

Томография трёхслойных наноструктур в сканирующей электронной микроскопии в режиме детектирования обратнорассеянных электронов

А.А. Борзунов,^{1,*} Э.И. Рау,² С.В. Зайцев,² Н.Н. Кошев,^{3,4} Д.В. Лукьяненко,¹ А.Г. Ягола¹

¹Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
физический факультет, кафедра математики

²Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
физический факультет, кафедра физической электроники
Россия, 119991, Москва, Ленинские горы, д. 1, стр. 2

³Сколковский институт науки и технологий

Россия 121205, Москва, территория Инновационного Центра «Сколково», Большой бульвар д. 30, стр. 1

⁴ООО «ЛИФТ Центр»

Россия 121205, Москва, территория Инновационного Центра Сколково, ул. Нобеля, д. 5
(Поступила в редакцию 04.04.2024; после доработки 24.04.2024; подписана в печать 14.06.2024)

В работе предлагается метод решения трёхмерной задачи томографии с использованием данных сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования рассеянных электронов. Исходя из предположения, что образец обладает трёхслойной структурой, построены аналитические выражения для зависимости интенсивности детектируемого сигнала от химического состава образца, толщин слоёв и энергии первичных электронов. На основе полученных аналитических выражений на примере трёхслойной (алюминий–золото–кремний) структуры решается обратная задача по восстановлению толщин слоёв алюминия и золота в двух различных постановках, отличающихся между собой типом используемой априорной информации о структуре образца.

PACS: 68.37.Hk, 07.78.+s. УДК: 53.06

Ключевые слова: сканирующая электронная микроскопия, отраженные электроны, томография, объёмные методы исследования в СЭМ.

DOI: [10.55959/MSU0579-9392.79.2450101](https://doi.org/10.55959/MSU0579-9392.79.2450101)

ВВЕДЕНИЕ

Исследователям присуще естественное желание наблюдать не только внешний облик исследуемого образца, но также и его внутреннюю структуру. Одним из инструментов, который может позволить сделать это, является сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). СЭМ широко используется как исследовательский инструмент во многих областях науки (например, в микроэлектронике [1], минералогии [2], биологии и медицине [3, 4], материаловедении [5] и т.д.). На данный момент чаще всего СЭМ используется для исследования поверхности исследуемого образца и позволяет в этом случае добиваться высокой, вплоть до нанометров, разрешающей способности. Однако большинство исследуемых образцов имеют сложную трёхмерную структуру, что естественным образом объясняет всё возрастающую потребность в объёмных методах исследования, которые позволяют «заглянуть» внутрь образца, а не только «посмотреть» на его поверхность.

Одним из распространенных методов объёмного исследования образцов является просвечивающая электронная микроскопия. Но она ограничена

в применении, так как позволяет изучать лишь тонкие прозрачные для электронов образцы. В настоящее время всё более востребованной становится томография средствами сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно рассеянных электронов (ОРЭ). Такой тип томографии позволяет исследовать объёмную структуру приповерхностного слоя массивных образцов, непрозрачных для трансмиссионного микроскопа.

Качественная визуализация подповерхностной структуры с помощью детектирования ОРЭ в СЭМ возможна на практике и широко используется в течение длительного времени [6, 7]. С помощью фильтрации ОРЭ по энергиям можно получить значительного лучшее изображение подповерхностных элементов структуры образца [8, 9]. Но этот подход не позволяет получить в чистом виде изображения отдельных слоёв исследуемого образца [10].

Способ воссоздания трёхмерной структуры образца в одном частном случае, когда исследуемый образец состоит из катодoluminesцентных материалов, описан в работе [11].

Что касается трёхмерной реконструкции любых массивных образцов в СЭМ, авторам известны лишь две работы в этой области [12, 13]. В [12] приводятся результаты реконструкции трёхслойного образца в режиме детектирования ОРЭ по стандартным программам обработки видеоизображения. Более продвинутая методика объёмного ис-

* E-mail: aborzunov@phys.msu.ru

следования образцов представлена авторами работы [13]. Ими было предложено использовать алгоритмы слепого разделения сигналов для восстановления трёхмерной структуры образца. Суть их метода, если её описывать вкратце, такова. Предполагается, что исследуемый образец состоит из M отдельных слоёв, каждый из которых является источником соответствующего сигнала Q_m , $m = \overline{1, M}$. В ходе эксперимента, варьируя ускоряющее напряжение E_0 , получают N снимков микрообразца (при энергиях E_{0n} , $n = \overline{1, N}$). Снимок образца представляется в виде матрицы, элементы которой определяются нормированной на единицу интенсивностью детектируемого в точке (x, y) сигнала $I_n(x, y)$. Также предполагается, что сигнал от каждого слоя Q_m входит в детектируемый сигнал I_n линейно с коэффициентом h_{nm} и что сигналы Q_m попарно статистически независимы. Таким образом, детектируемый сигнал можно представить в виде $I_n = \sum_{m=1}^M h_{nm} Q_m$. Данная модель позволяет применить алгоритмы слепого разделения сигнала, которые в отсутствие априорной информации о структуре образца инвертируют матрицу смешивания, элементами которой являются h_{nm} , т.е. выделить из всего детектируемого сигнала I_n вклады каждого из m слоев — Q_m . Далее возможно произвести реконструкцию образца на основе сигналов Q_m от каждого слоя.

Необходимо отметить, что схожая идея микротомографии рассматривалась в более ранней работе [14], но так и не была реализована на практике. В [14] исследовалась трёхслойная структура, интегральный сигнал от которой при энергиях E_{0n} ($n = \overline{1, N}$) равен $I_n = \sum_{m=1}^M K_m J_m$, где J_m — это дифференциальный сигнал от конкретного слоя толщиной Δt залегающего на глубине x . Именно эти сигналы J_m необходимо поочередно выделить из интегрального сигнала $I_n(E_{0n})$, получаемого в эксперименте. Здесь K_m — это подпочвенные весовые параметры, характеризующие фоновые вклады в сигнал от близлежащих слоев.

Принципы нанотомографии с использованием СЭМ в режиме детектирования ОРЭ условно показаны на рис. 1. Электронный зонд сканирует поверхность образца от точки к точке в плоскости, перпендикулярной к этому лучу. Рассеянные на некоторой глубине электроны выходят из толщи образца под средним углом γ . Как видно из рис. 1, при любом выбранном угле детектор регистрирует не только электроны, отраженные на наиболее вероятной глубине под наиболее вероятным углом, но и часть электронов, вышедших с соседних по глубине слоёв. Это и является причиной смешивания изображений от соседних слоёв при данной энергии E_0 . Реальное распределение обратно рассеянных электронов по глубине имеет очень сложный характер, который зависит от E_0 и строения многослойных (неоднородных) структур [15]. Аналогичное наложение изображений происходит при фиксированном угле γ и нескольких близких значениях ускоряющего напряжения E_0 .

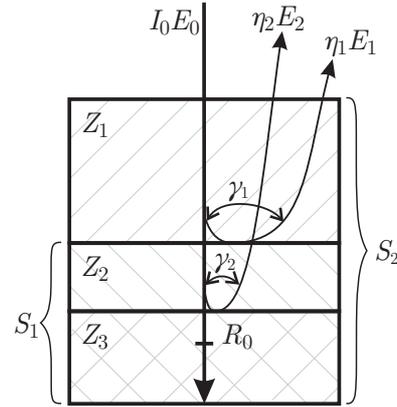


Рис. 1. Схема взаимодействия потока сканирующих электронов $I_0 E_0$ с трёхслойной структурой, состоящей из двух материалов с атомными номерами Z_1, Z_2 и массивной подложки — Z_3 . При разных значениях ускоряющего напряжения (E_{01} и E_{02}) электроны зондирующего пучка проникают на разную глубину и имеют разные наиболее вероятные углы выхода γ_1 и γ_2 , соответственно формируя ОРЭ $\eta_1 E_{01}$, $\eta_2 E_{02}$. Системой S_1 обозначена структура с тонким слоем Z_2 на массивной подложке Z_3 , системой S_2 — исследуемый в настоящей работе случай трехслойных структур, представляемый в виде тонкого слоя Z_1 на «эффективной подложке S_1 »

В связи с вышесказанным целью нашей работы является разработка оригинального алгоритма трёхмерной реконструкции, который позволил бы проводить объёмное исследование подповерхностной структуры исследуемого образца с помощью СЭМ в режиме детектирования ОРЭ и получать как качественные, так и количественные оценки. Для решения этой задачи в разделе 1 выводится аналитическое выражение для зависимости экспериментально детектируемого сигнала от энергии первичных электронов, материалов и толщин слоёв для случая трехслойных структур. Далее, в разделе 2, используя построенное аналитическое выражение и серию изображений полученных при различных значениях ускоряющего напряжения E_{0n} ($n = \overline{1, N}$), на примере Al–Au–Si образца решается обратная задача реконструкции толщин слоёв исследуемого образца. Таким образом, научный вклад авторов в область исследований заключается в том, что предложен новый метод решения задачи томографии для трёхслойных структур в СЭМ с помощью ОРЭ с возможностью использования различной априорной информации на основе аналитических выражений для зависимости детектируемого сигнала от материала и толщины слоёв для случая трехслойных структур.

1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ МЕТОДИКА И ПОСТРОЕНИЕ АНАЛИТИЧЕСКОГО ВЫРАЖЕНИЯ ДЛЯ СИГНАЛА

В общем случае для произвольного образца интенсивность регистрируемого сигнала определяет-

ся выражением [16]

$$I_n = L + KS = L + K(\eta \times \varepsilon \times F). \quad (1)$$

Здесь η — доля обратно рассеянных электронов, $\varepsilon = \langle E \rangle / E_{0n}$ — коэффициент, определяемый отношением средней энергии обратно рассеянных электронов $\langle E \rangle$ к их начальной энергии E_{0n} , F — функция отклика детектора, L и K являются параметрами настройки установки СЭМ (L — это уровень сигнала, K — постоянный коэффициент усиления сигнала). Параметры L и K можно выразить через энергию первичных электронов E_0 . В то время как остальные параметры η , ε , F сложным образом зависят от структуры образца (материал и толщины слоев, в случае многослойных структур) и E_0 . Сканируя образец с помощью электронного зонда при заданной энергии E_{0n} ($n = \overline{1, N}$, N — число снимков при различных энергиях E_0), микроскоп фиксирует интенсивность сигнала от каждой точки (x, y) поверхности образца и формирует его изображение, которое представляется в виде матрицы $I_n(E_{0n}, x, y)$, элементы которой нормированы на 1.0 и измеряются в условных единицах.

Для построения аналитических выражений для детектируемого от трехслойной структуры сигнала прежде всего необходимо откалибровать СЭМ таким образом, чтобы сигналы $I_n(E_{0n}, x, y)$ укладывались в диапазон шкалы серого от 0.0 до 1.0 относительных единиц. Параметры L и K можно определить с помощью массивных однородных эталонных образцов, которые необходимо разместить на предметном столике СЭМ рядом с исследуемым образцом, во время калибровки. Один из эталонов должен состоять из материала с относительно низким атомным номером $Z_{min} \approx 10 \div 15$, другой — с высоким $Z_{max} \gtrsim 50$. Измерив соответствующие сигналы $I_{Z_{min}}$, $I_{Z_{max}}$ от этих эталонов, с помощью выражения (1) можно определить параметры L и K . Заметим, что эталонные материалы Z_{min} , Z_{max} , из которых изготовлены эталонные образцы для калибровки, не обязательно должны совпадать с материалами, из которых изготовлен изучаемый образец.

Для определения η , ε и F , входящих в выражение для экспериментального сигнала (1), сначала рассмотрим уже классический случай тонкого слоя на массивной подложке (система S_1 на рис. 1). После этого мы перейдем к случаю трёхслойной структуры. Она будет рассматриваться в виде тонкого слоя на «эффективной подложке» (система S_2 на рис. 1).

Для обозначения зависимости функции или параметра от материала наряду со стандартным обозначением будет использоваться заполнитель вида (\cdot) . Например, $R(E_0; \cdot)$, предполагая, что вместо (\cdot) может стоять один из материалов.

Доля отраженных электронов η зависит от материала, структуры образца и от энергии первичных электронов E_0 . В случае однородного массивного образца с атомным номером Z хорошим приближе-

нием для η является выражение [17]:

$$\eta(E_0, Z) = \beta(E_0) \left(1 - e^{-0.0066 \cdot Z \cdot \beta(E_0)^{-2.5}} \right). \quad (2)$$

Здесь $\beta(E_0) = 0.4 + 0.065 \ln E_0$. Для коэффициента ε средней энергии обратнорассеянных электронов мы будем использовать следующее эмпирическое выражение:

$$\varepsilon(\eta) \equiv \varepsilon(E_0, Z) = 0.47 (1 + 1.4\eta). \quad (3)$$

В случае, когда исследуемый образец представляет из себя систему с тонким слоем толщиной d на массивной подложке (система S_1 на рис. 1), хорошим приближением для коэффициента обратнорассеянных электронов η_{sf} является [18–20] выражение

$$\eta_{sf} = \eta_{so} + (\eta_{fo} - \eta_{so}) \eta_{f/of}, \quad (4)$$

где η_{so} — доля обратнорассеянных электронов от массивного образца, изготовленного из материала подложки, η_{fo} — от материала тонкого слоя. Коэффициенты η_{so} , η_{fo} можно найти из уравнения (2), а значение $\eta_{f/of}$ находится из соотношения:

$$\eta_{f/of} = \left[1 - \exp \left(-A(\cdot) \left(\frac{d}{R(E_0; \cdot)} \right)^{p(\cdot)} \right) \right], \quad (5)$$

которое является компиляцией многих работ ([15, 21, 22]). Здесь R — глубина свободного пробега электронов, выражение для которой будет приведено ниже. Параметры A , p , входящие в уравнение (5), зависят от материала мишени. Их значения, согласно [21], для материалов образца, изучаемого в этой работе: $A(Au) = 23.7$; $A(Al) = 4.93$; $A(Si) = 4.95$, $p(Al) = 2$; $p(Au) = 1.41$; $p(Si) = 1.96$. В научной литературе наблюдается довольно большой разброс в записи выражения для величины свободного пробега электронов, поэтому мы будем пользоваться некоторым усредненным значением:

$$R(E; \cdot) = 67.5 \rho^{-0.85} E^{1.5}, \quad (6)$$

где R приводится в нанометрах, E — в килоэлектронвольтах, ρ — удельная массовая плотность вещества мишени в $\text{г}/\text{см}^3$.

Теперь перейдем к рассмотрению трёхслойной структуры (система S_2 на рис. 1, которая представляется в виде тонкого слоя на «эффективной подложке S_1 »). Далее, для более ясного изложения, все выражения будут приведены для случая Al–Au слёв (с толщинами t_{Al} и d_{Au} соответственно) на массивной Si подложке. Приведенные аналитические выражения легко адаптировать на случай других материалов, а если химический состав исследуемого образца неизвестен, то с помощью локального рентгеновского микроанализатора (которым снабжены многие современные СЭМ) можно определить все содержащиеся в образце химические элементы [23].

В случае трёхслойных структур необходимо учитывать потери, которые поток первичных электронов испытывает при прохождении покровного (верхнего) слоя Al. В соответствии с [22] долю электронов, прошедших покровный слой Al, можно выразить через коэффициент:

$$\eta_{tr} = \exp \left[-4.605 \left(\frac{t_{Al}}{R(E_0; Al)} \right)^{p(Al)} \right], \quad (7)$$

где t_{Al} — толщина покровного слоя Al. Величина свободного пробега электронов в алюминии $R(E_0; Al)$ находится исходя из уравнения (6) при E_0 . Пройдя покровный слой Al, электроны будут обладать энергией $E_{tr} = \varepsilon_{tr} E_0$, которая выражается через коэффициент ε_{tr} [22]:

$$\varepsilon_{tr} = C_{mk}(E_0, t; Al) \exp \left(-\frac{t}{R_0(E_0; Al)} \right). \quad (8)$$

Здесь функция $C_{mk}(E_0; Al)$ несет смысл отраженной от поверхности энергии [22]. Она может быть выражена через долю отраженных от алюминия электронов η_{Al} (найденной при E_0 из уравнения. 2) следующим образом:

$$C_{mk}(E_0; Al) = \frac{1 + 0.5\eta_{Al} + 0.5\eta_{Al}^2}{1 + \eta_{Al}}. \quad (9)$$

Среднюю энергию спектра прошедших покровный слой электронов определим согласно работам [24–26]:

$$E_p = \varepsilon_p \times E_{tr} = 0.85 \times \varepsilon_{tr} E_0. \quad (10)$$

Используя значение энергии E_p , можно найти глубину свободного пробега электронов $R_1(E_p; Au)$ в материале среднего слоя (Au) по из уравнения (6).

Теперь для описания исследуемой Al–Au–Si структуры (система S_2 на рис. 1) будем представлять исследуемый образец в виде слоя Al толщиной t_{Al} на «эффективной подложке S_1 » (слой Au толщиной d_{Au} на Si). Для этого для определения доли отраженных электронов от всей трехслойной структуры мы будем использовать аналогичное уравнение (4) выражение:

$$\eta_{sff} = \eta_{eff} + (\eta_{Al} - \eta_{eff}) \eta_{f/off}. \quad (11)$$

Здесь $\eta_{f/off}$ находится из уравнения (5) для слоя Al толщиной t_{Al} при энергии E_0 как

$$\eta_{f/off} = 1 - \exp \left[-A(Al) \left(\frac{t}{R_0(E_0; Al)} \right)^{p(Al)} \right].$$

Доля обратнорассеянных электронов от «эффективной подложки S_1 » (слой Au толщиной d_{Au} на Si) η_{eff} , которая учитывает наличие потерь при прохождении покровного слоя, может быть найдена как

$$\eta_{eff} = \eta_{tr} \left(\eta'_{os} + (\eta'_{of} - \eta'_{os}) \eta'_{f/of} \right), \quad (12)$$

где, в свою очередь, долю обратнорассеянных электронов η'_{os} , η'_{of} следует вычислить при энергии $E_{tr} = \varepsilon_{tr} E_0$ (см. уравнения (7), (8) и (9)) с помощью уравнения (2), а коэффициент $\eta'_{f/of}$ для слоя Au толщиной d_{Au} следует найти при энергии E_p (см. 10) следующим образом:

$$\eta'_{f/of} = \left[1 - \exp \left(-A(Au) \left(\frac{d_{Au}}{R_1(E_p; Au)} \right)^{p(Au)} \right) \right].$$

Получив финальный коэффициент для доли отраженных электронов η_{sff} от всей трёхслойной структуры, из уравнения (3) следует найти коэффициент ε_{sff} для средней энергии E_{sff} отраженных от всей трехслойной структуры.

Последним неизвестным в выражении для сигнала (1) остаётся функция отклика детектора F , нахождение которой является наиболее деликатной проблемой. В литературе нет единообразия для определения аналитического выражения для функции отклика детектора F . Поэтому здесь мы предложим полумпирическое выражение для неё. Будем исходить из следующих соображений: любой детектор ОРЭ, будь то сцинтиляционный или на основе планарного полупроводникового p – n -перехода, имеет тонкий лицевой «мертвый» слой толщиной D , равной единицам или десяткам нанометров. Детектируемый сигнал I пропорционален прошедшему через этот слой потоку обратнорассеянных электронов. Потерю в энергии при прохождении этого мёртвого слоя можно охарактеризовать аналогичным (8) выражением, внося в него корректировки, учитывающие наличие некоторого спектрального распределения в энергии обратнорассеянных электронов. Для этого введём новый параметр σ , который отражает факт того, что величина F обратно пропорциональна числу отраженных от всего образца потоку электронов и прямо пропорциональна доле η_D обратнорассеянных от материала детектора электронов. В первом приближении эту зависимость выразим с помощью эмпирической формулы $\sigma = 0.5\eta_D/\eta_{sff}$, где доля ОРЭ η_{sff} от всего образца вычисляется с помощью уравнения (11), а долю отраженных от материала детектора электронов η_D необходимо найти при энергии E_{sff} по формуле (2). С помощью σ определим аналогичный (9) коэффициент C_{sk} , но для случая спектра отраженных электронов

$$C_{sk} = \frac{1 + 0.47\sigma + 0.47\sigma^2}{1 + \sigma}. \quad (13)$$

В результате получим выражение

$$F(D; \cdot) = C_{sk} \exp \left(-\frac{D}{R_D(E_{sff}, \cdot)} \right), \quad (14)$$

где величину свободного пробега в материале (\cdot) детектора необходимо вычислить с помощью уравнения (6), используя энергию E_{sff} .

В экспериментах в качестве детектора использовался планарный кремниевый детектор (у которого

толщина лицевого слоя $D = 20$ нм), с несколько усовершенствованной конструкцией [27], установленный на LEO-1455 SEM (Zeiss, Germany). Конечно, можно использовать и стандартные коммерческие детекторы, но с наличием пересчёта функции отклика F . Все эксперименты проводились для среднего угла выхода ОРЭ $\gamma = 45^\circ$.

2. ОБРАТНАЯ ЗАДАЧА ВОССТАНОВЛЕНИЕ ТОЛЩИН СЛОЕВ

В работе исследовался трёхслойный Al–Au–Si образец (его изображение при $E_0 = 10$ кэВ показано на рис. 2), который состоял из массивной кремниевой подложки, поверх четырёх участков которой были нанесены слои золота различной толщины, финальным слоем в 150 нм был нанесен алюминий. Контрольное исследование микрообразца с помощью атомно-силового микроскопа показало, что толщина срединного слоя Au составляет 0.0, 4.6, 10.7, 19.9 нм. Таким образом, на массивной Si подложке образовались разновысокие участки с общей толщиной 150.0, 154.6, 160.7, 169.9 нм соответственно, которые мы в дальнейшем будем обозначать $Rg_0, Rg_4, Rg_{10}, Rg_{19}$ (см. рис. 2). Здесь следует отметить, что рассчитанные по приведенным в настоящей работе формулам значения толщин слоёв Au пленок отличаются от аттестованных (откалиброванных) значений. Расчетные значения значения равны $d_1 = 5.2$ нм, $d_2 = 10.8$ нм, $d_3 = 18.5$ нм. Таким образом, расхождение между расчетными и экспериментальными данными составляет от 3% до 10%.

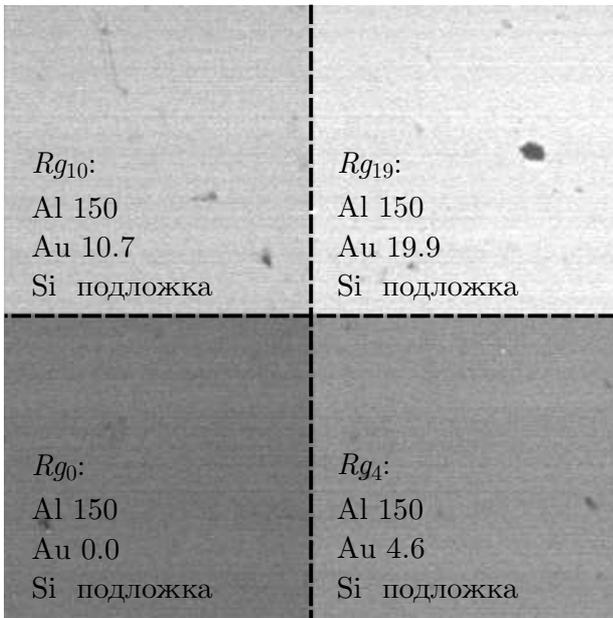


Рис. 2. Снимок исследуемого образца при $E_0 = 10$ кэВ. Белыми линиями указано разделение на четыре области: $Rg_0, Rg_4, Rg_{10}, Rg_{19}$ (здесь индексы области обозначают соответствующую толщину слоя Au). Во всей области снимка присутствует покровный слой Al толщиной 150 нм

Образец исследовался при $N_E = 8$ различных ускоряющих напряжениях $E_{0n} = \{3.5, 5, 7, 10, 12, 15, 20, 30\}$ кэВ. Значения L и K для этого эксперимента были определены с помощью массивных эталонных образцов, как это было описано в предыдущем разделе, что дало нам аналитическое выражение для сигнала СЭМ в виде

$$I = 0.48E_0^{-\frac{1}{3}} + 5.5 \left(1 - e^{-\frac{2E_0}{30}} \right) (\eta_{\text{сфф}} \varepsilon_{\text{сфф}} F).$$

Используя выкладки из предыдущего раздела, можно построить выражение для зависимости интенсивности сигнала

$$M(E_{0n}, t_{Al}(x, y), d_{Au}(x, y)) \mapsto [0, 1] \quad (15)$$

от ускоряющего напряжения E_{0n} , толщин слоёв алюминия t_{Al} и золота d_{Au} в точке (x, y) образца. Здесь используется новое обозначение для интенсивности сигнала M , чтобы подчеркнуть, что аргументами являются толщины слоёв Al и Au в точке (x, y) . Полную запись этого отображения опустим в связи с его громоздкостью. Сравнение построенного аналитического выражения с экспериментальными значениями сигнала для исследуемого образца (см. рис. 2) приведено на рис. 3.

Обратная задача по восстановлению толщин слоёв Al и Au может быть сформулирована в различных формах в зависимости от наличия априорной информации о структуре образца.

1. В случае если известна область микрообразца Rg , где толщины слоёв Al и Au постоянны, возможно сформулировать обратную задачу по восстановлению толщин слоёв одновременно во всех точках $(x, y) \in Rg$ этой области. Для этого следует использовать усредненный \bar{I}_n в области Rg сигнал. В противном случае, решать задачу восстановления толщин слоёв независимо для каждой точки области.
2. В случае если известна общая толщина слоёв H , возможно использовать регуляризирующую добавку на соответствие искомого решения этой априорно известной общей толщине.

Толщину слоёв Al и Au будем искать как элемент $\mathbf{z} := (t_{Al}, d_{Au})$, реализующий минимум функционала

$$J(\mathbf{z}) = \sum_{n=1}^{N_E} (T - M(E_{0n}, t_{Al}, d_{Au}))^2 + \alpha \Omega(\mathbf{z}), \quad (16)$$

где $\mathbf{z} \in \mathbb{G} \subseteq \mathbb{R}^2$, \mathbb{G} несет смысл естественных или априорных ограничений (e.g. $t_{Al}, d_{Au} \geq 0$); α — параметр регуляризации, выбираемый эмпирически или по принципу обобщенной невязки [28]; значение T в случае использования априорной информации о постоянстве толщин слоёв в области будет усредненным по всем точкам этой области сигналом \bar{I}_n либо сигналом $I_n(x, y)$ в каждой точке образца в случае, когда обратные задачи решаются независимо для каждой точки (x, y) образца; функционал $\Omega(\mathbf{z})$ в простейшем случае выберем тождественным нулем $\Omega_0(\mathbf{z}) \equiv 0$ либо при наличии априорной

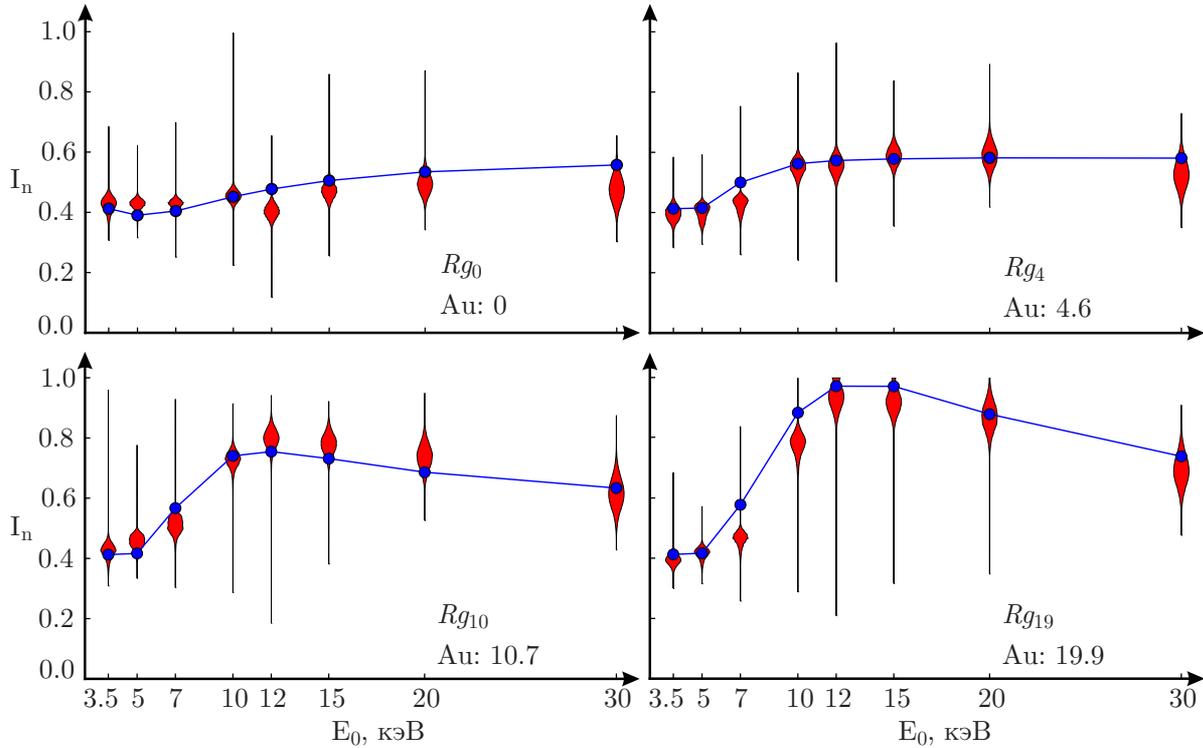


Рис. 3. Сравнение построенной модельной функции сигнала $M(E_0, t_{Al}, d_{Au})$ (синяя кривая) с экспериментальными данными в каждой из областей $Rg_0, Rg_4, Rg_{10}, Rg_{19}$ (красный скрипичный график, ширина которого представляет распределение плотности вероятности для соответствующего значения по оси Y). По оси X отложено ускоряющее напряжение в кэВ, по оси Y — сигнал в относительных единицах

информации о суммарной толщине слоёв H — в виде $\Omega_H(\mathbf{z}) = (H - t_{Al} - d_{Au})^2$.

Для нахождения минимума функционала (16) будем использовать модификацию BFGS [29, 30] алгоритма для ограниченной области (что позволит учитывать априорные ограничения, используемые в работе $\mathbb{G} = \{t_{Al} \in [0.1, 170.0], d_{Au} \in [0.1, 50.0]\}$) в совокупности с техникой автоматического дифференцирования [31, 32] для более быстрой численной реализации алгоритма. Параметр регуляризации $\alpha = 0.0001$ был выбран эмпирически, примерно совпадающим по порядку с абсолютными значениями компонент градиента минимизируемого функционала (16).

Приведённые на рис. 4, 5 результаты показывают, что при использовании априорной информации о суммарной толщине слоёв H удастся удовлетворительно восстановить их толщины, хотя в регионе Rg_0 (где отсутствует слой золота) наблюдаются некоторые сложности, которые, возможно, связаны с несовершенством построенных аналитических выражений для сигнала (15). Восстановив толщины слоёв в каждой точке исследуемого микрообразца, можно построить объёмную реконструкцию исследуемой области в масштабе (см. рис. 6) или выделить интересующие сечения в любых плоскостях (например, непрозрачный срез на рис. 6).

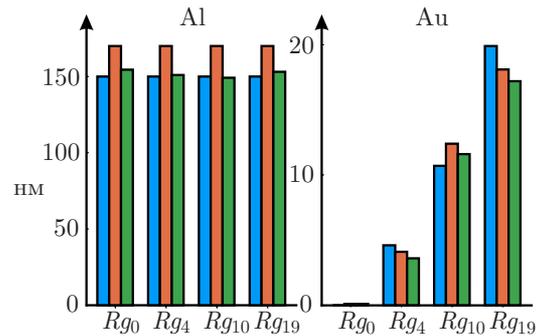


Рис. 4. Результаты восстановления толщин слоёв Al, Au в случае, когда используется априорная информация о постоянной толщине слоев в регионах $Rg_0, Rg_4, Rg_{10}, Rg_{19}$. Столбцы слева направо: известная толщина (синий), результат восстановления для Ω_O (оранжевый), для Ω_H (зеленый)

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Для случая трёхслойных структур построены аналитические выражения, определяющие интенсивность сигнала СЭМ в режиме детектирования ОРЭ в зависимости от толщин и материалов слоёв. Эти формулы могут быть адаптированы и в случае структур с любым химическим составом. Сформулирована обратная задача восстановления толщин слоёв на основе обработки данных серий изображений, получаемых при варьировании ускоряющего

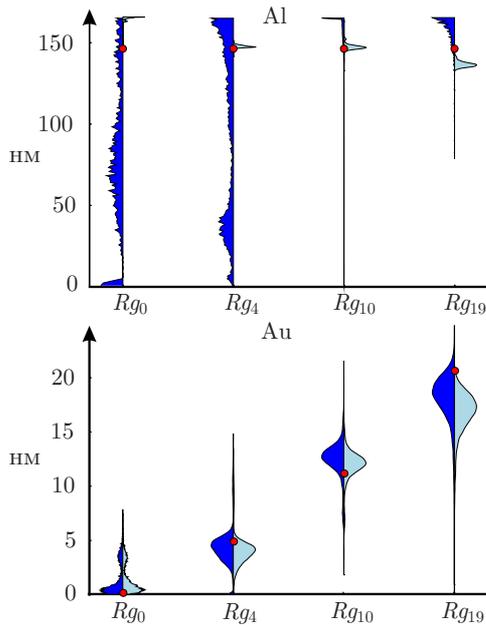


Рис. 5. Восстановленные толщины слоёв (Al сверху и Au снизу) при решении независимых задач для каждой точки (x, y) образца. Левая сторона скрипичного графика отображает плотность распределения восстановленных толщин в случае отсутствия априорной информации (Ω_0), правая часть — при использовании априорной информации о суммарной толщине слоёв (Ω_H)

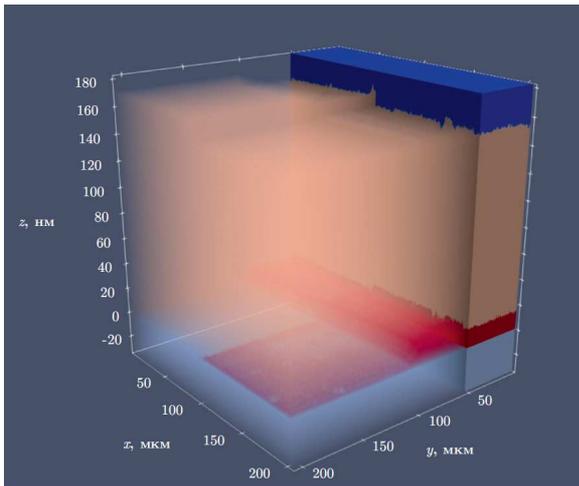


Рис. 6. Объёмное изображение восстановленного микрообразца для случая независимого решения обратных задач для каждой точки (x, y) с использованием априорной информации о суммарной толщине слоёв H (Ω_H). Алюминий изображен коричневым цветом, золото — красным, часть массивной кремниевой подложки — синим

напряжения. В зависимости от наличия или отсутствия априорной информации сформулированы постановки задач двух типов. В первом случае учи-

тывается постоянство толщин слоёв в некотором регионе образца, а во втором случае учитывается известная общая толщина слоёв. На основе результатов решения обратной задачи проведена объёмная реконструкция трёхслойной Al–Au–Si микроструктуры с возможностью выделения необходимых томографических сечений. Как показал эксперимент, предложенная в работе прямая модель и алгоритм реконструкции позволяют проводить достаточно точные оценки толщин слоёв в трёхслойных структурах в том случае, когда известна суммарная толщина слоёв.

Несмотря на то, что в работе показана принципиальная возможность решения обратной задачи по восстановлению объёмной структуры многослойных образцов методом варьирования ускоряющего напряжения СЭМ, предложенный метод объёмного исследования микрообразцов может быть значительно улучшен.

Прежде всего необходимо обобщить построенное аналитическое выражение (15) для сигнала СЭМ на случай произвольного числа K слоёв с толщинами D_k соответственно: $M(E_{0n}, D_1, D_2, \dots, D_K)$.

Так же, как и в методе мультэнергетической деконволюции [13], значительным недостатком предложенного метода является потеря топографической информации о структуре поверхности образца, что значительно искажает восстанавливаемую томографию изучаемого образца. Эта проблема может быть решена, если процесс объёмной реконструкции образца дополнить трёхмерной информацией о рельефе поверхности образца, которая может быть получена другими методами (например, на основе фотометрических методов и их вариаций [33–35] или стереометрических [36–38]).

После этого в ходе эксперимента возможно использовать разные углы детектирования γ (см. рис. 1) и применить фильтрацию электронов по энергиям ΔE , что, возможно, позволит построить более совершенные аналитические выражения для детектируемого сигнала $M(E_0, \gamma, \Delta E, D_1, D_2, \dots, D_K)$. Возможно [8, 9], варьирование этих двух дополнительных переменных (угла детектирования γ и энергии детектируемых электронов ΔE) в ходе эксперимента позволит извлечь большее количество косвенной информации о структуре образца, что позитивным образом скажется на результатах решения обратной задачи восстановления толщин слоёв.

Также авторы разрабатывают алгоритм на основе конволюционных нейронных сетей в U-net конфигурации (подобный тому, что был предложен в работе [39]), который в данный момент показывает многообещающие результаты. Он в данный момент находится в фазе активного тестирования на реальных и симулированных данных и, как мы считаем, скоро будут опубликованы результаты.

[1] Nakamae K. // Measurement Science and Technology. 32, N 5. 052003. (2021).

[2] Chen L., Xu J., Chen J. // Science China Earth

- Sciences. **58**, N 10. 1768 (2015).
- [3] Koga D., Kusumi S., Shibata M., Watanabe T. // *Frontiers in Neuroanatomy*. **15**. (2021).
- [4] Peddie C.J., Collinson L.M. // *Micron*. **61**. 9 (2014).
- [5] Yu T., Zhong F., Zhang F. et al. // *Journal of Physics: Conference Series*. **2002**, N 1. 012010. (2021).
- [6] Reimer L. *Scanning Electron Microscopy*. Springer Berlin Heidelberg. 1998.
- [7] Gignac L.M., Kawasaki M., Boettcher S.H., Wells O.C. // *J. Appl. Phys.* **97**, N 11. 114506. (2005).
- [8] Rau E.I., Robinson V.N.E. // *Scanning*. **18**, N 8. 556–561. (1996).
- [9] Niedrig H., Rau E.I. // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. **142**, N 4. 523 (1998).
- [10] Yasuda M., Suzuki Y., Kawata H., Hirai Y. // *Japan. J. Appl. Phys.* **44**, N 7B. 5515 (2005).
- [11] Saparin G.V., Obyden S.K., V. Ivannikov. // *Scanning*. **18**, N 4. 281 (2006).
- [12] Mellen C. // *Microscopy and Microanalysis*. 9 (2001).
- [13] de Goede M., Jöhlin E., Sciacca B. et al. // *Nanoscale*. **9**, N 2. 684 (2017).
- [14] Rau E.I., Dremova N.N., Matvienko A.N. // *Bulletin of RAS*. N 59. 252 (1995).
- [15] Fitting H.-J., Cornet N., Salh R. et al. // *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*. **159**, N 1. 46 (2007).
- [16] Kim H., Negishi T., Kudo M. et al. // *Journal of Electron Microscopy*. **59**, N 5. 379 (2010).
- [17] Staub P.F. // *J. of Phys. D: Appl. Phys.* **27**, N 7. 1533 (1994).
- [18] De Nee P.B. // *Scanning electron microscopy*. **1**. 741. (1978).
- [19] Dapor M. // *Phys. Rev. B*. **43**, N 13. 10118 (1991).
- [20] Dapor M., Bazzanella N., Toniutti L. et al. // *Surface and Interface Analysis*. **45**, N 2. 677 (2012).
- [21] Zabrodsky V.V., Zaitsev S.V., Karaulov V.Yu. et al. // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. **83**, N 11. 1357 (2019).
- [22] Fitting H.-J. // *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*. **136**, N 3. 265 (2004).
- [23] Karavaev M.B., Ivanova E.V., Popova T.B. et al. // *Superlattices and Microstructures*. **122**. 516 (2018).
- [24] Reimer L., Senkel R. // *Optic*. **93**. 85 (1995).
- [25] Cosslett V.E., Thomas R.N. // *British J. of Appl. Phys.* **16**, N 6. 779 (1965).
- [26] August H.-J., Wernisch J. // *Ultramicroscopy*. **32**, N 2. 113 (1990).
- [27] Rau E.I., Karaulov V.Yu., Zaitsev S.V. // *Rev. of Sci. Instr.* **90**, N 2. 023701. (2019).
- [28] Tikhonov A.N., Goncharsky A.V., Stepanov V.V., A.G. Yagola. *Numerical Methods for the Solution of Ill-Posed Problems*. Springer Netherlands. Dordrecht. 1995.
- [29] Mogensen P.K., Riseth A.N. // *Journal of Open Source Software*. **3**, N 24. 615. (2018).
- [30] Fletcher R. *Practical methods of optimization: 1–2*. John Wiley & Sons. Chichester. England. 2 edition. November 1987.
- [31] Rall L.B. *Automatic Differentiation: Techniques and Applications*. Springer. Berlin. **120**. 1981.
- [32] Khan K.A., Barton P.I. *Optimization Methods and Software*. **30**, N 6. 1185 (2015).
- [33] Reithmeier E., Vynnyk T., Schultheis T. // *Applied Mathematics and Computation*. **217**, N 3. 1193 (2010).
- [34] Miyamoto A., Matsuse H., Koutaki G. // *Measurement Science and Technology*. **28**, N 4. 045405. (2017).
- [35] Borzunov A.A., Karaulov V.Y., Koshev N.A. et al. // *Ultramicroscopy*. N 207. 112830. (2019).
- [36] Eulitz M., Reiss G. // *Journal of Structural Biology*. **191**, N 2. 190 (2015).
- [37] Ball A.D., Job P.A., Walker A.E.L. // *Journal of Microscopy*. **267**, N 2. 214 (2017).
- [38] Tafti A.P., Holz, J.D., Baghaie A. et al. // *Micron*. N 87. 33 (2016).
- [39] Razorenova A., Yavich N., Malovichko M. et al. *Deep learning for non-invasive cortical potential imaging. In Machine Learning in Clinical Neuroimaging and Radiogenomics in Neuro-oncology*. Springer International Publishing. 45–55. 2020.

Tomography of Three-Layer Structures in Scanning Electron Microscopy in the Backscattered Electron Detection Mode

A.A. Borzunov^{1,a}, E.I. Rau², S.V. Zaitsev², N.A. Koshev^{3,4}, D.V. Lukyanenko¹, A.G. Yagola¹

¹Department of Mathematics, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University. Moscow 119991, Russia

²Department of Physical Electronics, Faculty of Physics, Lomonosov Moscow State University. Moscow 119991, Russia

³Skolkovo Institute of Science and Technology (CNBR), Moscow 121205, Russia

⁴Life Improvement by Future Technologies (LIFT) Center, Skolkovo, 143025 Moscow, Russia

E-mail: ^aaborzunov@phys.msu.ru

The paper proposes a method for solving a three-dimensional tomography problem using data from a scanning electron microscope in the backscattered electrons detection mode. Based on the assumption that the sample has a three-layer structure, analytical expressions were constructed for the dependence of the intensity of the detected signal on the chemical composition of the sample, the thickness of the layers and the energy of the primary electrons. Based on the obtained analytical expressions, using the example of a three-layer (aluminium-gold-silicon) structure, the inverse problem of reconstructing the thicknesses of the aluminum and gold layers is solved in two different formulations, depending on the type of *a priori* information available about the structure of the sample.

PACS: 68.37.Hk 07.78.+s.

Keywords: scanning electron microscopy, backscattered electrons, inverse problem, tomography, volume

electron microscopy.

Received 04 April 2024.

English version: *Moscow University Physics Bulletin*. 2024. 79, No. 5. Pp. .

Сведения об авторах

1. Борзунов Андрей Анатольевич — аспирант; тел.: (495) 939-38-95, e-mail: aborzunov@physics.msu.ru.
2. Рау Эдуард Иванович — доктор физ.-мат. наук, профессор, гл. науч. сотрудник; тел.: (495) 939-38-95, e-mail: rau@phys.msu.ru.
3. Зайцев Сергей Владимирович — канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотрудник; тел.: (495) 939-38-95, e-mail: zai336@mail.ru.
4. Кошев Николай Александрович — канд. физ.-мат. наук, ст. преподаватель, тел.: ((495) 280-14-81, e-mail: n.koshev@skoltech.ru
5. Лукьяненко Дмитрий Витальевич — канд. физ.-мат. наук, доцент; тел.: (495) 939-38-95, e-mail: lukyanenko@physics.msu.ru.
6. Ягола Анатолий Григорьевич — доктор физ.-мат. наук, профессор; тел.: (495) 939-38-95, e-mail: yagola@physics.msu.ru.