

МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
имени М.В. ЛОМОНОСОВА
ФИЗИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

На правах рукописи

Борзунов Андрей Анатольевич

**Восстановление трехмерной информации в сканирующей
электронной микроскопии при детектировании
обратно-рассеянных электронов**

Специальность 1.2.2

Математическое моделирование, численные методы и комплексы программ

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук, доцент
Лукьяненко Дмитрий Витальевич

Москва — 2026

Оглавление

	Стр.
Введение	4
Глава 1. Методы восстановления трёхмерной информации об образце в сканирующей электронной микроскопии	11
1.1 Применение сканирующей электронной микроскопии	11
1.2 Взаимодействие электронов с образцом	14
1.3 Методы трёхмерного восстановления топографии микрообразцов	21
1.3.1 Стереоскопический метод	22
1.3.2 Восстановление поверхности по фокусу	24
1.3.3 Фотометрический метод	27
1.4 Методы исследования внутренней структуры образца	32
1.4.1 Методы послойной съёмки образца	32
1.4.2 Электронная томография	34
1.4.3 Объемное исследование методом вариации ускоряющего напряжения	43
1.4.4 Томографирование на основе метода слепого разделения сигналов	46
Глава 2. Обратная задача восстановления топографии микроструктур	49
2.1 Постановка задачи	52
2.2 Алгоритм восстановления микро топографии	55
2.3 Численный алгоритм решения	62
2.4 Примеры трёхмерной реконструкции топографии поверхности	67
2.5 Результаты и их обсуждение	74
Глава 3. Обратная задача томографии приповерхностных слоёв массивных образцов	77
3.1 Описание модели прямой задачи для случая трёхслойных структур	78
3.2 Постановка задачи и алгоритм численного решения	84
3.3 Результаты численных экспериментов и их обсуждение	89

Глава 4. Прикладной программной комплекс для трёхмерного исследования микрообразцов по данным сканирующей электронной микроскопии	92
4.1 Описание программного комплекса для задачи топографического исследования	92
4.2 Описание программного комплекса для задачи томографического исследования	97
Заключение	99
Публикации автора по теме диссертации	101
Список литературы	103
Приложение А. Свидетельство о государственной регистрации программ для ЭВМ	119
Приложение Б. Свидетельство о государственной регистрации программ для ЭВМ	120

Введение

Сканирующая электронная микроскопия является мощным методом исследования микроструктур, широко используемым в современных лабораториях и на производстве в самых различных областях. С помощью электронной микроскопии возможно получать высококачественное изображение микроструктуры образца с большой разрешающей способностью вплоть до нанометров, информацию о составе образца, кристаллографическую информацию и исследовать его морфологию поверхности, проводить дефектоскопию при производстве микроэлектронных устройств. Несмотря на то, что сканирующая электронная микроскопия является одним из ключевых методов анализа микрообразцов, данный метод долго оставался двумерным: исследователи изучали лишь снимки поверхности микрообразцов, на основе которых, порой, сложно было делать даже качественные выводы о трехмерной структуре образца, не говоря уже о количественных результатах. Это стало очевидным недостатком, поскольку многие характеристики материалов зависят именно от их трехмерной структуры: топографии рельефа (относительной высоты участков) поверхности микрообразца и внутренней структуры микрообразца. Позже были развиты дополнительные методы исследования топографии рельефа поверхности микрообразцов, разработаны методологии деструктивного анализа внутренней структуры микрообразцов посредством послойной съемки и недеструктивного исследования с помощью просвечивающего электронного микроскопа. Однако с распространением электронной микроскопии во всё более широком кругу прикладных задач возникают всё более строгие требования к качеству проводимых исследований и расширению арсенала исследовательских методов. Это подчеркивает необходимость постоянного совершенствования методов и технологий, чтобы обеспечить высокую точность и надежность получаемых данных.

Для задачи получения информации о топографии рельефа поверхности микрообразца обычно используются несколько методов её восстановления, главными из которых являются стереоскопический, когда трехмерную информацию восстанавливают на основе двумерных снимков из разных точек или под разными углами, и фотометрический, когда трехмерную информацию восстанавливают, например, на основе "затенения" участков на снимке. Каждый из этих методов имеет свои сильные и слабые стороны. Например, в фотометрическом методе

первостепенную важность имеет математическая модель стоящая за выражением, которое предсказывает сигнал в каждой точке образца, вкладывая трехмерную информацию о топографии рельефа поверхности микрообразца в интенсивность сигнала в этой точке. Качество данной модели имеет критическое значение, ведь большое обилие приближений и допущений может сделать восстановление топографии рельефа поверхности микрообразца вовсе невозможным. Отдельная сложность может возникнуть у исследователей при внедрении фотометрических методов в связи с особенностями их оборудования, что может потребовать значительных адаптаций методологии исследования. Так, например, качество восстановления топографии рельефа поверхности исследуемого микрообразца критически зависит от симметрии установки детекторных устройств относительно главной оси сканирующего микроскопа, что практически недостижимо на экспериментальных установках с вручную устанавливаемыми детекторами обратно рассеянных электронов. Стереоскопический метод незаменим, когда приходится работать с образцами имеющими значительно неоднородную поверхность сложной формы или даже содержащие на себе отдельно расположенные микрообъекты. Но данный метод требует специального дорогостоящего оборудования, которое позволяет получать снимки исследуемого образца из разных точек наблюдения.

Главным неdestructивным методом по исследованию внутренней структуры микрообразцов является трансмиссионная томография, минусами которой являются требование специального оборудования и возможность использования только в случае прозрачных для электронов микрообразцов, что делает невозможным изучение массивных микрообразцов, для изучения которых единственным доступным способом остается методы послойного изучения микрообразцов, где верхние слои удаляются механически или с помощью сфокусированного ионного пучка.

Таким образом, решение задачи разработки методов математического моделирования решения обратных задач восстановления томографии и топографии рельефа поверхности микрообразцов без использования специального оборудования позволит внедрить новые методы исследования в широком кругу лабораторий, которые используют базовые установки сканирующей электронной микроскопии.

Многие современные разработки реализуются в виде закрытого программного обеспечения, встроенного в операционную систему рабочей станции

микроскопа, доступ к которой возможен только с заменой исследовательского оборудования. Всё это создает значительные сложности для внедрения новых типов исследования микрообразцов, требует разработки новых методов восстановления топографии рельефа поверхности микрообразцов и восстановления трехмерного строения микроструктуры, а совокупность описанных выше факторов делают создание сопутствующего прикладного программного комплекса актуальным.

Целью работы является создание методов математического моделирования, численных методов и комплекса программ для восстановления топографии рельефа поверхности микрообразцов и проведение томографии приповерхностных слоев массивных образцов с использованием сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие **задачи**:

- Разработать методы решения обратных задач восстановления топографии рельефа поверхности и томографии приповерхностных слоев микрообразцов, исследуемых с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов (ОРЭ) микрообразцов.
- Разработать численный метод для восстановления топографии рельефа поверхности микрообразца на основе изображений получаемых СЭМ в режиме детектирования ОРЭ, устойчивый к неточностям механического позиционирования детекторов относительно оси электронной пушки микроскопа.
- Создать комплекс программ для восстановления топографии рельефа поверхности микрообразцов на основе двумерных экспериментальных данных, получаемых с помощью СЭМ в режиме детектирования ОРЭ.
- Разработать численные методы решения обратной задачи томографирования приповерхностных областей микрообразцов на основе экспериментальных данных получаемых с помощью СЭМ в режиме детектирования ОРЭ и имеющейся априорной информации о структуре образца.
- Создать прикладной комплекс программ для качественного и количественного исследования структуры приповерхностных слоев микрообразцов, исследуемых с помощью СЭМ в режиме детектирования ОРЭ.

Научная новизна:

1. Создан оригинальный метод для поточечного нахождения углов наклона участков поверхности исследуемого микрообразца, способный получать качественную информацию даже при неточностях в механическом позиционировании в детекторной системе СЭМ, что особенно актуально для экспериментальных установок, где требуется ручная установка детекторов ОРЭ.
2. Впервые реализован алгоритм комплексной обработки изображений полученных с помощью СЭМ в режиме детектирования ОРЭ для проведения количественного трехмерного исследования топографии рельефа поверхности микрообразца, а также для анализа с помощью томографирования объемного строения в приповерхностных областях массивных образцов.
3. Созданы прикладные комплексы программ для трехмерного восстановления топографии рельефа и томографирования приповерхностных слоев исследуемого образца, качественного и количественного анализа.

Практическая значимость заключается в том, что предложенные методы исследования могут быть внедрены на широком классе устройств, что позволит без их замены, и даже вовсе без модернизации, проводить новые виды исследования: топографирование рельефа поверхности и томографию приповерхностных слоев массивных образцов.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Математическое моделирование процесса формирования сигнала в сканирующем электронном микроскопе при детектировании обратно-рассеянных электронов, основанное на известных моделях взаимодействия электронного зонда с веществом, позволяет описать зависимость сигнала от геометрии поверхности или от структуры многослойных образцов. Анализ модели при несимметричной установке детекторов или при вариации ускоряющего напряжения позволяет сформулировать обратные задачи по восстановлению трехмерной топографии рельефа или толщин приповерхностных пленок.
2. Численные методы решения указанных обратных задач, разработанные в диссертационной работе, отличаются повышенной устойчивостью к погрешностям экспериментальных измерений и позволяют восста-

навливать топографию поверхности с разрешающей способностью по перепаду высот, сопоставимой с латеральным разрешением сканирующего электронного микроскопа, или выделять физически корректные решения при томографии приповерхностных слоев массивных образцов (при наличии априорной информации об общей толщине пленок).

3. Комплекс проблемно-ориентированных программ, реализующий предложенные численные методы, обеспечивает проведение вычислительного эксперимента по обработке данных сканирующей электронной микроскопии в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов. Программный комплекс позволяет проводить процесс калибровки микроскопа, восстанавливать трехмерную топографию рельефа поверхности микрообразцов или толщины приповерхностных слоев массивных образцов (томография).

Выносимые на защиту положения соответствуют следующим пунктам паспорта специальности 1.2.2 Математическое моделирование, численные методы и комплексы программ:

- пункту 1 паспорта специальности («Разработка новых математических методов моделирования объектов и явлений»),
- пункту 2 («Разработка, обоснование и тестирование эффективных вычислительных методов с применением современных компьютерных технологий»),
- пункту 5 («Разработка новых математических методов и алгоритмов валидации математических моделей объектов на основе данных натурального эксперимента»),
- пункту 4 («Разработка новых математических методов и алгоритмов интерпретации натурального эксперимента на основе его математической модели»),
- пункту 3 («Реализация эффективных численных методов и алгоритмов в виде комплексов проблемно-ориентированных программ для проведения вычислительного эксперимента»).

Достоверность полученных результатов обеспечивается математическим обоснованием разработанных алгоритмов, проведёнными численными экспериментами и сопоставлением их результатов с данными натуральных экспериментов, публикациями в рецензируемых журналах и апробацией на российских и международных конференциях.

Апробация работы. Основные результаты работы докладывались на:

- Международная конференция International Conference On Differential Equations and Applications, (г. Ханой, Вьетнам, 2022 г.),
- Международная конференция Quasilinear Equations, Inverse Problems and Their Applications (г. Сочи, 2021 г.).
- Всероссийская с международным участием конференция Ломоносовские чтения (г. Москва, 2021 г.),
- Международная конференция Quasilinear Equations, Inverse Problems and Their Applications, (г. Долгопрудный, 2020 г.),

Отдельные результаты диссертационного исследования докладывались и обсуждались на научном семинаре в Москве, НИВЦ МГУ имени М.В. Ломоносова, научный семинар «Обратные задачи математической физики» под руководством профессора А.Б. Бакушинского, профессора А.В. Тихонравова и профессора А.Г. Яголы (22 мая 2019 г. и 18 декабря 2024 г.), общезначимый семинар «Материаловедение и технология» ИПТМ РАН (11 декабря 2025 г.).

Публикации. Опубликовано 4 работы, в том числе 4 по теме диссертации, из них 4 статьи, опубликованных в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных для защиты в диссертационном совете по специальности и отрасли наук.

Личный вклад. Все результаты работы получены автором лично под научным руководством доктора физико-математических наук, доцента Д.В. Лукьяненко. В работах, написанных в соавторстве, вклад автора диссертационной работы в результаты является определяющим.

Объем и структура работы. Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения и 2 приложений. Полный объем диссертации составляет **120** страниц текста, включая 36 рисунков и 1 таблицу. Список литературы содержит 171 наименование.

Первая глава данной работы посвящена реферативному обзору литературы о известных методах восстановления топографии и томографии (в том числе деструктивной). Эта глава не содержит научной новизны и личного вклада автора, а служит целям составления актуального представления о современных методах исследования микрообразцов. В ней раскрывается трехмерная природа физического процесса, лежащего в основе исследования микрообразцов с помощью электронной микроскопии. Приведено описание уже существующих методов обработки изображений, получаемых сканирующим электронным микроскопом, позволяющих получать трехмерную информацию о поверхности микрообраз-

цов: стереоскопический, фотометрический. В конце главы представлено описание методов визуализации объема наноструктур: послойная съемка образца, томография, СЭМ с изменяющимся ускоряющим напряжением. Далее описаны как разрушающие, так и неразрушающие методы исследования подповерхностной структуры образцов.

Вторая глава посвящена решению обратной задачи восстановления топографии микрообразцов. Описано, как задача восстановления топографии поверхности в сканирующей электронной микроскопии в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов может быть сведена к двум подзадачам: задаче восстановления градиента поверхности на основе экспериментальных изображений и задаче восстановления поверхности исследуемого образца по заданному градиенту. Далее для решения подзадачи восстановления градиента предлагается оригинальная методика калибровки на образце известной геометрии, которая учитывает особенности экспериментальной установки и позволяет качественно восстанавливать градиент поверхности образца даже в случае неточной установки детекторов обратно-рассеянных электронов относительно оси электронной пушки микроскопа. Далее представлен полный алгоритм восстановления топографии и результат его работы на тестовых образцах известной геометрии, что позволяет определить его разрешающую способность по высоте и точность трехмерной реконструкции поверхности в целом.

Третья глава посвящена обратной задаче восстановления томографии массивных образцов на примере трехслойной структуры. Для решения этой задачи построено аналитическое выражение для зависимости интенсивности детектируемого сигнала от химического состава образца, толщин слоев и энергии первичных электронов, то есть составлена модель прямой задачи: по структуре образца предсказывается интенсивность сигнала сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов. На основе полученных аналитических выражений для сигнала на примере трехслойных структур (алюминий-золото-кремний) решается обратная задача по восстановлению толщин слоев в каждой точке образца в двух различных постановках, которые отличаются друг от друга типом используемой априорной информации о структуре образца.

В **четвертой главе** описан прикладной программный комплекс для решения обратных задач топографии и томографии.

Глава 1. Методы восстановления трёхмерной информации об образце в сканирующей электронной микроскопии

Данная глава служит целям формирования базового представления о существующих методах трёхмерного исследования микрообразцов с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов. В данной главе представлен обзор литературы об использовании сканирующей электронной микроскопии в прикладных задачах. Кратко описывается процесс взаимодействия электронов с микрообразцом, что позволяет сформировать интуитивное представление о том, как трёхмерная структура микрообразца влияет на детектируемую сканирующим электронным микроскопом интенсивность сигнала. Разобраны основные методы трёхмерной реконструкции топографии поверхности микрообразцов и методы трёхмерного исследования внутренней структуры (деструктивное послойное исследование, томография). Глава не содержит результатов, содержащих в себе научную новизну, а главной её целью является обозначение актуальности и места предложенных в следующих главах методов исследования среди существующих.

1.1 Применение сканирующей электронной микроскопии

Электронный микроскоп детектирует сигнал в виде отражённых или испущенных материалом микрообразца электронов для создания изображения. Сканирующий (или, иногда, называемый растровым) электронный микроскоп последовательно по-точкам вдоль линии сканирования облучает исследуемый микрообразец, детектируя интенсивность сигнала в каждой точке независимо, что позже позволяет сформировать изображение. Таким образом, каждая точка изображения формируется в результате воздействия электронного пучка на выделенную малую область исследуемого микрообразца.

По сравнению с оптической микроскопией, сканирующий электронный микроскоп имеет значительные преимущества. Во-первых, оптические микроскопы имеют достаточно низкую разрешающую способность (около 300 нм), что обусловлено дифракционным барьером. Использование электронного пуч-

ка позволяет наблюдать элементы поверхности образцов, которые значительно меньше длины волны оптического диапазона. Во-вторых, сканирующие электронные микроскопы позволяют плавно изменять разрешающую способность прямо во время исследования образцов в широком диапазоне, от сотен микрометров до десятков ангстрем. *(Далее в тексте настоящего диссертационного исследования договоримся следовать “микро-” терминологии для некоторого единообразия, подразумевая весь рабочий диапазон электронной микроскопии).* В-третьих, глубина резко изображаемого пространства у сканирующего электронного микроскопа на порядки больше, чем у оптических микроскопов: 1 мм против 1 мкм при стократном увеличении и может достигать 1 мкм при увеличении в 40 000 крат [1]. В-четвертых, по сравнению с оптической микроскопией подготовка образца относительно проста. В-пятых, благодаря тому факту, что материалы с разной плотностью и атомным номером отражают электроны по-разному, сканирующий электронный микроскоп позволяет проводить качественное исследование химического состава образца.

Всё это способствовало широкому распространению электронной микроскопии во многих областях науки и техники. В качестве других примеров прикладного использования сканирующего электронного микроскопа можно привести:

- Методы сканирующей электронной микроскопии широко используются для исследования морфологии и структуры твердотельных массивных образцов, поверхностного распределения материалов, что находит широкое применение в нанотехнологии, материаловедении, физике, химии и науке об окружающей среде [2; 3].
- Исследование морфологии и химического состава горных пород, в том числе угля [4–6].
- Изучение наночастиц различной формы размерами от 1 до 100 нм. Наночастицы используются во многих потребительских товарах, таких как одежда, косметика, лекарства, продукты питания, краски, солнцезащитные средства, лаки [7–12]. В данных областях применения размер и форма наночастиц используются для оценки риска данного материала для здоровья и безопасности людей [7].
- Исследование микроструктуры керамики в археологии [13; 14].
- Контроль и апробация методики управления скоростью травления диоксида кремния [15–17].

- Детектирование нано- и микродефектов на металлических поверхностях в области контроля качества на производстве [18].
- Исследование морфологии и химического состава минералов, донных отложений и кристаллов [19–21].
- Контроль технологического процесса производства интегральных микросхем, исследование наноматериалов [22; 23].
- Для калибровки приборов существует потребность в создании и поддержании эталонов размеров частиц с узким диапазоном распределения по размерам [9; 24], что требует проведения точного анализа формы и размеров микрообразцов [25].
- Изучение морфологии биологических тканей [26], изучение пыльцы в ботанике [27; 28].
- Исследование микроскопических ископаемых [29; 30].
- Диагностирование опухолей при биопсии (выявление формы для правильной постановки диагноза) [31; 32], анализ состава зубной эмали [33; 34], разработка искусственного суставного хряща [35], исследование взаимодействия клеток с разными поверхностями на микроуровне для разработки новых имплантов с улучшенными биосовместимыми свойствами [36].

Также, несмотря на развитие других методов исследования, электронная микроскопия не теряет своей актуальности и позволяет заполнить некоторые “белые пятна”, которыми характеризуются другие методы. Методы измерения, такие как динамическое рассеяние света (*dynamic light scattering*), дифракция рентгеновских лучей, малоугловое рассеяние рентгеновских лучей, лазерная дифракция и масс-спектрометрия, имеют ограничения для измерения несферических частиц, поскольку их разрешение обычно эквивалентно диаметру наночастиц [7; 37; 38]. С другой стороны, метод атомно-силовой микроскопии испытывает затруднения при измерении поперечных размеров порядка 20 нм и аналогичной высоты [39]. В целом, результаты всех этих методов определения размеров частиц различаются, и в недавнем прошлом ни один из методов не мог дать надёжных результатов [7; 40; 41]. Рентгеновская компьютерная томография способна определять трёхмерные размеры и форму частиц, но её пространственное разрешение не может быть таким же высоким, как у сканирующей электронной микроскопии при исследовании образцов [11].

Столь значительное прикладное значение и широкое распространение делают дальнейшее развитие методов исследования с помощью сканирующего электронного микроскопа актуальной задачей. В следующем пункте будет подробнее описан процесс взаимодействия электронного пучка с образцом и формирования изображения: как трёхмерная структура образца влияет на формирование двумерного изображения.

1.2 Взаимодействие электронов с образцом

Взаимодействие электронов с исследуемым образцом можно разделить на две основные категории: упругие и неупругие. Упругое рассеяние возникает в результате отклонения налетающего электрона от атомного ядра материала образца или от электронов внешней оболочки с энергией, аналогичной энергии электрона. Этот вид взаимодействия характеризуется незначительными потерями энергии при столкновениях и изменением направления рассеянного электрона на большой угол. Падающие электроны, которые упруго рассеиваются под углом более 90° относительно падающего электронного пучка (первичных электронов), называются обратно-рассеянными электронами. Детекторы обратно-рассеянных электронов настроены таким образом, что в формировании сигнала участвуют только электроны с высокой энергии (близкой к ускоряющему напряжению).

Неупругое рассеяние происходит за счет различных взаимодействий между первичными электронами и атомами образца, в результате которых первичный электрон передает значительную энергию атому. Величина потери энергии зависит от того, возбуждаются ли электроны в образце по отдельности или коллективно, а также от энергии связи электрона с атомом. В результате возбуждения электронов образца происходит генерация вторичных электронов (ионизация атомов), которые также могут быть использованы для формирования изображения сканирующим электронным микроскопом, если использовать детекторы, настроенные на энергию, значительно меньшую, чем энергия первичных электронов (рис. 1.1). При попадании электронного пучка на образец в дополнение к уже упомянутым излучениям формируется ряд других, которые также можно детектировать и на основе этого сигнала формировать изображение (характеристические рентгеновские лучи, электроны Оже и катодoluminesценция, см. рисунок 1.1).

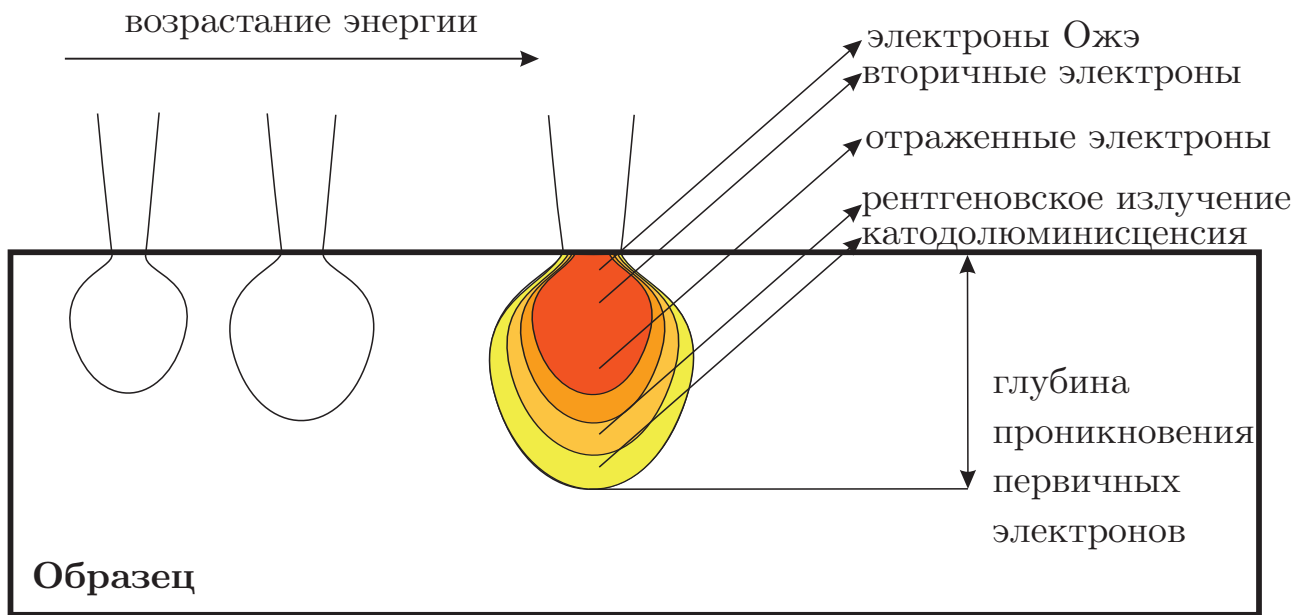


Рисунок 1.1 — Схематическое изображение распространения зон взаимодействия падающих электронов сканирующего электронного микроскопа с исследуемым образцом.

Когда падающий электрон достигает поверхности образца, он проникает на некоторое расстояние, прежде чем столкнется с атомом образца. При этом первичный электронный пучок создает так называемую область первичного возбуждения, из которой генерируются различные сигналы (рис. 1.1). Рассмотрим монокинетический пучок электронов с энергией E_0 и током I_0 , падающий нормально на плоскую поверхность образца с атомным весом A , атомным номером Z и удельной плотностью ρ (рис. 1.2). Существуют разные аппроксимации для глубины свободного пробега, например [42]:

$$R_0 = \frac{1.38 \cdot 10^{-2} A E_0^{5/3}}{\rho Z^{8/9}} \left[1 - \frac{0.042 Z^{4/3}}{(1 + 0.187 Z^{2/3})^2} \right].$$

Размер и форма зоны проникновения электронов во многом зависят от энергии электронов пучка E_0 , атомного номера Z и, следовательно, от плотности образца ρ . Объем и глубина проникновения увеличиваются с увеличением энергии электронов падающего пучка и уменьшаются при росте атомного номера образца. Увеличение мощности первичного пучка электронов не приводит к увеличению качества изображения в силу увеличения области первичного возбуждения, что в конечном итоге приводит к потере подробной информации о поверхности материала [43]. Наиболее вероятная глубина отражения электронов λ может быть вычислена по эмпирической формуле [42]:

$$\lambda = 0.5 Z^{-0.333} e^{-0.022 Z} R_0.$$

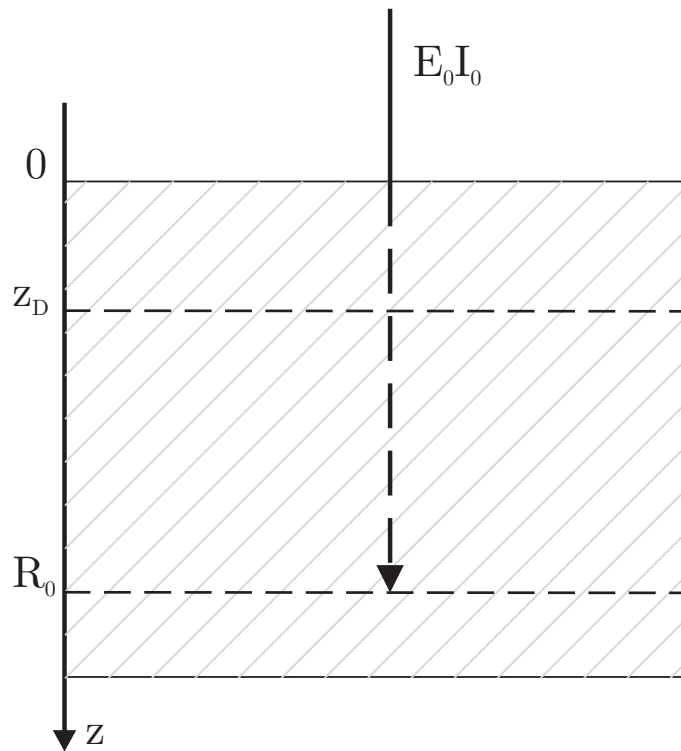


Рисунок 1.2 — Схематичное изображение падения пучка электронов на поверхность мишени с отмеченными глубиной диффузии z_D и глубиной свободного пробега первичных электронов R_0 .

Если пучок проникает на глубину больше некоторой z_D , то рассеяние наиболее вероятно происходит во всех направлениях. Это расстояние называется глубиной диффузии и может быть рассчитано с помощью уравнения [42]:

$$z_D = \frac{0.165 \cdot 10^{-5} A E_0^{1.94}}{\rho Z^{1.4} (1 + 5 \cdot 10^{-4} Z^{0.8} E_0)}.$$

Пусть электрон прошел путь t . Тогда средняя энергия электронов E может быть вычислена по формуле [44]:

$$E(t) = \left(E_0^{5/3} - \frac{5tK_e N_0 Z^{8/9}}{3} \right)^{3/5},$$

где $K_e = 3.5 \cdot 10^{-14}$ [эВ^{5/3} см²], а N_0 — число атомов мишени в кубическом сантиметре.

Исследование образца с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов предоставляет эффективные методы исследования формы и размеров особенностей поверхности микрообразцов, а также возможность проводить качественный анализ композиции микрообразца. Обратно-рассеянные электроны — это те электроны, которые

подверглись однократному или многократному упругому рассеянию и покидают поверхность с энергией более 50 эВ. Упругое столкновение электрона с ядром атома образца вызывает рассеяние электрона в обратную сторону с изменением направления на большой угол. Примерно 10–50% электронов пучка рассеиваются обратно к своему источнику, остальные рассеиваются под большим углом, который невозможно зафиксировать с помощью детекторов. В среднем обратно-рассеянные электроны сохраняют 60–80% своей начальной энергии.

Сигнал обратно-рассеянных электронов в сканирующем электронном микроскопе I_s прямо пропорционален энергии E_s прошедших через анализатор электронов и числу этих электронов $I_0\eta\Omega\Delta E^2$ в энергетическом окне $\Delta E = CE_s^2$ [45], в котором происходит фильтрация детектором:

$$I_s = CI_0\Omega\eta(\rho l)E_s^2 = C_0\eta(\rho l)E_s^2,$$

где $\eta(\rho l)$ — коэффициент отражённых электронов от слоя с массовой толщиной l , Ω — телесный угол детектирования электронов. Это позволяет при практической настройке спектрометра более точно выбирать глубину анализа и повышать селективность детектирования отражённых электронов. Фильтрация обратно-рассеянных электронов по энергиям с помощью спектрометра позволяет фиксировать преимущественно те электроны, которые отражаются с глубины залегания исследуемого слоя объекта, определяемой, в частности, энергиями первичного пучка и отражённых электронов. В общем случае глубина свободного пробега R_0 связана с первичной энергией E_0 , энергией E_s детектируемых электронов и углом детектирования θ_0 и может быть приближена соотношением [45]:

$$\frac{E_s}{E_0} = \left[1 - \frac{\lambda}{R_0} \left(1 + \frac{1}{\cos \theta_0} \right) \right]^{1/2} = \left[1 - \frac{2.1\lambda}{R_0} \right]^{1/2}.$$

Из двух последних выражений видно, что, выбирая начальную энергию электронов E_0 и подбирая энергию настройки спектрометра E_s , можно в первом приближении получать информацию о составе и строении исследуемого подповерхностного слоя на глубине λ через интенсивность сигнала

$$I_s = C_0\eta(\rho l)E_0^2 \left(1 - \frac{2.1\lambda}{R_0} \right).$$

Элементы с более высокими атомными номерами имеют больше положительных зарядов в ядре, и, как следствие, больше электронов рассеивается обратно, что приводит к тому, что результирующий сигнал обратного рассеяния будет

выше. Обратнo-рассеянные электроны количественно оцениваются с помощью коэффициента η , который представляет собой отношение обратнo-рассеянных электронов N_{BSE} , испускаемых от образца, к количеству электронов падающего пучка N_0 как $\eta = N_{\text{BSE}}/N_0$. В случае тщательно отполированных пластин из чистых элементов применима формула показывает монотонное увеличение η с увеличением атомного номера Z [46; 47]

$$\eta = -0.0254 + 0.016Z - 1.86 \cdot 10^{-4}Z^2 + 8.3 \cdot 10^{-7}Z^3.$$

Экспериментальные измерения [46; 48] показали, что коэффициент обратного рассеяния электронов однородной смеси N разных атомов, например, стекла или некоторых металлических сплавов, можно предсказать по концентрациям атомов:

$$\eta_{\text{mixture}} = \sum_{i=1}^N \eta_i m_i,$$

где m_i — массовая доля i -го материала, η_i — коэффициент обратнo-рассеянных электронов соответствующего материала, а индекс i пробегает по всем элементам, содержащимся в образце. Таким образом, процентное соотношение количества детектируемых электронов к первично испущенным зависит от атомного номера образца. Поэтому данный вид электронов может обеспечивать контраст участков образца с разными атомными номерами на изображениях сканирующего электронного микроскопа. Такой контраст называется композиционным контрастом и описывается следующим соотношением:

$$C = (S_2 - S_1)/S_2, \quad S_2 > S_1,$$

где S — сигнал, измеренный в любых двух (1 и 2 соответственно) интересующих точках изображения с коэффициентом обратного рассеяния η . Для определения контраста C можно применить также другую формулу

$$C = (\eta_2 - \eta_1)/\eta_2, \quad \eta_2 > \eta_1.$$

В случае образца с плоской поверхностью обратнo-рассеянные электроны покидают поверхность в широком диапазоне возможных угловых траекторий, измеренных относительно нормали к поверхности. Когда падающий пучок перпендикулярен поверхности образца, экспериментальные измерения и моделирование методом Монте-Карло [49] показывают, что угловое распределение

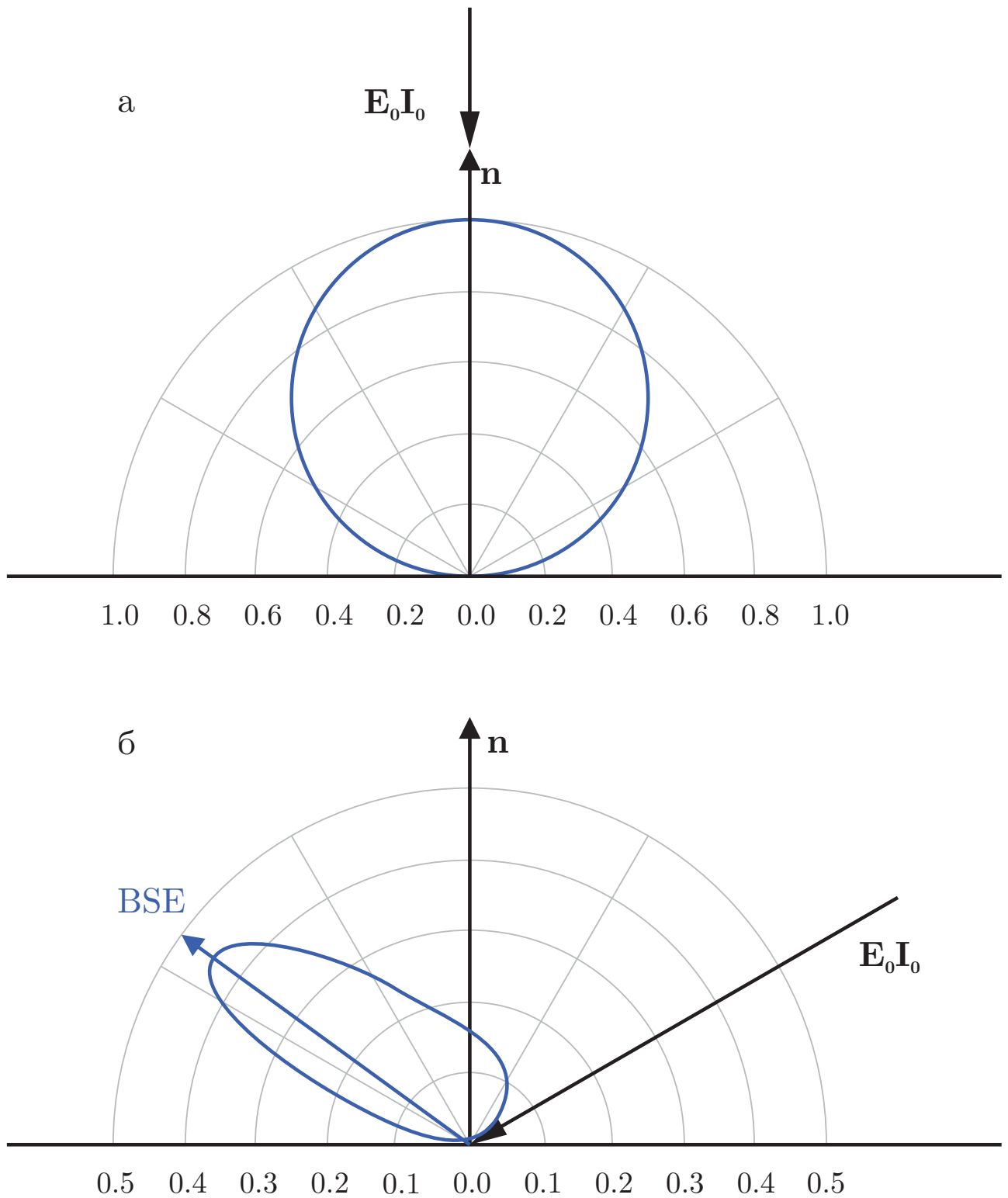


Рисунок 1.3 — Угловое распределение траекторий обратно-рассеянных электронов в зависимости от угла падения пучка. а — при нормальном падении (наклон 0° , луч перпендикулярен поверхности); б — при остром угле падения (наклон образца 60° , луч 30° над поверхностью).

траекторий таково, что доля траекторий вдоль любого заданного угла излучения пропорциональна косинусу угла φ между направлением этой траектории и нормалью к поверхности n (см. рисунок 1.3). Таким образом, наибольшее количество обратно-рассеянных электронов следует по траектории, параллельной нормали к поверхности, в то время как практически ни один электрон не выходит по траектории, близкой параллельной поверхности. Когда плоская мишень наклонена так, что пучок падает под острым углом к поверхности, угловое распределение обратно-рассеянных электронов изменяется и становится асимметричным, примерно как на рисунке 1.3. Угловое распределение имеет пик в прямом направлении от падающего луча, при этом максимальное излучение обратно-рассеянных электронов происходит под углом, близким к значению угла падения луча на поверхность. Эта угловая асимметрия становится более выраженной при увеличении наклона образца, а вращательная симметрия постепенно теряется с увеличением наклона (распределение сильно сужается в направлении вне плоскости построения). Таким образом, наклон образца увеличивает количество обратно-рассеянных электронов и создает направленность в эмиссии обратно-рассеянных электронов. Оба эти эффекта усиливаются по мере увеличения наклона и играют важнейшую роль в интерпретации особенностей поверхности микрообразцов, позволяя проводить анализ относительных высот точек на поверхности, то есть исследовать топографию поверхности микрообразца.

Несмотря на то, что размер области взаимодействия электрона с образцом сильно зависит от энергии падающего пучка, коэффициент обратно-рассеянных электронов практически не меняется при варьировании начальной энергии E_0 в пределах от 5 до 49 кэВ [48]. Это явление можно объяснить как баланс между более низкой скоростью энергетических потерь и уменьшенным поглощением электронов образцом при увеличенной энергии электронов E_0 . Таким образом, электрон с более высокой начальной энергией, несмотря на более глубокое проникновение в образец, сохраняет больше энергии и может продолжать рассеиваться, чтобы покинуть мишень.

Подводя промежуточный итог, можно сказать, что с увеличением ускоряющего напряжения в формировании изображения принимают всё более глубокие слои микрообразца, а угол между нормалью поверхности и падающим пучком электронов значительно влияет на интенсивность детектируемого сигнала.

1.3 Методы трёхмерного восстановления топографии микрообразцов

В явном виде сканирующий электронный микроскоп не предоставляет трёхмерной информации об исследуемом объекте, формируя лишь двумерное изображение. Когда на снимке изображены отдельно стоящие в пространстве объекты, может создаться некоторое впечатление объемности, которое объясняется большой глубиной резко изображаемого пространства и световым эффектом — аналогом оптической подсветки образца со стороны расположения детектора электронов и/или электронной пушки. Тем не менее, классические электронные микроскопы не могут сформировать объемные изображения, поскольку наблюдение осуществляется из одной точки. А исследователю для интерпретации полученных снимков необходимо полагаться на свой опыт, что порой приводит даже к качественно ошибочным выводам, не говоря уже об отсутствии количественной информации, что является значительным недостатком в случае, когда необходимо исследовать трёхмерную топографию микрообразца. В биологии, например, реконструкция поверхности с помощью трёхмерного электронного микроскопа может помочь исследователям собирать информацию о характеристиках поверхности и распознавать сложную топографию биологической структуры. В областях материаловедения и машиностроения трёхмерное представление свойств материалов позволило бы точно измерить профиль излома поверхности, параметры шероховатости, а также изучить наличие возможного трения в микромасштабе. Реконструкция реальной поверхности в данных случаях имеет первостепенное значение [50—56]. В текущей главе будут описаны основные известные методы, которые позволяют восстановить трёхмерную топографию, то есть информацию об относительной высоте точек на поверхности микрообразца.

Для восстановления топографии образца существующие алгоритмы используют другие источники информации, содержащиеся в изображениях. Можно выделить три основные группы методов, использующих разные источники информации о трёхмерном строении образца:

- Стереометрические методы, где относительная глубина точек на поверхности восстанавливается по изображениям, сформированным из разных точек наблюдения. Метод по своей сути схож с тем, как работает бинокулярное зрение у человека: предметы, находящиеся на большем удалении

от точки наблюдения, испытывают меньшее наблюдаемое смещение (параллакс) при сдвиге точки наблюдения вбок.

- Фотометрические методы восстанавливают трёхмерную информацию на основе интенсивности сигнала, формирующего изображение, полагаясь на зависимость интенсивности сигнала в каждой точке от трёхмерной структуры образца.
- Методы, основанные на варьировании фокусного расстояния.

Далее будет представлено краткое описание этих методов, а также анализ их преимуществ и ограничений, что поможет определить цели и обозначить актуальность предложенных в настоящем диссертационном исследовании методов.

1.3.1 Стереоскопический метод

Во многих исследовательских работах предпринимались попытки применить технику восстановления глубины изображений в сканирующей электронной микроскопии, основанную на сдвиге ракурса, которую обычно используют в оптических системах [57; 58]. Стереоскопический метод («shape-from-stereo») полагается на выделение характерных точек на нескольких изображениях одного и того же объекта, полученных с разных точек наблюдения, и вычисление расстояния до этих точек на основе зафиксированного параллакса. Классическим подходом для получения снимков исследуемого образца с разных точек является поворот образца на известный угол. Параллакс соответствующих точек на серии изображений является предметом компьютерной обработки и дальнейшей реконструкции трёхмерных изображений [59; 60].

В частном случае, когда стереопара изображений получена под одинаковыми углами $\pm\beta$, высота H (относительно неподвижной точки, то есть центра наклона образца) определяется по формуле $H = d / (2 \sin \beta)$, где d — наблюдаемый сдвиг точки (рис. 1.4).

Таким образом, если оба изображения получены с хорошей механической точностью (ось наклона строго параллельна вертикальной оси сканирования), а изображения совмещены правильно, то задача состоит в том, чтобы сопоставить

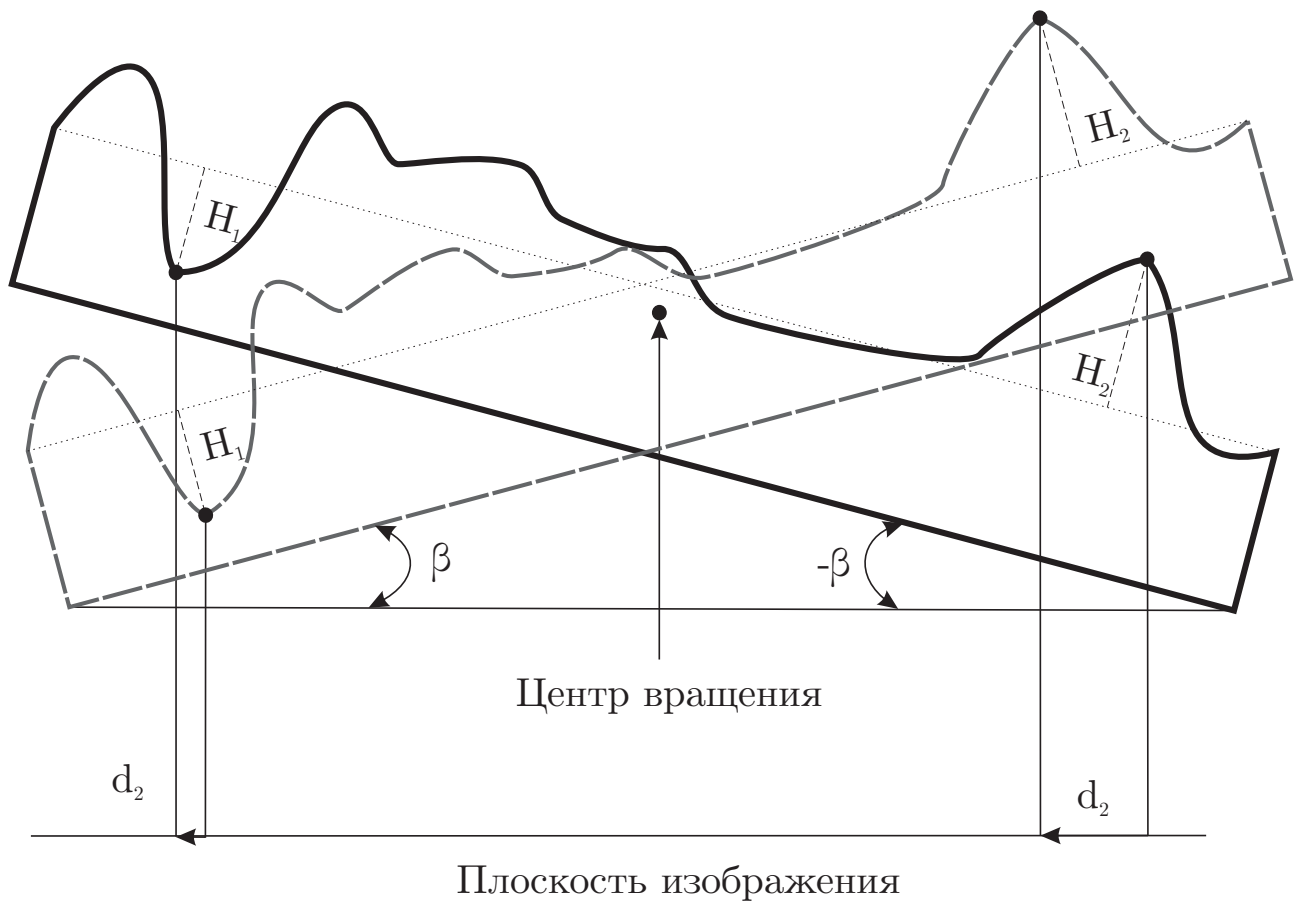


Рисунок 1.4 — Поворот образца на симметричные углы β , $-\beta$ вызывает сдвиг в местоположении точки исследуемого образца на изображении. По модулю и направлению сдвига можно восстановить относительную высоту точки на исследуемом образце.

все возможные точки двух изображений и получить надёжное сопоставление пар точек, высоты которых рассчитываются по формуле выше.

На данный момент стереоскопическое трёхмерное восстановление поверхности является хорошо зарекомендовавшим себя методом. Несколько коммерческих программ (MountainsSEM, Alicona Mex) доступны и широко используются в исследованиях и промышленности. Также в некоторых сканирующих электронных микроскопах этот метод встроено в операционную систему (Zeiss, Tescan SEM). Несмотря на широкое применение [61—66], этот метод обладает рядом ограничений и недостатков. Данный подход требует наличия значимых и однозначно идентифицируемых особенностей на поверхности, опираясь на которые можно сделать правильное сопоставление изображений. В отсутствие четко идентифицируемых участков изображения возможно появление ложных стереопар, что негативно сказывается на качестве восстановления [59]. Необходимость вращения образца неизбежно влечет за собой неточности в этих механических

устройствах, что при работе в нанометровом масштабе катастрофически сказывается на результатах. Также к минусам относится необходимость поворота образца, что влечет за собой относительное изменение направления вектора силы тяжести, что может привести к деформации образца. Метод имеет слабую чувствительность к малым наклонам и неизбежно сталкивается с трудностями, связанными с проблемой точного совмещения координат образца, снятого под двумя ракурсами. Некоторые исследователи отмечают, что построение правильного профиля поверхности с высокой точностью, используя стереоскопический метод, остается недоступным [67], а шум в исходном изображении, полученном с помощью сканирующего электронного микроскопа, значительно затрудняет выделение стереопар. Внедрение данного метода требует значительной модификации экспериментальной установки; например, рекомендуется использовать специальный (эуцентрический) предметный стол для обеспечения точности механического вращения образца. Таким образом, точность метода сильно зависит от характера поверхности и приобретённого оборудования. В статье 2017 года было показано, что метод может достигать разрешения по глубине до 2–4 нм, но на гладкой поверхности разрешение значительно хуже, около 30 нм [68]. В 2019 году также было показано, что максимально достижимое разрешение данного метода для некоторых поверхностей по оси z оказалось равным 38 нм [69]. На данный момент несколькими научными группами продолжается развитие стереоскопического метода трёхмерного восстановления топографии поверхности, что говорит о возможных будущих улучшениях [70–74].

1.3.2 Восстановление поверхности по фокусу

Помимо методов, основанных на стереоизображении, которые являются относительно сложными, информацию о глубине можно извлечь варьируя фокусное расстояние в электронном микроскопе. Метод исследования топографии поверхности микрообразцов по фокусу (“shape-from-focus”) предполагает его исследование без каких-либо вращений или движений, но при разном фокусном расстоянии. Но также возможны вариации метода, применяемые в оптической микроскопии, где вместо изменения фокусного расстояния производят механическое движение всего предметного стола вверх и вниз, таким образом изменяя

положение фокуса относительно исследуемого микрообразца [75]. Сначала производится серия снимков при плавно варьируемом фокусном расстоянии, далее оценивается качество фокусировки каждого участка изображения, и для них рассчитывается относительная глубина исходя из рабочего расстояния микроскопа и фокусного расстояния [76]. Использование этого метода не требует никакого специального оборудования. Однако здесь большая глубина резко изображаемого пространства в сканирующем электронном микроскопе является фактором, ограничивающим возможность применения этого метода [77]. Однако в работе 2012 года [76] была показана жизнеспособность данного метода не только для оптической микроскопии, но и для сканирующей электронной микроскопии.

Процесс фокусировки показан на левой части рисунка 1.5. Грубая фокусировка выполняется путем регулировки рабочего расстояния микроскопа H , а тонкая — с помощью изменения тока, проходящего через электромагнитные линзы электронного микроскопа. На расстоянии B , по обе стороны от фокальной плоскости, диаметр луча в два раза превышает диаметр пикселя изображения, что приводит к формированию расфокусированного изображения. В пределах глубины резкости B изображение выглядит приемлемо (сфокусированным). Следует отметить, что разрешение изображения для глубины образца будет в основном зависеть от B , поэтому следует рассмотреть, какие параметры могут влиять на этот показатель. Используя диаметр апертуры A и рабочее расстояние H , можно определить угол электронного луча β по формуле

$$\beta = \arctan \frac{A}{2H} \approx \frac{A}{2H}, \quad \beta < 0.1.$$

Пусть характерный размер исследуемого образца σ_{sample} , тогда соответствующий размер изображения на экране будет σ_{screen}/M , где M — это увеличение. Глубина резко изображаемого пространства зависит от угла β и характерного размера σ , и рассчитывается по формуле

$$B = \frac{\sigma_{\text{sample}}}{\beta} = \frac{2\sigma_{\text{screen}}H}{AM}.$$

Таким образом, глубина резкости в основном зависит от размера выбранной диафрагмы и рабочего расстояния микроскопа. При увеличении A полуугол луча увеличивается, и одновременно B уменьшается. Этот способ изменения глубины резко изображаемого пространства можно использовать только со сканирующим электронным микроскопом, в котором возможно варьировать апертуру (или изменять её через замену линзы). Другой способ — это повысить увеличение M ,

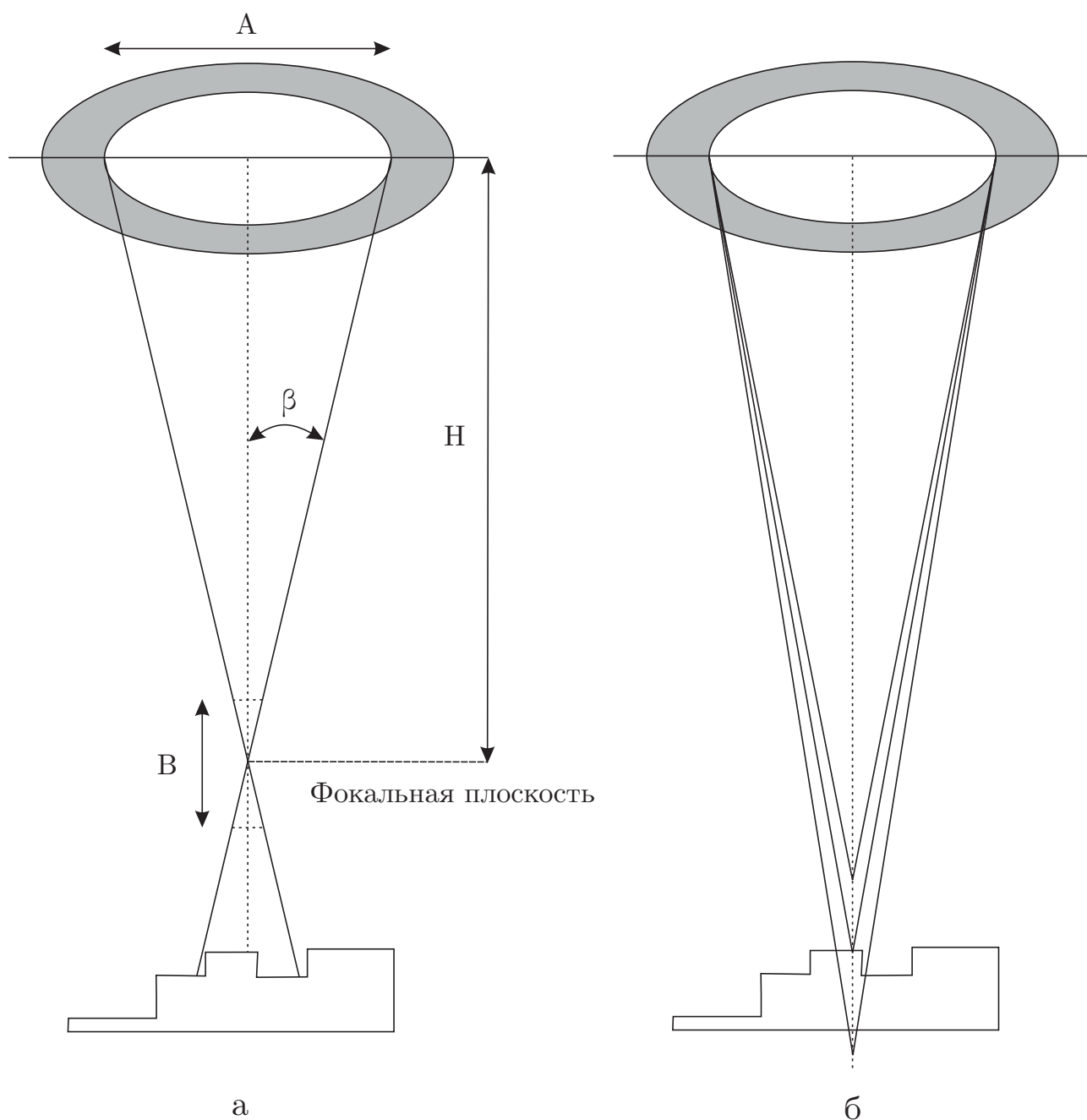


Рисунок 1.5 — Схематическое изображение схемы фокусировки сканирующего электронного микроскопа. A — апертура микроскопа, B — глубина резко изображаемого пространства. а — общая схема фокусировки. б — различные случаи фокусировки: расфокусированное изображение с фокусом до объекта, фокус находится на поверхности, расфокусированное изображение с фокусом, лежащим за поверхностью исследуемого образца.

что приводит к ограничению поля зрения и затруднению отслеживания характерных особенностей микрообразца, по которым можно наблюдать расфокусировку. Помимо этих двух вариантов, глубину резкости можно уменьшить, уменьшив рабочее расстояние H , что не всегда возможно: минимально допустимое рабочее расстояние для сканирующих электронных микроскопов составляет около 5–8 мм. Для повышения точности метода “shape-from-focus” предлагается уменьшить шаг смещения, что может быть невозможно из-за ограничений, накладываемых на B . Помимо этого, необходимо понимать, что исследователь должен заранее знать примерный разброс высот в своем образце и задать количество шагов изменения фокусного расстояния. Если требуется режим съёмки в реальном времени, приходится увеличивать шаг, тем самым уменьшая разрешение изображения по глубине. В одной из последних работ 2021 г. [78], благодаря оптимизации алгоритма, удалось увеличить скорость съёмки на 40%, что позволило выбрать шаг изменения фокусного расстояния в 17 мкм для объекта с разбросом высот 2.5 мм. Если же для исследователя нет необходимости наблюдать образец в режиме реального времени, разрешение метода по глубине изображения может достигать 0.5 мкм для разброса высот 12.5 мм, как было показано в недавнем исследовании 2021 года, посвящённом анализу поверхности листьев для изучения задержки пестицидов [79].

1.3.3 Фотометрический метод

Первоначально фотометрический метод (“shape-from-shading” или, иногда употребляется термин “photometric stereo”, когда фотометрическим методом обрабатывается несколько изображений объекта для получения большего количества информации) был реализован в оптической микроскопии в 1980 г. [80] и использовал несколько изображений поверхности, сделанных из одной и той же точки наблюдения, но при разных направлениях освещения. В статье 2004 года [81] был предложен метод фотометрического стерео восстановления топографии поверхности микрообразцов в сканирующей электронной микроскопии, который является разумным усовершенствованием аналогичного метода, впервые предложенного в оптической микроскопии. Данный метод активно используется в сканирующей электронной микроскопии и позволяет получить трёхмерную

информацию о структуре образца [82] В своей сути фотометрический метод для восстановления трёхмерной информации полагается на интенсивность сигнала как на основной источник информации, в то время как стереоскопические методы, после выделения стереопар, более не используют значения интенсивности сигнала и восстанавливают трёхмерную информацию исключительно по величине смещения этих точек на изображении.

Рассматриваемый метод восстановления трёхмерной поверхности основан на предположении, что элемент поверхности рассеивает свет с заданным известным угловым распределением [83]. Количество электронов, испущенных с поверхности материала, после облучения первичным пучком, зависит от локального угла наклона образца α :

$$\sigma(\alpha) = \sigma_0 \cos \alpha, \quad (1.1)$$

где σ_0 — это коэффициент эмиссии электронов материалом.

Функция, которая может связать интенсивность свечения наблюдаемой точки и угол наклона образца в данной точке, называется картой отражения R_m . В идеальном случае функция R_m должна соответствовать поверхности, которая давала бы изображение E при тех же условиях эксперимента, что и реальная поверхность:

$$E(x, y) = R_m(p(x, y), q(x, y)),$$

где E — это непосредственно изображение или наблюдаемое излучение, а R_m — оцененно по компонентам градиента

$$p(x, y) = \frac{\partial u}{\partial x}, \quad q(x, y) = \frac{\partial u}{\partial y},$$

поверхности u . В случае идеального рассеивателя карта отражения может [80] быть вычислена аналитически:

$$R_m(p, q) = \frac{p(1 + pp_s + qq_s)}{\sqrt{1 + p^2 + q^2} \sqrt{1 + p_s^2 + q_s^2}},$$

где p, q — компоненты градиента, через которые выражается вектор нормали к поверхности как $(p, q, -1)$, а p_s, q_s — компоненты вектора $s = (p_s, q_s, -1)$, направленного в сторону излучения. Задача, поставленная в таком виде, может быть решена с помощью численных методов, хорошо описанных в литературе [84—88].

Другой подход к решению задачи основан на минимизации интеграла ошибки яркости:

$$\iint_{\Omega} \left(E(x, y) - R_m(p, q) \right)^2 dx dy, \quad (1.2)$$

где Ω — это исследуемая область, в которой производится реконструкция поверхности.

Необходимо отметить, что уравнение (1.2) не полностью отражает реальную задачу, так как необходимо учесть, что соседние точки имеют схожую ориентацию. В противном случае решение задачи будет неоднозначным. Поэтому в статье [89] было предложено добавить регуляризующее слагаемое в подынтегральное выражение с параметром регуляризации λ_r :

$$\iint_{\Omega} \left[(E(x,y) - R_m(p,q))^2 + \lambda_r (p_y - q_x)^2 \right] dx dy.$$

Профилометрия ступенчатых структур на установках с одним детектором

Для экспериментальных установок с одним детектором часто используют простые эмпирические аппроксимации значения сигнала в точке в зависимости от локального угла наклона поверхности. В работе [90] было предложено построить выражение для сигнала, которое бы учитывало тот факт, что область выхода обтрано-рассеянных электронов имеет размеры бо'льшие чем особенности рельефа исследуемой поверхности. Авторами получено следующие выражение для интенсивности сигнала фиксируемого при падении пучка первичных электронов в точку (x_0, y_0)

$$I(x_0, y_0) = \left(1 + \psi(Z)\right) \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} K(x_0 - x, y_0 - y) F\left(z(x,y) - z(x_0, y_0)\right) dx dy, \quad (1.3)$$

где $z(x, y)$ — функция представляющая рельеф искомой поверхности, ядро свертки $K(x, y)$ представляется гаусовским приближением

$$K(x, y) = \frac{1}{2\pi\sigma^2} \exp\left(-\frac{x^2 + y^2}{2\sigma^2}\right),$$

а выражение для $F(z)$ имеет вид

$$F(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \int_{z+a}^{+\infty} \exp\left(-\frac{\xi^2}{2\sigma^2}\right) d\xi,$$

где в свою очередь a и σ — параметры случайного блуждания электронов после попадания в материал образца, a считается известной константой, а σ следует

найти из выражения:

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{\sigma^{-1}}^{+\infty} \exp\left(-\frac{\xi^2}{2}\right) d\xi = (1 + \cos \theta)^{-9/\sqrt{Z}},$$

также $\psi(Z)$ — это поправка зависящая от атомного номера однородного материала образца

$$\psi(Z) = \int_0^{\pi/2} \cos \theta (1 + \cos \theta)^{-9/\sqrt{Z}} d\theta.$$

Обратную задачу авторы предлагают решать с помощью метода простых итераций (метода Пикаро), выбирая в качестве нулевого приближения профиль вдоль оси X нулевым, т.е. для каждого y : $z_0(0, y)$ и искать следующее приближение z_{n+1} подставляя предыдущее приближение z_n в уравнение (1.3), что в операторном виде можно записать

$$z_{n+1} = A[z_n].$$

Авторы отмечают повышенную чувствительность к шумам в исходном сигнале, а также ограничение применимости метода только к однородным по составу образцам. Преимуществом указанного метода является качественное восстановление ступенчатых структур на модельных (незашумленных) данных.

Несмотря на понятный алгоритм реконструкции трёхмерной поверхности, фотометрический метод не стал стандартом в данной области. Коэффициент эмиссии σ_0 из ур. (1.1) неизвестен и зависит от материала образца, а закон Ламберта применим только для первичного пучка электронов с энергией больше 10 эВ [91]. Для численных методов решения задачи поиска поверхности по полю нормалей характерны, как правило, либо низкая точность решения, либо низкая вычислительная производительность. Кроме того, большое внимание в методе уделяется учёту геометрического фактора, а именно зависимости сигнала с детектора от его телесного угла, а также от угла между нормалью к поверхности наклонного участка образца и расположением детектора относительно оси сканирующего электронного микроскопа [92—94]. В фотометрическом методе также имеет первостепенную важность комбинация математических операций над сигналами с отдельных детекторов [95; 96]. К сожалению, в результате поверхность

критически зависит от идеальной симметрии детекторных устройств. Большие трудности в расчётах возникают из-за неустойчивости многопараметрической аналитической задачи и из-за прогрессивного нарастания ошибок вследствие применения приближенных формул. Вследствие того, что освещение электронами происходит из одной точки, реконструкции поддаются только те части образца, которые повернуты непосредственно к электронной пушке. Поэтому метод подходит в основном для гладких поверхностей с небольшим количеством деталей.

Однако в последнее десятилетие велась работа по усовершенствованию метода. Было предложено использование более сложного углового распределения $\sigma(\alpha) = \frac{1}{\pi}(k_1 \cos \alpha - k_2 \cos^2 \alpha)$, где k_1 и k_2 определяются с помощью экспериментальных данных [91]. Для борьбы с проблемами калибровки и неправильной интерпретации затемненных участков в 2014 году было предложено применение итеративной компенсации интенсивности к обрабатываемым изображениям, а также новых подходов для калибровки детекторов [97]. Благодаря этим и другим работам [81; 91; 98], посвящённым улучшению метода, удалось довести разрешающую способность метода по глубине до ~ 10 нм [99].

В целом, существенным преимуществом фотометрического метода над стереоскопическим является отсутствие необходимости в узнаваемых участках поверхности, что позволяет исследовать гладкие структуры. Однако фотометрический метод до сих пор остаётся применимым только для однородных материалов с умеренными наклонами поверхности, о чем говорится в статье 2022 года [100].

Подводя промежуточный итог, данная работа посвящена разработке метода, который позволял бы решить данную задачу без описанных недостатков, также разработанный алгоритм должен обладать относительной простотой и дешевизной использования. В главе 2 будет показано, что достаточно простой в реализации метод позволяет получить весьма впечатляющие результаты при обработке реальных экспериментальных данных. Разработанный метод позволяет экспериментатору, используя классический сканирующий электронный микроскоп, получать трёхмерную информацию о поверхности образца с разрешающей способностью сопоставимой с разрешением стандартного СЭМ изображения.

До сих пор в текущей главе были разобраны методы, которые помогают восстанавливать трёхмерную структуру поверхности. В следующем параграфе будет приведен обзор методов исследования подповерхностной структуры

образца (или объёмных методов исследования внутренней структуры): трансмиссионная электронная томография (“transmission electron tomography”), послойная съёмка образца (“serial block-face SEM”) и другие.

1.4 Методы исследования внутренней структуры образца

Исследователям присуще естественное желание увидеть не только внешний облик исследуемого предмета, включая объекты микромира, но и его внутреннюю структуру. Большая потребность в трехмерном исследовании внутренней структуры ощущается в таких областях, как микроэлектроника [101], минералогия [102], биология и медицина [103; 104], материаловедение [105], а также промышленность. Например, на производстве наноматериалов необходимость в контроле посредством исследования внутренней структуры образца сложно переоценить.

1.4.1 Методы послойной съёмки образца

Трансмиссионный электронный микроскоп является проекционным прибором. Он работает с использованием пучка ускоренных электронов, который проходит через серию магнитных линз (конденсоры, объективы и проекторы), взаимодействует с образцом и проецирует проходящее излучение на регистрирующую поверхность (плёнку или цифровую камеру). Формируемое изображение является результатом взаимодействия электронного пучка с образцом (обычно тонким срезом). Получаемая картина обусловлена тем, что электроны рассеиваются на более плотных структурах, что приводит к более тёмным участкам [106]. В случае биологических образцов, по причине их прозрачности, необходимо использовать окрашивающие вещества для подготовки материала (тетроксид осмия, ацетат уранила, цитрат свинца и пр.).

Этот метод является наиболее традиционным способом получения информации об объёме относительно больших участков клеток и тканей. Объёмная трёхмерная реконструкция из серии срезов с использованием трансмиссионной электронной микроскопии считается методом с низким разрешением, поскольку происходит проекция структур, распределённых по глубине среза, на двумерную плоскость. Это приводит к нечёткому изображению, содержащему смешанную информацию о перекрывающихся объектах. Так как микроскопия в проходящем свете требует использование тонких материалов, необходима последовательная съёмка срезов образца. Это позволяет получать объёмную трёхмерную информацию, хотя предполагает разрушение наблюдаемого образца. Для данной методики необходима предварительная подготовка образца: фиксация альдегидом, окрашивание тяжёлыми металлами и последующее заключение в эпоксидную смолу. Это сложный и трудоёмкий подход, который требует от исследователя большого опыта в сборе сотен последовательных тонких срезов (толщиной 40–60 нм). В то время как разрешение в плоскости сечения может составлять порядка 5 нм, осевое (ось Z) разрешение трёхмерной реконструкции ограничено удвоенной толщиной среза (примерно 80–120 нм) [107].

Так как окрашенные области генерируют большее количество вторичных и обратно-рассеянных электронов, чем неокрашенные, объект в сканирующем электронном микроскопе выглядит так же, как в трансмиссионном, но с инвертированным контрастом. Поскольку изображения плоских и окрашенных биологических образцов в сканирующей и трансмиссионной электронной микроскопии похожи, возможно применение сканирующей электронной микроскопии к серийной съёмке материалов [108; 109]. Замена микроскопа на сканирующий в данной области помогает улучшить качество изображения и позволяет исследовать более масштабные образцы [110]. В последнее время развиваются методы, автоматизирующие послойную съёмку образца в сканирующем электронном микроскопе.

В основном применяются два метода: послойная съёмка образца (serial block face SEM) [111] и сканирующая электронная микроскопия со сфокусированным ионным пучком (focused ion beam scanning electron microscopy) [112]. Первый метод использует микротом (специальный инструмент для приготовления микроскопических срезов образцов), который находится в камере сканирующего электронного микроскопа. Хотя микротом был совмещён со сканирующей электронной микроскопией ещё в 1981 году, в то время метод был ограничен в применении из-за того, что непроводящие образцы должны были покрываться

углеродом, чтобы уменьшить заряд [113]. Дополнительную сложность создавал недостаток вычислительных мощностей компьютера, необходимых для работы с большим количеством изображений. Спустя годы исследователи Денк и Хорстманн предложили использовать камеры переменного давления, которые допускают присутствие небольшого количества водяного пара [114]. Это устранило проблему наэлектризованности образца. Кроме того, в настоящее время отсутствует острая нехватка вычислительных мощностей.

Второй метод использует луч положительно заряженных ионов, который перемещается по образцу с высокой точностью. Высокоэнергетические ионы удаляют материал с его поверхности, снимая тонкий слой. Изображения снимаются между циклами данной процедуры, и серия изображений позволяет исследовать внутреннюю трёхмерную структуру образца.

На данный момент оба метода коммерциализированы и могут достигать минимального размера пикселя по координатам x , y порядка 3–5 нм [115; 116]. Размер вокселя в направлении глубины для метода послойной съёмки составляет в лучшем случае 20 нм (предел, установленный возможностью среза микротома) [117]. Для второго метода данной проблемы нет: высокая точность, с которой ионный пучок может перемещаться по образцу, позволяет делать произвольно тонкие срезы между изображениями, а это означает, что получаемые данные могут иметь более высокое разрешение по глубине, чем в методе послойной серийной съёмки. Недостатком сканирующей электронной микроскопии со сфокусированным ионным пучком является то, что по мере увеличения обрабатываемой площади увеличивается время удаления слоёв, что влияет на общую скорость сбора данных. Для метода, который использует микротом, такой проблемы нет, так как срез происходит за секунды и мало зависит от площади сечения образца. Необходимо отметить, что оба метода автоматизируют сложный процесс и сохраняют сотни часов работы исследователя.

1.4.2 Электронная томография

Электронная томография является наиболее широко используемым подходом для получения объёмной информации с помощью трансмиссионной электронной микроскопии. Однако её применение ограничено тем, что она позволяет

изучать лишь тонкие прозрачные для электронов образцы. В настоящее время всё более востребованной становится томография с использованием сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов. Такой тип томографии позволяет исследовать объёмную структуру приповерхностного слоя массивных образцов, непрозрачных для трансмиссионного микроскопа. Набор двумерных проекционных изображений записывается при постепенном повороте объекта или при вращении источника электронов и детектора вокруг изучаемого микрообразца. Далее решается задача восстановления трёхмерной структуры по двумерным изображениям. Все вариации томографии (магнитно-резонансная, компьютерная и другие) по сути являются трёхмерной реконструкцией объёмного объекта по серии его проекций. Данная задача впервые была постулирована Родоном в 1917 году. Далее будет описана основная идея просвечивающей томографии и соответствующий математический инструментарий.

Для упрощения выкладок далее целесообразно рассмотреть одномерные проекции двумерных объектов. Геометрическая схема моделирования процесса получения проекции приведена на рисунке 1.6. Пусть облучаемый объект описывается неизвестной функцией плотности $\rho(x, y)$. Предположим далее, что пучок излучения направлен перпендикулярно линии, составляющей угол θ с осью x . Введём новую систему координат (\hat{x}, \hat{y}) , повернутую относительно первоначальной

$$\hat{x} = x \cos \theta + y \sin \theta$$

$$\hat{y} = -x \sin \theta + y \cos \theta.$$

В этой системе координат пучок излучения параллелен оси \hat{y} и перпендикулярен оси \hat{x} (рис. 1.6). Процессы рассеяния и поглощения при прохождении излучения через материал образца толщиной l приводят к экспоненциальному ослаблению его интенсивности:

$$I = I_0 \exp(-\rho l).$$

Коэффициент поглощения ρ зависит как от энергии рентгеновских лучей, так и от физических характеристик материала. Если материал имеет гетерогенную структуру, простое произведение ρl следует заменить на линейный интеграл, и тогда

интенсивность выходного сигнала записывается следующим образом

$$I(\hat{x}) = I_0(\hat{x}) \exp \left[- \int_{-\infty}^{\infty} \rho(x, y) d\hat{y} \right].$$

Величина

$$\begin{aligned} p_\theta &= -\log \frac{I(\hat{x})}{I_0(\hat{x})} = \int_{-\infty}^{\infty} \rho(x, y) d\hat{y} = \\ &= \int_{-\infty}^{\infty} \rho(\hat{x} \cos \theta - \hat{y} \sin \theta, \hat{x} \sin \theta + \hat{y} \cos \theta) d\hat{y} \quad (1.4) \end{aligned}$$

называется проекцией ρ под углом θ . Она соответствует семейству линейных интегралов, взятых вдоль ряда линий, параллельных пучку и друг другу. Различным углам θ в диапазоне от 0 до π соответствуют различные ориентации пучка и, соответственно, различные проекции. Задача восстановления сводится к решению конечного числа уравнений для проекций при различных значениях угла θ с целью получения оценки $\rho(x, y)$. Эта процедура может включать или не включать априорную информацию об $\rho(x, y)$. Задача точного восстановления $\rho(x, y)$ при заданном непрерывно множестве проекций для всех углов в пределах $[0, \pi]$ была решена Радоном в 1917 [118].

Теорема о проекционном срезе.

Функция проецирования, определяемая уравнением (1.4), является одномерной. Если $\rho(x, y)$ имеет спектр Фурье $\mathcal{F}\rho(\Omega_1, \Omega_2)$, то существует и одномерный спектр Фурье функции $p_\theta(\hat{x})$.

Обозначим этот спектр через $S_\theta(\omega)$. Тогда можно записать

$$\begin{aligned} S_\theta(\omega) &= \int_{-\infty}^{\infty} p_\theta(\hat{x}) \exp(-j\omega\hat{x}) d\hat{x} = \\ &= \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \rho(\hat{x} \cos \theta - \hat{y} \sin \theta, \hat{x} \sin \theta + \hat{y} \cos \theta) \cdot \\ &\quad \cdot \exp(-j\omega\hat{x}) d\hat{y} d\hat{x}. \end{aligned}$$

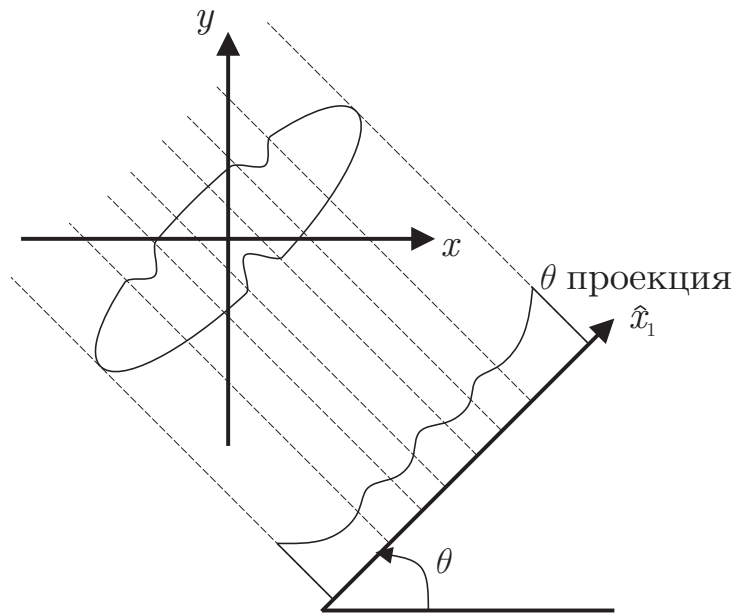


Рисунок 1.6 — Иллюстрация процесса получения θ -проекции исследуемого объекта. В местах, где интегральная плотность вдоль линии просвечивания максимальна, наблюдаются минимумы, и, наоборот, если просвечивающее излучение не встретило значительного препятствия — фиксируются максимумы прошедшего сквозь образец излучения.

Возвращаясь к исходной (до поворота) системе координат, получим

$$S_{\theta}(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \rho(x, y) \exp(-j\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)) du_1 du_2.$$

Что также можно записать как

$$S_{\theta}(\omega) = \mathcal{F}\rho(\omega \cos \theta, \omega \sin \theta). \quad (1.5)$$

Таким образом, можно сделать следующий вывод: спектр Фурье проекции, полученной под углом θ , является сечением двумерного преобразования Фурье неизвестной функции вдоль линии, проходящей через начало координат плоскости (Ω_1, Ω_2) и составляющей угол θ с осью Ω_1 . Эту функцию сечения назовем срезом $\mathcal{F}\rho(\Omega_1, \Omega_2)$ под углом θ . Уравнение (1.5) известно как теорема о проекционном срезе, геометрическая иллюстрация которой представлена на рисунке 1.6.

Из этой теоремы следует, что проекции объекта под разными углами и значения вдоль некоторых линий в Фурье образе связаны отображением. А также задача восстановления $\rho(x, y)$ эквивалентна задаче интерполяции преобразования Фурье на основе его некоторых известных сечений в целом (которые, в свою очередь, получают на основе проекций $\rho(x, y)$).

Используя теорему о проекционном срезе, можно непосредственно вывести формулу преобразования Радона для частного случая, когда известны все проекции на отрезке $[0, \pi]$. Неизвестную функцию $\rho(x, y)$ можно найти из её спектра $\mathcal{F}\rho(\Omega_1, \Omega_2)$ с помощью обратного преобразования Фурье:

$$\rho(x, y) = \frac{1}{4\pi^2} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} \mathcal{F}\rho(\Omega_1, \Omega_2) \exp(j\Omega_1 x + j\Omega_2 y) d\Omega_1 d\Omega_2.$$

Если перейти в двумерной спектральной плоскости к полярным координатам (ω, θ) , то получим

$$\begin{aligned} \rho(x, y) &= \frac{1}{4\pi^2} \int_0^{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} \mathcal{F}\rho(\omega \cos \theta, \omega \sin \theta) \cdot \\ &\quad \cdot \exp(j\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)) |\omega| d\omega d\theta = \\ &= \frac{1}{4\pi^2} \int_0^{\pi} \int_{-\infty}^{\infty} S_{\theta}(\omega) \exp(j\omega(x \cos \theta + y \sin \theta)) |\omega| d\omega d\theta. \quad (1.6) \end{aligned}$$

Внутренний интеграл представляет собой обратное одномерное преобразование Фурье произведения $S_{\theta}(\omega)|\omega|$. Таким образом, он соответствует отфильтрованной функции проецирования, о которой далее будет рассказано подробнее. В этом случае частотный отклик $|\omega|$ является производной от преобразования Гильберта функции $p_{\theta}(x \cos \theta + y \sin \theta)$:

$$\rho(x, y) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\pi} g_{\theta}(x \cos \theta + y \sin \theta) d\theta,$$

где g_{θ} является производной преобразования Гильберта p_{θ}

$$g_{\theta}(t) = \frac{d}{dt} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{p_{\theta}(\tau)}{t - \tau} d\tau.$$

Последнее можно записать в виде $p_{\theta}(t) \times k(t)$, где $k(t)$ — это ядро Радона, которое является обратным преобразованием Фурье для $|\omega|$, существующим только в виде обобщенной функции. В условиях реального эксперимента невозможно наблюдать бесконечное количество проекций. Существует несколько алгоритмов восстановления, связанных с аппроксимацией ядра Радона. Некоторые из них

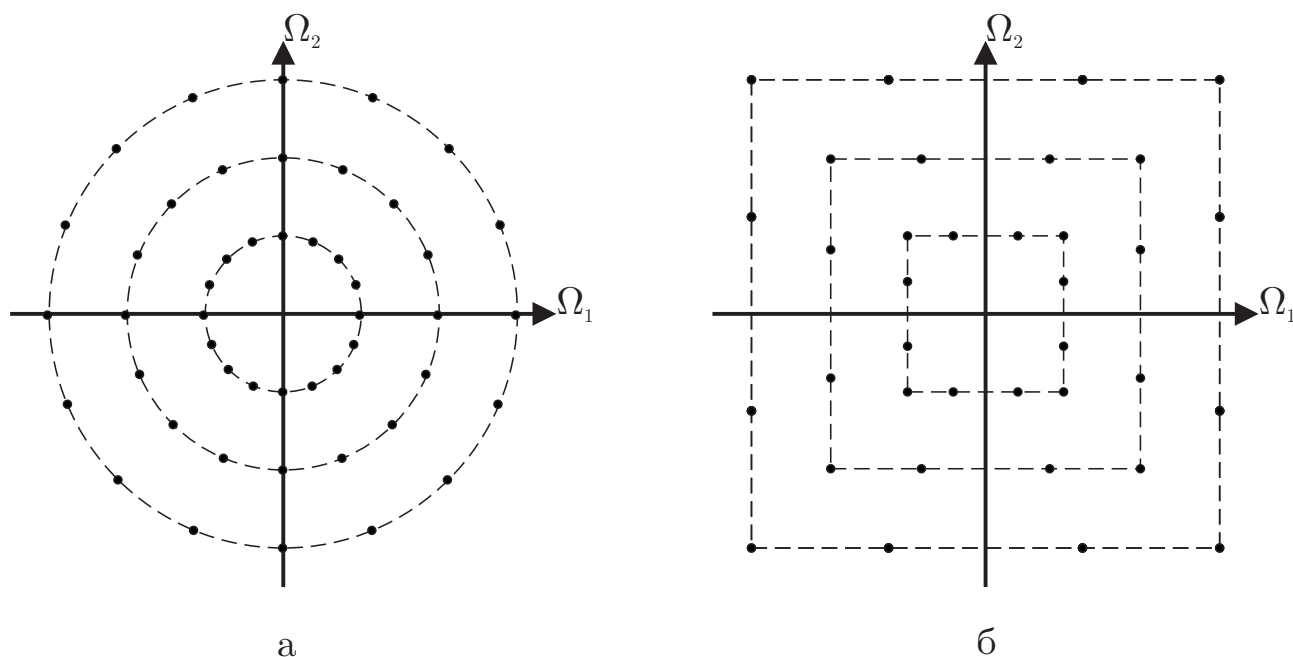


Рисунок 1.7 — Растровые фильтры. а — полярный растр отсчетов в частотной области преобразования Фурье, полученный путем дискретизации всех проекций с одной и той же частотной дискретизации. б — растр в виде concentрических квадратов, полученный путем изменения частоты дискретизации с изменением угла проецирования.

существуют в пространственной области, другие — в частотной области преобразования Фурье.

Допустим, что

1. имеется N проекций $\rho(x, y)$ при равноотстоящих углах $\theta_i = \{\pi i/N, i = \overline{0, N-1}\}$,
2. дискретизация проекции выполнена одной и той же частотой,
3. вычислено дискретное преобразование Фурье для каждой проекции.

Эти значения дискретного преобразования Фурье можно трактовать как отсчеты преобразования Фурье по регулярному полярному растру (то есть некоторой сетке в области на плоскости (Ω_1, Ω_2)), показанному на рисунке 1.7. Если далее предположить, что $\rho(x, y)$ имеет конечную опорную область и что она обладает в некотором приближении ограниченным частотным диапазоном, так что может быть адекватно представлена $(N \times N)$ -точечным дискретным преобразованием Фурье, то задача восстановления сводится к интерполяции преобразования Фурье. Можно провести интерполяцию от известных значений преобразования по полярному растру к неизвестным значениям по квадратному растру дискретного

преобразования Фурье, выполнить обратное дискретное преобразование Фурье и использовать эти результаты для оценки отсчетов x .

Необходимо понимать, что ограниченный диапазон наклона образца (не все исследуемые объекты могут быть повернуты на 90°) приводит к отсутствию информации в трёхмерном Фурье пространстве. Любые коэффициенты Фурье исходного объекта в этом отсутствующем диапазоне углов не будут реконструированы и, следовательно, не будут видны в трёхмерной реконструкции.

В качестве альтернативы реконструкция может быть выполнена в реальном пространстве с использованием алгоритма прямой обратной проекции. По различным причинам, не последней из которых является простота реализации, они представляют собой наиболее широко используемый класс алгоритмов для данной задачи. Их отличительной особенностью является возможность реализации в пространственной области.

Предположим, что заданы проекции под углами $\theta_0, \dots, \theta_{N-1}$ и что $\Delta\theta_i = \theta_i - \theta_{i-1}$, где $i = 1, \dots, N-1$, а $\Delta\theta_0 = \theta_0 - \theta_{N-1} + \pi$. Из равенства (1.4.2) следует, что неизвестный сигнал $\rho(x, y)$ можно аппроксимировать следующим образом:

$$\rho(x, y) = \frac{1}{2\pi} \sum_{i=0}^{N-1} \Delta\theta_i g_i(x \cos \theta_i + y \sin \theta_i), \quad (1.7)$$

где $g_i(t) = p_{\theta_i}(t) \times k(t)$, $\mathcal{F}k(t) = |\omega|$. Эти равенства можно интерпретировать следующим образом: одномерная проекция под углом θ пропускается через одномерный фильтр с импульсным $k(t)$ и частотным $|\omega|$ откликами. Заметим, что все проекции пропускаются через один и тот же фильтр. Выходом этого фильтра является функция $g_\theta(t)$. Используя повернутую систему координат (\hat{x}, \hat{y}) , получим

$$g_i(x \cos \theta + y \sin \theta) = g_i(\hat{x}).$$

Тогда сигнал $g_i(t)$ в сумме (1.7) можно представить как двумерный сигнал, отфильтрованный по переменной \hat{x} и однородный по переменной \hat{y} . Поскольку операция вычисления этой функции начинается с одномерной функции для получения двумерной, эта операция называется обратной проекцией.

Очевидно, чем больше проекций, тем лучше происходит реконструкция, однако четкость изображения в данном методе не гарантируется из-за конечности измерений. Это приводит к проблеме переоценки низких частот (происходящих от гладких участков), в то время как высокие частоты, описывающие мелкие детали, представлены недостаточно, что приводит к размытию реконструкции.

Одним из подходов, обычно используемых для решения этой проблемы, является фильтрация, где вводится взвешивающий фильтр, уменьшающий вклад низких пространственных частот. Для начала сигнал от детектора переводится в пространство Фурье (см. рисунок 1.8), далее полученный спектр фильтруется с помощью умножения на фильтрационную функцию. В идеальном случае этот фильтр должен иметь частотный отклик $|\omega|$. Однако если все проекции имеют ограниченную полосу частот, поведение фильтра при высоких частотах не имеет значения. Поскольку коэффициент передачи фильтра растет с увеличением частоты, будет усиливаться высокочастотный шум. Поэтому для ограничения связанных с этим эффектом искажений фильтр обычно выбирают таким, чтобы его отклик был приблизительно линейным вплоть до некоторой ограниченной частоты, после которой отклик спадает до нуля. Это, по существу, упрощенная оптимальная линейная фильтрация для подавления шума в сигнале. Применяя далее обратное преобразование Фурье к полученному сигналу, получаем более качественную функцию обратной проекции.

При идеальном выравнивании проекций объекта разрешение метода электронной томографии вдоль оси вращения (например, ось X) равно разрешению исходного изображения [119]. Разрешающая способность в направлении, перпендикулярном держателю и оси пучка (ось Y), определяется количеством проекций N_p и диаметром D реконструируемого объекта через выражение

$$d_y = \frac{\pi D}{N_p}.$$

Это выражение предполагает, что изображения получены в диапазоне $[-\pi/2, \pi/2]$.

Ещё одной значительной проблемой, которая накладывает сильный отпечаток на методологию исследования образцов с помощью просвечивающей электронной микроскопии, является доза облучения. Дозу облучения стараются минимизировать, ведь при достижении некоторого порога образец может подвергаться структурной деградации [120]. Даже в случае, когда экспериментатор готов смириться с деструктивной природой этого исследования, реконструкция может стать невозможной в связи с разрушением образца до получения всех необходимых проекций. В принципе, дозу можно равномерно распределять по запланированному количеству проекций; однако это приведет к ухудшению отношения сигнал/шум, что значительно влияет на весь процесс реконструкции.

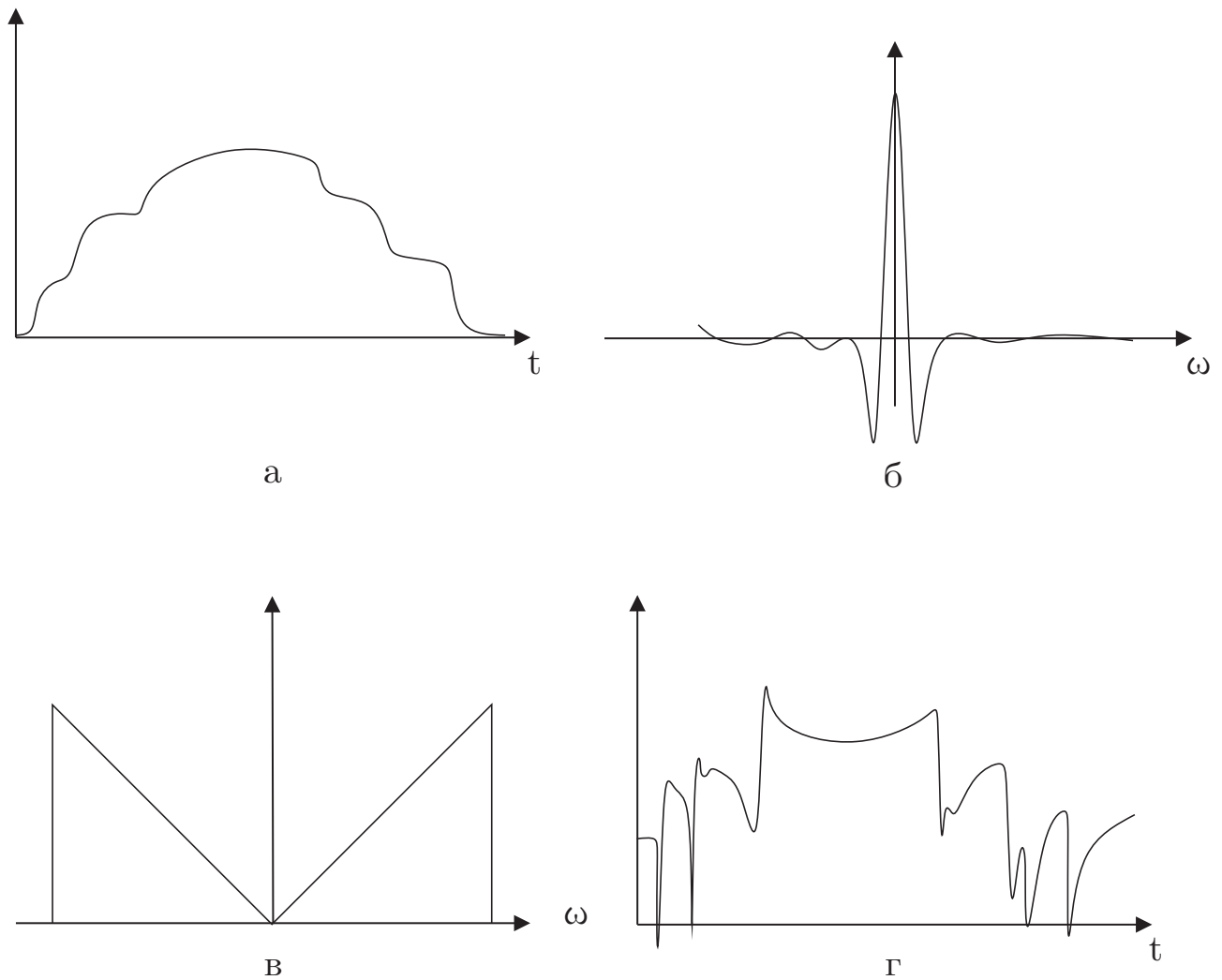


Рисунок 1.8 — Применение фильтра к Фурье-образу проекции для борьбы с проблемой переоценки низких частот в реконструируемом объекте. а — исходный сигнал, б — Фурье образ, в — фильтра, применяемый к Фурье образу, г — результирующий сигнал.

Также не стоит забывать, что ограничения на дозу накладывает жесткие ограничения на число проекций. Эти проблемы усугубляются ограниченной механической точностью: несовершенства поворотных механизмов, дрейф образца (в случае если исследуемое тело находится в растворе) и нестабильность его фиксации в целом. Всё это приводит к боковым смещениям и погрешностям в фокусировке. Следовательно, после каждого изменения угла наклона образец (или изображение) необходимо переориентировать и сфокусировать. Данная проблема уже решена в автоматических системах программного обеспечения. Необходимо понимать, что для применения метода томографии в лаборатории нужно дополнительное коммерчески доступное оборудование для контролируемого наклона образца, а также переориентирования и перефокусировки.

В последние годы метод трансмиссионной электронной томографии был значительно улучшен благодаря сочетанию уже классических алгоритмов с методами глубокого обучения. В работе [121] было показано, что разрешающая способность может быть улучшена вплоть до 0.71 \AA , что является рекордно высоким разрешением, достигнутым в данной области. Также было показано, что потерянную информацию в реконструированных томограммах можно эффективно восстановить, получая данные только в диапазоне $[-50^\circ, 50^\circ]$ (что снижает дозу на 44% по сравнению с сериями сканирования в полном диапазоне $[-90^\circ, 90^\circ]$).

1.4.3 Объемное исследование методом вариации ускоряющего напряжения

Самый простой и известный метод объемного исследования микрообразцов использует изменение ускоряющего напряжения [122]. Данная методика позволяет изменять информационную глубину обратно-рассеянных электронов, но, к сожалению, не может полностью устранить фоновый шум от верхнего и нижележащих слоёв образца, размазывающий контраст изображения выделенной глубины [123]. Для получения качественной информации о подповерхностных структурах с помощью данного метода необходимо учитывать соотношение между основными параметрами сканирования: разрешением, контрастом и информационной глубиной изображения. Рассмотрим каждую из этих характеристик. Для оценки контраста используется простой подход, в котором применяются коэффициенты обратного рассеяния объёмных материалов и максимальные глубины выхода обратно-рассеянных электронов. Для изображения границ раздела плёночных элементов 1 и 2 (см. рисунок 1.9), внедренных в материал на глубину D_{epth} , контраст C определяется следующим образом:

$$C = \frac{(\eta_{Au} - \eta_{Cu}) \exp(-4D_{\text{epth}}/\lambda_{\text{max}})}{2\eta_{Al} + (\eta_{Au} + \eta_{Cu} - 2\eta_{Al}) \exp(-4D_{\text{epth}}/\lambda_{\text{max}})}, \quad (1.8)$$

где η_{Au} , η_{Cu} — это коэффициенты обратного рассеяния электронов от однородных материалов 1 и 2 соответственно, λ_{max} — максимальная глубина выхода электронов, которая определяется ускоряющим напряжением E_0 . Контраст C может варьироваться в довольно широких пределах в зависимости от состава и структуры деталей образца, а также от параметров эксперимента. Величина контраста структуры, вычисленная по соотношению (1.8) в зависимости от ускоряющего

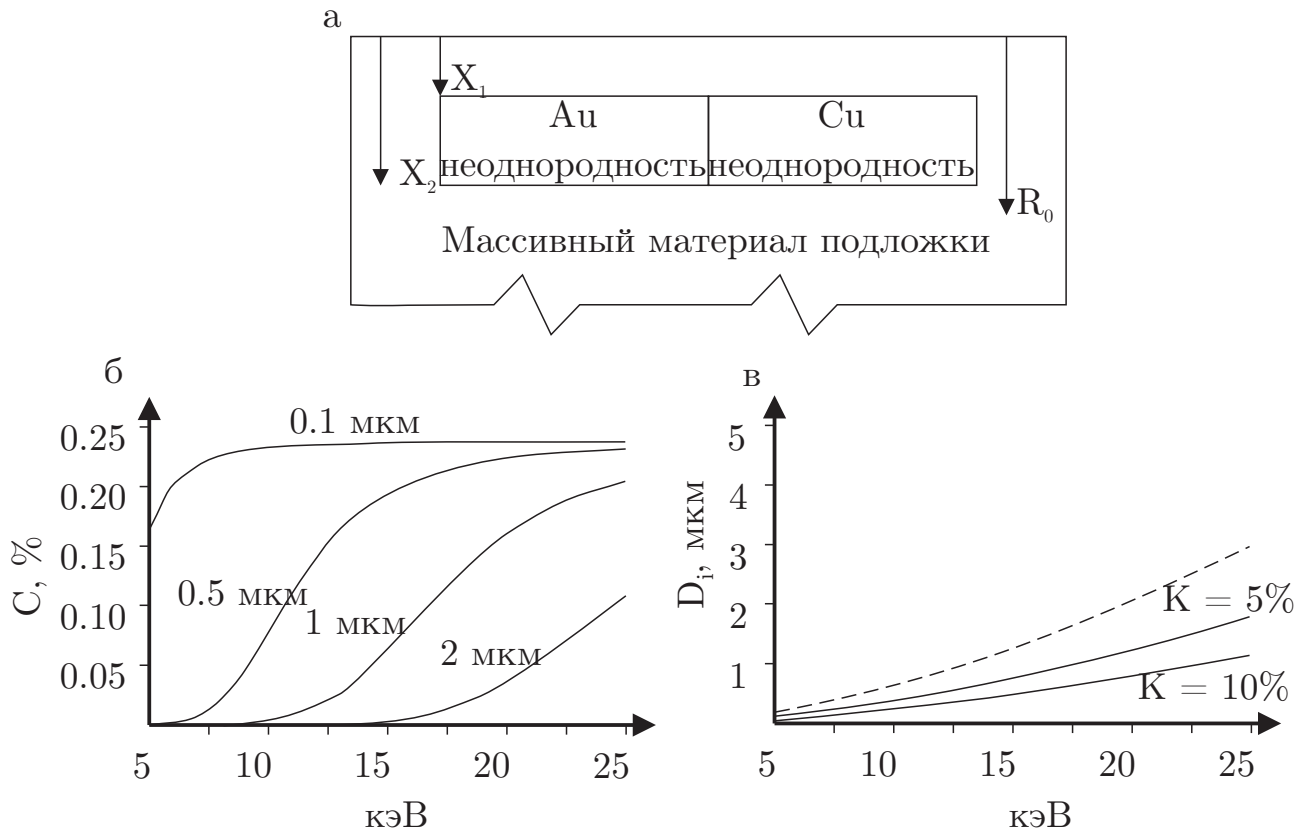


Рисунок 1.9 — Структура, контраст и информационная глубина. а — схематическое изображение структуры образца и выхода обратно-рассеянных электронов в сканирующей электронной микроскопии.

б — контраст изображения подповерхностной структуры, состоящей из Au-/Cu-неоднородностей в массивном Al-образце, в зависимости от энергии первичных электронов E_0 . Варьируемый параметр здесь – глубина неоднородности.

в — зависимость информационной глубины D_i от энергии первичных электронов E_0 в сканирующей электронной микроскопии, рассчитанная для значения контраста $C = 10\%$, $C = 5\%$ и характеристики максимальной глубины выхода обратно рассеянных электронов из алюминиевой подложки.

напряжения E_0 , представлена на рисунке 1.9(б). На этом графике видно, что контраст изображения для заданной толщины верхнего слоя матрицы не равен нулю только при определенной энергии электронов E_0 , достаточной для того, чтобы электроны прошли определённый путь. С увеличением ускоряющего напряжения E_0 увеличивается доля электронов, способных достичь слоя с подповерхностной неоднородностью 1 или 2 и покинуть материал образца. Контраст C также монотонно растет с увеличением E_0 , выходя на асимптотическое значение, которое соответствует контрасту в случае отсутствия верхнего слоя A . Значения E_0 , соответствующие возникновению контраста и достигающие асимптотического значения, зависят от глубины залегания неоднородности D_{epth} , а также от атомных номеров всего материала M и скрытых в нём неоднородностей.

Значительного усиления контраста от подповерхностных элементов структуры добиваются с помощью фильтрации обратно-рассеянных электронов по энергиям, отсекая электроны, испытывающие значительные энергетические потери, что было показано в работе [124].

В стандартных режимах вторичных электронов и обратно-рассеянных электронов латеральная разрешающая способность в основном определяется диаметром электронного зонда. Однако в режиме обратно-рассеянных электронов максимальное разрешение достигается только при регистрации электронов, отражённых в тонком приповерхностном слое [125]. Когда первичный электронный пучок проходит через образец, пучок расширяется, при этом величина уширения является функцией атомного номера материала Z , через который проходит пучок на глубине l , энергии первичного электрона E_0 и атомной массы A . Средняя величина латерального уширения луча r может быть оценена [126] как

$$r = 625 \frac{Z}{E_0} \sqrt{\frac{\rho}{A}} l^3.$$

Эта зависимость верна при предположении однократного упругого рассеяния электрона, что возможно только при малой глубине l . При увеличении t сначала наблюдается зависимость $r(t)$, близкая к линейной, которая замедляется с дальнейшим ростом глубины, а затем вовсе прекращается. Это происходит в силу того, что электроны имеют большие углы отклонения в верхних слоях и не могут покинуть образец.

Глубина D_i , на которой ещё возможно получить изображение с приемлемым пространственным разрешением и контрастом, называется информационной глу-

биной и может быть оценена по формуле [123]:

$$D_i = \frac{\lambda_{\max}}{4} \ln \left[\frac{\eta_{Au} - \eta_{Cu} - C(\eta_{Au} + \eta_{Cu} - 2\eta_{Al})}{2C\eta_{Al}} \right]. \quad (1.9)$$

Для случая алюминиевой структуры, в толще которой скрыты золотая и медная подповерхностные неоднородности, зависимость информационной глубины

$$D_i$$

от ускоряющего напряжения, вычисленная по ур. (1.9), представлена на рисунке 1.9 справа. Этот график показывает, что увеличение информационной глубины связано с ухудшением контрастности.

Для случая нормального падения электронного пучка глубина z , из которой выходят обратно-рассеянные электроны с энергией E в направлении детектора, расположенного под углом θ , определяется из соотношения:

$$\frac{z}{R_0} = \frac{\cos \theta (1 - (E/E_0))^2}{1 + \cos \theta}.$$

Фиксируя значение детектируемых электронов E на спектрометре, можно определить глубину залегания подповерхностной неоднородности с точностью 10 – 20%. Ещё более универсальным способом определения глубины и мощности подповерхностного слоя является моделирование сложных параметров обратно-рассеянных электронов с использованием метода Монте-Карло [123; 127].

Таким образом, метод исследования внутренней структуры образца с помощью изменения ускоряющего напряжения СЭМ позволяет получать сепарированные изображения отдельных селективных слоёв исследуемого микрообъекта только с ограниченным разрешением, контрастом и глубиной.

1.4.4 Томографирование на основе метода слепого разделения сигналов

Что касается трёхмерной реконструкции любых массивных образцов в сканирующей электронной микроскопии, авторам известны лишь две работы в этой области [128; 129]. В [128] приводятся результаты реконструкции трёхслойного

образца в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов с использованием стандартных программ обработки видеоизображений. Более продвинутая методика объёмного исследования образцов представлена авторами работы [129]. В упомянутой работе было предложено использовать алгоритмы слепого разделения сигналов для восстановления трёхмерной структуры образца. В данном методе предполагается, что исследуемый образец состоит из M отдельных слоёв, каждый из которых является источником соответствующего сигнала Q_m , где $m = \overline{1, M}$. 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 являются 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 выделить из всего детектируемого сигнала I_n вклады каждого из m слоёв — Q_m . Для этого нужно применить алгоритмы слепого разделения сигнала, которые в отсутствие априорной информации о структуре образца инвертируют матрицу смешивания, элементами которой являются h_{nm} . Далее возможно произвести реконструкцию образца на основе сигналов Q_m от каждого слоя. Необходимо отметить, что схожая идея микротомографии рассматривалась в более ранней работе [130], но так и не была реализована на практике.

В работе [130] исследовалась трёхслойная структура, интегральный сигнал от которой при энергиях $E_{0,n}$ ($n = \overline{1, N}$) 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 подгоночные весовые параметры, характеризующие фоновые вклады в сигнал от близлежащих слоёв.

В связи с недостатками описанных методов кажется, что проблема объёмного исследования решена недостаточно элегантно и просто. В главе 3 будет решена проблема объёмного исследования образца с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов. В

разделе 3.1 строится аналитическое выражение для зависимости экспериментально детектируемого сигнала от энергии первичных электронов, материалов и толщин слоёв для случая трёхслойных структур. Далее в разделе 3.2, 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 с использованием различной априорной информации.

Глава 2. Обратная задача восстановления топографии микроструктур

Как уже было упомянуто во введении, на изображениях поверхности, полученных с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов, хорошо различимо наличие всех особенностей рельефа поверхности микрообразца. Но вот уже с интерпретацией этих особенностей могут возникнуть затруднения. Часто исследователям сложно делать даже качественные выводы о них: является ли эта особенность впадиной или выпуклостью (например, см. рисунок 2.1). Ещё более сложным аспектом является вопрос об относительных величинах возвышения (углубления) этих особенностей на снимке, и исследователь вынужден опираться лишь на свой опыт.

Как уже отмечалось в первой главе (см. п. 1.3.1), трёхмерное восстановление топографии поверхности в сканирующей микроскопии возможно проводить методами компьютерного зрения, которые были изначально разработаны в других областях науки и техники, и базируются на восстановлении трёхмерной информации на основе стереометрической информации, то есть на изображениях исследуемого образца, полученных из разных точек и/или под разными углами съёмки [60; 68]. Использование этих методов подразумевает использование оборудования, позволяющего изменять положение образца относительно электронной пушки и/или детекторов электронов: вращать и/или смещать сам образец, либо вращать и/или смещать электронную пушку и/или детекторы электронов, что является одним из главных недостатков таких методов в силу необходимости прецизионной механики.

Если стереометрические методы не используют специфичную для электронной микроскопии информацию, то семейство фотометрических методов (см. п. 1.3.3) базируется, главным образом, на физических особенностях формирования сигнала сканирующего электронного микроскопа.

Эксперименты проводились на сканирующем электронном микроскопе LEO-1455, снабженным четырехквadrантным полупроводниковым детектором (Si-кристаллы). Детектируемый сигнал на каждом из детекторов возможно [131] представить в виде:

$$I = \frac{I_0 \eta(\alpha) \Omega \bar{E}}{E_i} \left[1 - \eta_{Si}(\theta, \Omega) \frac{\bar{E}_{Si}(\theta, \Omega)}{\bar{E}} \right] F(\theta), \quad (2.1)$$

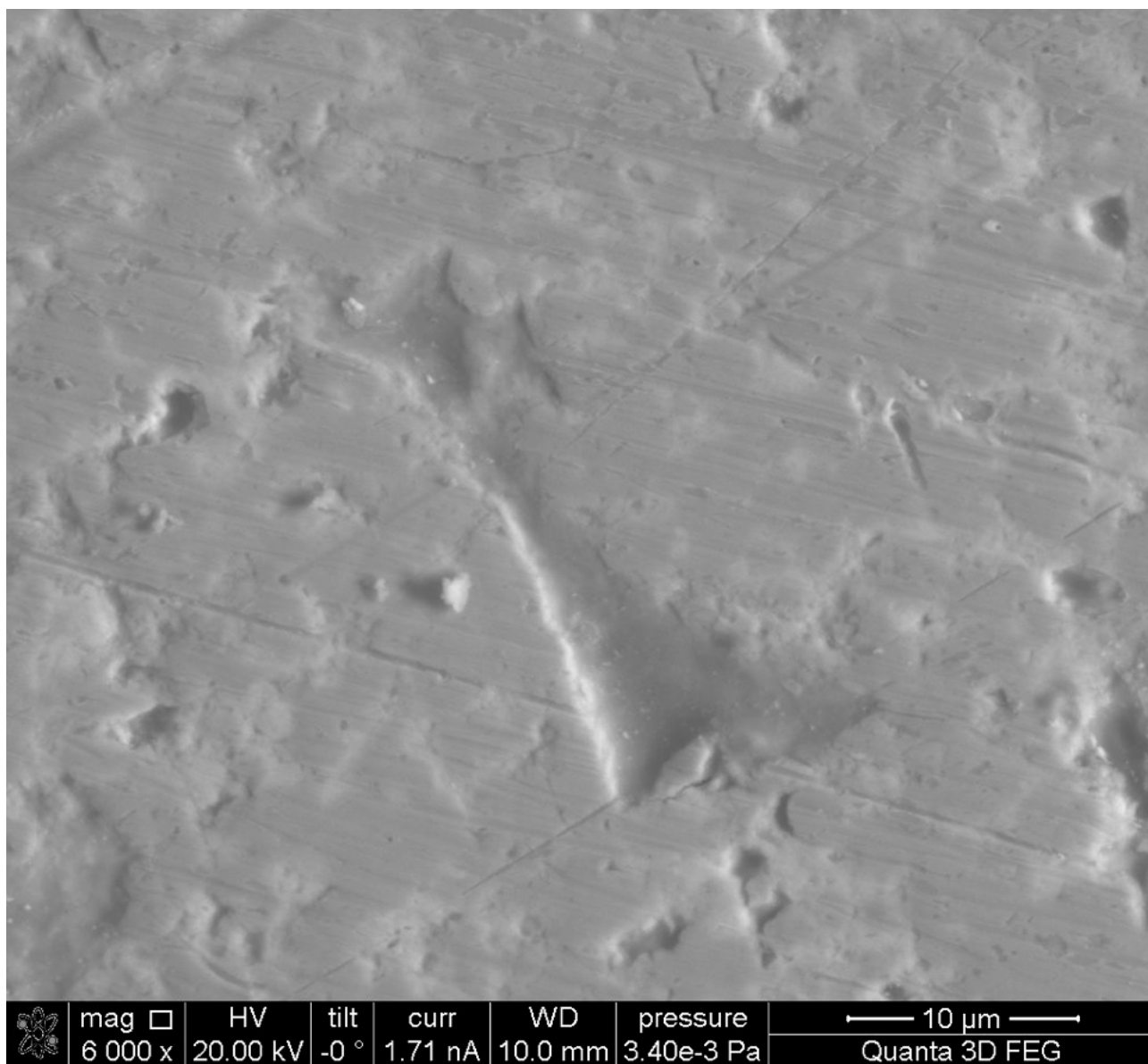


Рисунок 2.1 — Типичное изображение некоторого микрообразца, которое сходу тяжело интерпретировать: является ли особенность на поверхности углублением или возвышением.

где I_0 — это сила тока в первичном пучке электронов, \bar{E} — средняя энергия отраженных от образца электронов, η — доля обратно-отраженных от образца электронов зависящий от локального угла наклона поверхности α , θ — угол между пучком первичных электронов и детектором, Ω — телесный угол детекторной пластины, E_i — энергия рождения электронно-дырочных пар.

При использовании четырёхкватратного детектора (схематическое устройство которого см. рисунок 2.2), используя алгебраические преобразования над сигналами I_A и I_B , полученными от пары противоположных детекторов A и B соответственно, возможно составить изображение в так называемом топографическом контрасте. Выражение для сигнала в топографическом контрасте I_{AB}

записывается в виде:

$$I_{AB} = \frac{I_A - I_B}{I_A + I_B}. \quad (2.2)$$

В топографическом контрасте на величину сигнала наибольшее влияние оказывает угол наклона локального участка поверхности в каждой точке (подробнее см. пункт 1.2, рисунок 1.3). Использование топографического контраста позволяет нивелировать зависимость сигнала от локального композиционного состава [59], то есть даже в случае наличие пятен материала с другим атомным номером на поверхности однородного образца, сигнал будет связан с локальным углом наклона, а также имея два образца из разных материалов, но с идентичной поверхностью возможно получить от них похожий сигнал, т.к. он связан лишь с локальными углами наклона поверхности в каждой точке. Нормировка на сумму сигналов позволяет сократить все общие множители возникающие в выражениях для индивидуального сигнала для каждого детектора, которые зависят от композиционного состава образца, в итоге в выражении для сигнала в топографическом контрасте остаются только величины, зависящие от локального угла наклона поверхности в данной точке образца.

Главной идеей многих фотометрических методов является эмпирическое приближение, связывающее угол $\alpha(x, y)$ между осью Oz и осью, на которой расположена пара детекторов, со значением сигнала, например:

$$\sin \alpha = I_{AB} = \frac{I_A - I_B}{I_A + I_B}.$$

Это выражение давно использовалось для оценки относительного возвышения участков поверхности вдоль одной выделенной линии (профилограммы) [52; 56]. Но в случае неточностей в механическом позиционировании детекторов реальный сигнал значительно отклоняется от представленной аппроксимации, что делает проведение трёхмерной реконструкции топографии поверхности на сканирующих электронных микроскопах с вручную устанавливаемыми детекторами сложной и малонадежной процедурой.

В методике профилометрии с использованием одного детектора (п. 1.3.3), где выражение для сигнала построено на основе теоретических соображений главными недостатками является невозможность работы с неоднородными по композиционному составу образцами, а также сильнейшее влияние шумов измерения на результат восстановления.

В данной главе предложен оригинальный метод трёхмерного восстановления топографии поверхности микрообразцов исследуемых с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов, развивающий идеи, используемые в семействе фотометрических методов. Главной особенностью предложенного метода является возможность качественного восстановления топографии микрообразцов с помощью сканирующих электронных микроскопов с вручную устанавливаемыми четырёхквadrатными детекторами, что позволит проводить трёхмерные исследования топографии на широком классе устройств.

2.1 Постановка задачи

Задача трёхмерного восстановления топографии поверхности микрообразца в сканирующей электронной микроскопии может быть сведена к основной задаче по восстановлению функции, представляющей поверхность исследуемого образца, по её градиенту и подзадаче о нахождении этого градиента по детектируемому сигналу, то есть по изображению, фиксируемому в эксперименте.

Для удобства последующих выкладок в этой главе введем декартову систему координат (x, y, z) (рис. 2.2) таким образом, чтобы ось Oz была параллельна падающему сканирующему пучку электронов. Это может быть сделано без потери общности в результате того, что линейные размеры исследуемой области пренебрежимо малы по сравнению с рабочим расстоянием сканирующего электронного микроскопа (расстояние от электронной пушки до поверхности исследуемого образца). Этот факт позволяет считать, что максимальный угол отклонения сканирующего электронного луча от вертикальной оси пренебрежимо мал. Также можно считать, что линия, вдоль которой расположены детекторы A, B , лежит на оси Ox , а C, D — на оси Oy соответственно (см. рисунок 2.2). Под локальным углом наклона поверхности $\alpha_x(x, y)$ будем понимать угол между нормалью поверхности в этой точке $\mathbf{n}(x, y)$ и плоскостью Oxz , аналогично $\alpha_y(x, y)$ — к плоскости Oyz (см. рисунок 2.2). Также, когда речь будет идти о функции $u(x, y)$, представляющей некоторую поверхность, в силу однозначного соответствия ве-

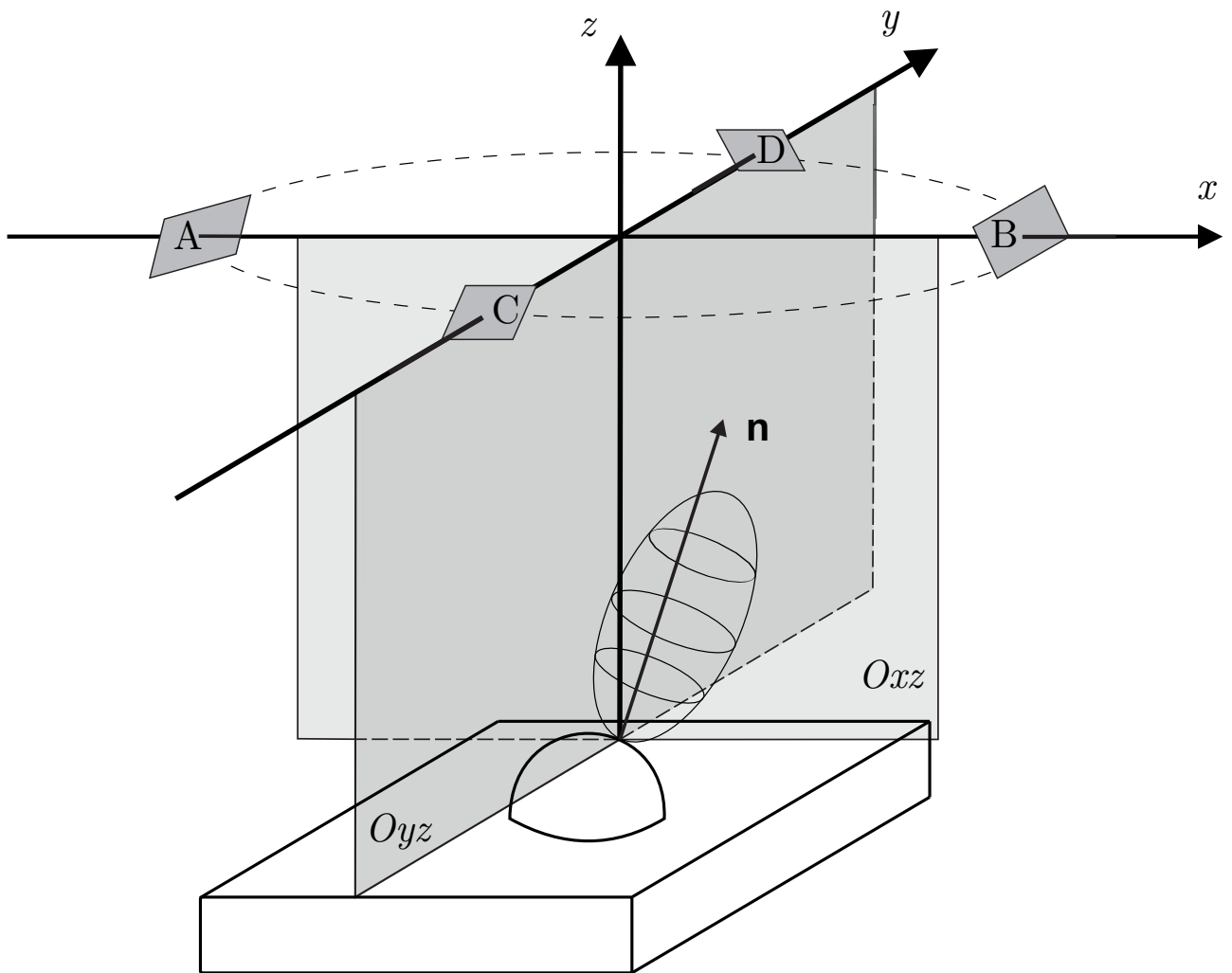


Рисунок 2.2 — Схематическое расположение детекторов в экспериментальной установке. Ox , Oy , Oz — оси системы координат, A , B , C , D — детекторы сканирующего электронного микроскопа, $\mathbf{n}(x, y)$ — нормаль поверхности.

личин углов α_x , α_y и соответствующей компоненты градиента функции u :

$$\alpha_x = \arctan\left(\frac{\partial u}{\partial x}\right), \quad \alpha_y = \arctan\left(\frac{\partial u}{\partial y}\right),$$

договоримся о взаимозаменяемом употреблении этих двух величин и соответствующих терминов.

Основную **задачу** можно сформулировать следующим образом: градиент $\mathbf{J}(x, y)$ в исследуемой области S считается известным, требуется восстановить искомую функцию $u(x, y)$, представляющую топографию рельефа поверхности исследуемого образца:

$$\begin{pmatrix} \frac{\partial u}{\partial x}(x, y) \\ \frac{\partial u}{\partial y}(x, y) \end{pmatrix} \equiv \begin{pmatrix} J_x(x, y) \\ J_y(x, y) \end{pmatrix}, \quad (x, y) \in S.$$

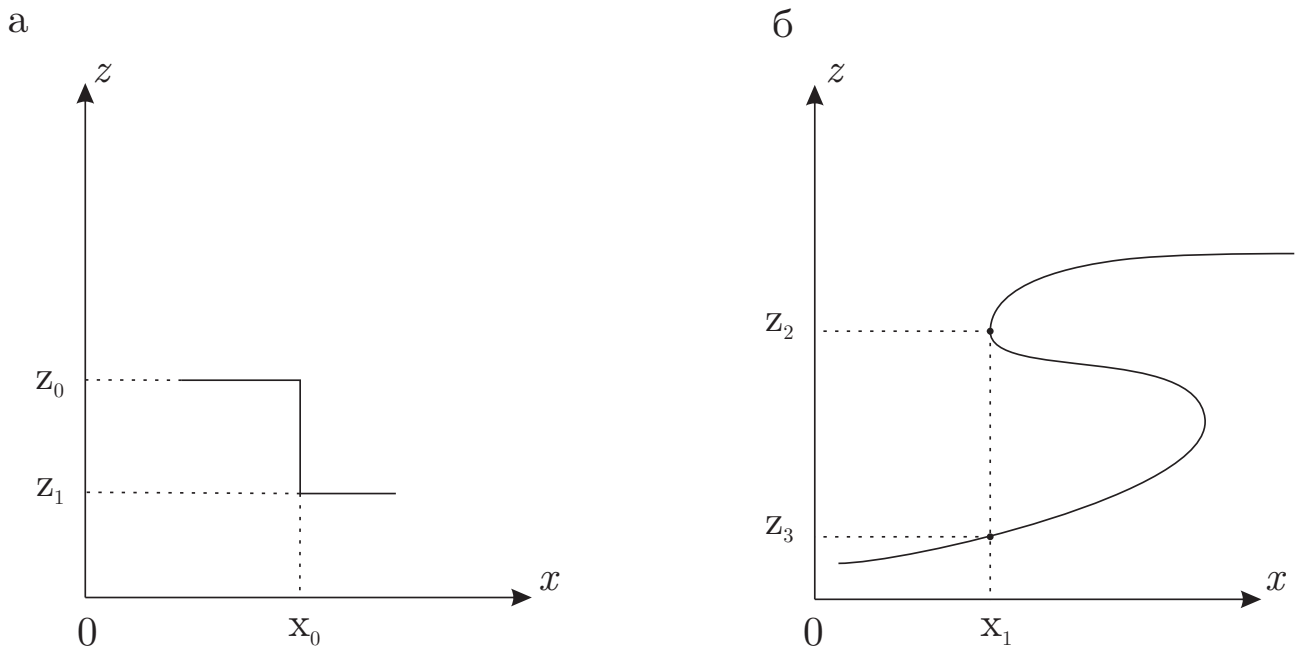


Рисунок 2.3 — Пример сечений поверхностей в плоскости Oxz , которые не могут быть восстановлены. а — поверхности вида “ступенька”, где функция, представляющая такую поверхность, терпит разрыв в точке x_0 , б — поверхность вида “козырек”, где функция, представляющая такую поверхность, является неоднозначной (в точке x_1 функция принимает два значения: z_2, z_3).

В свою очередь, градиент $\mathbf{J}(x, y)$ необходимо найти, решив **подзадачу**. По интенсивности сигнала (то есть по изображению) в топографическом контрасте $I_{AB}(x, y)$, $I_{CD}(x, y)$ необходимо восстановить градиент $\mathbf{J}(x, y)$ функции $u(x, y)$, представляющей поверхность исследуемого микрообразца, в области S , то есть

$$\mathbf{J}(x, y) = F^{-1}(I_{AB}, I_{CD}), \quad (x, y) \in S.$$

Обозначение F^{-1} призвано показать, что эта функция является задачей обратной к математической модели F сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов: по рельефу поверхности исследуемого микрообразца микроскоп формирует изображение в топографическом контрасте, то есть $F(\mathbf{J}) = (I_{AB}, I_{CD})$.

Следует заметить, что формулировка задачи трёхмерного восстановления топографии в таком виде делает невозможной работу с микрообразцами, поверхность которых представляется в виде разрывных либо неоднозначных функций (см. рисунок 2.3 (а) и (б) соответственно).

2.2 Алгоритм восстановления микротопографии

Как известно, сигнал в топографическом контрасте пропорционален углу наклона локального участка поверхности в данной точке и почти не зависит, или зависит пренебрежимо мало от материала образца [132]. Таким образом, в ходе формирования изображения в топографическом контрасте вдоль оси Ox сканирующий электронный микроскоп в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов выполняет прямую задачу: отображает угол наклона локального участка поверхности $\alpha_x(x, y)$ в сигнал I_{AB} в топографическом контрасте по оси Oy . Введем аппаратную функцию $F^x: J_x \mapsto I_{AB}$, которая компоненте градиента J_x поверхности u в точке (x, y) сопоставляет интенсивность сигнала I_{AB} в топографическом контрасте по оси Ox . Аналогичным образом введем вторую аппаратную функцию $F_y: J_y \mapsto I_{CD}$. Разработанные фотометрические методы трёхмерного восстановления топографии поверхности исследуемых образцов основаны на явных выражениях для аппаратных функций, и подзадача нахождения локальных углов наклона по сигналу в топографическом контрасте решается с помощью явного выражения для обратной к аппаратной функции. Такие методы обладают существенным недостатком: они не учитывают особенностей конкретной экспериментальной установки, а механические неточности позиционирования детекторов катастрофически влияют на качество трёхмерного восстановления топографии поверхности микрообразцов. Предлагается принципиально новый метод, позволяющий преодолеть эту проблему. Главной идеей этого метода является этап калибровки с использованием поверхностей известной геометрии, благодаря чему возможно восстановить аппаратные функции F^x , F_y каждой конкретной экспериментальной установки в её текущей конфигурации. Используя обратные к аппаратным функции, можно качественно восстанавливать градиент даже в случае неточной установки детекторов обратно-рассеянных электронов.

В качестве калибровочной поверхности может выступать любой образец, поверхность которого может быть представлена как ненулевая гладкая функция с непрерывными частными производными первого порядка. К последним выдвигается требование сюръективного отображения в \mathbb{R} , что является формальной интерпретацией требования: углы $\alpha_x(x, y)$ и $\alpha_y(x, y)$ для этой поверхности должны принимать все значения из диапазона $[-90^\circ, 90^\circ]$.

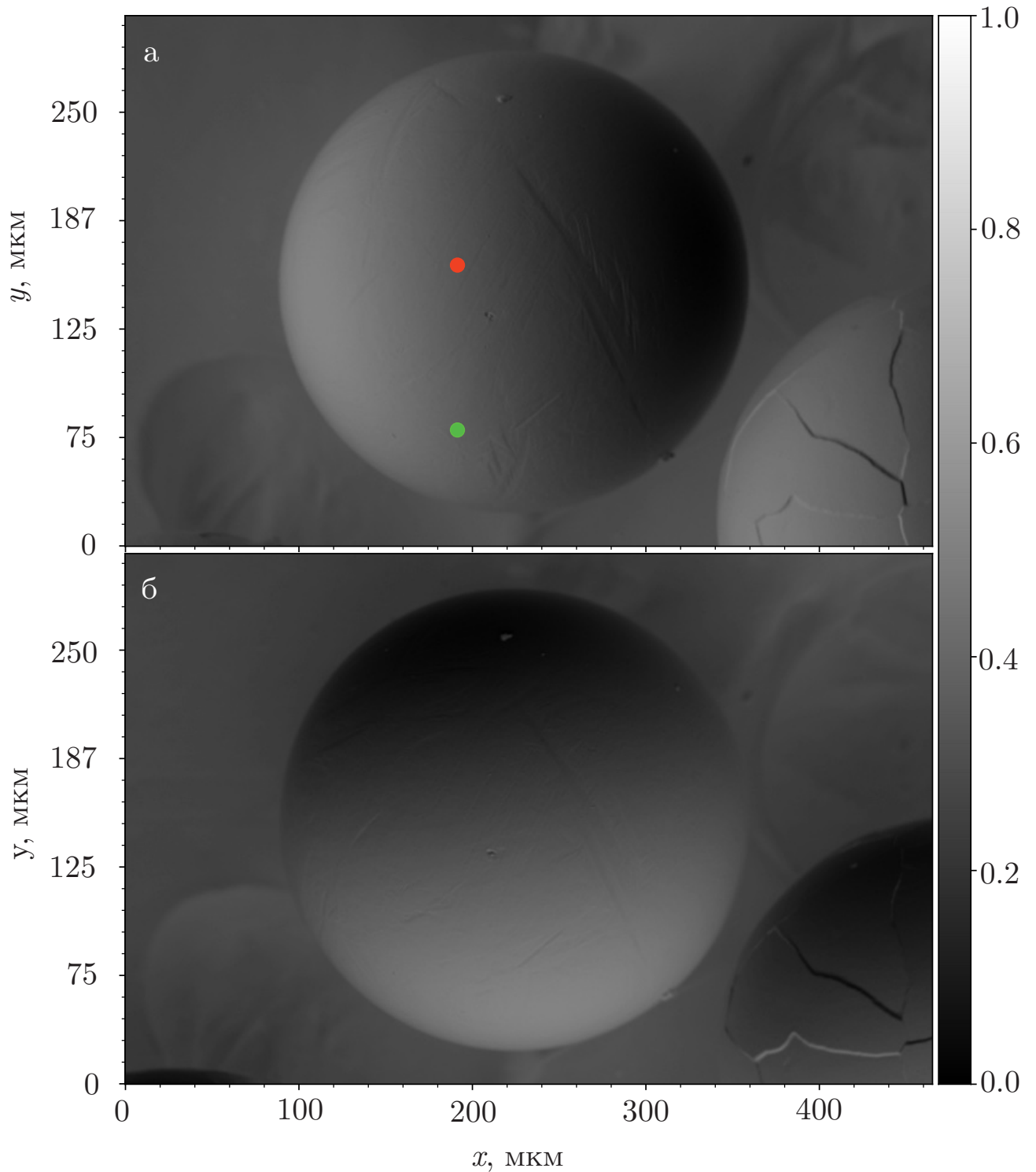


Рисунок 2.4 — Изображения сигнала в топографическом контрасте калибровочной поверхности: а — сигнал I_{AB} по оси Ox , б — сигнал I_{CD} по оси Oy . Зеленой и красной точками обозначены участки, имеющие разную интенсивность при одном и том же α_x . Градациями серого изображена интенсивность сигнала. В правой нижнем углу изображения можно наблюдать неудачный пример калибровочной поверхности.

К калибровочной поверхности выдвигаются жёсткие требования по качеству изготовления: неровности, трещины и запыленность поверхности должны быть сведены к минимуму. Точность реконструкции зависит от степени соответствия калибровочного образца аналитическому представлению его поверхности. Например, в правом нижнем углу рисунка 2.4 можно заметить участок с множественными дефектами, негативно сказывающихся на точности калибровки и, как следствие, на всей процедуре трёхмерного восстановления топографии поверхности исследуемого микрообразца.

Сканирующий электронный микроскоп формирует растровое (поточечное) черно-белое изображение образца, которое сохраняется в формате TIFF. Можно считать, что во время эксперимента для каждого детектора формируется матрица, элементами которой являются значения интенсивности сигнала, зафиксированного данным детектором, когда электронный луч был направлен в точку (x, y) образца. Можно говорить, что во время формирования изображения неявным образом была введена сетка $x_n = nh$, где $n = \overline{1, N}$ и $y_m = mh$, а также $m = \overline{1, M}$. Величина шага сетки по x и y определяется по формируемой на изображении микронной метке: $h = \mu/N_p$, где μ — размер, обозначенный на микронной метке, N_p — число пикселей между рисками микронной метки. Например, на рисунке 2.1 микронной меткой (правый нижний угол) обозначен масштаб в 10 нм, а штрихи микронной метки расположены на расстоянии 168 пикселей. Значит, два соседних пикселя на изображении соответствуют точкам, расположенных на расстоянии $h \approx 0.059$ нм, что и является шагом сетки по x и y .

В ходе эксперимента фиксируется сигнал с каждого детектора (см. рисунок 2.2): I_A, I_B, I_C, I_D соответственно, где каждый из сигналов является матрицей размера N на M . Изображение в топографическом контрасте по оси Ox можно сформировать следующим образом

$$I_{AB} = \frac{I_A - I_B}{I_A + I_B},$$

где все операции выполняются поэлементно, то есть для каждого пикселя изображения. Аналогично формируется сигнал в топографическом контрасте I_{CD} с помощью детекторов C, D , расположенных на оси Oy .

Всю область образца, которую исследовал сканирующий электронный микроскоп, обозначим S , а подобласть, которую занимает калибровочная поверхность, обозначим Ω . Входные данные для этапа калибровки могут быть представлены как матрицы K^x, K^y размера $N \times N$ (квадратный размер выбран

$k_{v,w}^x$	$\frac{\partial u}{\partial x}(x_v, y_w)$
\vdots	\vdots
$k_{V,W}^x$	$\frac{\partial u}{\partial x}(x_V, y_W)$

Таблица 1 — Сеточные значения восстанавливаемой аппаратной функции F^x .

для удобства программной реализации, работа с прямоугольной областью возможна и потребует лишь мелких технических модификаций). Элементами этих матриц $k_{i,j}^x$, $k_{i,j}^y$ являются интенсивности сигнала I_{AB} , I_{CD} в точках $(x_i, y_i) \in S$, $i, j = \overline{1, N}$. Интенсивность сигнала представляется числом из отрезка $[0, 1]$. Такое представление естественно и удобно, ведь сканирующий электронный микроскоп сохраняет результат работы в виде изображений формата TIFF. Строго говоря, интенсивность может принимать 2^M значений из отрезка $[0, 1]$, где M — это битовая глубина цвета, с которой может работать электронный микроскоп.

Получив в результате эксперимента матрицы K^x , K^y сигналов в топографическом контрасте I_{AB} , I_{CD} , необходимо выделить область $\Omega \subset S$, в которой лежит калибровочная поверхность. Далее, благодаря известной геометрии калибровочной поверхности и её аналитическому выражению $u_{\text{calib}}(x, y)$, следует сопоставить интенсивность сигнала в каждой точке калибровочной поверхности со значениями локальных углов наклона $\alpha_x(x, y)$ и $\alpha_y(x, y)$. Для каждого элемента $k^x = \{k_{v,w}^x | (v, w) : (x_v, y_w) \in \Omega\}$ матрицы K^x с помощью аналитического выражения для функции, представляющей поверхность калибровочного образца $u_{\text{calib}}(x_v, y_w)$, может быть найдено значение производной функции $\frac{\partial u_{\text{calib}}}{\partial x}(x_v, y_w)$ в этой точке. Так можно составить таблицу сеточных значений (табл. 1) некоторой таблично заданной функции \hat{F}^x , где индексы v, w пробегают все значения так, что точки $(x_v, y_w) \in \Omega$ принадлежат калибровочной поверхности. Аналогично, используя сигнал I_{CD} в топографическом контрасте по оси Oy , можно получить таблицу сеточных значений \hat{F}^y .

Следующим этапом является восстановление аппаратных функций F^x и F^y по табулированным функциям \hat{F}^x и \hat{F}^y . На построенном графике (рис. 2.5) функции \hat{F}^x по её сеточным значениям из таблицы 1 можно наблюдать значительные осцилляции, настолько частые и большие по амплитуде, что график сливается в сплошную фигуру. Это вызвано шумами в детектируемом сигнале, дефектами на калибровочной поверхности в виде пыли и/или царапин. Но помимо этого, при анализе сеточных значений аппаратной функции \hat{F}^x можно было наблюдать эффект её неоднозначности, который проявляется при построении линий одина-

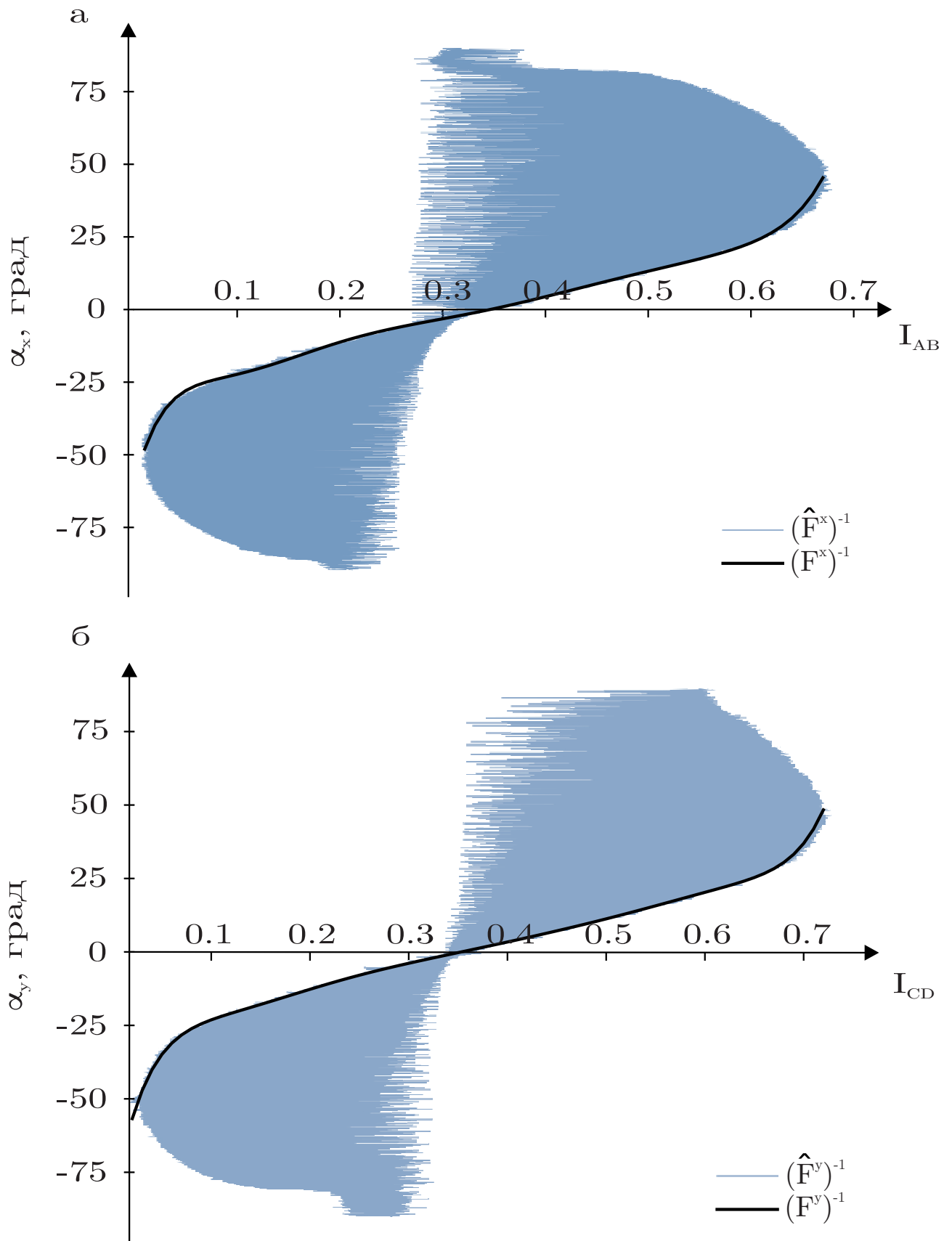


Рисунок 2.5 — График сеточных значений обратных к аппаратным функциям и их аппроксимаций функций. . а — функции $(\hat{F}^x)^{-1}$ и $(F^x)^{-1}$. б — функции $(\hat{F}^y)^{-1}$ и $(F^y)^{-1}$.

кового уровня для сигнала I_{AB} в топографическом контрасте для рисунка 2.4 (а). Этот эффект заключается в том, что для одних и тех же значений α_x наблюдаются разные значения сигнала I_{AB} в топографическом контрасте (см., например, красную и зеленую точку на рисунке 2.4 (а)). Это объясняется тем, что детекторы, расположенные на оси Ox , наиболее эффективно детектируют отраженные электроны от точек поверхности, расположенных в той же плоскости, что и детекторы [131; 133]. При отклонении от плоскости расположения детекторов A и B , то есть при увеличении α_y , максимум диаграммы направленности обратно рассеянных электронов всё больше отклоняется в сторону детектора C . Фактически, аппаратная функция микроскопа $F : \mathbb{R}^2 \mapsto [0, 1] \times [0, 1]$ отображает \mathbf{J} в пару значений (I_{AB}, I_{CD}) , а в работе используется аппроксимация, которая позволяет разбить аппаратную функцию на две независимые функции $F^x : J_x \mapsto I_{AB}$ и $F^y : J_y \mapsto I_{CD}$.

Для восстановления аппаратной функции F^x по её табличным значениям \hat{F}^x будет использоваться следующий эвристический принцип: восстановленная аппаратная функция должна проходить по огибающей найденных сеточных значений. Данная эвристика представляется разумной в силу того, что целью является создание метода трёхмерного восстановления топографии микрообразцов, адаптированного для гладких поверхностей с малыми углами наклона локальных участков поверхности к обеим осям.

Для построения такой огибающей необходимо отфильтровать строки в таблице 1, так чтобы среди некоторого количества смежных строк осталась только одна, значение интенсивности сигнала в которой максимально для положительных углов и минимально для отрицательных. Например, среди 100 строчек, соответствующих углу $\alpha_x \approx 20^\circ$, выбрать строку с наибольшим значением интенсивности сигнала. Так как следующей целью является составление функции, обратной к аппаратной функции F^x , также требуется выделить область определения функции F^x , в которой она будет осуществлять однозначное отображение. Для этого, в терминах таблицы сеточных значений, необходимо удалить все строки, соответствующие точкам, угол наклона которых лежит за пределами диапазона $[-50^\circ, 50^\circ]$. Следует заметить, что конкретные значения нижней и верхней границы этого диапазона выбираются для каждого процесса калибровки независимо. Итоговую таблицу значений можно аппроксимировать полиномом (например, степени 7) методом наименьших квадратов, чтобы получить финаль-

ное представление аппаратной функции F^x . Аналогично можно восстановить функцию F^y .

Две эти функции, фактически, являются некоторой математической моделью прямой задачи, то есть той, которую решает сканирующий электронный микроскоп в ходе эксперимента: детектируя обратно-рассеянные электроны от микрообразца, чья поверхность может быть представлена функцией $u(x, y)$, формирует сигнал в топографическом контрасте I_{AB} как функцию $\frac{\partial u}{\partial x}$ и, аналогично, $I_{CD} \equiv \frac{\partial u}{\partial y}$.

Таким образом, имея аппаратные функции, подзадачу по восстановлению градиента функции, представляющую поверхность исследуемого микрообразца, можно решить с помощью обратных к аппаратным функциям $(F^x)^{-1}$ и $(F^y)^{-1}$, отображающих значение сигнала в топографическом контрасте в значение соответствующей компоненты градиента поверхности в этой точке, или, что тоже самое, углам α_x и α_y ($(F^x)^{-1} : I_{AB} \mapsto \frac{\partial u}{\partial x} \equiv \alpha_x$, $(F^y)^{-1} : I_{AB} \mapsto \frac{\partial u}{\partial y} \equiv \alpha_y$). Благодаря процессу калибровки на микрообразцах с известной геометрией поверхности составленные обратные функции к аппаратным корректно учитывают неточности механического позиционирования вручную устанавливаемых детекторов обратно-рассеянных электронов. Если в матрице сигнала в топографическом контрасте встречаются интенсивности, лежащие вне области определения, обратных к аппаратным функциям $(F^x)^{-1}$, $(F^y)^{-1}$, то эти элементы в матрицах экспериментальных данных следует заменить на ближайшую интенсивность сигнала из области их определения.

Далее, для трёхмерной реконструкции топографии микрообразца следует решить основную задачу по восстановлению функции $u(x, y)$ по компонентам её градиента \mathbf{J} :

$$\begin{pmatrix} \frac{\partial u}{\partial x}(x, y) \\ \frac{\partial u}{\partial y}(x, y) \end{pmatrix} \equiv \begin{pmatrix} J_x(x, y) \\ J_y(x, y) \end{pmatrix}, \quad (x, y) \in S, \quad (2.3)$$

где S — это область изображения, для которой производится реконструкция.

Данная задача является классической задачей компьютерного зрения, которая, тем не менее, всё ещё представляет некоторые сложности при практической реализации. Существует множество методов восстановления поверхности, основанных на решении интегральных или дифференциальных уравнений [84;

134—136]. Простая в аналитическом случае задача осложняется тем, что в сканирующем электронном микроскопе изображение формируется независимо в каждой точке вдоль горизонтальной линии сканирования. Значительный шум в детектируемом сигнале, создаваемый независимо в каждой точке растрового изображения, делает невозможным наивное решение задачи через интегрирование, поскольку ошибка восстановления вдоль каждой из линий накапливается независимо, а её величина может катастрофически возрасти по мере удаления от точки начала интегрирования. Эта сложность может быть проиллюстрирована модельной задачей восстановления профиля некоторой поверхности. Будем считать, что компонента x градиента измерена вдоль некоторой линии (профиля) поверхности дважды. Из-за независимого характера зашумления, детектируемого с помощью сканирующего электронного микроскопа, два измерения в силу случайного характера шумов при сканировании будут незначительно отличаться (см. рис. 2.6). Выберем нулевые начальные условия для задачи восстановления профиля. Тогда одна из возможных ситуаций при “наивном” интегрировании профиля

$$u(x) = \int_{x_0}^{x_N} J_x dx + u(0),$$

можно наблюдать на рисунке 2.6.

Применение методик, включающих фильтрацию или сглаживание входного сигнала, негативно сказывается на мелких деталях восстанавливаемой поверхности, что приводит к значительной потере разрешающей способности вдоль пространственной оси z . Для решения такой задачи предлагается использовать метод наименьших квадратов, который дает качественный результат при реконструкции рельефа исследуемой поверхности. Регуляризация не используется в силу того, что интегрирование по зашумленному градиенту является корректной задачей (результат такого интегрирования будет стремиться к истинному ответу при стремлении ошибки в градиенте к нулю).

2.3 Численный алгоритм решения

Входные данные представляются в виде изображений, например, как на рисунке 2.7, сохраняемых сканирующим электронным микроскопом в формате TIFF

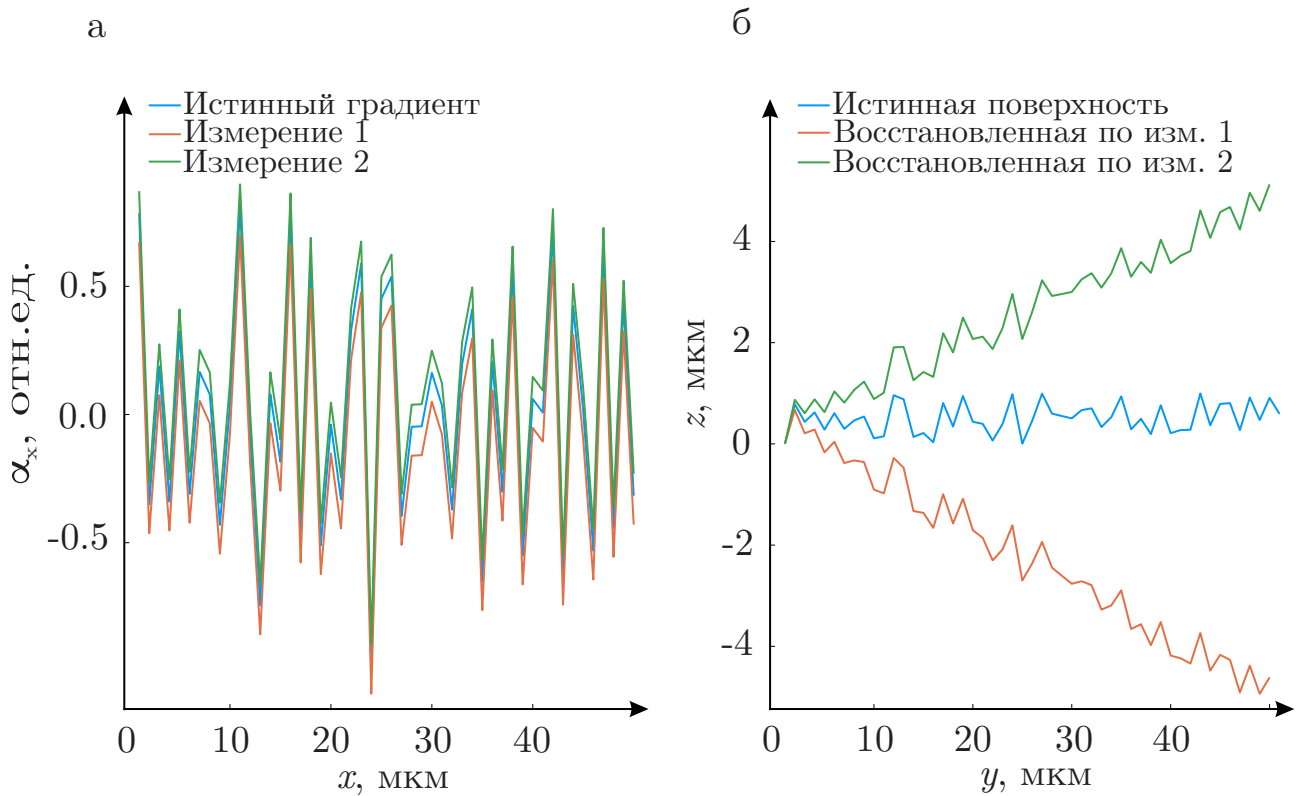


Рисунок 2.6 — Накопление ошибки интегрирования по экспериментально измеренному градиенту профиля. а — градиенты, б — восстановленные поверхности.

и легко могут быть представлены в виде матриц K^x , K^y размером $N \times N$. Элементы данных матриц представляют собой нормированные на единицу значения сигнала в каждой точке (например, рисунок 2.7) от каждого детектора отдельно, из которых легко можно составить сигнал в топографическом контрасте с помощью ур. (2.2) (выполняя преобразования по-элементно).

Будем считать, что предварительная калибровка уже произведена и что обратные к аппаратным функции $(F^x)^{-1}$ и $(F^y)^{-1}$ уже построены. Тогда можно поэлементно применить эти обратные функции к соответствующему сигналу I_{AB} , I_{CD} в топографическом контрасте. Для удобства интерпретации человеком двумерное поле компонент градиента может быть изображено как карта углов, которая показывает угол наклона локального участка поверхности в каждой точке к осям Ox и Oy (рис. 2.8).

Для удобства реализации численного алгоритма удобнее всего ввести масштаб в системе координат таким образом, чтобы единица измерения вдоль осей Ox и Oy соответствовала расстоянию между двумя соседними горизонтальными и вертикальными точками на изображении. Как уже было описано ранее в этой главе, величину шага h можно найти через микронную метку, формируемую микроскопом на изображении. Далее удобно реализовывать численный алгоритм

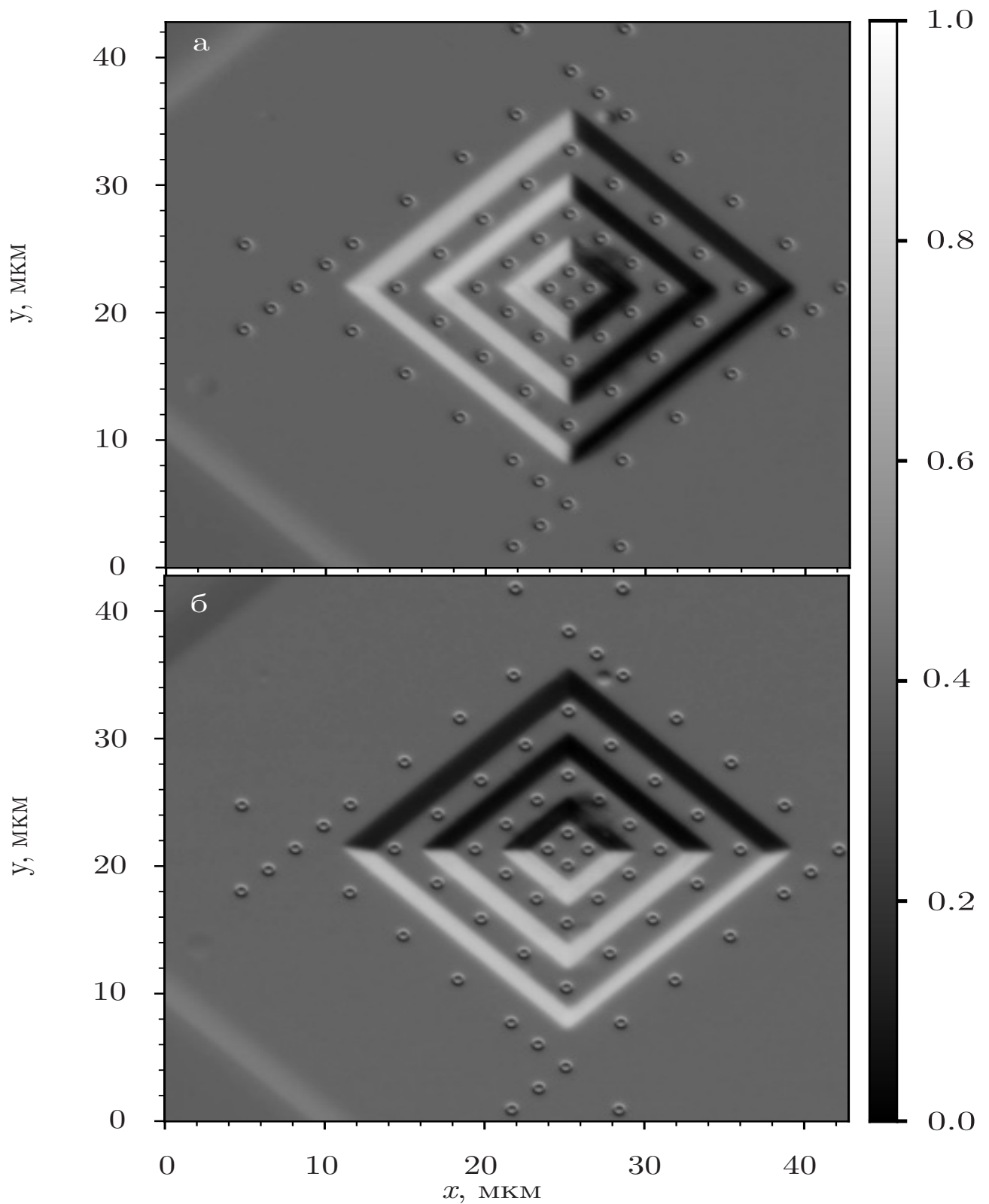


Рисунок 2.7 — Тестовый платиновый образец на кремниевой подложке. а — сигнал в топографическом контрасте I_{AB} , б — I_{CD} соответственно.

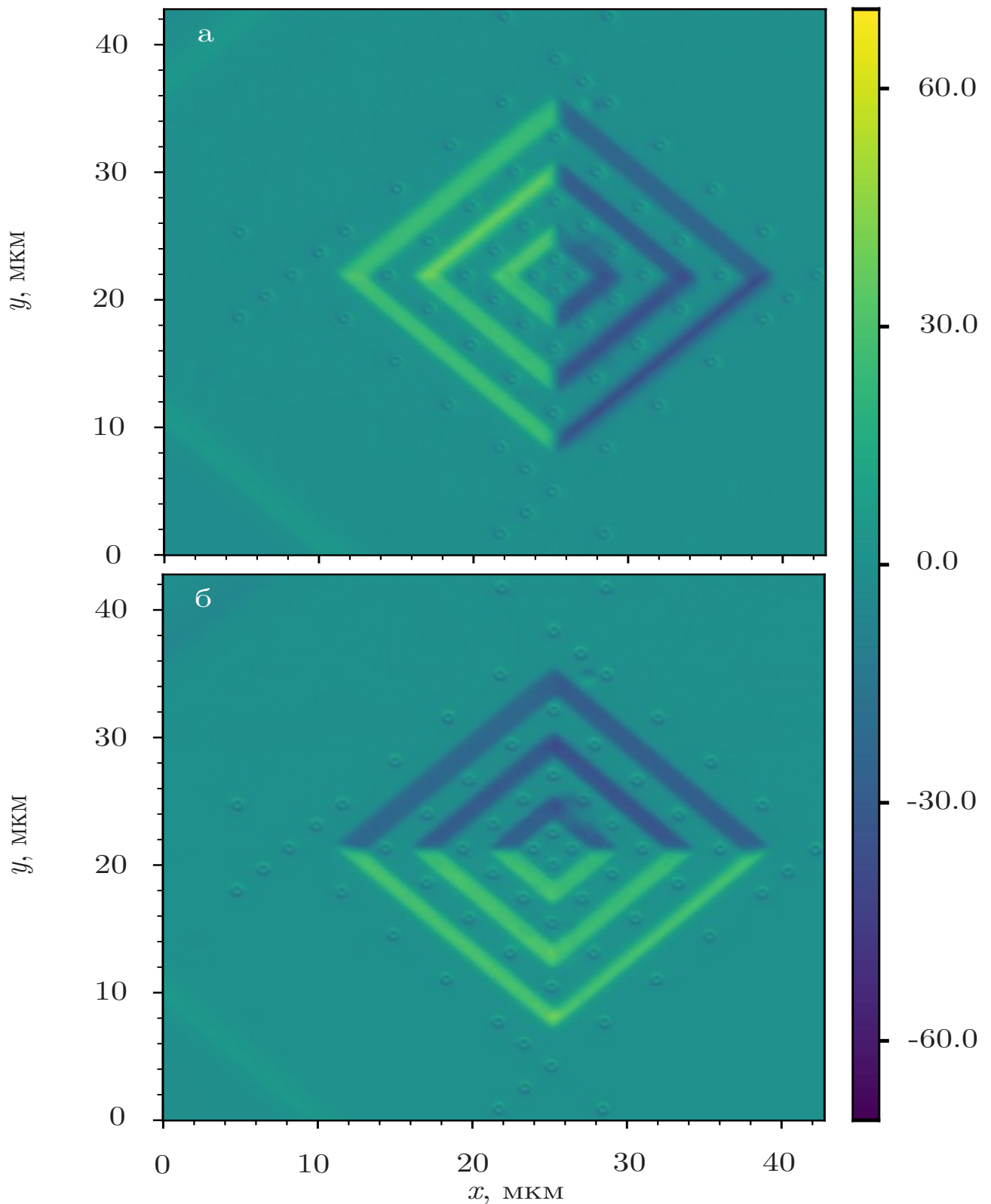


Рисунок 2.8 — Восстановленный градиент тестового образца, для удобства изображенный как карта углов наклона к осям. а — к оси x , б — к оси y .

в системе координат с “пиксельным” масштабом в котором $1 = h$ мкм. Относительное возвышение одних точек поверхности над другими также будем восстанавливать в этом масштабе. Для перевода координат точек (x, y) и относительных возвышений в реальный масштаб, например, для построения графиков, следует умножить каждую координату на масштабирующий множитель h .

Тогда восстанавливаемую функцию $u(x, y)$ следует искать как элемент, удовлетворяющий начальному условию и реализующий минимум функционала

$$G[u] = \|\nabla u - \mathbf{J}_\delta\|^2. \quad (2.4)$$

В экспериментах всегда использовалось тривиальное начальное условие $u(x_0, y_0) = 0$. В общем случае начальное условие может быть сформулировано для любой точки $(x, y) \in S$, или, если это известно априори, то для нескольких точек.

Для сведения этой задачи к системе линейных алгебраических уравнений удобно использовать приём перенумеровки элементов матрицы, что позволит представить её в виде вектора. Будем использовать “column-major order” (первые N элементов итогового вектора будут представлять N элементов первого столбца исходной матрицы): Например, для J_x эта перенумеровка элементов будет выглядеть следующим образом:

$$J_x \equiv \begin{pmatrix} j_{1,1}^x & j_{1,2}^x & \cdots & j_{1,N}^x \\ j_{2,1}^x & j_{2,2}^x & \cdots & j_{2,N}^x \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots \\ j_{N,1}^x & j_{N,2}^x & \cdots & j_{N,N}^x \end{pmatrix} \rightarrow \begin{pmatrix} j_{1,1}^x \\ j_{2,1}^x \\ \vdots \\ j_{N,1}^x \\ j_{1,2}^x \\ j_{2,2}^x \\ \vdots \\ j_{N,2}^x \\ \vdots \\ j_{1,N}^x \\ \vdots \\ j_{N,N}^x \end{pmatrix} \equiv B^x. \quad (2.5)$$

Выполняя аналогичное переупорядочивание для J_y , то получим B_y , а из искомой поверхности u — \hat{u} .

В итоге задача (2.4) может быть записана в матричном виде:

$$\hat{A}\hat{u} = \begin{pmatrix} B^x \\ B^y \end{pmatrix} \equiv B_\delta.$$

Здесь матрица \hat{A} размером $(2N^2 \times N^2)$ представляет конечно-разностную аппроксимацию оператора A : первые N^2 строк аппроксимируют $\frac{\partial}{\partial x}$, вторые — $\frac{\partial}{\partial y}$.

Используя для производных конечно разностные аппроксимации первого порядка точности, в общем виде элементы матрицы \hat{A} можно формализовать в следующем виде:

$$\begin{aligned} a_{i,i} &= \frac{-1}{h}, \text{ for } i = \overline{1, N^2}, \\ a_{i, i+N} &= \frac{1}{h}, \text{ for } i = \overline{1, N^2 - N}, \\ a_{i, i-N} &= \frac{1}{h}, \text{ for } i = \overline{N^2 - N, N^2}, \\ a_{N^2+i+N-1, i+N-1} &= \frac{-1}{h}, \text{ for } i = 1, N+1, 2N+1, \dots, (N-1)N+1, \\ a_{N^2+i+N-1, i+N-2} &= \frac{1}{h}, \text{ for } i = 1, N+1, 2N+1, \dots, (N-1)N+1, \end{aligned}$$

а также, когда $j = \overline{0, N-2}$:

$$\begin{aligned} a_{N^2+i+j, i+j} &= \frac{-1}{h}, \text{ for } i = 1, N+1, 2N+1, \dots, (N-1)N+1, \\ a_{N^2+i+j, i+j+1} &= \frac{-1}{h}, \text{ for } i = 1, N+1, 2N+1, \dots, (N-1)N+1, \end{aligned}$$

где h — шаг сканирования микроскопа ($h = 1$, если работа идет в “пиксельном” масштабе). Для лучшего понимания структуры матрицы A можно обратиться к изображению портрета разряженной матрицы (изображение матрицы, на котором отмечены ненулевые элементы) (рис. 2.9).

Итоговая СЛАУ является переопределенной: имеем $2N$ уравнений и N неизвестных. В данной диссертационной работе решение искалось с помощью метода наименьших квадратов:

$$\hat{u}_\delta = \underset{u}{\operatorname{argmin}} \|\hat{A}u - B_\delta\|^2.$$

В работе для поиска \hat{u}_δ использовался метод сопряженных градиентов [137–139].

2.4 Примеры трёхмерной реконструкции топографии поверхности

На рисунке 2.10 представлен результат восстановления поверхности микрообразца которая приводилась в качестве примера на рисунке 2.7 и чья карта углов

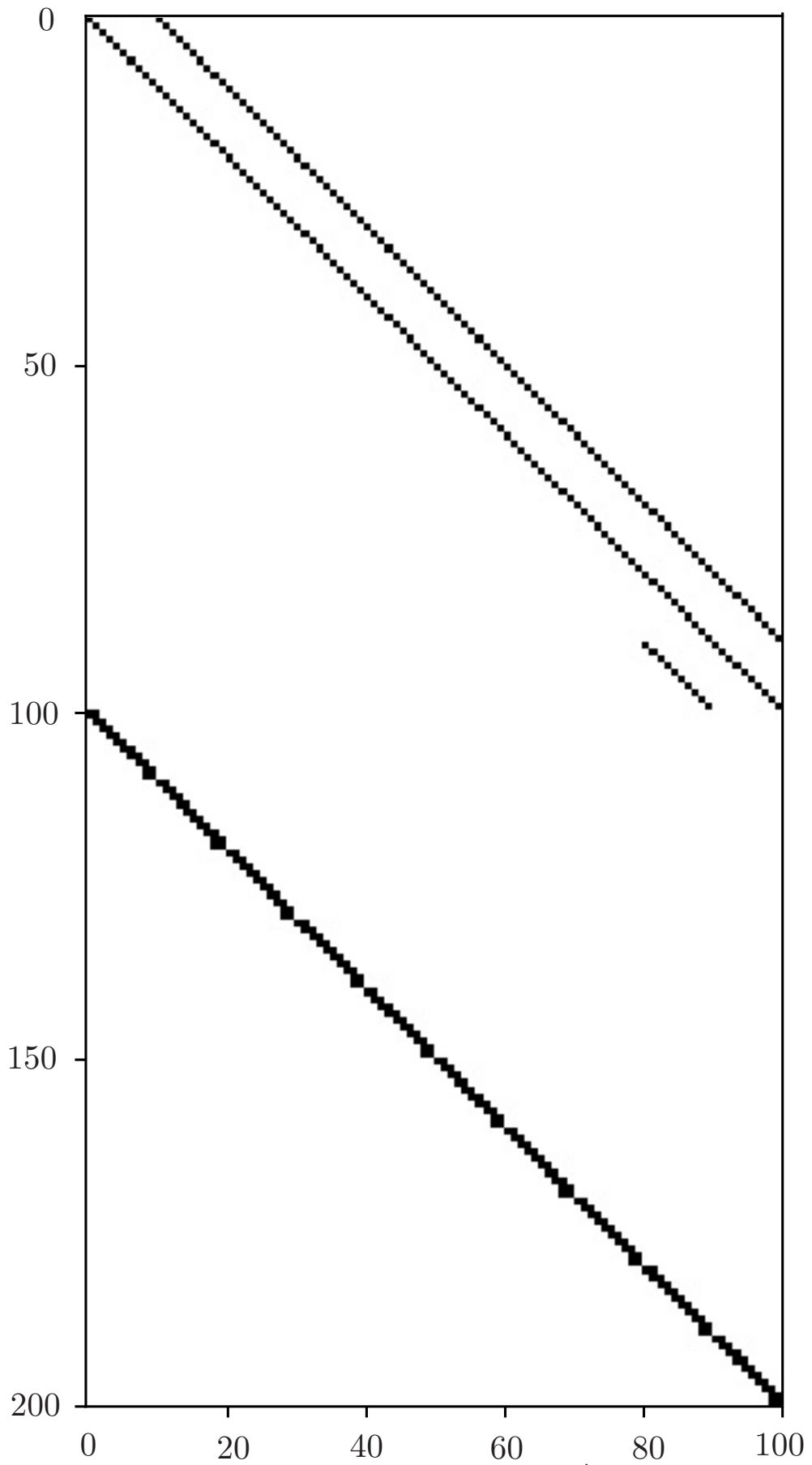


Рисунок 2.9 — Портрет разреженной матрицы \hat{A} для случая $N = 10$.

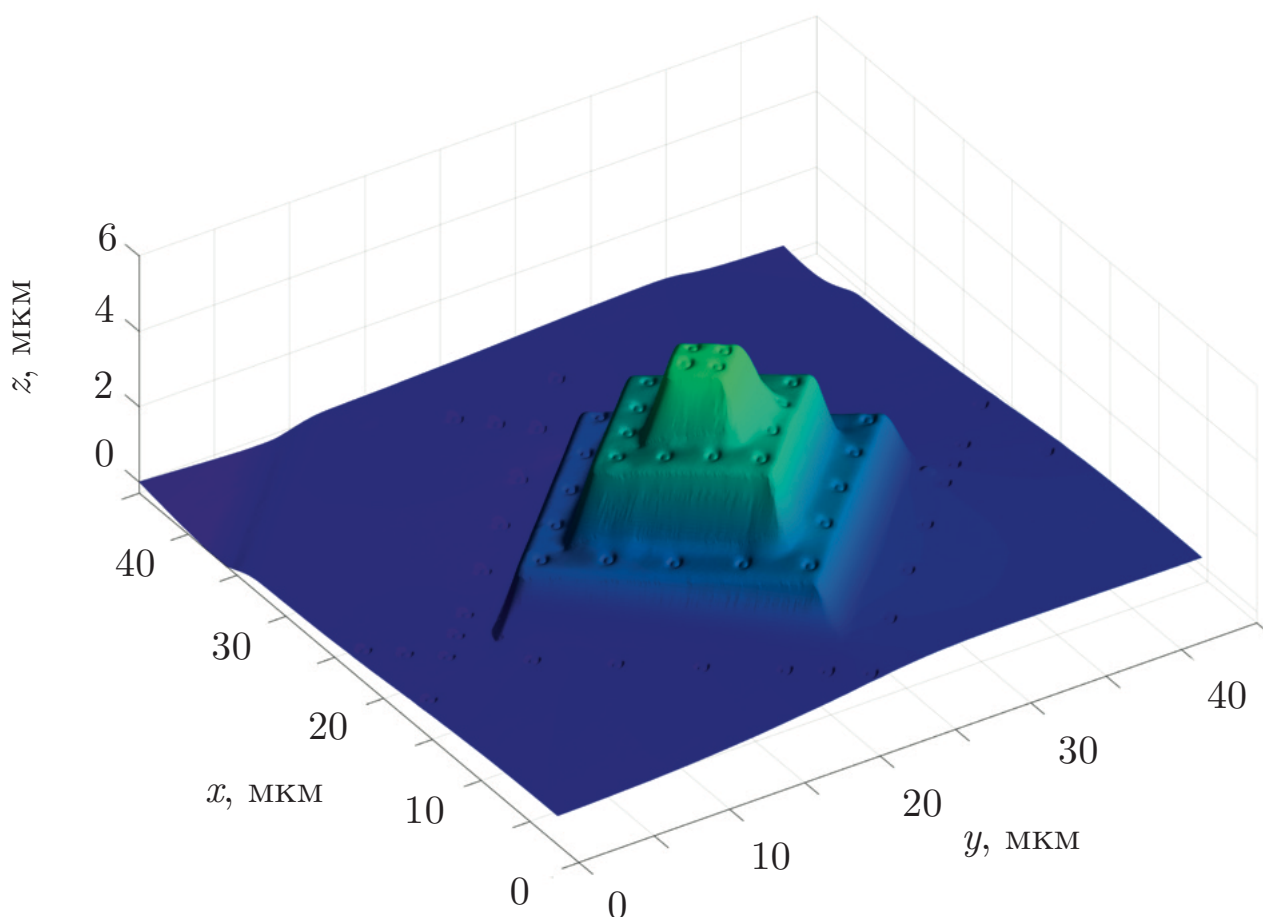


Рисунок 2.10 — Изображение восстановленной трёхуровневой пирамиды после ручной корректировки входного сигнала для совмещения геометрического положения круглых меток.

показана на рисунке 2.8, содержащий многоуровневую пирамиду, с маленькими метками-углублениями (рис. 2.7).

Вернемся, наконец, к микрообразцу, изображение которого было показано во введении этой главы на рисунке 2.1. На рисунке 2.11 показано изображение этого микрообразца в топографическом контрасте, где изображена некоторая особенность на поверхности медно-оловянной подложки. При быстром взгляде может показаться, что на подложке существует “выбоина”. Трёхмерная реконструкция топографии (рис. 2.12) поверхности позволяет снять все вопросы о качественном строении поверхности образца, а также получить количественные характеристики о высоте этой неоднородности.

Опыты показывают, что, несмотря на простоту, алгоритм позволяет восстанавливать микротопографию с разрешением по оси z сопоставимым с латеральным разрешением микроскопа. Масштаб восстановленной трёхмерной поверхности вдоль оси z напрямую связан с масштабом других осей, а точность

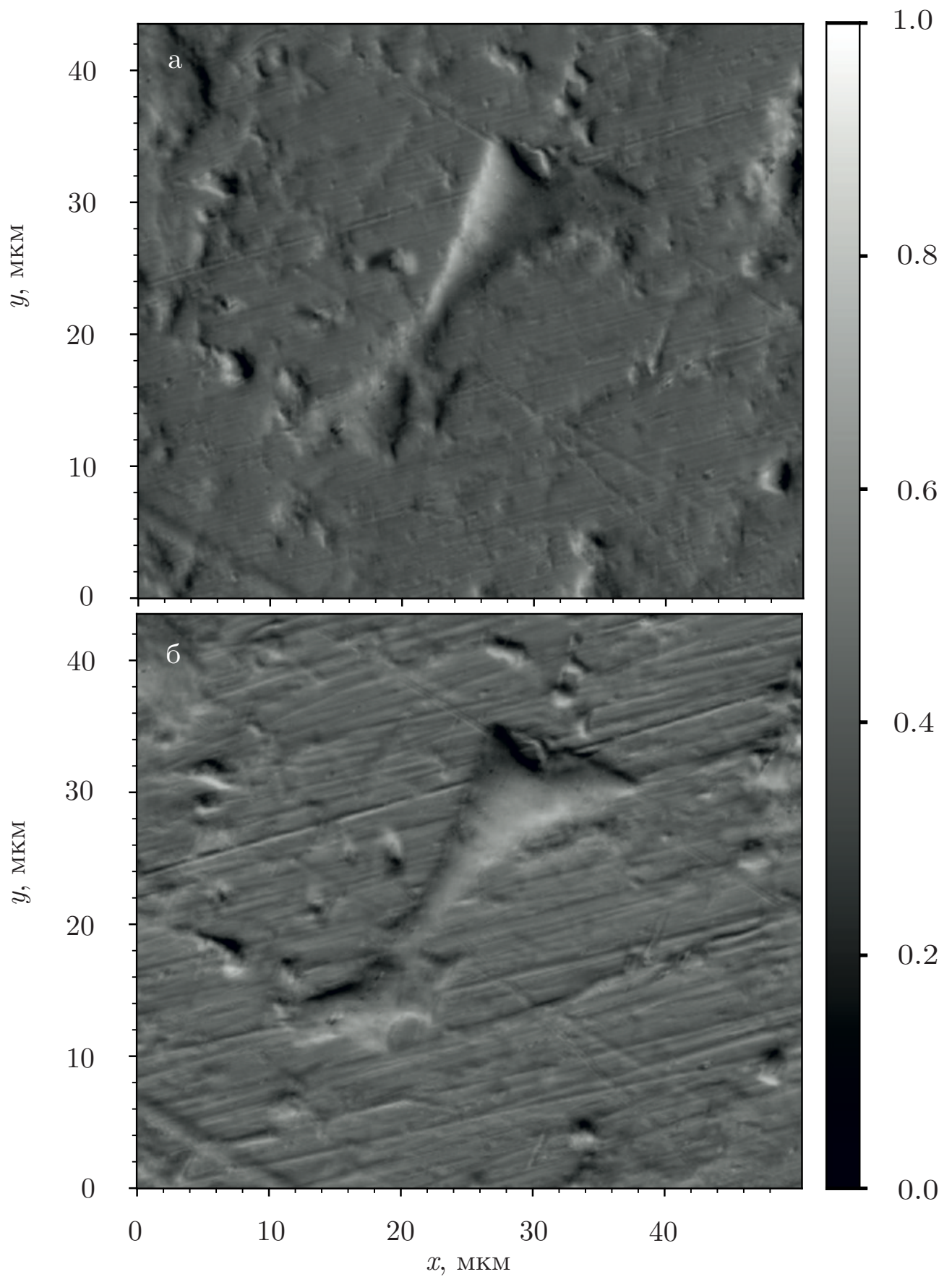


Рисунок 2.11 — Тестовый оловянно-медный образец. а — сигнал в топографическом контрасте I_{AB} , б — I_{CD} .

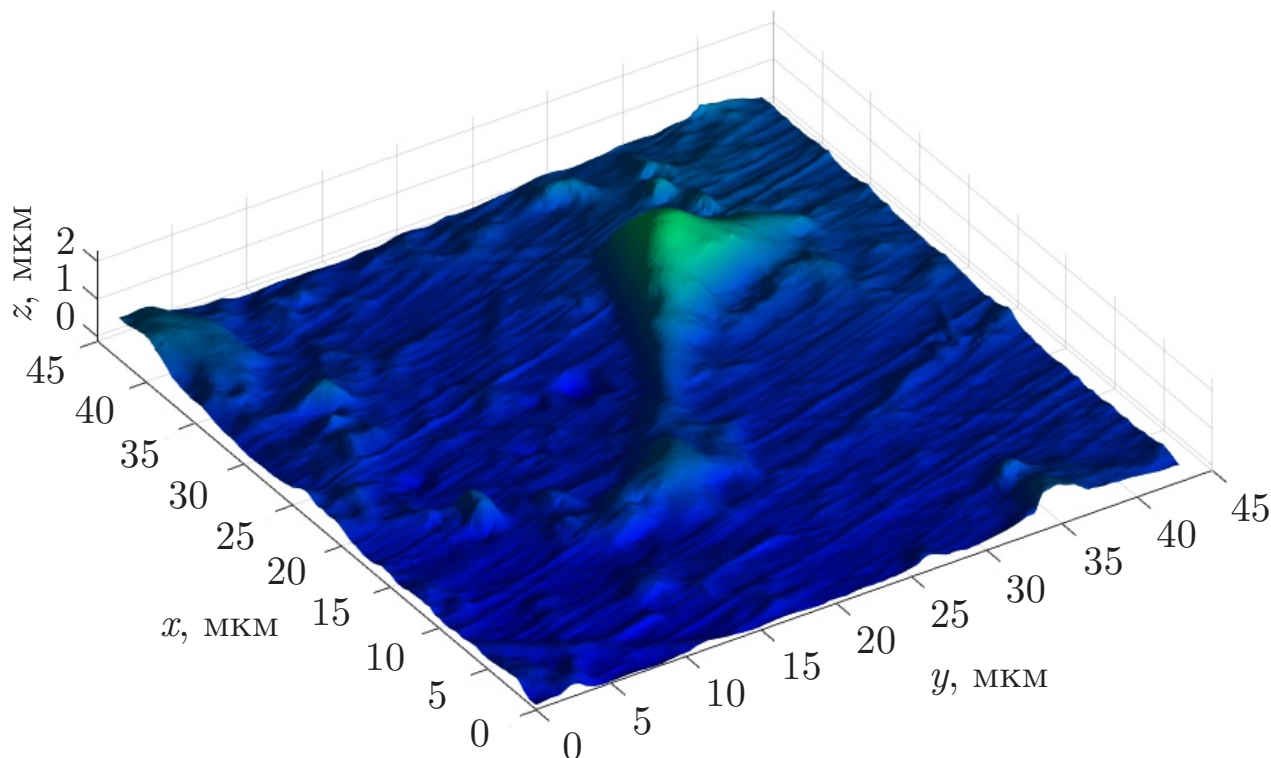


Рисунок 2.12 — Восстановленная поверхность медно-оловянной пластины.

восстановления в соответствии с первичными экспериментами оценивается пятью процентами, но данный вопрос ждет своего дальнейшего, более тщательного исследования.

Наиболее ярко эффективность восстановления микро топографии можно продемонстрировать на участке серебряного образца, подвергнутого тесту твердости Виккерса. В ходе этого теста в образец вдавливается кончик четырехгранной пирамиды, противоположные грани которой сходятся под углом 136° . Исходный сигнал изображен на рисунке 2.13, а его профилограмма — на рисунке 2.14.

На рисунке 2.14 можно наблюдать особенности топографии царапин на серебряной пластине, что свидетельствует о качестве восстановленной микро топографии рельефа образца. Также на трёхмерной реконструкции видны выпуклые области, которые образовались из-за выдавливания материала подложки по мере углубления индентора в материал вокруг вдавленной пирамиды, которые на исходном сигнале (рис. 2.13) были почти неразличимы. Такие выпуклые области характерны для всех поверхностей после теста Виккерса. Например, на изображении отпечатка индентора на железной полированной пластине отчетливо заметны такие выпуклости даже на исходном изображении, полученном с помощью сканирующего электронного микроскопа (рис. 2.15). Очевидно, тест на твердость по

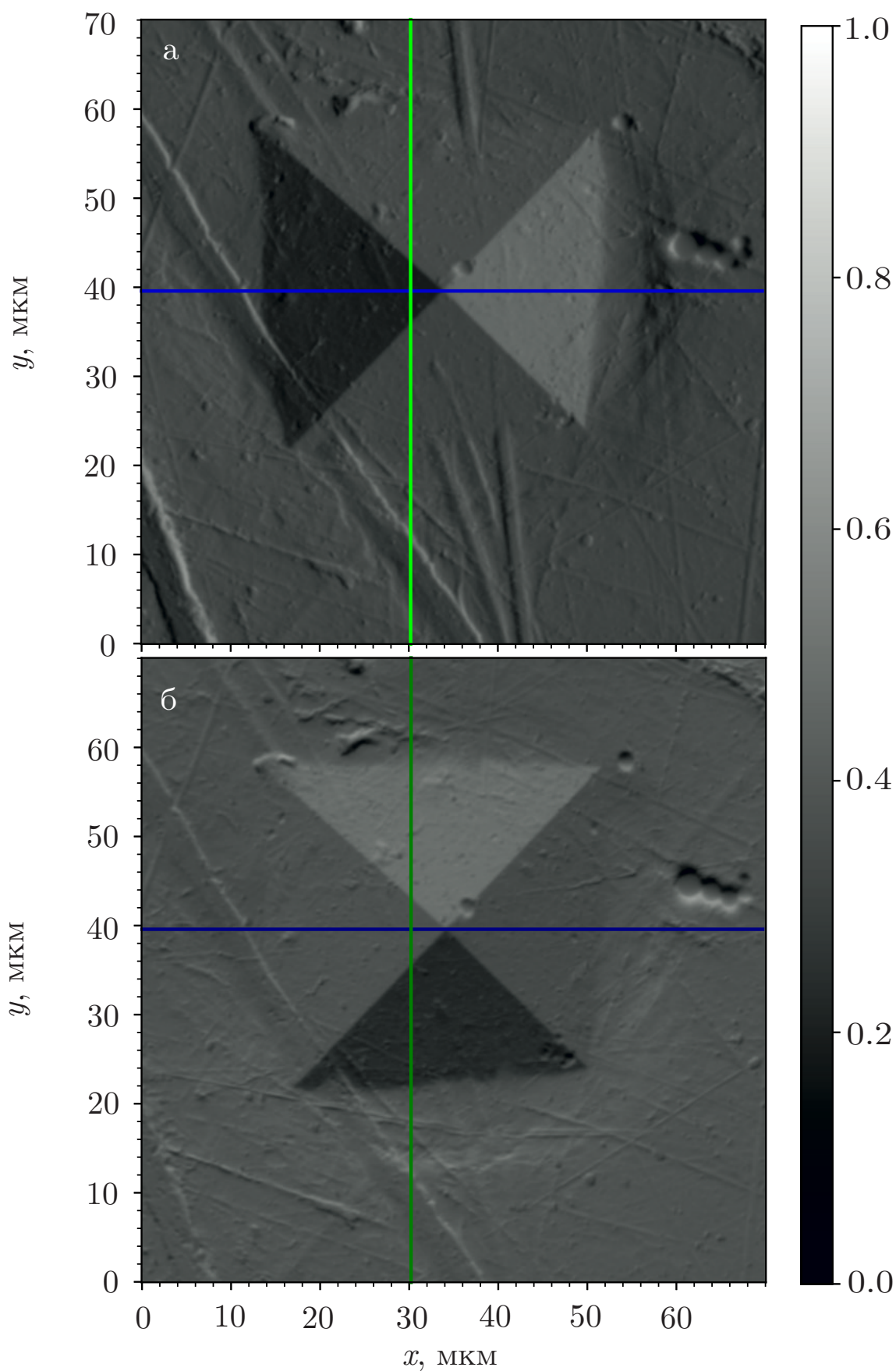


Рисунок 2.13 — Изображение золотой пластины после теста на твердость индентором Виккерса, полученное с помощью сканирующего электронного микроскопа: а — сигнал в топографическом контрасте I_{AB} , б — I_{CD} . Для расшифровки смысла синих и зелёных линий следует обратиться к рисунку 2.14.

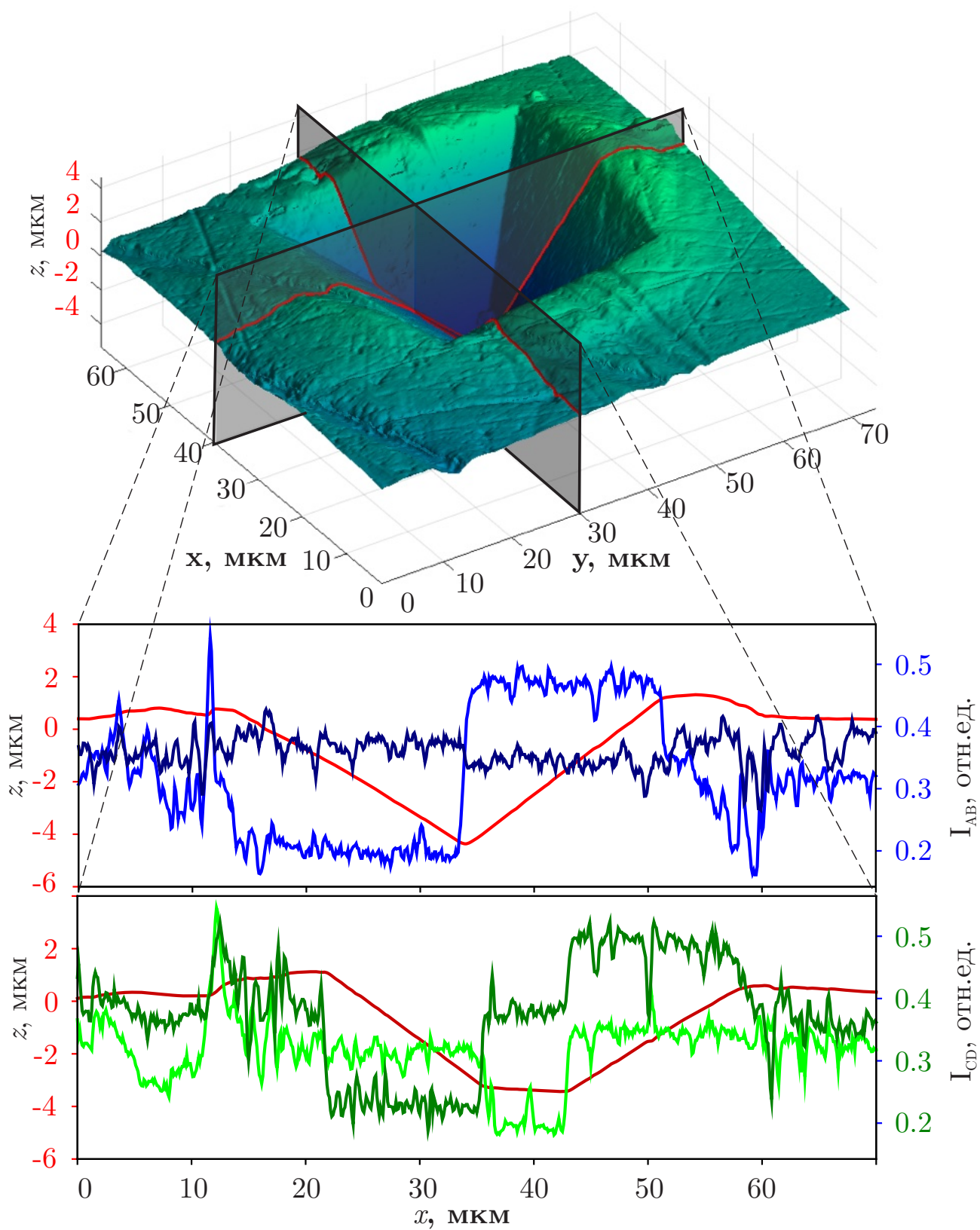


Рисунок 2.14 — Результат трёхмерного восстановления поверхности, изображенной на рисунке 2.13.

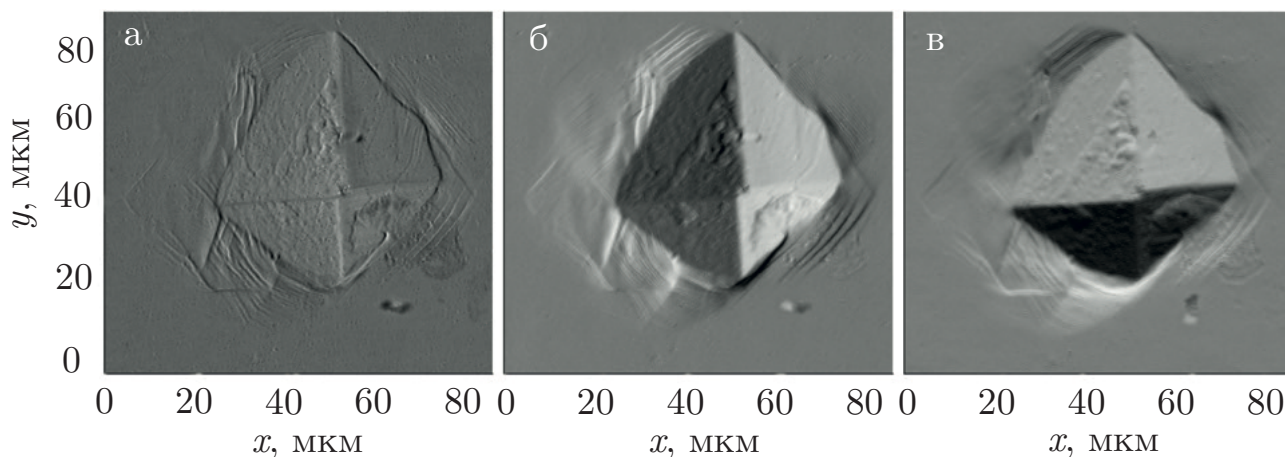


Рисунок 2.15 — Отпечаток индентора Виккерса на железной полированной пластине. а — сумма исходных сигналов с детекторов A, B, C, D ; б — сигнал в топографическом контрасте I_{AB} по оси Ox ; в — сигнал в топографическом контрасте I_{CD} по оси Oy .

Виккерсу проводился с некоторыми механическими неточностями (ориентация индентора относительно пластины), что привело к значительно неравномерному выдавливанию материала в стороны от индентора.

2.5 Результаты и их обсуждение

Разработаны математическая модель и оригинальный алгоритм трёхмерной реконструкции топографии поверхности с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов, а также прикладной комплекс программ, реализующий данный алгоритм.

Преимуществом разработанной методики реконструкции является отсутствие требования вращения исследуемого объекта или детекторов электронов, что делает возможным внедрение на широком классе уже существующих экспериментальных установок с четырёхквadrатным детектором обратно-рассеянных электронов, в том числе на установках с вручную устанавливаемыми детекторами. В ходе экспериментов по восстановлению топографии реальных образцов с достаточно гладкой поверхностью разработанный прикладной комплекс показал высокую производительность, а предложенная методология обработки экспериментальных данных и реконструкции поверхности микрообразцов — надежность даже в случае механических неточностей в позиционировании детекторов. Хотя

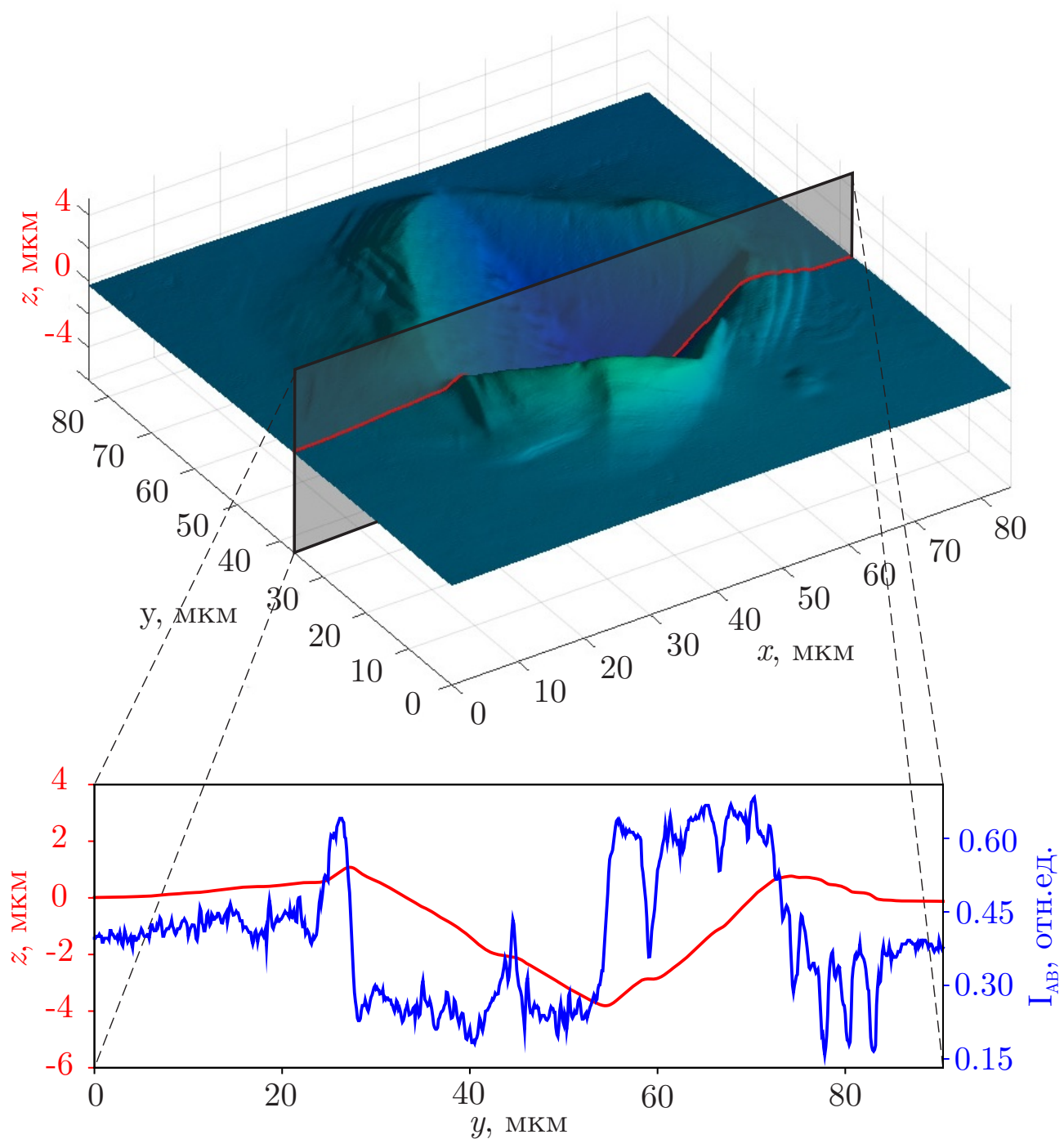


Рисунок 2.16 — Восстановленная поверхность участка полированной железной пластины после теста Виккерса. На вставке синим цветом отмечена профилограмма исходного сигнала I_{AB} (рис. 2.15).

метод не имеет принципиальной возможности восстановить поверхности, представляемые с помощью неоднозначных функций, и поверхности с большим углом наклона, он хорошо работает на гомогенных гладких поверхностях, где стереометрический метод испытывает значительные затруднения с выделением пар стереометрических точек, так же как и с большим количеством ложноотрицательных стереометрических пар.

В качестве дальнейших путей развития метода в будущих исследованиях следует обратить внимание на возможность составления модели прямой задачи, использующей не две аппаратные функции одной переменной: $F^x(\alpha_x) : \alpha_x \mapsto I_{AB}$ и $F^y(\alpha_y) : \alpha_y \mapsto I_{CD}$, а в виде одной функции $\mathbb{R}^2 \rightarrow \mathbb{R}^2$, которая по паре локальных углов наклона поверхности в данной точке $(\alpha_x(x, y), \alpha_y(x, y)) \rightarrow (I_{AB}(x, y), I_{CD}(x, y))$ сопоставляет пару значений интенсивности сигнала в топографическом контрасте. В настоящей работе целью было составление алгоритма для поверхностей с малыми углами наклона и эвристики использованные при составлении аппаратных функций, которая позволила обойти проблемы неоднозначности аппаратной $F^x(x, y)$ для точек, имеющих один и тот же α_x , но разный α_y . Составление модели прямой задачи в виде одной функции $\mathbb{R}^2 \rightarrow \mathbb{R}^2$ позволит корректно обрабатывать случаи, вызывающие эту неоднозначность, и получать более качественные трёхмерные реконструкции топографии поверхностей, имеющих значительные локальные углы наклона. Также в дальнейшем возможно использовать второй набор детекторов: в настоящем диссертационном исследовании в экспериментальной установке использовались детекторы A, B, C, D , установленные под углом 60° к падающему электронному пучку. Использование второго набора детекторов, установленных под углом 30° , увеличит степень переопределенности системы, что, как правило, всегда положительно сказывается на качестве решения обратных задач.

Глава 3. Обратная задача томографии приповерхностных слоёв массивных образцов

В главе 1 были описаны деструктивные методы исследования внутренней структуры образца: методы послойной съёмки образца и исследование с помощью сфокусированного ионного пучка (см. п. 1.4.1). В этих методах верхние слои удаляются (механически или с помощью сфокусированного ионного пучка), и только после этого изучается внутренняя структура. Среди неdestructивных методов исследователю доступна “классическая” томография с помощью просвечивающего электронного микроскопа, которая на основе преобразования Радона и множества снимков “на просвет” позволяет (см. п. 1.4.2) восстановить внутреннюю структуру образца, прозрачного для электронов. Для проведения томографии приповерхностных слоёв массивных непрозрачных для электронов образцов необходимо использовать физический факт о том, что при вариации ускоряющего напряжения электроны проникают на разную глубину (см. п. 1.2 и рисунок 1.1). Так, с увеличением ускоряющего напряжения всё большее число слоёв образца участвует во взаимодействии с электронным пучком и, следовательно, в формировании изображения. В пунктах 1.4.3 и 1.4.4 кратко описываются известные методы исследования образцов, использующих методологию вариации ускоряющего напряжения. К ним относятся качественное обнаружение подповерхностных неоднородностей и томографирование, основанное на методе слепого разделения сигналов исходящих от разных слоёв образца.

В данной главе будет описан метод, развивающий идею исследования образца при нескольких ускоряющих напряжениях, но, в отличие от метода, описанного в п. 1.4.4 (по своей сути статистического метода), будет использоваться явное выражение для сигнала, фиксируемого сканирующим электронным микроскопом в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов на примере трёхслойной структуры. На основе аналитического выражения для сигнала будут сформулированы несколько постановок обратной задачи (отличающихся между собой типом используемой априорной информации) на восстановление толщин плёнок, решение которых позволит произвести полное восстановление трёхмерной структуры образца, то есть выполнить томографию.

Для решения этой задачи в разделе 3.1 строится аналитическое выражение для зависимости экспериментально детектируемого сигнала от энергии первич-

ных электронов, материалов и толщин слоёв для случая трёхслойных структур. Далее, в разделе 3.2, используя построенное аналитическое выражение и серию изображений, полученных при различных значениях ускоряющего напряжения, на примере Al-Au-Si образца решается обратная задача восстановления толщин слоёв с использованием различной априорной информации, то есть восстанавливается томография.

3.1 Описание модели прямой задачи для случая трёхслойных структур

Принципы нанотомографии с использованием сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов схематично показаны на рисунке 3.1. Электронный зонд сканирует поверхность образца от точки к точке в плоскости, перпендикулярной этому лучу. Рассеянные на некоторой глубине электроны выходят из толщи образца под средним углом γ . При любом выбранном угле детектор регистрирует не только электроны, отраженные на наиболее вероятной глубине под наиболее вероятным углом, но и часть электронов, вышедших из 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 [140]. Аналогичное наложение изображений происходит при фиксированном угле γ и нескольких близких значениях ускоряющего напряжения E_0 .

В общем случае для произвольного образца интенсивность регистрируемого сигнала определяется выражением [141]

$$I_n = L + KS = L + K (\eta \times \varepsilon \times F). \quad (3.1)$$

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 установки сканирующего электронного микроскопа, которые настраиваются во время эксперимента (L — это уровень сигнала, K — постоянный коэффициент усиления сигнала). Параметры L и K можно выразить через

энергию первичных электронов E_0 . Остальные параметры η , ε , F сложным образом зависят от E_0 и структуры образца (материала и толщины слоёв в случае многослойных структур). Далее будем предполагать, что поверхность образца достаточно плоская и лежит в плоскости XY . 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. Полученное изображение представляется в виде матрицы $I_n(E_{0n}, x, y)$, элементы которой нормированы на единицу и измеряются в условных единицах.

Для построения аналитических выражений для детектируемого сигнала от трёхслойной структуры прежде всего необходимо откалибровать сканирующий электронный микроскоп 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 сканирующего электронного микроскопа рядом с исследуемым образцом во время калибровки. Один из эталонов должен быть изготовлен из материала с относительно низким атомным номером $Z_{min} \approx 10 - 15$, другой — с высоким $Z_{max} \gtrsim 50$. Измерив соответствующие сигналы $I_{Z_{min}}$, $I_{Z_{max}}$ от этих эталонов, с помощью выражения (3.1) можно определить параметры L и K . Заметим, что 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 (3.1), сначала рассмотрим уже классический случай тонкого слоя на массивной подложке (система S_1 на рисунке 3.1). После этого перейдем к случаю трёхслойной структуры. Она будет рассматриваться в виде тонкого слоя на “эффективной подложке” (система S_2 на рисунке 3.1).

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

Доля отражённых электронов η зависит от материала, структуры образца и энергии первичных электронов E_0 . В случае однородного массивного образца с

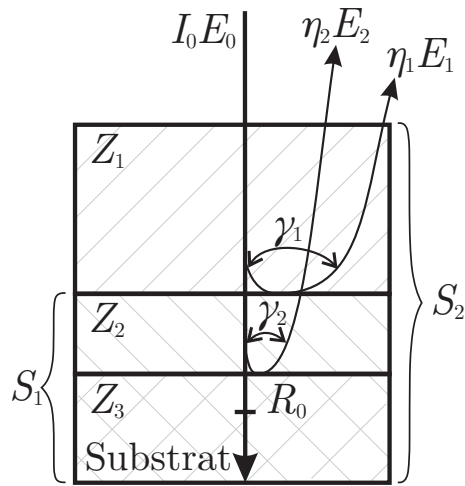


Рисунок 3.1 — Схема взаимодействия потока сканирующих электронов $I_0 E_0$ с трёхслойной структурой, состоящей из двух материалов с атомными номерами Z_1, Z_2 и массивной подложки — Z_3 . При разных значениях ускоряющего напряжения (E_{01} и E_{02}) электроны зондирующего пучка проникают на разную глубину и имеют разные наиболее вероятные углы выхода γ_1 и γ_2 соответственно, формируя обратно-рассеянные электроны $\eta_1 E_{01}, \eta_2 E_{02}$. Системой S_1 обозначен хорошо изученный случай тонкого слоя Z_2 на массивной подложке Z_3 , системой S_2 — исследуемый в настоящей работе случай трёхслойных структур, который будет представляться в виде тонкого слоя Z_1 на “эффективной подложке S_1 ”.

атомным номером Z хорошим приближением для η является выражение [142]

$$\eta(E_0, Z) = \beta(E_0) \left(1 - e^{-0.0066 \cdot Z \cdot \beta(E_0)^{-2.5}} \right). \quad (3.2)$$

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

$$\varepsilon(\eta) \equiv \varepsilon(E_0, Z) = 0.47 (1 + 1.4\eta). \quad (3.3)$$

В случае, когда исследуемый образец представляет собой систему с тонким слоем толщиной d на массивной подложке (система S_1 на рисунке 3.1), хорошим приближением для коэффициента обратно-рассеянных электронов η_{sf} является [143—145] выражение

$$\eta_{sf} = \eta_{so} + (\eta_{fo} - \eta_{so}) \eta_{f/of}, \quad (3.4)$$

где η_{so} — доля обратно-рассеянных электронов от массивного образца, изготовленного из материала подложки, η_{fo} — от материала тонкого слоя. Коэффициенты

η_{so} , η_{fo} можно найти из уравнения (3.2), а значение $\eta_{f/of}$ находится из соотношения

$$\eta_{f/of} = \left[1 - \exp \left(-A(\cdot) \left(\frac{d}{R(E_0; \cdot)} \right)^{p(\cdot)} \right) \right], \quad (3.5)$$

которое является компиляцией многих работ ([140; 146; 147]). Здесь R — глубина свободного пробега электронов, выражение для которой будет приведено ниже. Параметры A , p , входящие в уравнение (3.5), зависят от материала мишени. Согласно работе [146] значения констант для материалов образца следующие: $A(Au) = 23.7$; $A(Al) = 4.93$; $A(Si) = 4.95$, $p(Al) = 2$; $p(Au) = 1.41$; $p(Si) = 1.96$. В научной литературе наблюдается довольно большой разброс в записи выражения для величины свободного пробега электронов, поэтому будем пользоваться некоторым усреднённым значением

$$R(E; \cdot) = 67.5\rho^{-0.85}E^{1.5}, \quad (3.6)$$

где R приводится в [нм], E — в [кэВ], ρ — удельная массовая плотность вещества мишени в [г/см³].

Теперь перейдём к рассмотрению трёхслойной структуры (система S_2 на рисунке 3.1, которая представляется в виде тонкого слоя на “эффективной подложке S_1 ”). Далее, для более ясного изложения все выражения будут приведены для случая Al-Au слоёв (с толщинами t_{Al} и d_{Au} соответственно) на массивной кремниевой подложке. Приведённые аналитические выражения легко адаптировать для других материалов, а если химический состав исследуемого образца неизвестен, то с помощью локального рентгеновского микроанализатора (которым снабжены многие современные сканирующие электронные микроскопы) можно определить все содержащиеся в образце химические элементы [148].

В случае трёхслойных структур необходимо учитывать потери, которые испытывает поток первичных электронов при прохождении покровного (верхнего) слоя алюминия. В соответствии со статьёй [147] долю электронов, прошедших покровный слой алюминия, можно выразить через коэффициент

$$\eta_{tr} = \exp \left[-4.605 \left(\frac{t_{Al}}{R(E_0; Al)} \right)^{p(Al)} \right], \quad (3.7)$$

где t_{Al} — толщина покровного слоя алюминия. Величина свободного пробега электронов в алюминии $R(E_0; Al)$ находится из уравнения (3.6) при $E = E_0$. Пройдя покровный слой алюминия, электроны будут обладать энергией $E_{tr} =$

$\varepsilon_{tr}E_0$, которая выражается через коэффициент ε_{tr} [147]:

$$\varepsilon_{tr} = C_{mk}(t, E_0; Al) \exp\left(-\frac{t}{R_0(E_0; Al)}\right). \quad (3.8)$$

Здесь функция $C_{mk}(t, E_0; Al)$ несёт смысл отраженной от поверхности энергии [147]. Она может быть выражена через долю отражённых от алюминия электронов η_{Al} (найденная при E_0 из уравнения (3.2)) следующим образом:

$$C_{mk}(t, E_0; Al) = \frac{1 + 0.5\eta_{Al} + 0.5\eta_{Al}^2}{1 + \eta_{Al}}. \quad (3.9)$$

Среднюю энергию спектра прошедших через покровный слой электронов определим с помощью следующего уравнения [149—151]:

$$E_p = \varepsilon_p \times E_{tr} = 0.85 \times \varepsilon_{tr}E_0. \quad (3.10)$$

Используя значение энергии E_p , можно найти глубину свободного пробега электронов $R_1(E_p; Au)$ в материале среднего слоя (золото) из уравнения (3.6).

Для определения доли отражённых электронов от всей трёхслойной структуры будем использовать аналогичное уравнению (3.4) выражение:

$$\eta_{sff} = \eta_{eff} + (\eta_{Al} - \eta_{eff}) \eta_{f/off}. \quad (3.11)$$

Здесь $\eta_{f/off}$ находится из уравнения (3.5) для слоя алюминия толщиной t_{Al} при энергии E_0 :

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

Доля обратно-рассеянных электронов от “эффективной подложки S_1 ” η_{eff} , которая учитывает наличие потерь при проходе покровного слоя, может быть найдена как

$$\eta_{eff} = \eta_{tr} \left(\eta'_{os} + (\eta'_{of} - \eta'_{os}) \eta'_{f/of} \right), \quad (3.12)$$

где, в свою очередь, доли обратно-рассеянных электронов η'_{os} , η'_{of} следует вычислить при энергии $E_{tr} = \varepsilon_{tr}E_0$ (см. уравнения (3.7), (3.8) и (3.9)) с помощью уравнения (3.2), а коэффициент η'_{of} для слоя золота толщиной d_{Au} следует найти при энергии E_p (см. (3.10)) следующим образом:

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

Получив финальный коэффициент для доли отражённых электронов η_{sff} от всей трёхслойной структуры, из уравнения (3.3) следует найти коэффициент ε_{sff} для средней энергии E_{sff} отражённых от всей трёхслойной структуры. Последним неизвестным в выражении (3.1) остаётся функция отклика детектора F , нахождение которой является наиболее деликатной проблемой. В литературе нет единого мнения относительно определения аналитического выражения для функции отклика детектора. Поэтому в данной работе решено использовать полуэмпирическое выражение для F . Дальнейшие рассуждения построены на следующих соображениях: любой детектор обратно-рассеянных (сцинтиляционный или на основе планарного полупроводникового $p-n$ перехода) имеет тонкий лицевой “мертвый” слой толщиной D , равной нескольким единицам или десяткам нанометров. Детектируемый сигнал пропорционален прошедшему через этот слой потоку обратно-рассеянных электронов. Потерю в энергии обратно-рассеянных электронов при прохождении этого мёртвого слоя можно охарактеризовать аналогичным (3.8) выражением, внося в него корректировки, учитывающие наличие некоторого спектрального распределения в энергию обратно-рассеянных электронов. Для этого введём новый параметр σ , который отражает тот факт, что F обратно пропорциональна числу отражённых от всего образца потоку электронов и прямо пропорциональна доле η_D обратно-рассеянных от материала детектора электронов. В первом приближении, эту зависимость выразим с помощью эмпирической формулы $\sigma = 0.5\eta_D/\eta_{sff}$, где доля обратно-рассеянных электронов η_{sff} от всего образца вычисляется с помощью уравнения (3.11), а долю отражённых от материала детектора электронов η_D необходимо найти при энергии E_{sff} по формуле (3.2). С помощью σ определим аналогичный (3.9) коэффициент C_{sk} , но для случая спектра отражённых электронов

$$C_{sk} = \frac{1 + 0.47\sigma + 0.47\sigma^2}{1 + \sigma}. \quad (3.13)$$

В результате получим выражение

$$F(D; \cdot) = C_{sk} \exp\left(-\frac{D}{R_D(E_{sff}, \cdot)}\right), \quad (3.14)$$

где величину свободного пробега в материале (\cdot) детектора необходимо вычислить с помощью уравнения (3.6), используя энергию E_{sff} . Полученные соотношения (3.13) и (3.14), как показали эксперименты, достаточно точно описывают случай трёхслойной структуры, изучаемой в настоящей работе.

В экспериментах в качестве детектора использовался планарный кремниевый детектор (с толщиной лицевого слоя $D = 20$ нм), с несколько усовершенствованной конструкцией [152], установленный на сканирующем электронном микроскопе LEO-1455 (Zeiss, Германия). Конечно, можно использовать и стандартные коммерческие детекторы, но с условием пересчёта функции отклика F . Все эксперименты проводились для среднего угла выхода обратно-рассеянных электронов $\gamma = 45^\circ$.

3.2 Постановка задачи и алгоритм численного решения

В работе исследовался трёхслойный Al-Au-Si образец (его изображение при $E_0 = 10$ кэВ показано на рисунке 3.3), который состоял из массивной кремниевой подложки, поверх четырёх участков которой были нанесены слои золота различной толщины, финальным слоем в 150 нм был нанесён 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 участки с разной толщиной плёнок, с общей толщиной 150.0, 154.6, 160.7, 169.9 нм соответственно, которые в дальнейшем будут обозначены как Rg_0 , Rg_4 , Rg_{10} , Rg_{19} (см. рисунок 3.3).

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 аналитическое выражение для сигнала сканирующего электронного микроскопа в виде

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

Используя результаты из предыдущего раздела, можно построить выражение для зависимости интенсивности сигнала от ускоряющего напряжения E_{0n} , толщин слоёв алюминия t_{Al} и золота d_{Au} в точке (x, y) образца

$$M \left(E_{0n}, t_{Al}(x, y), d_{Au}(x, y) \right) \mapsto [0, 1]. \quad (3.15)$$

Здесь используется новое обозначение для интенсивности сигнала M , чтобы подчеркнуть, что аргументами являются толщины слоёв алюминия и золота в точке

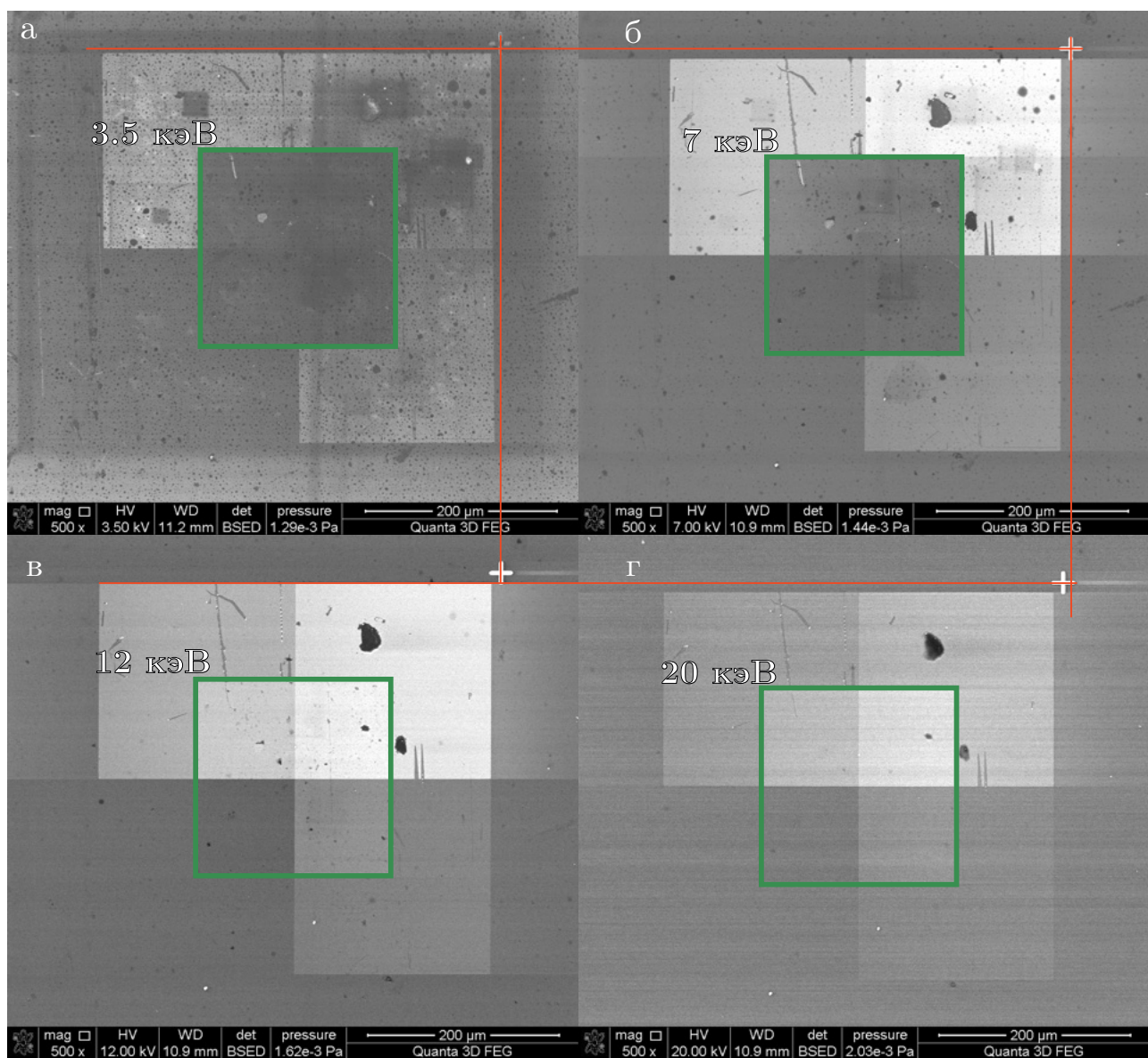


Рисунок 3.2 — Полное изображение исследуемого образца при различных ускоряющих напряжениях. В центре каждого снимка зелёным выделена область, для которой будет производиться восстановление толщин плёнок. Красные линии призваны показать неидеальную центровку изображения в кадре при формировании изображения при разных энергиях. а — 3.5 кэВ, б — 7.0 кэВ, в — 12.0 кэВ, г — 20.0 кэВ.

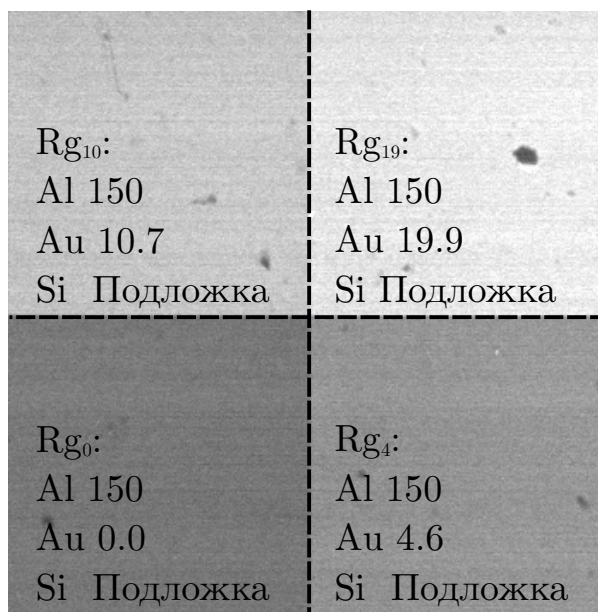


Рисунок 3.3 — Изображение центральной области при $E_0 = 10$ кэВ исследуемого образца, выделенное зелёным на рисунке 3.2. Черными линиями указано разделение на четыре области Rg_0 , Rg_4 , Rg_{10} , Rg_{19} (здесь индексы области обозначают соответствующую толщину слоя Au). Во всей восстанавливаемой области присутствует покровный слой Al толщиной 150 нм.

(x, y) . Полную запись этого отображения опустим в связи с его громоздкостью. Сравнение построенного аналитического выражения с экспериментальными значениями сигнала для исследуемого образца (см. рисунок 3.3) приведено на рисунке 3.4.

Обратная задача по восстановлению толщин слоёв алюминия и золота может быть сформулирована разными способами в зависимости от наличия априорной информации о структуре образца:

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

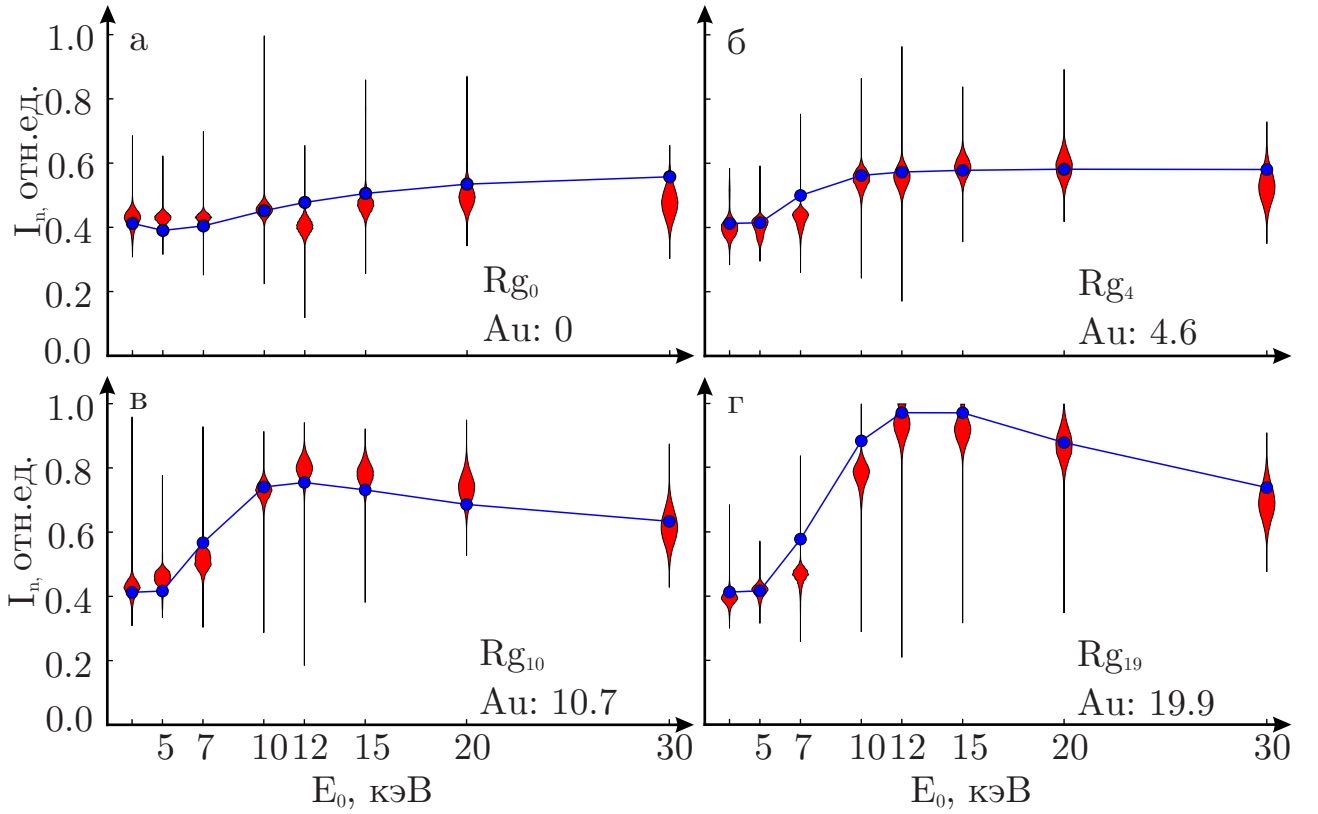


Рисунок 3.4 — Сравнение построенной модельной функции сигнала $M(E_0, t_{Al}, d_{Au})$ (синяя кривая) с экспериментальными данными в каждой из областей (красный скрипичный график, ширина которого отражает распределение плотности вероятности для соответствующего значения по оси Y). По оси X отложено ускоряющее напряжение в кэВ, по оси Y — сигнал в относительных единицах. а — в области Rg_0 , б — в области Rg_4 , в — в области Rg_{10} , г — в области Rg_{19} .

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

$$J(\mathbf{z}) = \sum_{n=1}^{N_E} \left(T - M(E_{0n}, t_{Al}, d_{Au}) \right)^2 + \alpha \Omega(\mathbf{z}), \quad (3.16)$$

где $\mathbf{z} \in \mathbb{G} \subseteq \mathbb{R}^2$, \mathbb{G} несёт смысл естественных или априорных ограничений (например, $t_{Al}, d_{Au} \geq 0$); α — параметр регуляризации, выбираемый эмпирически или по принципу обобщенной невязки [153]; 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 тождествен-

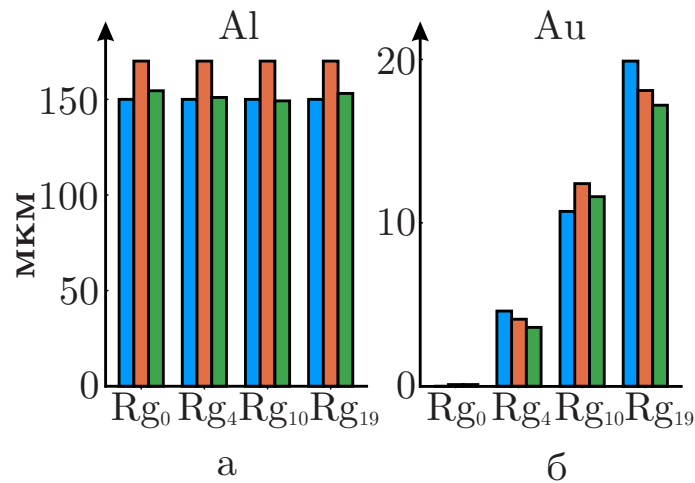


Рисунок 3.5 — Результаты восстановления толщин слоёв золота и алюминия в случае, когда используется априорная информация о постоянной толщине слоёв в областях $Rg_0, Rg_4, Rg_{10}, Rg_{19}$. Столбцы слева направо: известная толщина (синий), результат восстановления для Ω_0 (оранжевый), для Ω_H (зеленый). а — восстановление слоя алюминия, б — золота.

ным нулю $\Omega_0(\mathbf{z}) \equiv 0$, или при наличии априорной информации о суммарной толщине слоёв H — в виде $\Omega_H(\mathbf{z}) = (H - t_{Al} - d_{Au})^2$.

Для нахождения минимума функционала (3.16) будем использовать модификацию алгоритма BFGS [154; 155] 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 [156; 157] для более быстрой численной реализации алгоритма. Параметр регуляризации $\alpha = 0.0001$ был выбран эмпирически, сопоставимым по порядку с абсолютными значениями компонент градиента минимизируемого функционала (3.16).

Приведённые на рисунках 3.5, 3.6 результаты показывают, что при использовании априорной информации о суммарной толщине слоёв H удается 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 (3.15). Восстановив толщины слоёв в каждой точке микрообразца, можно построить объёмную реконструкцию исследуемой области в масштабе (см. рисунок 3.7) или выделить интересующие сечения в любых плоскостях (например, непрозрачный срез на рисунке 3.7).

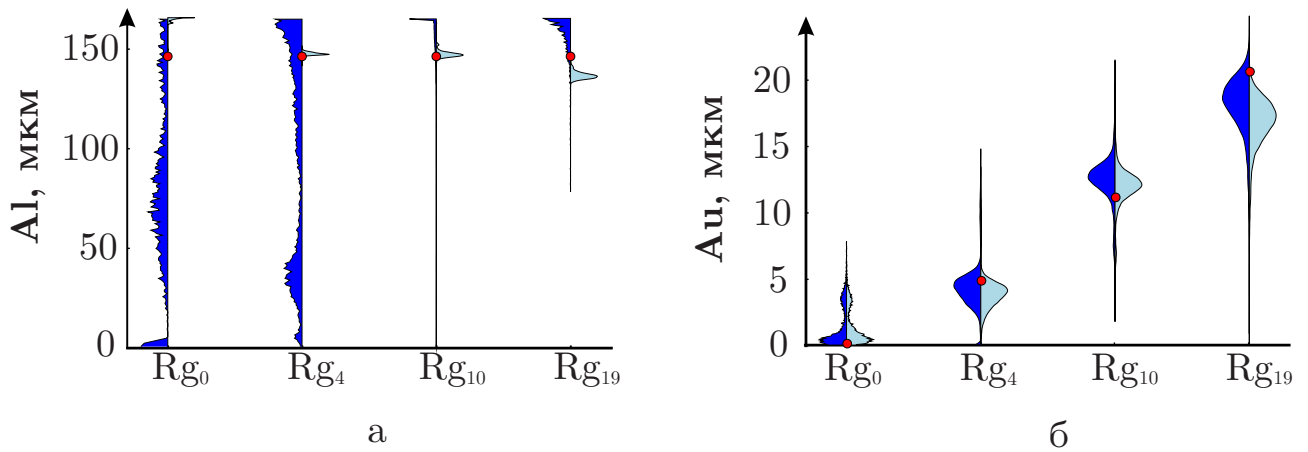


Рисунок 3.6 — Восстановленные толщины слоёв при решении независимых задач для каждой точки (x, y) образца. Левая сторона скрипичного графика отображает плотность распределения восстановленных толщин в случае отсутствия априорной информации (Ω_0), правая часть — при использовании априорной информации о суммарной толщине слоёв (Ω_H). а — пленки Al, б — пленки Au.

3.3 Результаты численных экспериментов и их обсуждение

Для случая трёхслойных структур построены аналитические выражения, определяющие интенсивность сигнала сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов в зависимости от толщин и материалов слоёв. Эти формулы могут быть адаптированы для структур с любым химическим составом. Сформулирована обратная задача восстановления толщин слоёв на основе обработки данных серий изображений, получаемых при варьировании ускоряющего напряжения. В зависимости от наличия или отсутствия априорной информации сформулированы постановки задач двух типов. В первом случае учитывается 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.

Возможные дальнейшие пути развития Хотя в работе была показана принципиальная возможность решения обратной задачи по восстановлению объёмной структуры многослойных образцов методом варьирования ускоряющего напряжения сканирующего электронного микроскопа, предложенный метод то-

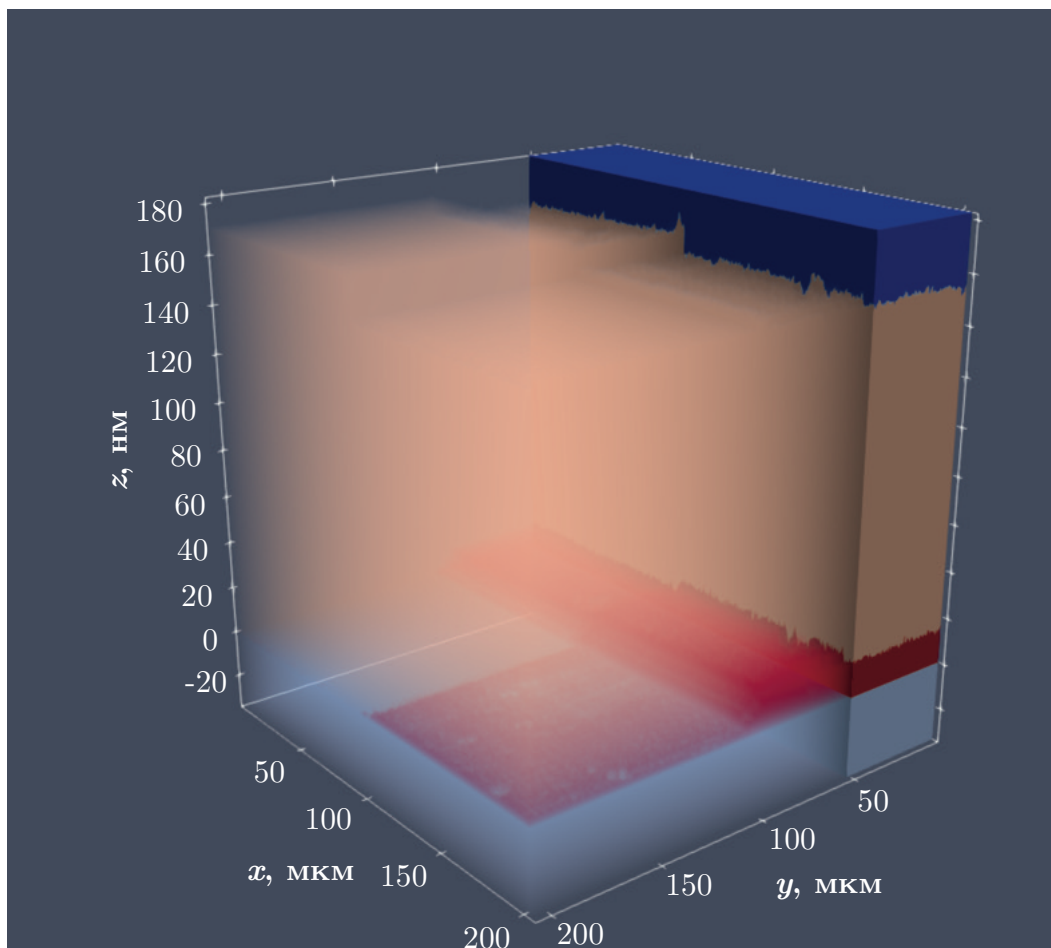


Рисунок 3.7 — Объёмное изображение восстановленного микрообразца для случая независимого решения обратных задач для каждой точки (x, y) с использованием априорной информации о суммарной толщине слоёв H (Ω_H). Алюминий изображен коричневым цветом, золото — красным, часть массивной кремниевой подложки — синим. По всем осям отложено расстояние в нм.

мографии приповерхностных слоёв массивных образцов может быть значительно улучшен.

Прежде всего, необходимо обобщить построенное аналитическое выражение (3.15) для сигнала сканирующего электронного микроскопа на случай произвольного числа K слоёв с толщинами D_k соответственно: $M(E_{0n}, D_1, D_2, \dots, D_K)$.

Также как и в методе томографирования основанном на слепом разделении сигналов [129], 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 [91; 98] или стереометрических [70; 158; 159]).

После этого в ходе эксперимента возможно использование разных углов детектирования γ (см. рисунок 3.1) и применение фильтрации электронов по энергиям ΔE . Это, возможно, позволит построить более совершенные аналитические выражения для детектируемого сигнала $M(E_0, \gamma, \Delta E, D_1, D_2, \dots, D_K)$. Возможно [123; 160], 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 положительным образом скажется на результатах решения обратной задачи восстановления толщин слоёв.

Заключение

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.

Глава 4. Прикладной программный комплекс для трёхмерного исследования микрообразцов по данным сканирующей электронной микроскопии

Глава посвящена описанию программного комплекса, который реализует описанные в предыдущих двух главах методы.

4.1 Описание программного комплекса для задачи топографического исследования

Программный комплекс для ЭВМ реализован на языке программирования Julia [161], который является относительно новым языком (разрабатывается с 2009 г. в Массачусетском технологическом университете). Главным преимуществом языка является его ориентированность на научные и инженерные вычисления. В научной и технической среде наблюдается тенденция расслоения предпочтений авторов к программам для ЭВМ на два лагеря: одни предпочитают зрелые, простые и компилируемые языки, например, такие как C, Fortran, а другие — прикладные среды разработки и/или интерпретируемые языки высокого уровня (python, R, MATLAB, GNU OCTAVE). Во втором случае авторам предоставляется большое число библиотек и пакетов, которые позволяют быстро и удобно создавать прототипы программ. Однако интерпретируемые языки обычно существенно уступают компилируемым по скорости исполнения. С самого начала Julia разрабатывался для научных и инженерных задач: авторам языка было важно объединить возможности быстрого прототипирования и высокопроизводительных вычислений (high-performance computing, HPC).

При разработке и в конечной реализации программного пакета для ЭВМ по трёхмерной реконструкции поверхности по изображениям, полученным с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме обратно отражённых электронов, благодаря гибкости экосистемы языка программирования Julia были использованы прикладные библиотеки по автоматическому дифференцированию, двумерной и трёхмерной визуализации результатов, численной аппроксимации, решению задач оптимизации и решению ОДУ, написанные на python, javascript, fortran, C, C++ [162—169]. Такой подход позволил создать вычисли-

тельно эффективный кроссплатформенный комплекс, который может быть легко развернут на рабочей станции сканирующего электронного микроскопа.

Программный комплекс реализован в виде пакета (библиотеки) на языке Julia, на случай, если пользователю понадобится модифицировать исходный код или встроить его в своё программное решение, а также поставляется в виде программы для командной оболочки на случай сценария работы, где пользователю просто требуется провести трёхмерную реконструкцию.

Блок чтения входных данных принимает изображения, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа и сохраненные в формате TIFF (или другом растровом формате). Основная задача данного блока заключается в интерпретации изображений в виде матриц, элементами которых являются действительные числа, представляющие интенсивность сигнала в текущей точке. Входными данными во всех экспериментах являются монохроматические изображения в формате TIFF без сжатия с 8-битной глубиной цвета, что позволяет представить детектируемый сигнал в виде 2^8 значений в диапазоне от 0 до 1. Перед трёхмерной реконструкцией изображения проходят предварительную обработку.

Предварительная обработка данных

Необходимость предварительной обработки экспериментальных данных возникает в силу стереоскопического эффекта экспериментальной установки. Как видно из рисунка 2.13, одна точка пространства наблюдается детекторами из разных точек, что в совокупности с геометрическим несовершенством экспериментальной установки выливается в смещение изображения, зафиксированного одним детектором, относительно изображения — с другого. Этот эффект наиболее наглядно проявляется на необработанном изображении микрообразца, используемого для тестирования сканирующих электронных микроскопов (рис. 4.1).

Этот эффект, который является ключом к трёхмерной реконструкции в стереоскопических методах “shape-from-stereo” восстановления поверхности, оказывает губительное влияние на качество работы описываемого в текущей работе метода. Если не проводить предварительную обработку по совмещению изображений, при большом увеличении можно наблюдать артефакты на восстановленной поверхности (см. рис. 4.2).

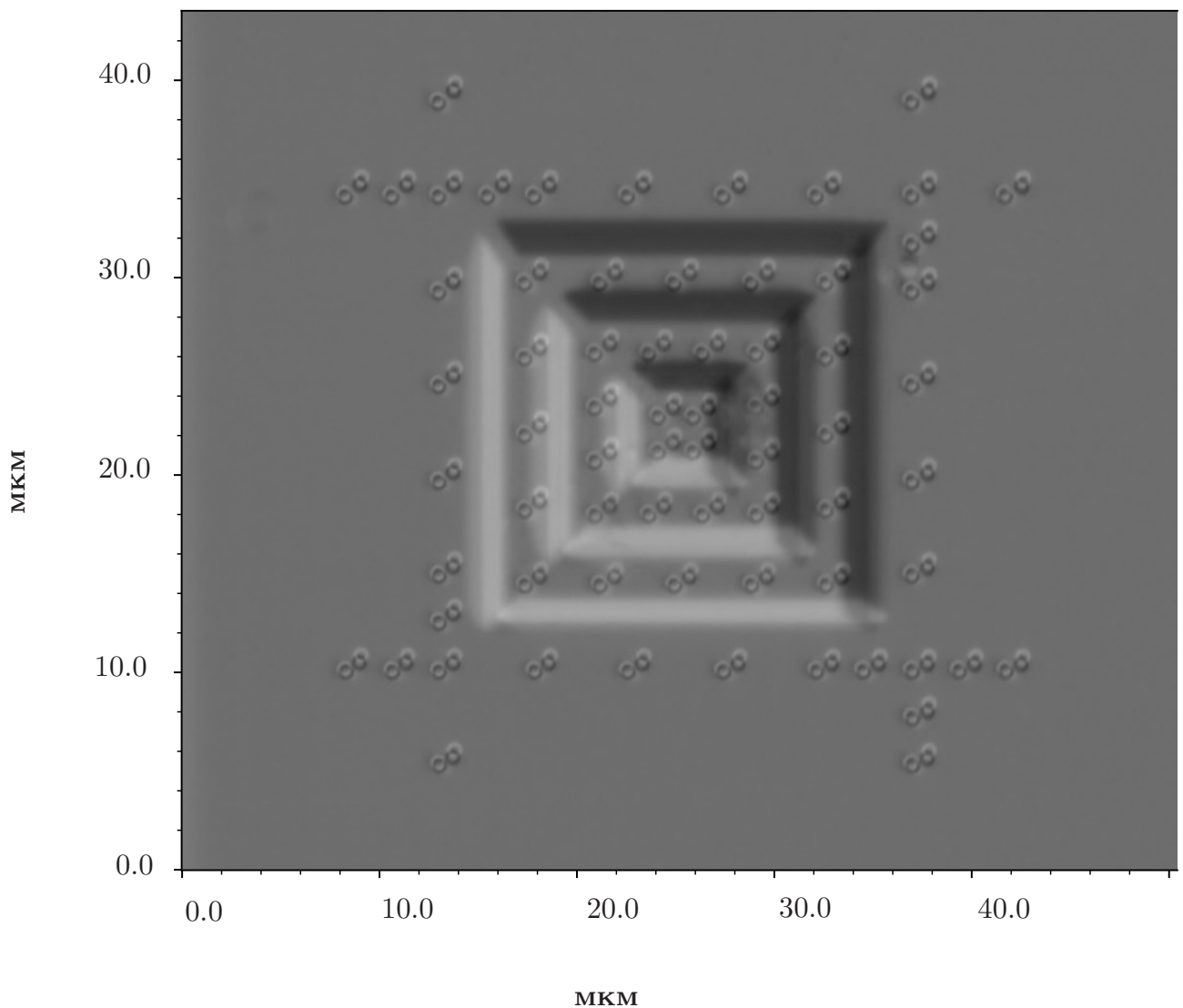


Рисунок 4.1 — Наложенные друг на друга разностные сигналы I_{AD} , I_{EN} трёхуровневой пирамиды (по-отдельности данные сигналы изображены на рисунке 2.7).

Можно заметить, что характер и величина геометрического несовпадения особенностей на изображении с разных детекторов сохраняется между экспериментами. Это дает возможность сделать предположение, что возможно ввести автоматическую коррекцию входных сигналов с помощью параллельного переноса на фиксированную величину, которая будет постоянной при сохранении конфигурации детекторов сканирующего электронного микроскопа. На практике же данную предварительную обработку проще провести вручную, используя прикладные программные комплексы для редактирования растрового изображения (например, GIMP), как было сделано при реконструкции поверхности, изображенной на рисунке 2.10.

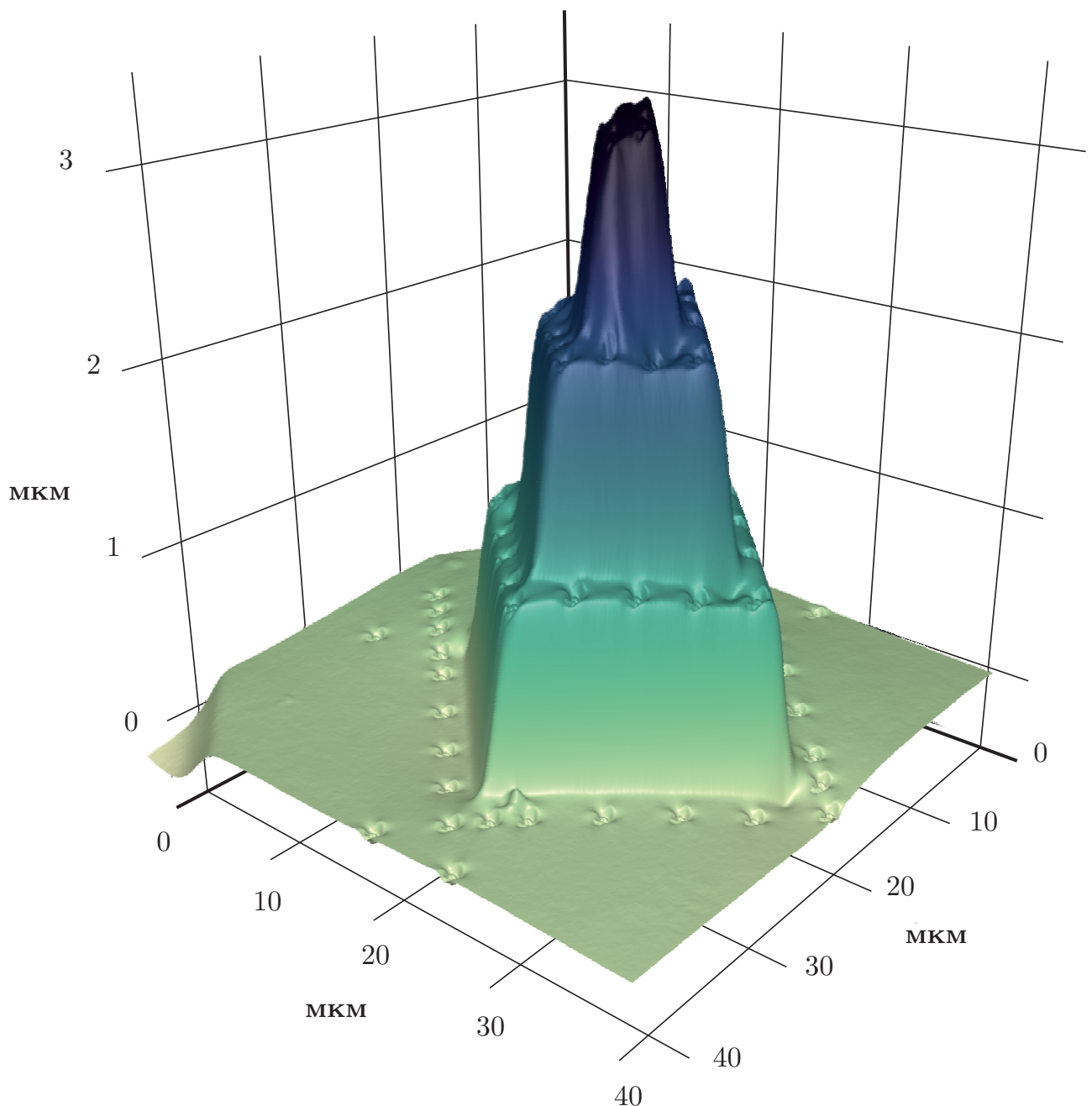


Рисунок 4.2 — Изображение восстановленной трёхуровневой пирамиды в большом увеличении вдоль оси Z . Здесь на примере круглых углублений вокруг пирамиды особенно отчетливо можно наблюдать артефакты, вызванные несимметричностью детекторной системы, когда одни и те же точки образца, не находясь в одинаковых положениях на изображениях, фиксируемых на детекторах расположенных вдоль оси X, Y .

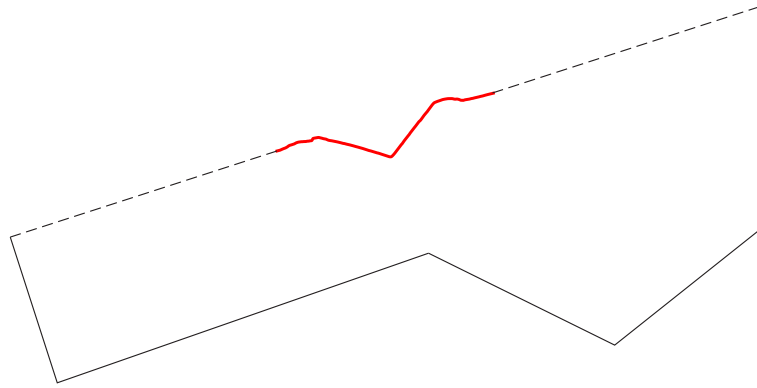


Рисунок 4.3 — Иллюстрация гипотетического образца с особенной геометрией и фоновым углом наклона исследуемой части, для которого невозможно выравнивание исследуемого участка поверхности. Здесь красным участком отмечен восстановленный профиль, который показан на рис. 2.14

Фоновый наклон исследуемого образца

Реализованный программный комплекс предоставляет исследователю гибкость в выборе режима обработки экспериментальных данных в вопросе общего наклона образца. Под общим наклоном исследуемого образца следует понимать отличное от нуля среднее значение локальных углов наклона поверхности, которые вызваны геометрией образца, а не микротопографическим рельефом. Так, например, исследуя золотую пластину после теста на твердость по Виккерсу (рис. 2.13) и ее восстановленную поверхность (рис. 2.14), можно проиллюстрировать фоновый угол наклона схематическим изображением (рис. 4.3), где из-за геометрических особенностей было невозможно расположить исследуемый участок образца по уровню горизонта. В таком случае, как это показано на профилограмме исходного сигнала на рисунке 4.4, исследователь может наблюдать её параллельный сдвиг по сравнению с аналогичной профилограммой на рисунке 2.14.

В случае необходимости сосредоточиться на микротопографии образца, т.е. на карте относительных высот точек на исследуемом микроучастке образца, это может восприниматься как нежелательный артефакт. Программная коррекция таких особенностей возможна на этапе, когда по исходному сигналу восстановлен градиент поверхности микрообразца. Изучая карту образцов в ручном режиме, исследователь может визуально обнаружить гладкие поверхности, например, обрамляющие наиболее интересующий участок. Угол наклона γ_x, γ_y таких гладких поверхностей, скорее всего, будет вызван исключительно фоновым углом наклона. Тогда поворот всей исследуемой области на γ может быть выполнен пу-

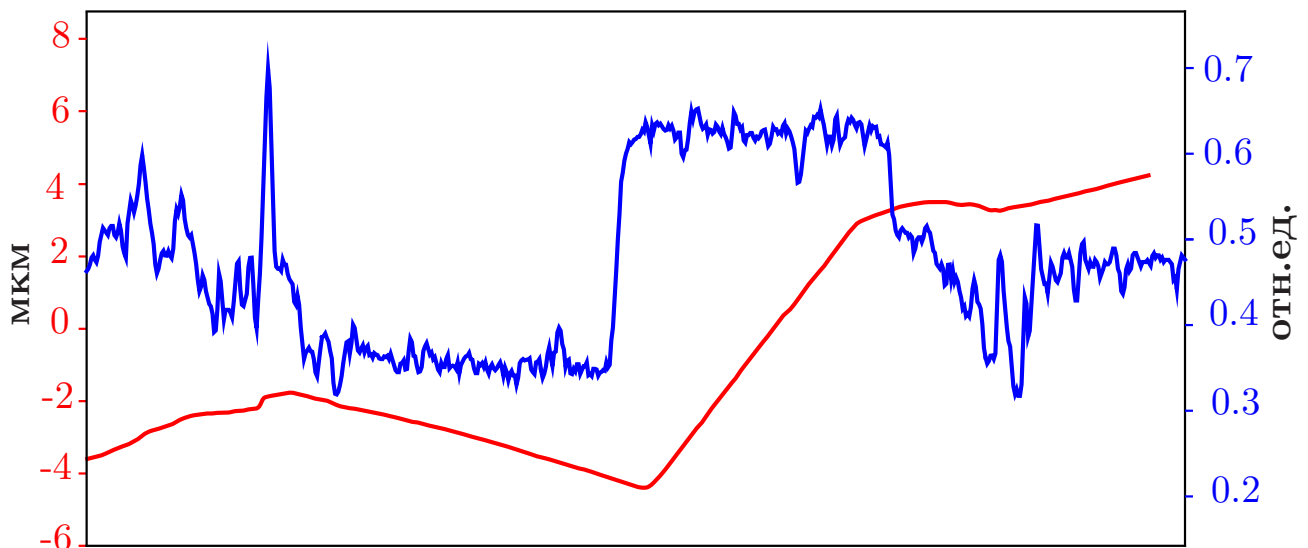


Рисунок 4.4 — Возможная профилограмма исходного сигнала и соответствующая ей профилограмма восстановленного участка поверхности для случая, показанного на рисунке 4.3.

тем прибавления или вычитания γ_x, γ_y из соответствующей карты углов перед восстановлением поверхности, что может положительно сказаться на качестве восстановления поверхности.

4.2 Описание программного комплекса для задачи томографического исследования

Реализация, описанного в прошлом пункте, численного алгоритма легла в основу прикладного программного комплекса для восстановления толщин плёнок трёхслойных микрообразцов, написанного на Julia [Bezanso2012; 161]. Фактически, этот программный комплекс является дополнением комплекса, описанного в главе 2 и разделяет с ним блок чтения входных данных. Результат обработки экспериментальных данных может быть представлен в двух видах:

- В виде двух матриц, элементами которых являются толщины плёнок в каждой точке изображения.
- В виде трёхмерной матрицы, представляющей скалярное трёхмерное поле плотности материала в данной точке приповерхностного слоя образца.

Для удобной трёхмерной визуализации прикладной программный комплекс содержит блок вывода, который может создавать выходные файлы в совместимом с

инженерной средой визуализации kitware paraview [170; 171], которая позволяет информативно визуализировать трёхмерные скалярные поля.

Для максимизации производительности программного комплекса использовались техники автоматического дифференцирования [166] и пакет численной оптимизации, включающий BFGS [154; 155]. Это позволило разработать численно эффективный комплекс программ в сжатые сроки, ведь благодаря автоматическому дифференцированию отпала необходимость вручную находить полное аналитическое выражение для сигнала как функции от энергии и толщин слоёв плёнки и, что ещё более важно, вручную находить градиент минимизируемого функционала.

Также в случае, когда используется априорная информация об общей толщине плёнок и минимизация целевого функционала происходит для каждой точки изображения независимо, пользователь волен активировать многопоточный режим работы для задействования всех ядер рабочей станции.

Заключение

Основные результаты работы заключаются в следующем.

- Установлено посредством математического моделирования, что возможно решение обратных задач по восстановлению трёхмерной информации об исследуемом с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов микрообразца, выполнение задач топографии рельефа поверхности микрообразца и топографии приповерхностных слоёв массивных образцов.
- Обеспечено эффективное восстановление трёхмерной информации о рельефе поверхности микрообразца на основе стандартного изображения, формируемого микроскопом, с использованием четырёхкватратного детектора обратно-рассеянных электронов и процедуры калибровки на образце известной геометрии; нивелированы неточности позиционирования детекторов относительно оси электронной пушки микроскопа, что позволило восстанавливать относительные высоты точек поверхности микрообразца с разрешением вплоть до нанометров.
- Обеспечено восстановление толщин плёнок при применении методологии исследования трёхслойного микрообразца при варьирующемся ускоряющем напряжении при наличии априорной информации об общей толщине плёнок и/или при наличии информации о постоянстве толщины плёнок в некотором регионе образца.
- Созданы прикладные программные комплексы для решения задач микротопографии и микротомографии, которые могут быть развернуты исследователем в связке с широким классом сканирующих электронных микроскопов, в том числе с теми, где детекторы обратно-рассеянных электронов устанавливаются вручную.

Автор выражает глубокую благодарность Дмитрию Витальевичу Лукьяненко, под влиянием которого автор сформировался как специалист, Анатолию Григорьевичу Яголе и Дмитрию Витальевичу Лукьяненко за постановку исследовательских задач, постоянное внимание к работе, ценные советы, поддержку и активное участие в обсуждении полученных результатов. Автор также выражает искреннюю признательность Эдуарду Ивановичу Рау за проведение

натурных экспериментов, результаты которых легли в основу экспериментальной части диссертации, а также за плодотворное сотрудничество и соавторство научных публикаций, послуживших основой настоящего исследования.

Публикации автора по теме диссертации

Научные статьи, опубликованные в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных для защиты в диссертационном совете МГУ по специальности и отрасли наук:

1. Borzunov A.A., Karaulov V.Y., Koshev N.A., Lukyanenko D.V., Rau E.I., Yagola A.G., Zaitsev S.V. 3D Surface Topography Imaging in SEM with Improved Backscattered Electron Detector: Arrangement and reconstruction algorithm // *Ultramicroscopy*. — 2019. — vol. 207, p. 112830. EDN: RLKDUG. Импакт-фактор 2,0 (JIF); 0,78 / 0,66 п.л.

Соискатель предложил метод математического моделирования связи экспериментальных данных сканирующего электронного микроскопа и трехмерной топографии рельефа, на основе которого сформулировал обратную задачу по восстановлению топографии рельефа микрообразцов. Соискатель разработал численные методы для решения данной обратной задачи, осуществил программную реализацию разработанных численных методов и проблемно-ориентированного комплекса программ, с помощью которых была восстановлена топография экспериментальных микрообразцов.

2. Borzunov A.A., Lukyanenko D.V., Rau E.I., Yagola A.G. Reconstruction Algorithm of 3D Surface in Scanning Electron Microscopy with Backscattered Electron Detector // *Journal of Inverse and Ill-posed Problems*. — 2021. — vol. 29, no. 5. — pp. 753—758. EDN: GMKKYS. Импакт-фактор 1,1 (JIF); 0,32 / 0,28 п.л.

Соискатель формализовал математический алгоритм решения обратной задачи по восстановлению топографии рельефа микрообразцов, обрабатывал экспериментальные данные и проводил численные эксперименты по восстановлению топографии рельефа.

3. Борзунов А.А., Забродский В.В., Зайцев С.В., Караулов В.Ю., Лукьяненко Д.В., Рау Э.И., Шерстнев Е.В., Ягола А.Г. Трехмерная сканирующая электронная микроскопия топографии поверхности с учетом влияния функции отклика детекторной системы // *Вестник Московского университета. Серия 3: Физика, астрономия*. — 2021. — № 4. — С. 23-28. EDN: GNBVMG. Импакт-фактор 0,125 (РИНЦ). 0,71 из 0,82 п.л.

Перевод: Borzunov, A.A., Zabrodsky V.V., Zaitsev S.V., Karaulov V.Y., Lukyanenko D.V., Rau E.I., Sherstnev E.V., Yagola A.G. Three-Dimensional Scanning Electron Microscopy of Surface Topography with Consideration of the Effect of the Respose Function of the Detector System // Moscow University Physics Bulletin. — 2021. — vol. 76, no. 4. — pp. 209–214. EDN: LYSSGL. Импакт-фактор 0,4 (JIF); 0,71 / 0,62 п.л.

Соискатель реализовал комплекс программ для ЭВМ, с помощью которого получил все численные результаты реконструкции рельефа микрообразцов.

4. Борзунов А.А., Рау Э.И., Зайцев С.В., Кошев Н.А., Лукьяненко Д.В., Ягола А.Г. Томография трёхслойных наноструктур в сканирующей электронной микроскопии в режиме детектирования обратнорассеянных электронов // Вестник Московского университета. Серия 3: Физика, астрономия. — 2024. — № 5. — С. 2450101. EDN: NXMNHR, Импакт-фактор 0,125 (РИНЦ). 1,04 из 1,13 п.л.

Перевод: Borzunov A.A., Rau E.I., Zaitsev S.V, Koshev N.A., Lukyanenko D.V., Yagola A.G. Tomography of Three-Layer Structures in Scanning Electron Microscopy in the Backscattered Electron Detection Mode // Moscow University Physics Bulletin. — 2024. — vol. 79, no. 5. — pp. 542-550. EDN: HVWEJO, Импакт-фактор 0,4 (JIF). 0,98 / 0,91 п.л.

Соискатель предложил метод математического моделирования связи экспериментальных данных сканирующего электронного микроскопа и внутренней структуры приповерхностных слоев, на основе которого сформулировал обратную задачу по восстановлению внутренней приповерхностной структуры (томографии) многослойных микрообразцов. Соискатель разработал численные методы для решения данной обратной задачи, осуществил программную реализацию разработанных численных методов и проблемно-ориентированного комплекса программ для ЭВМ, с помощью которого была проведена томография и восстановлена внутренняя трехмерная структура экспериментального микрообразца.

Список литературы

1. *Cheng, C.* Improvement and Optimization of a 3D Reconstruction Algorithm for SEM Images of Porous Materials / C. Cheng, N. Dai, T. Tang // *Mathematical Problems in Engineering* / под ред. X. Shao. — 2022. — Июль. — Т. 2022. — С. 1—9.
2. *Pajorová, E.* 3D SEM Based Functional Nanostructure for Medical Imaging / E. Pajorová, L. Hluchý // *Advances in Human Factors and Ergonomics in Healthcare and Medical Devices*. — Springer International Publishing, 2021. — С. 173—179.
3. Advancements in transmission and scanning electron microscopy for nanomaterials: Insights into structural, morphological, and functional characteristics / C. S. Espenti [и др.] // *Applied Materials Today*. — 2025. — Т. 45. — С. 102829. — URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352940725002483>.
4. *Stanton, R.* Petrographic analysis of bituminous coal: optical and sem identification of constituents. / R. Stanton, R. Finkelman // *Scanning Electron Microscopy*. — 1979. — ЯНВ. — С. 465—472.
5. *Hackley, P. C.* Application of organic petrography in North American shale petroleum systems: A review / P. C. Hackley, B. J. Cardott // *International Journal of Coal Geology*. — 2016. — June. — Vol. 163. — P. 8—51.
6. *Reed, S. J. B.* *Electron Microprobe Analysis and Scanning Electron Microscopy in Geology* / S. J. B. Reed. — Cambridge University Press, 08/2005.
7. Direct comparison of AFM and SEM measurements on the same set of nanoparticles / A. Delvallée [и др.] // *Measurement Science and Technology*. — 2015. — ИЮНЬ. — Т. 26, № 8. — С. 085601.
8. *Merkus, H. G.* *Particle Size Measurements* / H. G. Merkus. — Springer Netherlands, 2009.
9. *Mitchell, J. P.* *Particle Standards: Their Development and Application* / J. P. Mitchell // *KONA Powder and Particle Journal*. — 2000. — Т. 18. — С. 41—59.

10. *Walters, G.* The incorporation of noble metal nanoparticles into host matrix thin films: synthesis, characterisation and applications / G. Walters, I. P. Parkin // *J. Mater. Chem.* — 2009. — Т. 19, № 5. — С. 574—590.
11. Essential characterization of metal powder for additive manufacturing / S. M. Q. M. Ramli [и др.] // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* — 2021. — Август. — Т. 1173, № 1. — С. 012062.
12. A review on multifunctional applications of nanoparticles: Analyzing their multi-physical properties / M. Abdullah [и др.] // *Results in Surfaces and Interfaces.* — 2025. — Т. 21. — С. 100635. — URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2666845925002223>.
13. Innovative Analytical Methodology Combining Micro-X-Ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy-Based Mineral Maps, and Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform Spectroscopy to Characterize Archeological Artifacts / C. Cardell [и др.] // *Analytical Chemistry.* — 2009. — Январь. — Т. 81, № 2. — С. 604—611.
14. Automated SEM-EDS mineralogical characterisation of archaeological pottery from Luxmanda and Mumba Rockshelter, Tanzania / T. L. Ombori [и др.] // *Journal of Archaeological Science: Reports.* — 2025. — Т. 67. — С. 105369. — URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2352409X2500402X>.
15. Structural study of highly ordered mesoporous silica thin films and replicated Pt nanowires by high-resolution scanning electron microscopy (HRSEM) / C.-W. Wu [et al.] // *Journal of Materials Chemistry.* — 2006. — Июль. — Vol. 16, no. 30. — P. 3091—3098.
16. Scanning electron microscopy-based automatic defect inspection for semiconductor manufacturing: a systematic review / E. Dehaerne [и др.] // *Journal of Micro/Nanopatterning, Materials, and Metrology.* — 2025. — Май. — Т. 24, № 02. — URL: <http://dx.doi.org/10.1117/1.JMM.24.2.020901>.
17. *Scott, S.* Multi-Task Learning of Scanning Electron Microscopy and Synthetic Thermal Tomography Images for Detection of Defects in Additively Manufactured Metals / S. Scott, W.-Y. Chen, A. Heifetz // *Sensors.* — 2023. — Т. 23, № 20. — URL: <https://www.mdpi.com/1424-8220/23/20/8462>.
18. *Soukup, D.* Convolutional Neural Networks for Steel Surface Defect Detection from Photometric Stereo Images / D. Soukup, R. Huber-Mörk. — 2014.

19. Characterization of organic matter pores in typical marine and terrestrial shales, China / Y. Wang [и др.] // *Journal of Natural Gas Science and Engineering*. — 2018. — Т. 49. — С. 56—65.
20. Absolute Structure from Scanning Electron Microscopy / U. Burkhardt [et al.] // *Scientific Reports*. — 2020. — Mar. — Vol. 10, no. 1. — P. 4065.
21. *Ali, A. Mineral Characterization Using Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review of the Fundamentals, Advancements, and Research Directions / A. Ali, N. Zhang, R. M. Santos // Applied Sciences*. — 2023. — Т. 13, № 23. — URL: <https://www.mdpi.com/2076-3417/13/23/12600>.
22. *Bart, J. J. Scanning Electron Microscopy for Complex Microcircuit Analysis / J. J. Bart // 16th International Reliability Physics Symposium*. — 04.1978. — С. 108—111.
23. *Scanning Electron Microscopy: Principle and Applications in Nanomaterials Characterization / K. Akhtar [et al.] // Handbook of Materials Characterization / ed. by S. K. Sharma*. — Cham : Springer International Publishing, 2018. — P. 113—145.
24. Reference materials for measuring the size of nanoparticles / T. P. Linsinger [и др.] // *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. — 2011. — ЯНВ. — Т. 30, № 1. — С. 18—27.
25. Size and shape distributions of primary crystallites in titania aggregates / E. A. Grulke [и др.] // *Advanced Powder Technology*. — 2017. — Июль. — Т. 28, № 7. — С. 1647—1659.
26. *Carr, K. E. Applications of Scanning Electron Microscopy in Biology / K. E. Carr // International Review of Cytology*. — Elsevier, 1971. — С. 183—255.
27. Identification of monocot flora using pollen features through scanning electron microscopy / S. Bahadur [et al.] // *Microscopy Research and Technique*. — 2018. — Vol. 81, no. 6. — P. 599—613.
28. A Simple and User-Friendly Method for High-Quality Preparation of Pollen Grains for Scanning Electron Microscopy (SEM) / A. Ermolaev [и др.] // *Plants*. — 2024. — Т. 13, № 15. — URL: <https://www.mdpi.com/2223-7747/13/15/2140>.

29. Microscopic structure-from-motion photogrammetry, a method for microfossil study / Т.-С. Dumitriu [и др.] // *Carpathian Journal of Earth and Environmental Sciences*. — 2021. — Март. — Т. 16, № 1. — С. 93—98.
30. High-resolution LiDAR and photogrammetric survey of the Fumanya dinosaur tracksites (Catalonia): implications for the conservation and interpretation of geological heritage sites / К. Т. Bates [и др.] // *Journal of the Geological Society*. — 2008. — ЯНВ. — Т. 165, № 1. — С. 115—127.
31. Application of low-vacuum scanning electron microscopy for renal biopsy specimens / Н. Miyazaki [и др.] // *Pathology - Research and Practice*. — 2012. — Т. 208, № 9. — С. 503—509.
32. Reflectance of human skin using colour photometric stereo: with particular application to pigmented lesion analysis / J. Sun [и др.] // *Skin Research and Technology*. — 2008. — Т. 14, № 2. — С. 173—179.
33. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Spectral Microanalysis in Studying Dental Tissue Resistance / М. P. Porfyriadis [et al.] // *Archiv Euromedica*. — 2019. — Vol. 9, no. 1.
34. Enamel Surface and Elemental Changes Following In Vitro Bleaching: A SEM-EDS Approach / В. L. R. Buzatu [и др.] // *Dentistry Journal*. — 2025. — Т. 13, № 9. — URL: <https://www.mdpi.com/2304-6767/13/9/431>.
35. *Clarke, I. C.* Articular cartilage: a review and scanning electron microscope study / I. C. Clarke // *The Journal of Bone and Joint Surgery. British volume*. — 1971. — Ноябрь. — Т. 53—В, № 4. — С. 732—750.
36. Revealing the Cell–Material Interface with Nanometer Resolution by Focused Ion Beam/Scanning Electron Microscopy / F. Santoro [и др.] // *ACS Nano*. — 2017. — Август. — Т. 11, № 8. — С. 8320—8328.
37. *Storti, F.* Particle size distributions by laser diffraction: sensitivity of granular matter strength to analytical operating procedures / F. Storti, F. Balsamo // *Solid Earth*. — 2010. — Апрель. — Т. 1, № 1. — С. 25—48.
38. Characterization of nanoparticle suspensions using single particle inductively coupled plasma mass spectrometry : тех. отч. / К. Е. Murphy [и др.]. — 01.2016.
39. *Eaton, P.* AFM instrumentation / P. Eaton, P. West // *Atomic Force Microscopy*. — Oxford University Press, 03.2010. — С. 9—48.

40. *Hayashida, M.* Sample preparation method for 3D size measurements of polystyrene nanoparticles with nominal 30, 50, 70 and 100 nm diameters by electron tomography / M. Hayashida, M. Malac // Measurement Science and Technology. — 2017. — Июль. — Т. 28, № 8. — С. 087001.
41. Gold nanoparticles: Distribution, bioaccumulation and toxicity. In vitro and in vivo studies / C. Lopez-Chaves [и др.] // Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine. — 2018. — Янв. — Т. 14, № 1. — С. 1—12.
42. Метод и аппаратура электронной микротомографии в сканирующей электронной микроскопии / А. В. Гостев [и др.] // Приборы и техника эксперимента. — 2010. — № 4. — С. 124—132.
43. Fundamentals of Scanning Electron Microscopy (SEM) / W. Zhou [et al.] // Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications / ed. by W. Zhou, Z. L. Wang. — New York, NY : Springer, 2007. — P. 1—40.
44. *Dapor, M.* Monte Carlo simulation of backscattered electrons and energy from thick targets and surface films / M. Dapor // Physical Review B. — 1992. — Июль. — Т. 46, № 2. — С. 618—625.
45. Электронно-зондовая неразрушающая бесконтактная диагностика приборных структур микроэлектроники / А. А.Ф. [и др.] // Микроэлектроника. — 2010. — Т. 39, № 5. — С. 327—336.
46. Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: Third Edition / J. Goldstein [et al.]. — 3rd ed. — Springer US, 2003.
47. *Reuter, W.* Electron backscattering as a function of atomic number / W. Reuter // Proceeding 6th International Cong x-ray optics and microanalysis. University of Tokyo Press, Tokyo. — 1972. — Т. 121.
48. *Heinrich, K.* Electron probe microanalysis by specimen current measurement / K. Heinrich // X-ray Optics and Microanalysis. — 1966. — С. 159—167.
49. *Niedrig, H.* Physical background of electron backscattering / H. Niedrig // Scanning. — 1978. — Vol. 1, no. 1. — P. 17—34.
50. Surface topographical and compositional characterization using backscattered electron methods / D. A. Wassink [et al.] // Scanning microscopy. Vol. 5. — 1991. — P. 919—926.

51. *LEBIEDZIK, J.* Multiple Detector Method for Quantitative Determination of Microtopography in the SEM / J. LEBIEDZIK // SCANNING ELECTRON MICROSCOPY/1975(Part1). — 1975. — С. 181—188.
52. *Lebiedzik, J.* An automatic topographical surface reconstruction in the SEM / J. Lebiedzik // Scanning. — 1979. — Т. 2, № 4. — С. 230—237.
53. Simulation of Scanning Electron Microscope Image for Trench Structures / M. Kotera [et al.] // Japanese Journal of Applied Physics. — 1993. — Dec. — Vol. 32, 12S. — P. 6281.
54. *Janssen, R.* Reconstruction of topographies from multiple SEM views / R. Janssen, J. Hersener // Microelectronic Engineering. — 1991. — Mar. — Vol. 13, no. 1. — P. 531—534.
55. *Beil, W.* A combination of topographical contrast and stereoscopy for the reconstruction of surface topographies in SEM / W. Beil, I. C. Carlsen // Journal of Microscopy. — 1990. — Vol. 157, no. 1. — P. 127—133.
56. *Carlsen, I. C.* Reconstruction of true surface-topographies in scanning electron microscopes using backscattered electrons / I. C. Carlsen // Scanning. — 1985. — Vol. 7, no. 4. — P. 169—177.
57. *Ponz, E.* Measuring Surface Topography with Scanning Electron Microscopy. I. EZEImage: A Program to Obtain 3D Surface Data / E. Ponz, J. L. Ladaga, R. D. Bonetto // Microscopy and Microanalysis. — 2005. — Дек. — Т. 12, № 2. — С. 170—177.
58. *Janová, D.* Robust surface reconstruction from stereo SEM images / D. Janová, J. Jan. — 1995.
59. *Beil, W.* Surface reconstruction from stereoscopy and shape from shading in SEM images / W. Beil, I. C. Carlsen // Machine Vision and Applications. — 1991. — Сент. — Т. 4, № 4. — С. 271—285. — Publisher: Springer Science and Business Media LLC.
60. Recent advances in 3D SEM surface reconstruction / A. P. Tafti [и др.] // Micron. — 2015. — Нояб. — Т. 78. — С. 54—66. — Publisher: Elsevier BV.
61. A blueprint of the topology and mechanics of the human ovary for next-generation bioengineering and diagnosis / E. Ouni [и др.] // Nature Communications. — 2021. — Сент. — Т. 12, № 1.

62. Nanomechanical Mapping of Hydrated Rat Tail Tendon Collagen I Fibrils / S. J. Baldwin [и др.] // *Biophysical Journal*. — 2014. — Окт. — Т. 107, № 8. — С. 1794—1801.
63. Polish is quantitatively different on quartzite flakes used on different worked materials / A. Pedergnana [и др.] // *PLOS ONE* / под ред. М. Peresani. — 2020. — Дек. — Т. 15, № 12. — e0243295.
64. SEM BSE 3D Image Analysis of Human Incus Bone Affected by Cholesteatoma Ascribes to Osteoclasts the Bone Erosion and VpSEM dEDX Analysis Reveals New Bone Formation / M. Relucenti [и др.] // *Scanning*. — 2020. — Февр. — Т. 2020. — С. 1—9.
65. *Auganæs, S. B.* Laboratory testing of cross-country skis Investigating tribometer precision on laboratory-grown dendritic snow / S. B. Auganæs, A. F. Buene, A. Klein-Paste // *Tribology International*. — 2022. — Апр. — Т. 168. — С. 107451.
66. The measurement threshold and limitations of an intra-oral scanner on polished human enamel / P. Charalambous [и др.] // *Dental Materials*. — 2021. — Апр. — Т. 37, № 4. — С. 648—654.
67. 3DSEM++: Adaptive and intelligent 3D SEM surface reconstruction / A. P. Tafti [и др.] // *Micron*. — 2016. — Т. 87.
68. *Tondare, V. N.* Three-Dimensional (3D) Nanometrology Based on Scanning Electron Microscope (SEM) Stereophotogrammetry / V. N. Tondare, J. S. Villarrubia, A. E. Vladár // *Microscopy and Microanalysis*. — 2017. — Сент. — Т. 23, № 5. — С. 967—977.
69. 3D-SEM height maps series to monitor materials corrosion and dissolution / R. Podor [и др.] // *Materials Characterization*. — 2019. — Апр. — Т. 150. — С. 220—228.
70. *Eulitz, M.* 3D reconstruction of SEM images by use of optical photogrammetry software / M. Eulitz, G. Reiss // *Journal of Structural Biology*. — 2015. — Авг. — Т. 191, № 2. — С. 190—196.
71. Recent advances in 3D SEM surface reconstruction / A. P. Tafti [и др.] // *Micron*. — 2015. — Нояб. — Т. 78. — С. 54—66.

72. Assessment of engineered surfaces roughness by high-resolution 3D SEM photogrammetry / L. Gontard [и др.] // *Ultramicroscopy*. — 2017. — ИЮНЬ. — Т. 177. — С. 106—114.
73. Measuring topographies from conventional SEM acquisitions / Q. Shi [и др.] // *Ultramicroscopy*. — 2018. — АВГ. — Т. 191. — С. 18—33.
74. *Mignot, C. Color (and 3D) for Scanning Electron Microscopy / C. Mignot // Microscopy Today*. — 2018. — Май. — Т. 26, № 3. — С. 12—17.
75. *Nayar, S. Shape from focus / S. Nayar, Y. Nakagawa // IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*. — 1994. — Т. 16, № 8. — С. 824—831.
76. *Mahmood, M. T. Nonlinear Approach for Enhancement of Image Focus Volume in Shape From Focus / M. T. Mahmood, T.-S. Choi // IEEE Transactions on Image Processing*. — 2012. — Т. 21, № 5. — С. 2866—2873.
77. Estimating the 3D orientation of a microgripper by processing the focus data from the images delivered by a videomicroscope / G. Fortier [и др.]. — 2008.
78. A Fast Shape-from-Focus-Based Surface Topography Measurement Method / J. Gladines [и др.] // *Sensors*. — 2021. — Т. 21, № 8.
79. Roughness measurement of leaf surface based on shape from focus / Z. Zhang [и др.] // *Plant Methods*. — 2021. — ИЮЛЬ. — Т. 17, № 1.
80. *Woodham, R. J. Photometric Method For Determining Surface Orientation From Multiple Images / R. J. Woodham // Optical Engineering*. — 1980. — ФЕВР. — Т. 19, № 1.
81. *Pintus R. Podda S., M. F. Quantitative 3D reconstruction from BS imaging / M. F. Pintus R. Podda S., V. M. // Microelectronics Reliability*. — 2004. — СЕНТ. — Т. 44, № 9—11. — С. 1547—1552.
82. Automatic defect classification using topography map from SEM photometric stereo / S. D. Serulnik [и др.] // *SPIE Proceedings / под ред. J. Kenneth W. Tobin*. — SPIE, 04.2004.
83. *Gurram, H. P. R. Nanometric depth phase imaging using low-cost on-chip lensless inline holographic microscopy / H. P. R. Gurram, A. S. Galande, R. John // Optical Engineering*. — 2020. — ОКТ. — Т. 59, № 10.

84. Fast and accurate surface normal integration on non-rectangular domains / M. Bahr [и др.] // *Computational Visual Media*. — 2017. — Март. — Т. 3, № 2. — С. 107—129. — Publisher: Springer Science and Business Media LLC.
85. *Klette, R.* Height data from gradient fields / R. Klette, K. Schluns // *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*. — 1996. — ЯНВ.
86. *Wu, Z.* A line-integration based method for depth recovery from surface normals / Z. Wu, L. Li // *Computer Vision, Graphics, and Image Processing*. — 1988. — Июль. — Т. 43, № 1. — С. 53—66.
87. *Coleman, E. N.* Obtaining 3-dimensional shape of textured and specular surfaces using four-source photometry / E. N. Coleman, R. Jain // *Computer Graphics and Image Processing*. — 1982. — Апр. — Т. 18, № 4. — С. 309—328.
88. *Robles-Kelly, A.* A Graph-Spectral Method for Surface Height Recovery / A. Robles-Kelly, E. R. Hancock // *Lecture Notes in Computer Science*. — Springer Berlin Heidelberg, 2003. — С. 163—181.
89. *Ikeuchi, K.* Numerical shape from shading and occluding boundaries / K. Ikeuchi, B. K. Horn // *Artificial Intelligence*. — 1981. — Авг. — Т. 17, № 1—3. — С. 141—184.
90. Signal formation of backscattered electrons by microinhomogeneities and surface relief in a SEM / V. V. Aristov [и др.] // *Scanning*. — 1991. — ЯНВ. — Т. 13, № 1. — С. 15—22. — URL: <http://dx.doi.org/10.1002/SCA.4950130105>.
91. *Reithmeier, E.* 3D-measurement using a scanning electron microscope / E. Reithmeier, T. Vynnyk, T. Schultheis // *Applied Mathematics and Computation*. — 2010. — Окт. — Т. 217, № 3. — С. 1193—1201.
92. *Drzazga, W.* Three-dimensional characterization of microstructures in a SEM / W. Drzazga, J. Paluszynski, W. Slowko // *Measurement Science and Technology*. — 2005. — Нояб. — Т. 17, № 1. — С. 28—31. — Publisher: IOP Publishing.
93. *Czepakowshi, T.* Some limitations of surface profile reconstruction in scanning electron microscopy / T. Czepakowshi, W. Slowko // *Scanning*. — 2006. — Дек. — Т. 18, № 6. — С. 433—446. — Publisher: Wiley.

94. *Slowko, W.* Detection of secondary and backscattered electrons for 3D imaging with multi-detector method in VP/ESEM / W. Slowko, A. Wiatrowski, M. Krysztof // *Micron*. — 2018. — ЯНВ. — Т. 104. — С. 45—60. — Publisher: Elsevier BV.
95. *Timischl, F.* Increasing compositional backscattered electron contrast in scanning electron microscopy / F. Timischl, N. Inoue // *Ultramicroscopy*. — 2018. — Mapт. — Т. 186. — С. 82—93. — Publisher: Elsevier BV.
96. *Chen, D.* Robust surface reconstruction in SEM with Two BSE detectors / D. Chen, A. Miyamoto, S. Kaneko // 2012 9th France-Japan & 7th Europe-Asia Congress on Mechatronics (MECATRONICS) / 13th Intl Workshop on Research and Education in Mechatronics (REM). — IEEE, 11.2012.
97. *Miyamoto, A.* Bootstrapping de-shadowing and self-calibration for scanning electron microscope photometric stereo / A. Miyamoto, D. Chen, S. Kaneko // *Measurement Science and Technology*. — 2014. — Сент. — Т. 25, № 10. — С. 105402.
98. *Miyamoto, A.* Robust surface reconstruction by design-guided SEM photometric stereo / A. Miyamoto, H. Matsuse, G. Koutaki // *Measurement Science and Technology*. — 2017. — Февр. — Т. 28, № 4. — С. 045405.
99. *Palau, A. S.* Theoretical model of the helium zone plate microscope / A. S. Palau, G. Bracco, B. Holst // *Physical Review A*. — 2017. — ЯНВ. — Т. 95, № 1.
100. A generic topography reconstruction method based on multi-detector backscattered electron images / J. Neggers [и др.] // *Strain*. — 2022. — Май. — Т. 58, № 5.
101. *Nakamae, K.* Electron microscopy in semiconductor inspection / K. Nakamae // *Measurement Science and Technology*. — 2021. — Май. — Т. 32, № 5. — С. 052003.
102. *Chen, L.* Applications of scanning electron microscopy in earth sciences / L. Chen, J. Xu, J. Chen // *Science China Earth Sciences*. — 2015. — Oct. — Vol. 58, no. 10. — P. 1768—1778.
103. Applications of Scanning Electron Microscopy Using Secondary and Backscattered Electron Signals in Neural Structure / D. Koga [и др.] // *Frontiers in Neuroanatomy*. — 2021. — Дек. — Т. 15. — С. 759804.

104. *Peddie, C. J.* Exploring the third dimension: Volume electron microscopy comes of age / C. J. Peddie, L. M. Collinson // *Micron*. — 2014. — June. — Vol. 61. — P. 9—19.
105. Application of Scanning Electron Microscopy in Metal Material Detection / T. Yu [и др.] // *Journal of Physics: Conference Series*. — 2021. — Август. — Т. 2002, № 1. — С. 012010.
106. *Cohen, A. L.* Electron Microscopy: Principles and Techniques for Biologists. John J. Bozzola, Lonnie D. Russell / A. L. Cohen // *The Quarterly Review of Biology*. — 1992. — ИЮНЬ. — Т. 67, № 2. — С. 247—249.
107. *McEwen, B. F.* The Emergence of Electron Tomography as an Important Tool for Investigating Cellular Ultrastructure / B. F. McEwen, M. Marko // *Journal of Histochemistry & Cytochemistry*. — 2001. — Май. — Т. 49, № 5. — С. 553—563.
108. *KIZILYAPRAK, C.* Focused ion beam scanning electron microscopy in biology / C. KIZILYAPRAK, J. DARASPE, B. HUMBEL // *Journal of Microscopy*. — 2014. — Апрель. — Т. 254, № 3. — С. 109—114.
109. FIB-SEM Tomography in Biology / C. Kizilyaprak [и др.] // *Methods in Molecular Biology*. — Humana Press, 12.2013. — С. 541—558.
110. Three dimensional reconstruction by electron microscopy in the life sciences: An introduction for cell and tissue biologists / K. Miranda [и др.] // *Molecular Reproduction and Development*. — 2015. — Февр. — Т. 82, № 7/8. — С. 530—547.
111. *Leighton, S.* SEM images of block faces, cut by a miniature microtome within the SEM - a technical note / S. Leighton // *Scanning electron microscopy*. — 1981. — Pt 2. — С. 73—76.
112. *Volkert, C. A.* Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining / C. A. Volkert, A. M. Minor // *MRS Bulletin*. — 2007. — Май. — Т. 32, № 5. — С. 389—399.
113. The versatile electron microscope: An ultrastructural overview of autophagy / J. Biazik [и др.] // *Methods*. — 2015. — Март. — Т. 75. — С. 44—53.
114. *Denk, W.* Serial Block-Face Scanning Electron Microscopy to Reconstruct Three-Dimensional Tissue Nanostructure / W. Denk, H. Horstmann // *PLoS Biology* / под ред. К. М. Harris. — 2004. — Октябрь. — Т. 2, № 11. — e329.

115. The formation of the light-sensing compartment of cone photoreceptors coincides with a transcriptional switch / J. M. Daum [и др.] // *eLife*. — 2017. — Ноябрь. — Т. 6.
116. Protein Storage Vacuoles Originate from Remodeled Preexisting Vacuoles in *Arabidopsis thaliana* / M. Feeney [и др.] // *Plant Physiology*. — 2018. — Март. — Т. 177, № 1. — С. 241—254.
117. Three-dimensional positioning and structure of chromosomes in a human prophase nucleus / B. Chen [и др.] // *Science Advances*. — 2017. — Июль. — Т. 3, № 7.
118. *Radon, J.* On the Determination of Functions from Their Integral Values along Certain Manifolds / J. Radon // *IEEE Transactions on Medical Imaging*. — 1986. — Дек. — Т. 5, № 4. — С. 170—176.
119. Electron Tomography for Heterogeneous Catalysts and Related Nanostructured Materials / H. Friedrich [et al.] // *Chemical Reviews*. — 2009. — May. — Vol. 109, no. 5. — P. 1613—1629.
120. *Baumeister, W.* Electron Tomography of Molecules and Cells / W. Baumeister // *Trends in Cell Biology*. — 1999. — Февр. — Т. 9, № 2. — С. 81—85.
121. 0.7 Å Resolution Electron Tomography Enabled by Deep-Learning-Aided Information Recovery / C. Wang [et al.] // *Advanced Intelligent Systems*. — 2020. — Dec. — Vol. 2, no. 12. — P. 2000152.
122. *Electron-Beam Interactions with Solids. Т. 186* / под ред. М. Dapor. — Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2003. — (Springer Tracts in Modern Physics).
123. *Niedrig, H.* Information depth and spatial resolution in BSE microtomography in SEM / H. Niedrig, E. Rau // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. — 1998. — Авг. — Т. 142, № 4. — С. 523—534.
124. *Rau, E. I.* Fundamental Problems of Imaging Subsurface Structures in the Backscattered Electron Mode in Scanning Electron Microscopy / E. I. Rau, L. Reimer // *Scanning*. — 2006. — Dec. — Vol. 23, no. 4. — P. 235—240.
125. *Wells, O. C.* Effects of Collector Take-off Angle and Energy Filtering on the BSE Image in the SEM: Effects of Collector Take-off Angle and Energy Filtering / O. C. Wells // *Scanning*. — 1979. — Vol. 2, no. 4. — P. 199—216.

126. Electron Probe Quantitation / ed. by K. F. J. Heinrich, D. E. Newbury. — Boston, MA : Springer US, 1991.
127. Calculation of Energy Spectra from Layered Structures for Backscattered Electron Spectrometry and Relations to Rutherford Backscattering Spectrometry by Ions: Energy Spectra from Backscattering / L. Reimer [et al.] // Scanning. — 1991. — Vol. 13, no. 6. — P. 381—391.
128. *Mellen, C.* Micro-Tomography in a SEM using BSE Information / C. Mellen // Microscopy and Microanalysis. — 2001. — Май. — С. 9—11.
129. 3D multi-energy deconvolution electron microscopy / M. de Goede [и др.] // Nanoscale. — 2017. — Т. 9, № 2. — С. 684—689.
130. *Rau, E.* Image contrast and reflected electron spectroscopy of microstructures / E. Rau, N. Dremova, A. Matvienko // Bulletin of RAS. — 1995. — Т. 59. — С. 252—258.
131. Semiconductor Detectors of Backscattered Electrons in a Scanning Electron Microscope: Characteristics and Applications / S. V. Zaitsev [et al.] // Instruments and Experimental Techniques. — 2015. — Vol. 58, no. 6. — P. 757—764.
132. *Kaczmarek, D.* The method for reconstruction of complex images of specimens using backscattered electrons / D. Kaczmarek, J. Domaradzki // Scanning. — 2002. — Т. 24. — С. 65—69.
133. Analysis of formulas for calculating the main characteristics of backscattered electrons and how they compare to experimental results / E. I. Rau [и др.] // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. — 2013. — Август. — Т. 77, № 8. — С. 951—958. — Publisher: Allerton Press.
134. *Harker, M.* Regularized Reconstruction of a Surface from its Measured Gradient Field / M. Harker, P. O’Leary // Journal of Mathematical Imaging and Vision. — 2014. — Апрель. — Т. 51, № 1. — С. 46—70. — Publisher: Springer Science and Business Media LLC.
135. Integrating Surface Normal Vectors using Fast Marching Method / J. Ho [и др.] // ECCV’06 Proceedings of the 9th European conference on Computer Vision. — 2006. — Т. 3. — С. 239—250.
136. Highly Efficient Surface Normal Integration / M. Breuss [и др.] // Conference Algorithm 2016 (ALGORITMY 2016). — Podbanskè, SK : Slovak University of Technology, 2016. — С. 204—213.

137. *Kabanikhin, S. I.* Inverse and Ill-posed Problems Theory and Applications / S. I. Kabanikhin. — de Gruyter, 2011.
138. *Yagola, A. G.* Restoration of smeared and defocused color images / A. G. Yagola, N. A. Koshev // Numerical Methods and Programming. — 2008. — Т. 9. — С. 207—212.
139. *Wang, Y.* Computational Methods for Applied Inverse Problems / Y. Wang, A. Yagola, C. Yang. — USA : Walter de Gruyter & Co., 2012.
140. Electron beam excitation in thin layered samples / Н.-J. Fitting [и др.] // Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena. — 2007. — ИЮНЬ. — Т. 159, № 1—3. — С. 46—52.
141. Quantitative backscattered electron imaging of field emission scanning electron microscopy for discrimination of nano-scale elements with nm-order spatial resolution / Н. Kim [и др.] // Journal of Electron Microscopy. — 2010. — Апр. — Т. 59, № 5. — С. 379—385.
142. *Staub, P. .-* Bulk target backscattering coefficient and energy distribution of 0.5-100 keV electrons: an empirical and synthetic study / P. .-. Staub // Journal of Physics D: Applied Physics. — 1994. — ИЮЛЬ. — Т. 27, № 7. — С. 1533—1537.
143. *Nee, P. D.* Measurements of mass and thickness of repairable size dust particles by SEM backscattered electron images / P. D. Nee // Scanning electron microscopy. — 1978. — Т. 1. — С. 741.
144. *Dapor, M.* Penetration of an electron beam in a thin solid film: The influence of backscattering from the substrate / M. Dapor // Physical Review B. — 1991. — Май. — Т. 43, № 13. — С. 10118—10123.
145. Backscattered electrons from gold surface films deposited on silicon substrates: a joint experimental and computational investigation to add new potentiality to electron microscopy / M. Dapor [и др.] // Surface and Interface Analysis. — 2012. — АВГ. — Т. 45, № 2. — С. 677—681.
146. Angular and Energy Characteristics of Backscattered Electrons and Allowing for Them in the Three-Dimensional Visualization of Microstructures in Scanning Electron Microscopy / V. V. Zabrodsky [и др.] // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. — 2019. — НОЯБ. — Т. 83, № 11. — С. 1357—1365.

147. *Fitting, H.-J.* Six laws of low-energy electron scattering in solids / H.-J. Fitting // Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena. — 2004. — ИЮНЬ. — Т. 136, № 3. — С. 265—272.
148. Non-destructive evaluation of depth, thickness and composition of single ZnCdSe nanolayers buried in II-VI heterostructures / М. Karavaev [и др.] // Superlattices and Microstructures. — 2018. — Окт. — Т. 122. — С. 516—521.
149. *Reimer, L.* Monte-carlo simulation in low-voltage scanning electron microscopy / L. Reimer, R. Senkel // Optic. — 1995. — Т. 93. — С. 85—94.
150. *Cosslett, V. E.* Multiple scattering of 5 - 30 keV electrons in evaporated metal films III: Backscattering and absorption / V. E. Cosslett, R. N. Thomas // British Journal of Applied Physics. — 1965. — ИЮНЬ. — Т. 16, № 6. — С. 779—796.
151. *August, H.-J.* Energy distribution of electrons transmitted through thin foils / H.-J. August, J. Wernisch // Ultramicroscopy. — 1990. — Февр. — Т. 32, № 2. — С. 113—120.
152. *Rau, E. I.* Backscattered electron detector for 3D microstructure visualization in scanning electron microscopy / E. I. Rau, V. Y. Karaulov, S. V. Zaitsev // Review of Scientific Instruments. — 2019. — Февр. — Т. 90, № 2. — С. 023701.
153. Numerical Methods for the Solution of Ill-Posed Problems / A. N. Tikhonov [et al.]. — Dordrecht : Springer Netherlands, 1995.
154. *Mogensen, P. K.* Optim: A mathematical optimization package for Julia / P. K. Mogensen, A. N. Riseth // Journal of Open Source Software. — 2018. — Т. 3, № 24. — С. 615.
155. *Fletcher, R.* Practical methods of optimization: V. 1-2 / R. Fletcher. — 2nd ed. — Chichester, England : John Wiley & Sons, 11/1987.
156. *Rall, L. B.* Automatic Differentiation: Techniques and Applications. Т. 120 / L. B. Rall. — Berlin : Springer, 1981. — (Lecture Notes in Computer Science).
157. *Khan, K. A.* A vector forward mode of automatic differentiation for generalized derivative evaluation / K. A. Khan, P. I. Barton // Optimization Methods and Software. — 2015. — Май. — Т. 30, № 6. — С. 1185—1212.
158. *A.D., B.* SEM-microphotogrammetry, a new take on an old method for generating high-resolution 3D models from SEM images / B. A.D., J. P.A., W. A.E.L. // Journal of Microscopy. — 2017. — Март. — Т. 267, № 2. — С. 214—226.

159. 3DSEM++: Adaptive and intelligent 3D SEM surface reconstruction / A. P. Tafti [и др.] // *Micron*. — 2016. — Август. — Т. 87. — С. 33—45.
160. *Rau, E. I.* An annular toroidal backscattered electron energy analyser for use in scanning electron microscopy / E. I. Rau, V. N. E. Robinson // *Scanning*. — 1996. — Декабрь. — Т. 18, № 8. — С. 556—561.
161. Julia: A fresh approach to numerical computing / J. Bezanson [и др.] // *SIAM review*. — 2017. — Т. 59, № 1. — С. 65—98.
162. *Dierckx, P.* Curve and surface fitting with splines / P. Dierckx. — Oxford, England : Clarendon Press, 04/1995. — (Numerical Mathematics and Scientific Computation).
163. *Inc., P. T.* Collaborative data science / P. T. Inc. — 2015.
164. *Hunter, J. D.* Matplotlib: A 2D graphics environment / J. D. Hunter // *Computing in Science & Engineering*. — 2007. — Т. 9, № 3. — С. 90—95.
165. *Breloff, T.* Plots.jl / T. Breloff. — Вер. v1.32.0. — 09.2022.
166. *Revels, J.* Forward-Mode Automatic Differentiation in Julia / J. Revels, M. Lubin, T. Papamarkou // arXiv:1607.07892 [cs.MS]. — 2016.
167. *Rackauckas, C.* Differentialequations. jl—a performant and feature-rich ecosystem for solving differential equations in julia / C. Rackauckas, Q. Nie // *Journal of Open Research Software*. — 2017. — Т. 5, № 1.
168. SUNDIALS: Suite of nonlinear and differential/algebraic equation solvers / A. C. Hindmarsh [и др.] // *ACM Transactions on Mathematical Software (TOMS)*. — 2005. — Т. 31, № 3. — С. 363—396.
169. *Dunning, I.* JuMP: A Modeling Language for Mathematical Optimization / I. Dunning, J. Huchette, M. Lubin // *SIAM Review*. — 2017. — Т. 59, № 2. — С. 295—320.
170. *The Visualization Handbook.* / под ред. C. D. Hansen, C. R. Johnson. — Academic Press / Elsevier, 2005.
171. *Ayachit, U.* The ParaView Guide: A Parallel Visualization Application / U. Ayachit. — Clifton Park, NY, USA : Kitware, Inc., 2015.

Приложение А

Свидетельство о государственной регистрации программ для ЭВМ

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2024686806

SEM_BSE_Tomography.jl

Правообладатель: *Борзунов Андрей Анатольевич (RU)*Автор(ы): *Борзунов Андрей Анатольевич (RU)*

Заявка № 2024685754

Дата поступления 26 октября 2024 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 12 ноября 2024 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ
Сертификат: 0692e7e1a6300b15424c1670bca42726
Владелец: **Зубов Юрий Сергеевич**
Действителен с 10.07.2024 по 03.10.2025

Ю.С. Зубов

Приложение Б

Свидетельство о государственной регистрации программ для ЭВМ

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2024686481

SurfaceTopography.jl

Правообладатель: *Борзунов Андрей Анатольевич (RU)*Автор(ы): *Борзунов Андрей Анатольевич (RU)*

Заявка № 2024685727

Дата поступления 26 октября 2024 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 08 ноября 2024 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственностиДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ
Сертификат: 0692e7e1a6300b1542401670bca42726
Владелец: **Зубов Юрий Сергеевич**
Действителен с 10.07.2024 по 03.10.2025

Ю.С. Зубов