие элементы (точки) объекта. На каждой из таких стереофотографий проекции любых отрезков, соединяющих идентичные точки объекта, на ось стереоповорота не изменяются при повороте. Тогда, если на каждом снимке имеется отрезок AB ($A1B1$ и $A2B2$), соединяющий идентичные точки объекта, и не известны ни точное направление оси стереоповорота, ни масштабный множитель (приводящий фотографии к одинаковому увеличению), составляется следующее уравнение:

$$A1B1 \times \cos \gamma_1 = M \times A2B2 \times \cos \gamma_2, \quad (4)$$

где содержатся три неизвестных: M — масштабный множитель для рис. 2, углы γ_1 и γ_2 (углы между направлением оси стереоповорота на каждой из фотографий и отрезком AB). Эти неизвестные находят из следующих уравнений, использующих две дополнительные опорные точки на каждой из фотографий (C и D):

$$A1C1 \times \cos(\gamma_1 + \nu_1) = M \times A2C2 \times \cos(\gamma_2 + \nu_2), \quad (5)$$

$$A1D1 \times \cos(\gamma_1 + \omega_1) = M \times A2D2 \times \cos(\gamma_2 + \omega_2),$$

где ν_1 и ω_1 — углы между отрезком $A1B1$ и отрезками $A1C1$ и $A1D1$ соответственно для первой фотографии, а ν_2 и ω_2 — аналогичные углы для второй. Все эти углы вычисляются из линейных измерений по фотографиям.

Решение системы из трех уравнений (4, 5) дает точное расположение осей и разницу увеличений. Тогда, откорректировав изображения, можно получить стереопару, пригодную для вычисления расстояния между точками по глубине.

Заключение

Таким образом, стереофото съемка может применяться практически во всех случаях наблюдения микро- и макрообъектов, когда не могут быть проведены прямые измерения взаимного расположения их деталей по глубине. В случае растровой электронной микроскопии стереопары, снятые на объектах со сложным рельефом (в том числе и с полупрозрачными деталями) с выполнением ряда условий, оказываются незаменимыми при

рассмотрении этого рельефа и правильной его интерпретации и для точного расчета относительных глубин залегания выбранных точек на плоском изображении рельефной поверхности. Для приведенных примеров погрешность при определении глубин составила ± 10 nm.

В заключение авторы хотели бы выразить благодарность Ю.Б. Самсоненко (ФТИ им. А.Ф. Иоффе) за предоставленные образцы GaAs.

Список литературы

- [1] *Schwartz A.J., Kumar M., Adams B.L.* Electron backscatter diffraction in materials science. NY: Kluwer Academic-Plenum Publishers, 2000. 342 p.
- [2] *Гоулдстейн Дж., Ньюберн Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э.* Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. М.: Мир, 1984. Ч. 1. 303 с.
- [3] *Ноздрин Ю.Н., Пестов Е.Е., Курин В.В., Барышев С.В., Бобыль А.В., Карманенко С.Ф., Саксеев Д.А., Сурис Р.А.* // ФГТ. 2006. Т. 48. Вып. 12. С. 2136–2145.
- [4] *Кошелев Б.М.* От „электрического глаза“ А. Столетова до современного телевизора.
(<http://www.rt.mipt.ru/misc/radio/index7.html>)
- [5] *Блейкер А.* Применение фотографии в науке. М.: Мир, 1980. 248 с.
- [6] *Горяев А.* Геометрия стереосъемки.
(<http://www.ixbt.com/digimage/stereogeometry.shtml>)
- [7] *Okada M.* // JEOL News. 1976. Vol. 13. Iss. 2. P. 7–10.
- [8] *Lane G.S.* // J. Sci. Instruments (J. Physics E). 1969. Vol. 2. Iss. 2. P. 565–569.
- [9] (<http://www.stereomaker.net>)
- [10] *Watt I.* // Microscopy and Analysis. 2002. Vol. 16. Iss. 6. P. 19–21.