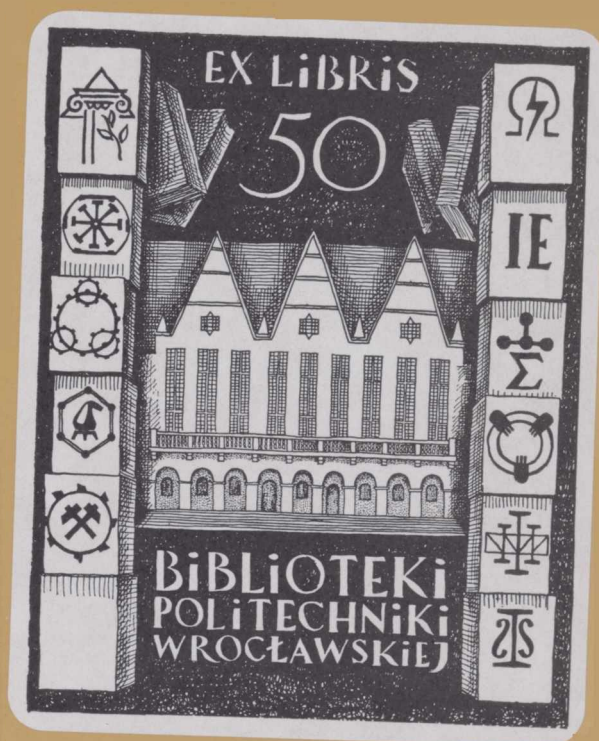


DANUTA KACZMAREK

REKONSTRUKCJA OBRAZU
POWIERZCHNI PRÓBK
W ELEKTRONOWYM
MIKROSKOPIE SKANINGOWYM
ZA POMOCĄ ELEKTRONÓW
WSTECZNIE ROZPROSZONYCH





DANUTA KACZMAREK

REKONSTRUKCJA OBRAZU
POWIERZCHNI PRÓBK
W ELEKTRONOWYM
MIKROSKOPIE SKANINGOWYM
ZA POMOCĄ ELEKTRONÓW
WSTECZNIE ROZPROSZONYCH



OFICyna WYDAWNICZA POLITECHNIKI WROCLAWSKIEJ
WROCLAW 1999

OPINIODAWCY

Juliusz Sielanko

Jerzy Zdanowski

REDAKTOR

Alicja Kordas

KOREKTA

Zofia Jasina

Biblioteka Główna i OINT
Politechniki Wrocławskiej



001856345



3025 28L/1

© Copyright by Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Wrocław 1999

ISBN 83-7085-410-9

OFICyna WYDAWNICZA POLITECHNIKI WROCLAWSKIEJ

Wybrzeże Wyspiańskiego 27, 50-370 Wrocław

DRUKARNIA OFICyny WYDAWNICZEJ POLITECHNIKI WROCLAWSKIEJ

Ark. wyd. 8,5. Ark. druk. 6 7/8. Papier offset kl. III, 80 g, B1. Zam. nr 350/99.

alic. 241/D/00

SPIS RZECZY

WAŻNIEJSZE OZNACZENIA	4
WSTĘP	5
1. METODY DETEKCJI SYGNAŁU ELEKTRONÓW WSTECZNIE ROZPROSZONYCH (EWR) W ELEKTRONOWYM MIKROSKOPIE SKANINGOWYM (SEM).....	8
1.1. Krótka charakterystyka sygnału EWR	8
1.2. Kierunki rozwoju systemów detekcyjnych w SEM	12
1.2.1. Typy detektorów EWR stosowanych w SEM	13
1.2.2. Przegląd systemów wielodetektorowych w SEM.....	18
2. TEORETYCZNA ANALIZA ZJAWISKA WSTECZNEGO ROZPRASZANIA ELEKTRONÓW.....	25
2.1. Modele oparte na równaniu transportu.....	25
2.2. Modele probabilistyczne oparte na metodzie Monte Carlo.....	29
2.3. Uprozczone modele analityczne wstecznego rozpraszania	33
2.4. Analiza separacji kontrastu topograficznego i materiałowego w SEM.....	39
3. METODY OBRÓBKI SYGNAŁÓW EWR Z SYSTEMÓW WIELODETEKTOROWYCH W SEM.....	45
3.1. Wpływ szumu na jakość sygnału EWR	45
3.2. Metoda analogowa	47
3.3. Metoda cyfrowa	52
4. ANALIZA ARTEFAKTÓW WYSTĘPUJĄCYCH PRZY TWORZENIU OBRAZÓW POWIERZCHNI ZA POMOCĄ SYGNAŁU EWR.....	55
4.1. Artefakty związane z układem detekcyjnym.....	55
4.2. Artefakty związane z niedostateczną separacją modów TOPO i COMPO	58
4.3. Artefakty związane z pikami na charakterystyce kątovej EWR.....	60
4.4. Artefakty związane z energią wiązki pierwotnej.....	63
5. METODY TWORZENIA MAP SKŁADU MATERIAŁOWEGO POWIERZCHNI ZA POMOCĄ SYGNAŁU EWR.....	66
5.1. Ocena rozdzielczości materiałowej uzyskiwanej za pomocą sygnału EWR.....	66
5.2. Metoda linearyzacji charakterystyki $\eta = f(Z)$	72
5.3. Metoda cyfrowej symulacji kolorów do analizy kompozycji próbki	74
5.4. Inne metody badania kompozycji próbki	78
6. METODY REKONSTRUKCJI OBRAZU TOPOGRAFII POWIERZCHNI ZA POMOCĄ SYGNAŁU EWR	82
6.1. Podstawowe czynniki mające wpływ na obraz topografii próbki	83
6.2. Metody tworzenia dwuwymiarowych obrazów topografii próbki	86
6.3. Metody pozwalające uzyskać wrażenie trzeciego wymiaru.....	87
6.4. Metody trójwymiarowej rekonstrukcji obrazu topografii próbki	90
PODSUMOWANIE	99
LITERATURA	101

WAŻNIEJSZE OZNACZENIA

- a – współczynnik związany z liczbą atomową Z
- BMP – mapa bitowa (bitmap) – rodzaj formatu graficznego do cyfrowego zapisu obrazu
- COMPO – obraz kompozycji próbki otrzymany w wyniku sumowania sygnałów EWR, zwykle pochodzących z dwóch detektorów rozmieszczonych symetrycznie względem wiązki pierwotnej
- D1 – detektor numer 1; sygnał z detektora nr 1
- D1 – D2 – różnica sygnałów EWR z detektorów D1 i D2
- e – ładunek elektronu
- E_0 – energia elektronów wiązki pierwotnej
- EW – elektrony wtórne
- EWR – elektrony wstecznie rozproszone
- I_0 – natężenie prądu elektronów wiązki pierwotnej
- I_D – natężenie prądu detektora
- I_{EWR} – natężenie prądu elektronów wstecznie rozproszonych
- MC – skrót nazwy metody Monte Carlo
- SEM – skrócona nazwa elektronowego mikroskopu skaningowego
- TOPO – obraz topografii próbki otrzymany w wyniku odejmowania sygnałów EWR, zwykle pochodzących z dwóch lub czterech detektorów rozmieszczonych symetrycznie względem wiązki pierwotnej
- Z – liczba atomowa pierwiastka
- α – kąt padania wiązki pierwotnej na powierzchnię próbki liczony od normalnej do powierzchni
- δ – kąt nachylenia powierzchni próbki względem osi x
- ε_0 – przenikalność dielektryczna próżni
- η – współczynnik wstecznego rozpraszania ($\eta = I_{EWR}/I_0$)
- θ – kąt między normalną do powierzchni a detektorem
- θ_0 – kąt między wiązką pierwotną a detektorem
- ν – kąt rozpraszania
- ρ – gęstość materiału
- σ – całkowity przekrój czynny na rozpraszanie
- φ – kąt azymutalny
- Ω – kąt bryłowy stożka wyjścia EWR

WSTĘP

Jednym z ważniejszych zjawisk występujących w elektronowym mikroskopie skaningowym (SEM) podczas oddziaływania wiązki elektronów pierwotnych z materiałem jest zjawisko wstecznego rozpraszania elektronów. Od połowy lat osiemdziesiątych można zaobserwować wzrost liczby prac dotyczących praktycznego zastosowania sygnału elektronów wstecznie rozproszonych (EWR). Wiąże się to z faktem, że sygnał EWR stanowi ważne źródło informacji o podstawowych właściwościach próbki [13, 64, 146, 148, 164, 165, 174]. Między innymi jest on stosowany do określania grubości cienkich warstw, badania topografii powierzchni, identyfikacji pierwiastków, badania orientacji krystalograficznej oraz defektów sieci.

Przedmiotem zainteresowania autora pracy jest zastosowanie sygnału EWR do badania kompozycji oraz topografii powierzchni próbki w SEM. Informacja o właściwościach próbki, niesiona przez ten sygnał, pochodzi z objętości materiału, która rośnie ze wzrostem energii E_0 wiązki elektronów pierwotnych i maleje ze wzrostem liczby atomowej Z pierwiastka. Zwykle w SEM stosuje się energię E_0 wartości od jednego do kilkudziesięciu kiloelektronowoltów, a maksymalna głębokość, z której wychodzą elektrony wstecznie rozproszone, wynosi od kilkuset nanometrów do kilku mikrometrów (np. dla Al przy energii wiązki około 30 keV, EWR wychodzą z obszaru materiału o średnicy $< 1 \mu\text{m}$ i z głębokości bliskiej $2 \mu\text{m}$). Z doniesień literaturowych [13, 72, 78, 106, 198] wynika, że rozdzielczość materiałowa sygnału EWR jest lepsza niż np. promieniowania rentgenowskiego.

doskonalenie zarówno metod detekcji sygnału EWR w SEM, jak i metod analizy obrazów powierzchni uzyskanych za pomocą tego sygnału, stało się w ostatnich latach ważnym celem badań. Badania te stymulowane są między innymi rozwojem mikroelektroniki, która wymaga coraz precyzyjniejszych metod analizy powierzchni półprzewodników, oraz rozwojem diagnostyki medycznej i biologicznej [105, 128, 180, 198]. Wiadomo też, że specjalistyczny sprzęt do kompleksowej analizy materiału próbki jest bardzo kosztowny. Na przykład przystawka do analizy rentgenowskiej ma cenę zbliżoną do średniej klasy mikroskopu elektronowego. Z tego wynika tak duże zainteresowanie wielu ośrodków naukowych doskonaleniem metod analizy powierzchni próbki za pomocą sygnałów dostępnych w typowych mikroskopach skaningowych. W literaturze brak jest jednak kompleksowego ujęcia zagadnień związanych z teoretycznym i praktycznym stosowaniem sygnału EWR w SEM do badania topografii i kompozycji powierzchni próbki.

Celem pracy jest:

- przedstawienie problemów związanych z tworzeniem i analizą obrazów otrzymanych za pomocą sygnału EWR,
- dokonanie klasyfikacji metod rekonstrukcji obrazu powierzchni próbki w SEM z zastosowaniem sygnału EWR,
- przedstawienie metod mających na celu rozszerzenie możliwości badania topografii i kompozycji próbki w SEM za pomocą sygnału EWR.

Sygnał EWR niesie równocześnie informację o topografii i o kompozycji próbki. Dlatego jednym z podstawowych problemów podczas tworzenia obrazów powierzchni w SEM jest separacja kontrastów topograficznego i materiałowego. Kontrast w SEM definiuje się jako stosunek maksymalnej różnicy sygnałów osiąganych z badanego elementu próbki do sygnału tła. Najprostszym sposobem separacji kontrastów topograficznego i materiałowego jest odpowiednie ustawienie detektorów względem próbki: w przypadku badania topografii – nisko nad próbką, badania zaś kompozycji – wysoko nad próbką. Jest jednak wiele innych metod pozwalających zwiększyć każdy z tych kontrastów i udoskonalić ich separację, o czym jest mowa w niniejszej pracy. W tym celu najczęściej stosuje się układ dwudetektorowy w SEM. Wówczas obraz topografii tworzony jest przez odjęcie sygnałów EWR z dwóch ustawionych naprzeciw siebie detektorów umieszczonych nisko nad próbką, obraz kompozycji próbki natomiast – przez dodanie sygnałów EWR z dwóch detektorów umieszczonych wysoko nad próbką. Autor używa w pracy nazw: „mod TOPO” oraz „mod COMPO” na określenie obróbki sygnałów EWR z różnych detektorów, w wyniku której uzyskuje się obraz topografii lub kompozycji powierzchni badanej w SEM.

Praca składa się z sześciu rozdziałów. Zagadnienia omówione w pierwszych trzech rozdziałach stanowią podstawę do opracowania metod rekonstrukcji rzeczywistego obrazu powierzchni próbki za pomocą EWR. W następnych rozdziałach autor – na podstawie bogatej literatury przedmiotu oraz własnych prac – przedstawił różne metody optymalizacji modów TOPO i COMPO, mające na celu trójwymiarową rekonstrukcję topografii z uwzględnieniem kompozycji próbki.

W rozdziale 1. podano definicję oraz podstawowe charakterystyki sygnału EWR. Omówiono w nim również najczęściej stosowane w SEM typy detektorów oraz sklasyfikowano systemy wielodetektorowe do badania sygnału EWR. W rozdziale tym autor przedstawił wyniki własnych badań nad detektorami półprzewodnikowymi, konwerterem oraz scyntylatorem typu YAG. Dodatkowo omówił własną konstrukcję systemu sześciodiodowego, który zastosował do opracowania metod analizy powierzchni, prezentowanych w niniejszej pracy.

W rozdziale 2. przedstawiono różne sposoby analizy teoretycznej zjawiska wstecznego rozpraszania. Oprócz metody opartej na równaniu transportu, omówiono metodę Monte Carlo (między innymi na podstawie własnych wyników autora) i podano przegląd uproszczonych modeli analitycznych wstecznego rozpraszania. Głównym osiągnięciem autora w tym rozdziale jest prezentacja uproszczonego modelu anali-

tycznego, uwzględniającego dwa zjawiska związane z oddziaływaniem wiązki elektronowej z ciałem stałym: zjawisko dyfuzji i pojedynczego rozpraszania. Wyniki uzyskane dzięki temu modelowi stosowane były przez innych badaczy do porównania z danymi doświadczalnymi [20, 21, 206]. Ponadto autor przedstawił metodę analizy separacji kontrastów topograficznego i materiałowego w SEM, na podstawie której zaproponował metodę tworzenia „czystych” modów TOPO i COMPO.

W rozdziale 3. omówiono metody obróbki sygnałów EWR uzyskanych z systemów wielodetektorowych. Wyniki własnych badań posłużyły autorowi do ukazania sposobu realizacji układów do analogowej i cyfrowej obróbki sygnałów EWR w celu rekonstrukcji obrazów mikroskopowych.

Często bywa, że sama znajomość podstaw fizycznych zjawiska wstecznego rozpraszania może nie wystarczyć do prawidłowej interpretacji obrazów mikroskopowych. Dlatego też w rozdziale 4. sklasyfikowano artefakty, czyli zjawiska powstałe z przyczyn ubocznych, niezależnych od właściwości badanej próbki. Korzystając przede wszystkim z wyników własnych badań doświadczalnych, autor przeanalizował różne rodzaje artefaktów i zaproponował metody ich unikania.

W rozdziale 5. przedstawiono ocenę rozdzielczości materiałowej uzyskiwanej za pomocą sygnału EWR oraz metody doskonalenia modu COMPO w SEM. Autor zaproponował tu dwie własne metody: metodę linearyzacji charakterystyki $\eta = f(Z)$ oraz metodę cyfrowej symulacji kolorów. Na podstawie analizy obrazów mikroskopowych przedstawiono zalety obu metod. Na zakończenie rozdziału porównano różne metody badania kompozycji próbki.

W rozdziale 6. omówiono zagadnienia związane z rekonstrukcją ukształtowania powierzchni próbki w SEM. Jest to problem znacznie bardziej skomplikowany niż było to w przypadku tworzenia map kompozycji za pomocą sygnału EWR. Autor zaproponował klasyfikację efektów mających wpływ na obrazy topografii oraz metod tworzenia tych obrazów. Oryginalnym wkładem autora jest też metoda trójwymiarowej rekonstrukcji obrazu topografii próbki z jednoczesną prezentacją składu materiałowego.

1. METODY DETEKCJI SYGNAŁU ELEKTRONÓW WSTECZNIE ROZPROSZONYCH (EWR) W ELEKTRONOWYM MIKROSKOPIE SKANINGOWYM (SEM)

Jak wynika z literatury przedmiotu, w ostatnich latach prowadzone są intensywne prace nad praktycznym zastosowaniem sygnału EWR do wiernej rekonstrukcji obrazu powierzchni próbki w SEM. Prace te dotyczą przede wszystkim doskonalenia:

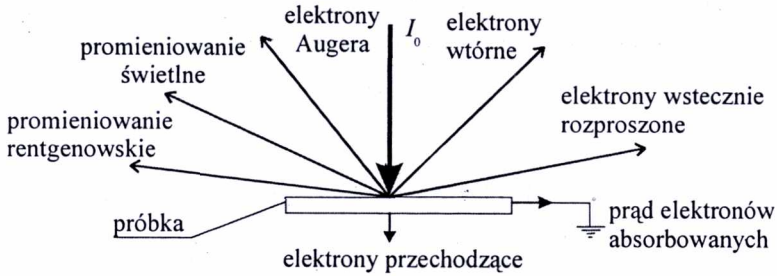
- jakości detektorów EWR i ich konstrukcji [25, 62, 86, 90, 102, 142, 143, 153, 156, 160, 199, 202],
- metod separacji modów TOPO i COMPO, między innymi przez rozwój układów wielodetektorowych [6÷8, 11, 12, 25, 54, 55, 59, 60, 71, 102, 121, 142, 150, 162, 165, 166, 170, 171, 181, 186, 203],
- metod analogowej i cyfrowej obróbki sygnałów EWR pochodzących z wielu detektorów [25, 29, 48, 50, 63, 130, 142, 150, 167, 199, 203].

Sygnał EWR, jako nośnik informacji o badanym materiale, ma wiele zalet, które najlepiej omówić na podstawie najważniejszych charakterystyk wstecznego rozpraszania elektronów pierwotnych w próbce.

1.1. KRÓTKA CHARAKTERYSTYKA SYGNAŁU EWR

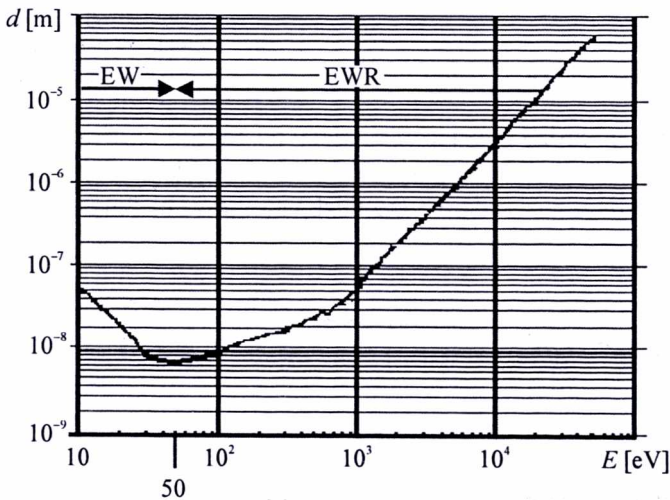
Oddziaływanie wiązki elektronów z ciałem stałym wywołuje procesy fizyczne, które wykorzystuje się jako źródło informacji o badanym materiale i jego powierzchni. Między innymi mogą powstawać: promieniowanie świetlne, promieniowanie rentgenowskie, elektrony Augera, elektrony wtórne, elektrony wstecznie rozproszone (rys. 1.1). Dzięki zastosowaniu odpowiednich detektorów z każdego z tych sygnałów można uzyskać różne informacje.

W SEM do badania próbek stosuje się powszechnie dwa rodzaje sygnałów: sygnał elektronów wtórnych (EW) oraz sygnał elektronów wstecznie rozproszonych (EWR). Przyjmuje się, że EW są to elektrony wychodzące z materiału z energią mniejszą niż 50 eV. Pochodzą one z bardzo cienkiej warstwy powierzchni próbki (około kilkudziesięciu nanometrów). Elektronami wstecznie rozproszonymi (EWR) są natomiast te elektrony, które wychodzą ponad powierzchnię próbki z energią większą niż 50 eV [68, 146, 147, 149, 165, 166, 170].



Rys. 1.1. Sygnały otrzymywane w wyniku padania wiązki elektronów na powierzchnię ciała stałego (I_0 – wiązka elektronów pierwotnych)

Zwykle sygnał EWR w SEM pochodzi z dużo głębszych obszarów próbki niż sygnał EW (rys. 1.2) [62, 65, 68, 146]. Podział na EW i EWR ze względu na energię nie jest przypadkowy. Na rysunku 1.2 pokazano zależność między głębokością wnikania wiązki pierwotnej a energią elektronów wychodzących z próbki. Widać tu minimum przy energii równej około 50 eV. Istnienie minimum jest, między innymi, wynikiem dwóch zachodzących w próbce procesów: gwałtownego zmniejszania się liczby elektronów rzeczywiście wtórnych (EW) wraz ze wzrostem grubości materiału oraz równoczesnym wzrostem udziału elektronów odbitych sprężystie.



Rys. 1.2. Związek głębokości wnikania d wiązki pierwotnej z energią elektronów E wychodzących z próbki w przypadku węgla o gęstości 1 g/ml [65]

Zarówno sygnał EW, jak i EWR niosą ze sobą wiele informacji o próbce [2, 31, 44, 52, 81, 141, 144, 146, 148, 149, 204]. Ponieważ przedmiotem zainteresowania autora jest głównie sygnał EWR, dlatego dalej pokazano wybrane charakterystyki decydujące

o możliwości zastosowania tego sygnału do rekonstrukcji powierzchni próbki. Definiuje się w tym celu współczynnik wstecznego rozpraszania elektronów η jako

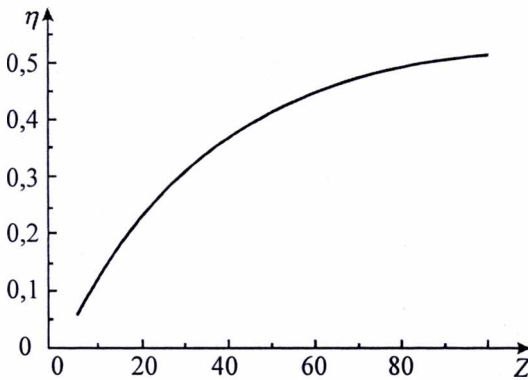
$$\eta = \frac{I_{\text{EWR}}}{I_0}, \quad (1.1)$$

gdzie:

I_{EWR} – całkowite natężenie prądu elektronów wstecznie rozproszonych,

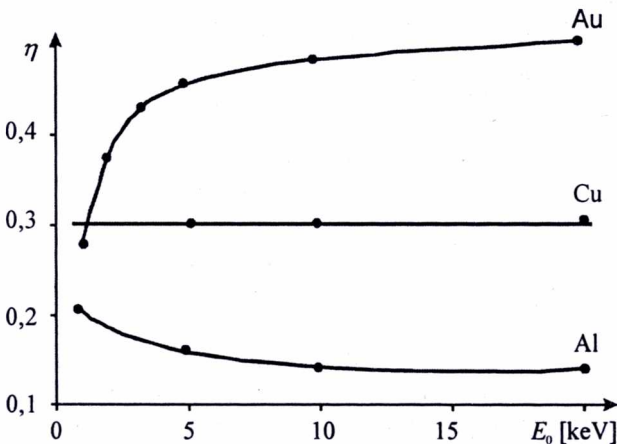
I_0 – natężenie prądu elektronów wiązki pierwotnej.

Ważną cechą sygnału EWR jest jego zależność od liczby atomowej Z pierwiastka. Na rysunku 1.3 widać, że w przedziałach liczb atomowych, np. $5 \div 40$, współczynnik η może być przybliżony funkcją liniową. Fakt ten jest bardzo korzystny przy zastosowaniu sygnału EWR do analizy składu materiałowego próbki. Dokładniej problem ten przedstawiono w rozdziale 5.



Rys. 1.3. Zależność współczynnika η od liczby atomowej Z pierwiastka przy normalnym padaniu wiązki pierwotnej o energii 30 keV [147]

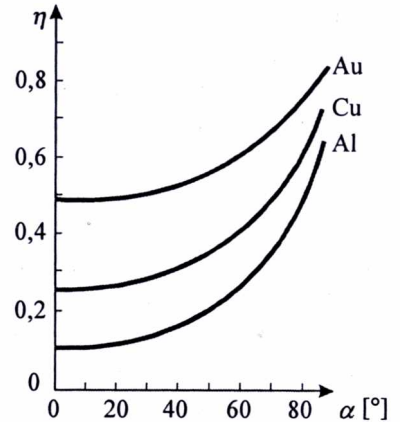
Współczynnik η bardzo nieznacznie zależy od energii elektronów wiązki pierwotnej E_0 . Z rysunku 1.4 wynika, że przy energiach E_0 większych niż 5 keV, o wartości sygnału EWR decyduje w zasadzie tylko liczba atomowa badanego pierwiastka [166].



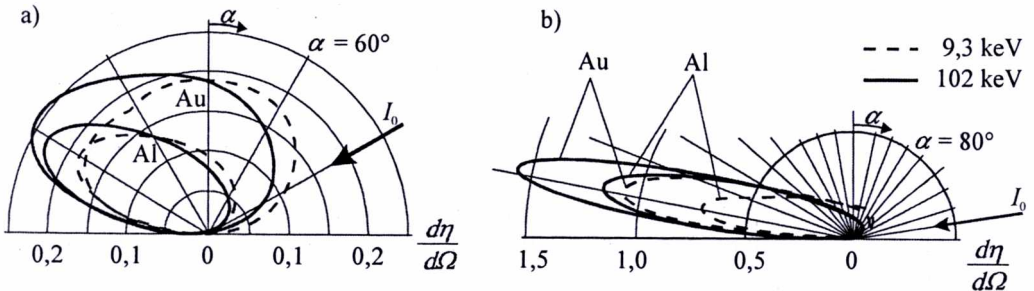
Rys. 1.4. Zależność współczynnika η od energii elektronów pierwotnych E_0 [166]

Z kolei silna zależność sygnału EWR od ukształtowania powierzchni materiału umożliwia zastosowanie go do badania topografii próbek w SEM. Na rysunku 1.5 pokazano, że ze wzrostem kąta padania α wiązki pierwotnej na powierzchnię próbki następuje wzrost współczynnika η , przy czym dla małych kątów padania ($\alpha = 0 \div 30^\circ$) wzrost ten jest niewielki [146, 147, 149].

Rys. 1.5. Zależność współczynnika η od kąta padania α wiązki elektronów pierwotnych na próbkę (kąt α liczony jest od normalnej do powierzchni) [46]



Na rysunku 1.6 przedstawiono rozkłady kątowe współczynnika wstecznego rozpraszania elektronów $d\eta/d\Omega$ (gdzie Ω oznacza kąt bryłowy), w przypadku ukośnego padania wiązki elektronów I_0 ($\alpha = 60^\circ, 80^\circ$) na powierzchnię aluminium i złota. Jeśli wiązka elektronów pada prostopadnie do powierzchni próbki, to rozkład $d\eta/d\Omega$ jest określony funkcją kosinus [20, 68, 76, 149, 165, 206]. W miarę wzrostu kąta padania wiązki charakterystyka staje się zdecydowanie kierunkowa. Jest to duża zaleta sygnału EWR w porównaniu z sygnałem EW, gdyż rekonstrukcja obrazu powierzchni próbki w SEM powinna opierać się na różnowartościowych sygnałach dla różnych kątów nachylenia powierzchni i kątów azymutalnych.



Rys. 1.6. Rozkłady kątowe $d\eta/d\Omega$ przy różnych kątach padania α elektronów pierwotnych na próbki aluminium oraz złota: a) $\alpha = 60^\circ$, b) $\alpha = 80^\circ$ [146]

Na podstawie zaprezentowanych charakterystyk oraz danych zaczerpniętych z literatury [69, 147, 164, 165] można sformułować następujące wnioski dotyczące elektronów wstecznie rozproszonych:

1. Wartość całkowitego współczynnika η przy normalnym padaniu wiązki na próbkę ($\alpha = 0$) wzrasta monotonicznie ze wzrostem liczby atomowej Z , w przypadku natomiast stopów

$$\eta = \sum_i c_i \eta_i, \quad (1.2)$$

gdzie:

c_i – stężenie wagowe,

η_i – współczynnik wstecznego rozpraszania pierwiastka.

2. Współczynnik η niewiele zmienia się z energią E_0 elektronów padających w zakresie $E_0 = 10 \div 100$ keV.

3. Współczynnik η wzrasta ze wzrostem kąta padania α elektronów na próbkę.

4. EWR mają energię E w zakresie od 0,5 do 0,95 E_0 i wartość energii E przesuwa się w stronę E_0 wraz ze wzrostem kąta α .

5. Rozkład kątowy $d\eta/d\Omega$ jest, w przypadku normalnego padania wiązki, zbliżony do rozkładu kosinusowego, przy czym dla ukośnego padania wiązki na próbkę występuje maksimum podobne jak przy zjawisku odbicia.

6. Głębokość wyjścia EWR wynosi około połowy zasięgu wnikania R elektronów wiązki w próbkę, przy czym

$$R = 6,7 E_0^{1,66}, \quad (1.3)$$

gdzie:

R – zredukowany zasięg w odniesieniu do gęstości powierzchniowej materiału, $\mu\text{g}\cdot\text{cm}^{-2}$,
 E_0 – energia elektronów wiązki, keV.

7. Współczynnik η zależy od kąta padania wiązki pierwotnej w stosunku do orientacji krystalograficznej próbki. Efekt kanałowania wpływa na zmianę wartości całkowitego współczynnika η (np. przy energii $E_0 = 10$ keV współczynnik η zmienia się o 5÷10%). Wraz ze wzrostem energii E_0 zmiana ta staje się coraz mniejsza.

8. Tory EWR wychodzących z próbki są praktycznie prostoliniowe, ponieważ większość tych elektronów ma dużą energię, zbliżoną do energii wiązki pierwotnej, i poruszają się one w obszarze pozbawionym silnych pól E-H oraz ładunku przestrzennego.

Wymienione w punktach 1÷5 wyniki oddziaływania powodują nakładanie się kontrastu materiałowego i topograficznego w SEM oraz zależą od sposobu detekcji.

Aby w pełni wykorzystać zalety sygnału EWR, należy zastosować odpowiedni układ detekcyjny. W następnym rozdziale krótko omówiono rozwiązania stosowane w praktyce.

1.2. KIERUNKI ROZWOJU SYSTEMÓW DETEKCYJNYCH W SEM

Jak już wspomniano na wstępie, sygnał EWR niesie wiele informacji jakościowych i ilościowych, dotyczących właściwości próbki. Informacje te są bardzo istotne w wielu dziedzinach, między innymi w mikroelektronice, mikromechanice, biologii i medycynie [26, 61, 104, 105, 124, 128, 180, 186, 192, 198, 202], dlatego też od początku lat sześćdziesiątych są prowadzone prace nad udoskonaleniem metod detekcji

sygnału EWR [10, 11, 55, 60, 63, 73, 88, 161, 165, 170, 203]. Prace te dotyczą zarówno samych detektorów, jak i sposobu ich rozmieszczania w komorze roboczej mikroskopu skaningowego. W kolejnych podrozdziałach przedstawiono krótki przegląd głównych typów detektorów EWR oraz systemów detekcyjnych stosowanych w SEM do badania powierzchni próbek.

1.2.1. TYPY DETEKTORÓW EWR STOSOWANYCH W SEM

Jak wynika z informacji publikowanych w literaturze, do badania sygnału EWR w SEM najczęściej się stosuje następujące detektory:

- detektor scyntylicyjny [6÷12, 55, 56, 60, 150, 200],
- konwerter EWR/EW [55, 90, 121, 166, 175],
- detektor półprzewodnikowy [85, 90, 102, 143, 153, 160, 199, 203].

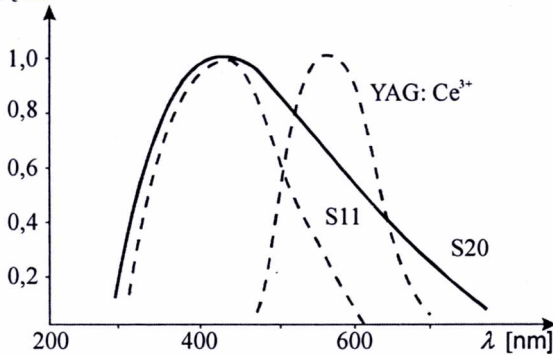
Detektory scyntylicyjne są powszechnie stosowane w mikroskopie skaningowym do detekcji elektronów wtórnych (EW). Charakteryzują się one dużą maksymalną częstotliwością pracy (rzędu GHz), dużym wzmocnieniem (powielanie lawinowe w fotopowielaczu) oraz niskim poziomem szumów (stosunek sygnału do szumu $S/N > 5$).

Detektor scyntylicyjny najczęściej wykonuje się w jednej z dwóch wersji: jako kierunkowy detektor typu Everharta–Thornleya (E–T) oraz szerokokątowy detektor typu Robinsona. Zasada pracy tych detektorów polega na zamianie w scyntylicytorze sygnału elektronów na sygnał fotonów. Fotony poprzez światłowód trafiają do fotopowielacza, gdzie ulegają wzmocnieniu dzięki kaskadowym procesom związanym z emisją wtórną. Sygnał może zostać wzmocniony do 10^8 razy przy niskim poziomie szumów.

W przypadku detekcji sygnału EWR nie jest konieczne wysokie napięcie przyspieszające na scyntylicytorze, ponieważ energia tych elektronów jest wystarczająca do efektywnej generacji fotonów. Jako materiały scyntylicyjne stosuje się najczęściej tworzywa organiczne (plastikowe tworzywa polimetakrylanowe z domieszką substancji scyntylicyjnych) lub nieorganiczne (polikrystaliczne lub monokrystaliczne), które jednak pod wpływem bombardowania dość szybko ulegają degradacji. Dużo trwalsze są związki krystaliczne o strukturze granatu [10, 11, 84, 118]. W układach detekcyjnych SEM zastosowanie znajduje monokryształ granatu itrowo-glinowego ($Y_2Al_3O_{12}$ – w skrócie YAG), domieszkowany neodymem – materiałem stosowanym w technice laserowej. Z nielicznych doniesień literaturowych [10, 118, 202] wynika, że zastosowanie ceru jako aktywatora znacznie zwiększa częstotliwość pracy detektora. Dlatego autor podjął prace związane z produkcją i badaniem tego rodzaju materiałów [84].

Na podstawie pomiaru charakterystyk widmowych wykonanych scyntylicytorów (rys. 1.7) oraz wieloletniego ich użytkowania w SEM stwierdzono, że szczególnie YAG domieszkowany 1% Ce^{3+} doskonale nadaje się do pracy w detektorach z fotopowielaczem wyposażonym w fotokatodę typu S20 [84].

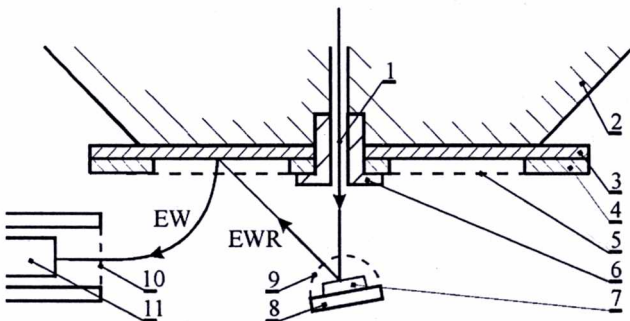
Natężenie
względne



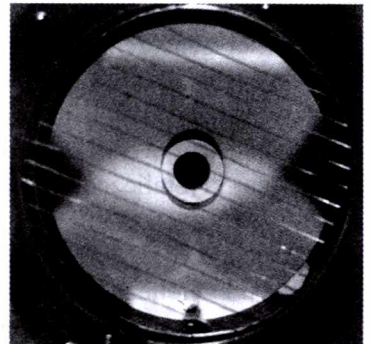
Rys. 1.7. Charakterystyka emisyjna detektora YAG: Ce^{3+} i charakterystyki widmowe fotokatod typu S11 i S20 [84]

Innym typem detektora EWR jest konwerter [175]. Stosuje się tu metodę wzmocnienia sygnału EWR przez jego zamianę na sygnał EW. Wysokoenergetyczne elektrony wstecznie rozproszone padają na materiał o dużym współczynniku emisji wtórnej i wybijają z niego niskoenergetyczne elektrony wtórne, które są następnie kierowane do detektora scyntylacyjnego. Autor prowadził prace nad tego typu detektorem [90]. Opierając się na propozycji Reimera i Volberta [175], wykonano zmodyfikowaną wersję konwertera EWR/EW. Na rysunku 1.8a przedstawiono schemat układu detekcyjnego, wyjaśniający zasadę konwersji EWR/EW. Dzięki odpowiedniej polaryzacji płytki konwertera (3) i siatki nad próbką (9) do detektora scyntylacyjnego (11) mogą docierać tylko EW wytwarzane w konwerterze za pomocą EWR. Na rysunku 1.8b pokazano zdjęcie powierzchni czołowej konwertera EWR/EW z siatką ekranującą, która stanowi filtr energetyczny dla elektronów wtórnych. Płytki konwertera jest pokryta tlenkiem magnezu, który ma bardzo duży współczynnik emisji wtórnej.

a)



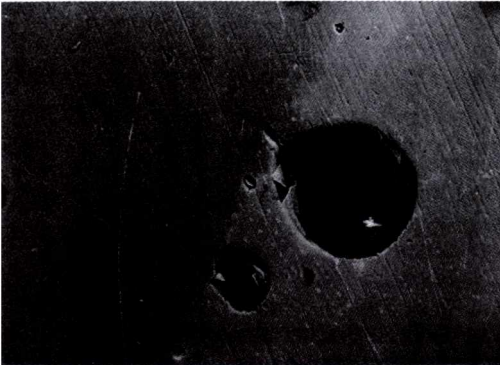
b)



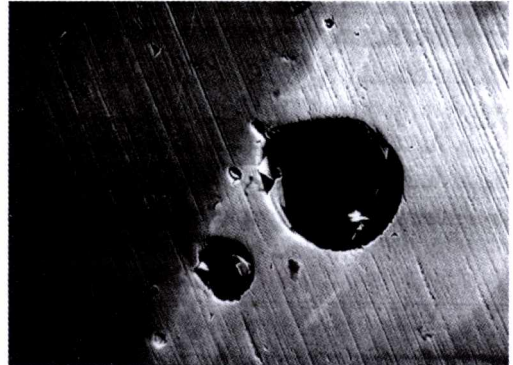
Rys. 1.8. Układ detekcyjny z konwerterem EWR/EW: a) schemat układu detekcyjnego: 1 – wiązka pierwotna, 2 – nabiegunknik soczewki, 3 – konwerter, ($-50\text{ V} \div -150\text{ V}$), 4 – pierścienie, 5 – siatka, 6 – tuleja mocująca, 7 – próbka, 8 – stolik, 9 – siatka nad próbką (-50 V), 10 – siatka detektora EW ($+400\text{ V}$), 11 – detektor scyntylacyjny EW ($+10\text{ kV}$); b) zdjęcie powierzchni czołowej konwertera z siatką ekranującą [90]

Zalety konwertera to duża częstotliwość pracy, niski poziom szumów (podobnie jak w przypadku detektorów scyntylacyjnych), a poza tym łatwość wykonania i montażu. Zastosowanie tego typu detektora może nieco ograniczać fakt, że warstwa MgO (często stosowana ze względu na dobrą sprawność przemiany EWR/EW) jest nietrwała [90]. Na rysunku 1.9 porównano obrazy mikroskopowe otrzymane za pomocą detektora Everharta–Thornleya ze scyntylatorem typu YAG (rys. 1.9a) oraz konwertera z warstwą MgO (rys. 1.9b). Jak widać, konwerter EWR/EW pozwala uzyskać obraz o dużo lepszym kontraście materiałowym niż detektor scyntylacyjny.

a)



b)



Rys. 1.9. Obrazy mikroskopowe oszlifowanego obszaru spoiny Mo–Ta otrzymane przy użyciu:
 a) detektora typu E–T ze scyntylatorem typu YAG: Ce^{3+} ,
 b) konwertera EWR/EW ($E_0 = 25$ keV, powiększenie 200 \times) [90]

Innym typem detektorów EWR, często stosowanym w mikroskopach skaningowych, są detektory półprzewodnikowe [49, 90, 93, 95, 129, 160]. Zazwyczaj są to diody półprzewodnikowe ze złączem Schottky’ego, złączem typu p-n lub typu p-i-n. Zasada działania tych detektorów polega na generacji par elektron–dziura przez EWR padające na powierzchnię złącza. Ze względu na budowę tych detektorów (głębokość złącza p-n, grubość warstwy kontaktowej) generacja nośników zachodzi dopiero przy energiach większych od kilku kiloelektronowoltów. Częstotliwość graniczna pracy diod jest rzędu kilkuset kiloherców. Detektory półprzewodnikowe ze względu na małe rozmiary (od kilku milimetrów kwadratowych do kilku centymetrów kwadratowych) mogą być montowane nawet w niewielkich komorach roboczych mikroskopu. Łatwo też rozmieścić ich większą liczbę w dowolnym miejscu nad próbką, gdyż nie wymagają one dodatkowego systemu powielania sygnału, jak np. w detektorach scyntylacyjnych. Są one trwałe, łatwe w montażu i tanie. Poza tym dużą zaletą detektorów półprzewodnikowych jest to, że ich charakterystyka wzmocnienia jest liniowa [90, 93] i że można dokonywać nie tylko jakościowej analizy powierzchni próbki, ale również ilościowej. Między innymi ze względu na te zalety autor, pōd przetestowaniem różnych układów detekcyjnych, zdecydował się na korzystanie do rekonstrukcji obrazu w SEM

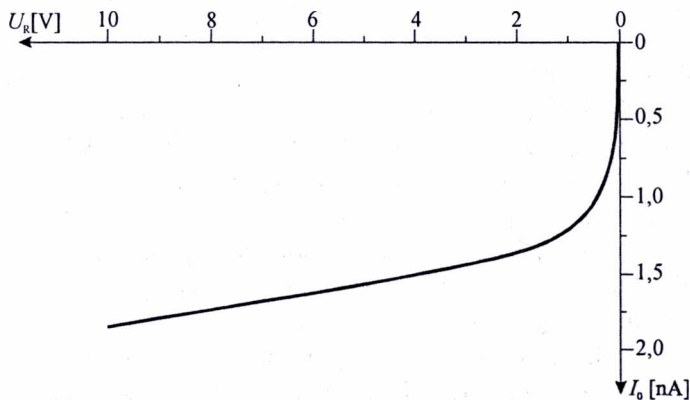
głównie z układów detekcyjnych EWR z fotodiodami półprzewodnikowymi typu p-i-n. Z tego względu w pracy dokładniej omówiono ten rodzaj detektorów.

Fotodioda typu p-i-n jest to złącze p-n, w którym w centralnej części jest wytworzony wysokorezystywny obszar ze skompensowanymi domieszkami, stanowiący półprzewodnik samoistny „i”. Tego typu struktura pozwala na uzyskanie większej czułości i szybkości działania w porównaniu z fotodiodą konwencjonalną [30, 93]. Na rynku nie są jednak dostępne nieobudowane diody, które spełniałyby wymagania ze względu na detekcję sygnału EWR. W związku z tym autor przez kilka lat prowadził prace związane z technologią wytwarzania oraz testowaniem tego rodzaju detektorów. Fotodiody typu p-i-n zastosowane jako detektory EWR w SEM działają przy zaporowej polaryzacji złącza, w warunkach niskiego poziomu generacji nośników w złączu, a więc w warunkach zbliżonych do braku oświetlenia.

Fotodioda typu p-i-n, zastosowana jako detektor EWR w SEM, powinna przede wszystkim charakteryzować się:

- stałą wartością prądu ciemnego w zakresie polaryzacji zaporowej,
- dużym współczynnikiem wzmocnienia prądowego,
- niewielką wartością współczynnika szumów,
- częstotliwością graniczną pracy większą od szybkości przemiatania wiązki pierwotnej w odpowiednich trybach pracy mikroskopu,
- stabilnością parametrów w czasie.

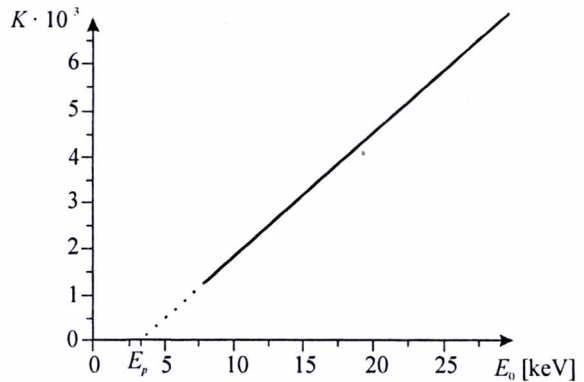
Najczęściej diody są wstępnie testowane pod kątem ich przydatności do detekcji EWR przez pomiar charakterystyki prądowo-napięciowej w kierunku zaporowym oraz charakterystyki wzmocnienia prądowego. Na rysunkach 1.10 i 1.11 dla przykładu pokazano takie charakterystyki diod zastosowanych przez autora w układzie detekcyjnym EWR [90, 93].



Rys. 1.10. Charakterystyka prądowo-napięciowa krzemowych diod typu p-i-n przy polaryzacji zaporowej: U_R – napięcie polaryzacji zaporowej, I_D – natężenie prądu diody

Charakterystykę I–U (rys. 1.10) mierzy się przy braku oświetlenia, przy czym im mniejszy jest prąd ciemny diody, tym lepszy jest stosunek S/N. Diody pracujące jako

detektory najczęściej polaryzowane są w kierunku zaporowym napięciem rzędu pojedynczych woltów. Na rysunku 1.11 pokazano charakterystykę wzmacnienia prądowego diod wykorzystywanych przez autora. Jak widać, przy typowej wartości energii elektronów pierwotnych E_0 (około 20 keV), wzmacnienie prądowe detektora K ma wartość kilku tysięcy razy, natomiast energia progowa E_p , powyżej której detektor rejestruje padający elektron, jest rzędu pojedynczych kiloelektronowoltów. Tego rodzaju testowanie diod jest szczególnie ważne, gdy przeznaczone są one do pracy w systemie wielodetektorowym i wymagana jest zgodność ich parametrów.



Rys. 1.11. Charakterystyka wzmacnienia prądowego diod typu p-i-n ($K = I_{\text{diody}}/I_0$; E_p – energia progowa) [90, 93]

Aby w pełni wykorzystać zalety sygnału EWR podczas rekonstrukcji obrazu próbki w SEM, należy zastosować odpowiedni typ detektorów i zapewnić ich optymalne położenie nad próbką. Dlatego też na zakończenie tego rozdziału porównano w tabeli 1.1 typowe właściwości detektorów EWR najczęściej stosowanych w SEM.

Tabela 1.1. Typowe właściwości detektorów EWR w SEM

Typ detektora EWR	Scyntylicyjny	Konwerter EWR/EW	Półprzewodnikowy
Wzmacnienie	$10^4 \div 10^8$ razy	jak scyntylicyjny	$10^3 \div 10^4$ razy
Częstotliwość graniczna	od kilkuset MHz do pojedynczych GHz	jak scyntylicyjny	kilkaset kHz
Energia progowa	od kilkuset eV do kilku keV	jak scyntylicyjny	kilka keV
Stosunek sygnału do szumu (S/N)	> 5	> 5	> 5
Rozmiary	od pojedynczych cm^2 do kilkudziesięciu cm^2	do kilkunastu cm^2	od ułamków cm^2 do kilku cm^2
Trwałość	typowe scyntylatory – 40÷50 h YAG – bardzo trwałe >>50 h	mała (ze względu na warstwę MgO)	taka jak diod
Rozpowszechnienie	montowany fabrycznie w każdym SEM	rzadko stosowany	dość często montowany fabrycznie
Zastosowanie	TOPO, COMPO	COMPO	TOPO, COMPO

W następnym podrozdziale przedstawiono przegląd systemów detektorowych w SEM, w których są zastosowane różne typy detektorów.

1.2.2. PRZEGLĄD SYSTEMÓW WIELODETEKTOROWYCH W SEM

W praktyce stosowanych jest wiele rodzajów układów detekcyjnych w SEM [6, 55, 57, 58, 60, 136, 137, 142, 150, 165, 170, 203]. Podejmowane są liczne prace, mające na celu optymalne położenie różnych detektorów względem próbki w celu wizualizacji jej topografii i kompozycji [54, 59, 60, 74, 123, 150, 165, 166, 176, 203].

Zwykle nisko nad próbką są umieszczane detektory do badania topografii powierzchni [55, 165]. Wówczas bowiem ukształtowanie powierzchni wpływa na wzrost efektu zacienienia i rośnie kontrast topograficzny. Detektory położone bliżej soczewki obiektywowej mikroskopu służą natomiast do badania kompozycji powierzchni (efekt zacienienia jest najmniejszy, a przy tym sygnał EWR ma największą wartość [12, 165]).

Doskonalenie metod separacji dwóch podstawowych modów pracy SEM – TOPO i COMPO – wiąże się z rozwojem układów wielodetektorowych [55, 88, 89, 136, 170]. Najprostszy sposób separacji tych modów można uzyskać dzięki zastosowaniu dwóch symetrycznie względem wiązki pierwotnej rozmieszczonych detektorów D1 i D2. Mod TOPO tworzony jest wówczas przez odjęcie od siebie sygnałów z tych detektorów (D1 – D2), natomiast mod COMPO – przez dodanie do siebie tych sygnałów (D1 + D2). Po raz pierwszy taki układ dwudetektorowy został zastosowany w 1966 roku przez Kimoto i Hashimoto [102]. Od tego czasu w mikroskopii skaningowej zaczęła rozwijać się dziedzina wiedzy nazwana przez Reimera [165] „strategią detekcji”. Chodzi tu o umiejętność jak najlepszego wykorzystania zjawisk fizycznych, zachodzących w próbce podczas padania na nią wiązki elektronów, do otrzymania prawidłowej informacji o badanym materiale.

Wybór odpowiedniej strategii detekcji sygnału EWR wymaga:

- wiedzy na temat podstawowych właściwości EWR (p. 1.1),
- zrozumienia procesów fizycznych zachodzących podczas oddziaływania wiązki elektronów z ciałem stałym na podstawie analizy teoretycznej (rozdz. 2) oraz wyników doświadczalnych (rozdz. 4÷6),
- znajomości metod detekcji i systemów detekcyjnych EWR w SEM (p. 1.2),
- wiedzy na temat sposobów mieszania sygnałów z różnych detektorów w celu otrzymania potrzebnych informacji o próbce (rozdz. 3).

Znajomość tych zagadnień umożliwia prowadzenie prac nad optymalizacją metod detekcji EWR. Aby w pełni wykorzystać efekty oddziaływania wiązki pierwotnej z materiałem próbki, stawiane są systemom detekcyjnym EWR następujące wymagania [55, 90, 136, 162, 165, 171, 200]:

1. Odpowiednie detektory powinny być ustawione pod małym kątem w stosunku do powierzchni próbki, ażeby otrzymać wyraźny kontrast topograficzny, pod dużym kątem natomiast – w razie badania kontrastu materiałowego.

2. Uniwersalny system detekcyjny powinien zapewniać możliwość zmiany kąta detekcji w zależności od rodzaju badanego kontrastu (ruchome układy detekcyjne lub możliwość zmiany położenia próbki).

3. Kontrast materiałowy powinien być niezależny od kąta nachylenia powierzchni i kąta azymutalnego detekcji – co zapewnia prawidłową informację o liczbie atomowej materiału próbki (problem separacji kontrastu topograficznego i materiałowego).

4. Pożądane jest polepszanie rozdzielczości i kontrastu obrazów w SEM, co można uzyskać dzięki stosowaniu filtrów energetycznych umożliwiających detekcję elektronów o małej stracie energii (odbitych sprężystości) [123].

5. System do detekcji sygnału EWR nie powinien zakłócać pracy innych urządzeń w komorze mikroskopu.

Wśród bogatej literatury dotyczącej konstrukcji nowych systemów detekcyjnych sygnału EWR [8, 9, 25, 60, 85, 88, 95, 121, 143, 159, 167, 170, 178, 200÷202] znajdują się prace przeglądowe, pokazujące różnorodność możliwych rozwiązań [7, 55, 136, 165].

Na podstawie informacji zawartych w literaturze przedmiotu oraz własnych badań [68, 82, 85, 88, 90, 95, 136] autor proponuje klasyfikację systemów wielodetektorowych:

a) ze względu na sposób ustawienia detektorów w stosunku do wiązki pierwotnej (symetryczne i niesymetryczne),

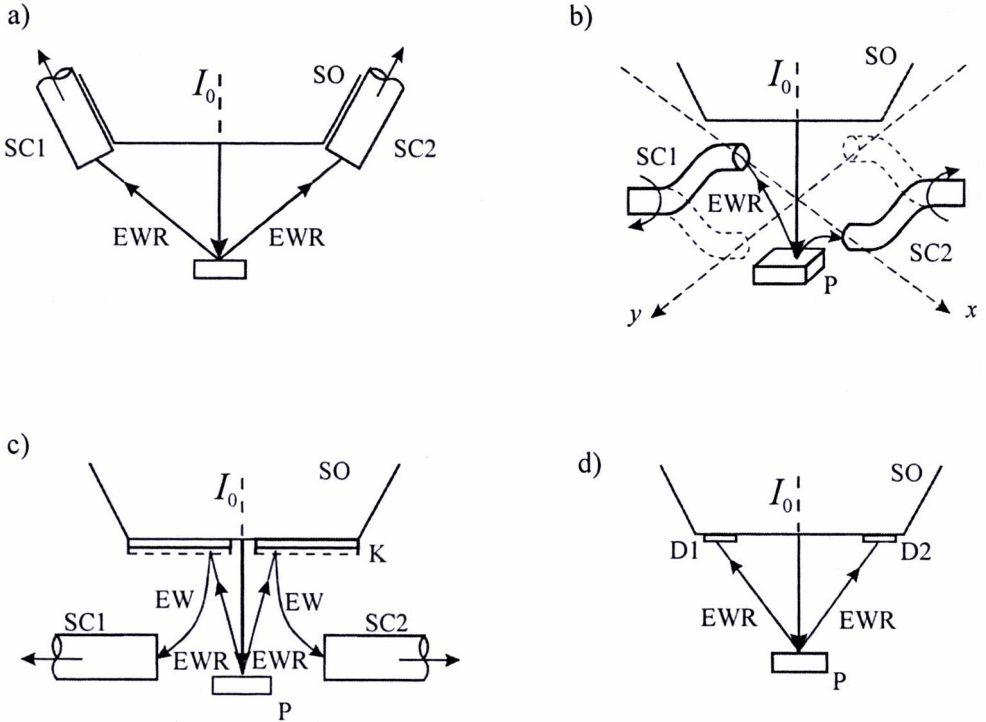
b) ze względu na typ detektorów zastosowanych w systemie detekcyjnym (scyntylacyjne, półprzewodnikowe, mieszane),

c) ze względu na rodzaj dostarczanej informacji (np. do badania topografii, kompozycji, struktury krystalicznej próbki).

Na rysunkach 1.12÷1.16 przedstawiono jedynie wybrane systemy detekcyjne, ponieważ każda z konstrukcji ma wiele różnych wariantów. Generalnie stosowana jest następująca zasada, że do badania topografii powierzchni w kierunku np. osi x konieczne są dwa detektory ustawione nisko nad próbką wzdłuż osi y (symetrycznie po obu stronach wiązki). Badanie topografii w kierunku osi y prowadzi się wówczas po obrocie próbki o 90° w płaszczyźnie xy . Można zastosować też cztery detektory umieszczone parami wzdłuż osi x i y , symetrycznie po obu stronach wiązki elektronowej. Z kolei do badania kompozycji wystarczy w zasadzie jeden detektor o dużej powierzchni umieszczony wysoko nad próbką. Stosuje się też rozwiązanie kompromisowe, kiedy to detektory znajdują się pod kątem około 45° w stosunku do próbki.

Na rysunku 1.12 pokazano dla przykładu systemy detekcyjne symetryczne. Na rysunku 1.12a przedstawiono układ dwóch detektorów scyntylacyjnych ustawionych w stosunku do powierzchni próbki pod kątem rzędu 40° [101, 117]. Układ ten jest

uniwersalny, bo służy zarówno do badania kompozycji, jak i topografii próbki. Stosuje się też wariant z czterema detektorami, przy czym detektory te często są ustawiane nisko tuż przy próbce i wtedy służą głównie do badania topografii powierzchni [27, 55, 150, 167, 170]. Na rysunku 1.12b pokazano ruchomy system detekcyjny opracowany przez Reimera i Riepenhausena [170]. Dzięki obrotowi dwóch detektorów można badać topografię próbki zarówno wzdłuż osi x jak i y .



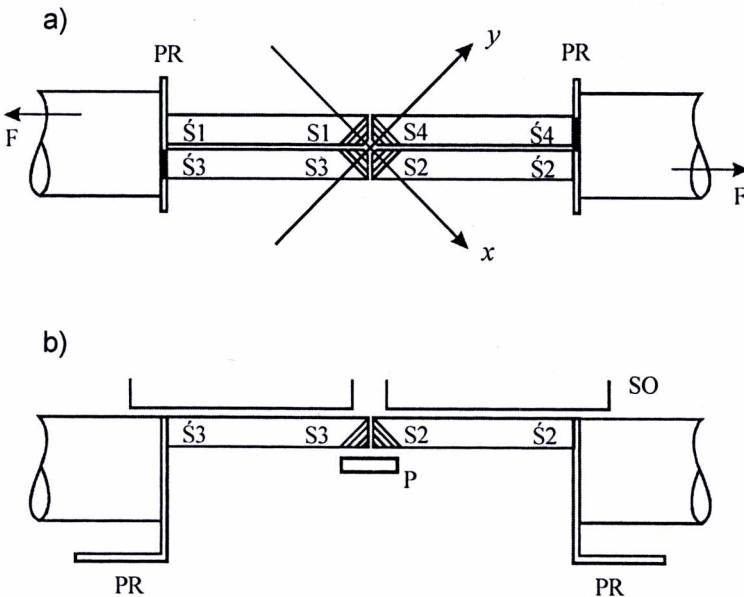
Rys. 1.12. Przykłady systemów wielodetektorowych symetrycznych:

- a) scyntylacyjny dwudetektorowy, b) scyntylacyjny dwudetektorowy ruchomy,
- c) mieszany, złożony z dwóch detektorów scyntylacyjnych i konwertera EWR/EW,
- d) półprzewodnikowy dwudetektorowy (D – detektor półprzewodnikowy,
- I_0 – wiązka elektronów pierwotnych, K – konwerter EWR/EW, P – próbka;
- SC – detektor scyntylacyjny, SO – soczewka obiektywowa mikroskopu)

Podobne możliwości daje czterodetektorowy system, w którym scyntylatory są ustawione nad próbką na kształt piramidy (rys. 1.13) [121]. Cztery scyntylatory (S) są połączone z czterema światłowodami (\dot{S}), dzięki natomiast zastosowaniu ruchomej przesłony (PR) sygnał przechodzi na zmianę do dwóch fotopowielaczy (F). Próbka znajduje się blisko detektorów, dlatego kąty detekcji EWR są małe ($20 \div 30^\circ$). Mod TOPO jest tworzony odpowiednio dla kierunku x jako różnica sygnałów $S3 - S4$, a dla kierunku y jako $S1 - S2$.

W komorze roboczej mikroskopu, oprócz dwóch lub czterech detektorów scyntylacyjnych, często umieszcza się dodatkowo pod soczewką obiektywową detektory przeznaczone do badania kontrastu materiałowego. W przypadku układów symetrycznych są to zwykle konwertery EWR/EW (rys. 1.12c) [101, 121, 166, 167, 170] lub detektory półprzewodnikowe [55, 109].

Często w SEM są stosowane systemy detekcyjne EWR oparte tylko na diodach półprzewodnikowych [90, 102, 122, 123, 141, 142, 203]. Na rysunku 1.12d pokazano najprostszy układ złożony z dwóch diod umieszczonych pod soczewką obiektywową mikroskopu [71, 102]. Bardziej uniwersalny system jest złożony z czterech diod umieszczonych symetrycznie po obu stronach wiązki wzdłuż osi x i y [122, 123, 129, 142].



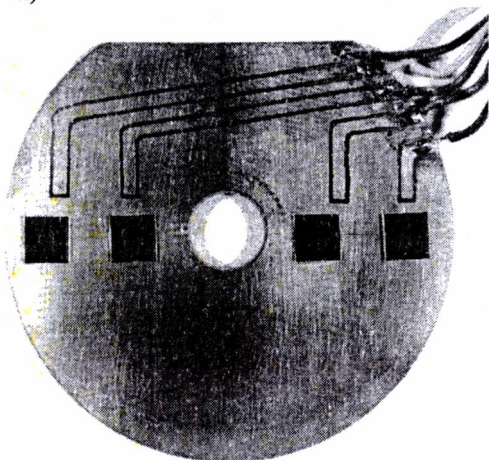
Rys. 1.13. Układ czterech detektorów scyntylacyjnych ustawionych w formie piramidy wokół próbki:

a) widok z góry; b) widok z boku

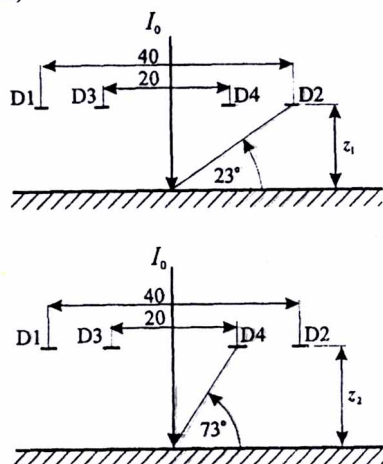
(F – fotopowielacz, P – próbka, PR – przesłona ruchoma, S – scyntylator, Ś – światłowód, SO – soczewka obiektywowa) [121]

Ze względu na liczne zalety tego typu detektorów (p. 1.2.1), a przede wszystkim na możliwość prowadzenia badań ilościowych sygnału EWR, autor zajmował się optymalizacją tych systemów detekcyjnych [82, 85, 86, 88, 90, 91]. Aby zapewnić detekcję sygnału EWR w zakresie różnych kątów wyjścia z próbki często stosuje się układ pokazany na rysunku 1.14 [90, 95]. Dzięki zmianie odległości próbki od detektorów (rys. 1.14b) możliwa jest detekcja EWR w trzech zakresach kątów wyjścia: małym (do 30°), średnim (do 60°) i dużym (powyżej 60°).

a)



b)



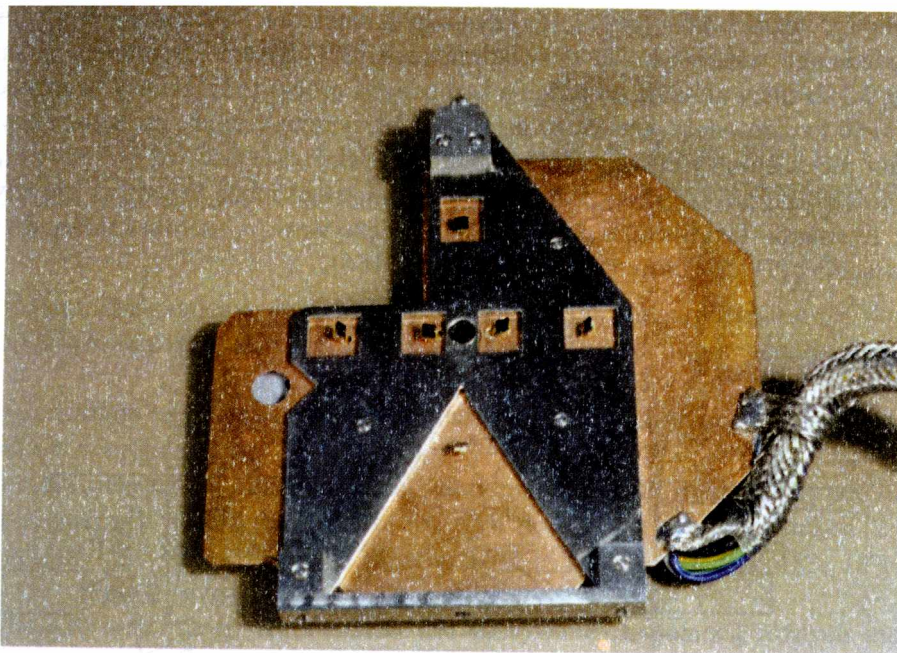
Rys. 1.14. Układ czterech detektorów półprzewodnikowych:
 a) widok od strony diod typu p-i-n o powierzchni 25 mm^2 ,
 b) zakresy kątów wyjścia EWR otrzymane w wyniku zmiany położenia próbki [90, 95]

Na podstawie badań doświadczalnych [82] i teoretycznych [131] opracowano sześciodiody system detekcyjny pokazany na rysunku 1.15. System ten był stosowany do badań związanych z rekonstrukcją obrazu powierzchni próbki w SEM. Jak widać na rys. 1.15a, diody zostały odpowiednio pochylone w celu zwiększenia ich skutecznej powierzchni czynnej oraz polepszenia stosunku sygnału do szumu [86, 95]. Jest to szczególnie ważne w przypadku detektorów zewnętrznych (D1, D2 na rys. 1.14b), które praktycznie znajdują się dla EWR prawie dwa razy dalej niż detektory wewnętrzne (D3, D4 na rys. 1.14b).

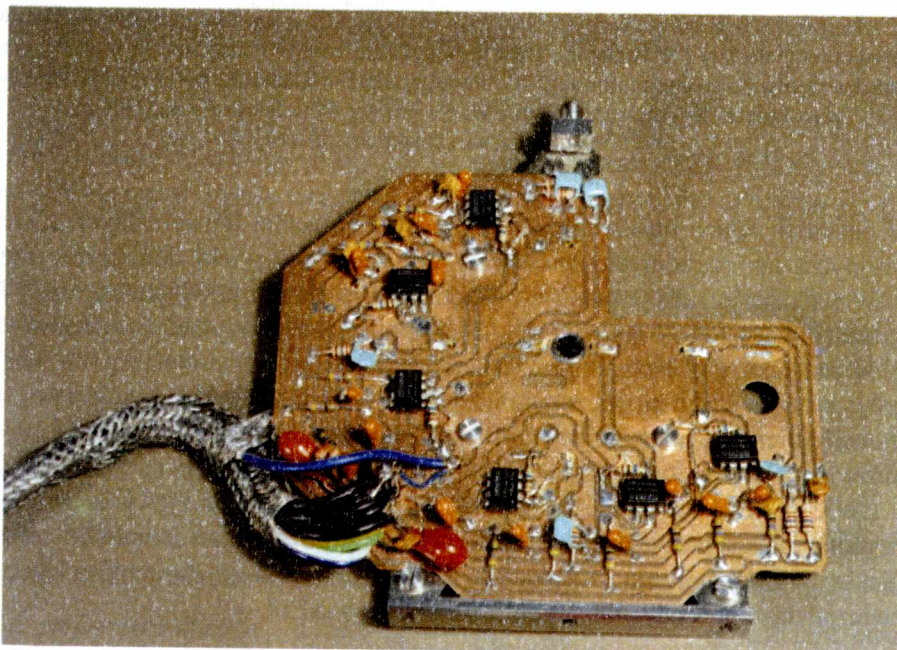
Aby uniknąć zakłóceń związanych z przesyłaniem słabych sygnałów na zewnątrz komory roboczej mikroskopu i uzyskać lepszy stosunek sygnału do szumu, umieszczono możliwie blisko detektorów sześć przedwzmacniaczy sygnału EWR. Znajdują się one, jak widać na rys. 1.15b, po przeciwnej stronie uchwyty mocującego diody i pracują w układzie przetwornika prądowo-napięciowego [85]. System detekcyjny przedstawiony na rysunku 1.15 stanowi tę część składową opracowanego urządzenia do analogowej obróbki sygnałów EWR, która jest umieszczona w próżni (p. 3.1) [87, 88].

Dotychczas omówiono symetryczne systemy detekcji sygnału EWR. Na rysunku 1.16 pokazano natomiast przykłady systemów detekcyjnych niesymetrycznych: scyntylacyjnego (rys. 1.16a) i mieszanego (rys. 1.16b), które umożliwiają otrzymanie lepszego kontrastu topograficznego i materiałowego. W skład systemu detekcyjnego na rysunku 1.16a wchodzi detektor pierścieniowy [6÷8, 12, 25, 54], który pozwala otrzymać bardzo dobry kontrast topograficzny [170]. Detektor ten otacza próbkę i umożliwia detekcję EWR o kątach wyjścia od 0 do 20° [54].

a)

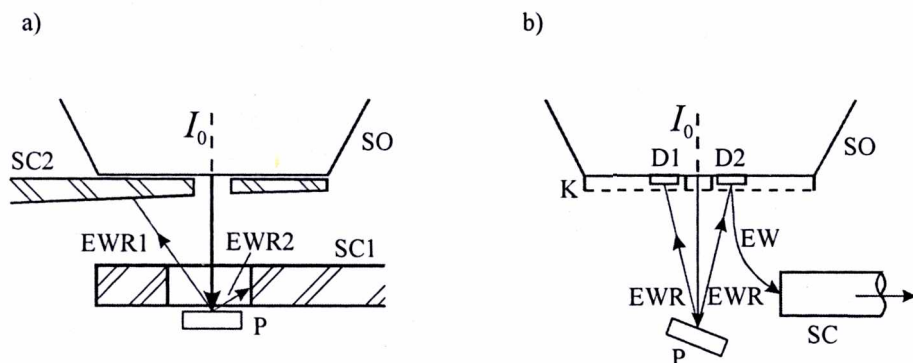


b)



Rys. 1.15. Półprzewodnikowy system detekcyjny złożony z sześciu diod typu p-i-n:
a) widok uchwytu mocującego od strony detektorów; b) widok od strony przedwzmacniaczy EWR [85]

W celu polepszenia obrazu w modzie TOPO stosowane jest tu odejmowanie od sygnału z detektora SC1 (rys. 1.16a) sygnału z detektora SC2, przy uwzględnieniu odpowiedniego współczynnika doświadczalnego [25]. System detekcyjny pokazany na rys. 1.16b służy głównie do badania kompozycji próbki [55]. Należy tu zaznaczyć, że istnieje bardzo wiele wariantów systemów niesymetrycznych, np. stosowany jest detektor pierścieniowy blisko próbki, a pod soczewką obiektywową – diody półprzewodnikowe [25, 54]. Zamiast detektora pierścieniowego może być użyty zwykły detektor Everharta–Thornleya, a pod soczewką obiektywową – szerokokątowy detektor scyntylicyjny [7] lub konwerter EWR/EW [121, 166].



Rys. 1.16. Przykłady niesymetrycznych systemów detekcyjnych: a) scyntylicyjny dwudetektorowy, b) mieszany, złożony z konwertera EWR/EW współpracującego z detektorem scyntylicyjnym oraz detektorów półprzewodnikowych (D – detektor półprzewodnikowy; I_0 – wiązka elektronów pierwotnych; K – konwerter EWR/EW; P – próbka; SC – detektor scyntylicyjny; SO – soczewka obiektywowa)

W ostatnich latach obserwuje się tendencję budowania uniwersalnych systemów detekcyjnych, np. ruchomych detektorów lub zestawów wielu detektorów różnego typu. W zasadzie jednak prawidłową rekonstrukcję obrazu powierzchni, czyli informację ilościową o niej (a nie tylko jakościową), można otrzymać po przetworzeniu sygnałów z detektorów ustawionych symetrycznie w stosunku do wiązki [27, 122].

Jak już wspomniano na początku niniejszego rozdziału, wybór prawidłowej strategii detekcji opiera się na znajomości podstaw fizycznych badanego zjawiska. Równocześnie więc z coraz doskonalszą praktyczną realizacją różnych metod detekcji sygnału EWR w SEM rozwijane są metody teoretycznego opisu zjawiska wstecznego rozpraszania elektronów wiązki w próbce. Chodzi o stworzenie modeli możliwie kompleksowo i dokładnie opisujących to zjawisko, w celu zrozumienia wielu aspektów związanych z powstawaniem kontrastu obrazu w SEM.

2. TEORETYCZNA ANALIZA ZJAWISKA WSTECZNEGO ROZPRASZANIA ELEKTRONÓW

Problem doskonalenia sposobów rekonstrukcji obrazu powierzchni za pomocą sygnału EWR wiąże się ściśle z dwoma głównymi kierunkami prac teoretycznych, to jest:

- z rozwojem teorii dotyczących opisu samego zjawiska wstecznego rozpraszania elektronów w próbce [3, 45, 83, 114, 120, 138÷140, 147, 197],
- z rozwojem teorii mających na celu stworzenie odpowiednich algorytmów mieszania sygnałów EWR z wielu detektorów, czyli z tak zwaną strategią detekcji [24, 42, 76, 97÷100, 111, 112, 115, 123, 127, 151, 161, 165, 167, 170, 174, 183, 187, 189, 203].

Zjawisko wstecznego rozpraszania jest opisywane za pomocą różnych modeli, które można podzielić na trzy podstawowe grupy:

- modele oparte na równaniu transportu,
- modele probabilistyczne oparte na metodzie Monte Carlo,
- uproszczone modele analityczne.

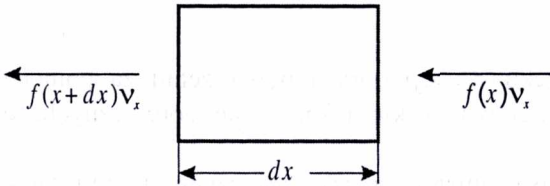
2.1. MODELE OPARTE NA RÓWNANIU TRANSPORTU

Równanie transportu Boltzmanna jest spotykane w wielu dziedzinach fizyki. Dawniej, wobec braku efektywnych możliwości obliczeniowych, na podstawie tego równania poszukiwano rozwiązań mniej dokładnych, ale dających się wyrazić za pomocą przybliżeń analitycznych [23]. Teorię opartą na równaniu transportu, opisującą zjawisko wstecznego rozpraszania elektronów w SEM, przedstawili Fathers i Rez [46]. Zaletą jej jest duża dokładność wyników oraz krótszy czas obliczeń, w porównaniu np. z metodą Monte Carlo.

Podstawowe równanie transportu wiąże się z określeniem prawdopodobieństwa $f(\vec{r}, \vec{v}) d^3\vec{r} d^3\vec{v}$ znalezienia elektronu o prędkości \vec{v} w danym punkcie \vec{r} i w elemencie przestrzeni fazowej $d^3\vec{r} d^3\vec{v}$. Równanie Boltzmanna wyraża fakt ciągłości ruchu. Zmiany funkcji $f(\vec{r}, \vec{v}, t)$ w czasie t są wynikiem ruchu elektronów pod wpływem zewnętrznego pola oraz zderzeń między atomami.

Na rysunku 2.1 pokazano schematycznie przepływ elektronów przez element jednowymiarowej przestrzeni fazowej. Szybkość zmiany gęstości prawdopodobieństwa w przestrzeni fazowej x wyniesie

$$v_x \frac{df}{dx} = \frac{v_x f(x+dx) - v_x f(x)}{dx}. \quad (2.1)$$



Rys. 2.1. Schemat przepływu elektronów przez element jednowymiarowej przestrzeni fazowej

Podobne zależności można zapisać dla kierunków y i z . Gdy w danym elemencie przestrzeni elektrony nie ulegną rozproszeniu, wówczas całkowity współczynnik zmian w tym elemencie przestrzeni wyniesie zero (równanie ciągłości)

$$\frac{\partial f}{\partial t} + v_x \frac{\partial f}{\partial x} + v_y \frac{\partial f}{\partial y} + v_z \frac{\partial f}{\partial z} = 0. \quad (2.2)$$

Jeżeli zaś elektrony padając na dany element przestrzeni zderzą się z atomami, to zmianie ulegnie zarówno ich prędkość, jak i kierunek ruchu. Wówczas ogólne równanie transportu będzie miało następującą postać

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \bar{v} \nabla f = \iiint v' \sigma(\bar{v}, \bar{v}') f(\bar{r}, \bar{v}') d^3 \bar{v}' - \iiint v \sigma(\bar{v}', \bar{v}) f(\bar{r}, \bar{v}) d^3 \bar{v}', \quad (2.3)$$

przy czym pierwszy składnik po prawej stronie dotyczy elektronów wchodzących do danej przestrzeni z różnymi prędkościami v' , a po zderzeniach uzyskujących prędkość v , a drugi składnik równania (2.3) dotyczy elektronów o prędkości v , które uległy rozproszeniu i wychodzą z danej przestrzeni z różnymi prędkościami v' . Przekroje czynne na rozpraszanie $\sigma(\bar{v}', \bar{v})$ i $\sigma(\bar{v}, \bar{v}')$ określają natomiast prawdopodobieństwo rozpraszania wzdłuż jednostkowej odległości.

Wyznaczenie funkcji f z równania (2.3) jest skomplikowane. Na potrzeby analizy zjawiska wstecznego rozpraszania w SEM można, zgodnie z rysunkiem 2.2, przyjąć następujące założenia upraszczające [46]:

- przypadek jest jednowymiarowy ($x, y = 0$),
- przypadek jest stacjonarny ($df/dt = 0$).

Gdy prędkość wyrazi się w układzie współrzędnych biegunowych i wprowadzone zostanie pojęcie przepływu elektronów zdefiniowane jako $I = v f$, wtedy równanie transportu (2.3) przyjmie postać

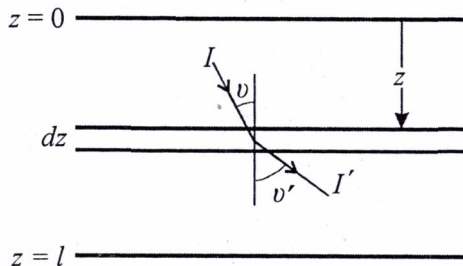
$$\cos \nu \frac{dI(\nu, E, z)}{dz} = \int [\sigma(\nu, E; \nu', E') I(\nu', E') - \sigma(\nu'; E'; \nu, E) I(\nu, E)] \sin \nu' d\nu' dE', \quad (2.4)$$

gdzie:

ν, ν' – kąty rozproszenia, określone na rysunku 2.2,

E, E' – energia cząstki przed i po zderzeniu,

σ – przekrój czynny na rozpraszanie.



Rys. 2.2. Jednowymiarowy układ współrzędnych w przypadku próbki o grubości l

Elektron, padając na powierzchnię próbki, ulega rozproszeniu na centrach rozpraszających pod różnymi kątami. Do opisu tego zjawiska wprowadza się pojęcie różniczkowego przekroju czynnego na rozpraszanie $d\sigma$, przy czym

$$\frac{d\sigma}{d\nu} = \frac{dn}{N}, \quad (2.5)$$

gdzie:

dn – liczba elektronów rozpraszanych w jednostce czasu pod kątami z przedziału od ν do $(\nu + d\nu)$,

N – liczba elektronów przechodzących w jednostce czasu przez jednostkę prostokątnego przekroju strumienia.

Całka różniczkowego przekroju po wszystkich kątach rozpraszania

$$\sigma = \frac{n}{N} \quad (2.6)$$

nazywa się całkowitym przekrojem czynnym na rozpraszanie.

W układzie sferycznym kąt ν i kąt bryłowy Ω są związane zależnością

$$\Omega = 2\pi(1 - \cos \nu). \quad (2.7)$$

Rutherford teoretycznie opisał zjawisko rozpraszania wiązki elektronów w kulombowskim polu sił [185]. Na podstawie równań mechaniki klasycznej otrzymał on następujący wzór określający różniczkowy przekrój czynny na rozpraszanie w układzie sferycznym

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{Z^2 e^4}{16(\pi\epsilon_0 E)^2} \frac{1}{\sin^4\left(\frac{\nu}{2}\right)}, \quad (2.8)$$

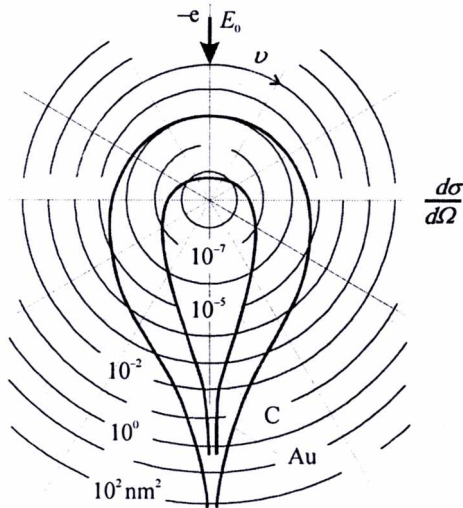
gdzie:

Z – liczba atomowa pierwiastka,

e – ładunek elektronu,

ϵ_0 – przenikalność dielektryczna próżni,

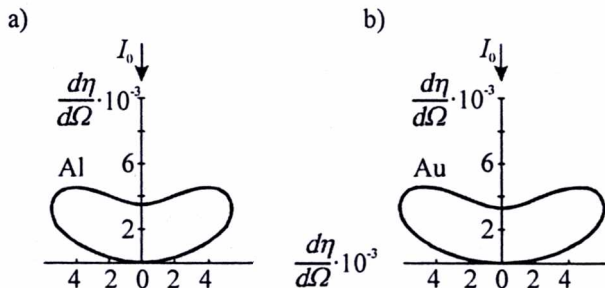
E – energia początkowa elektronu.



Przekrój ten przedstawiono w funkcji kąta rozpraszania ν na rysunku 2.3.

Rys. 2.3. Zależność przekroju czynnego na rozpraszanie $\frac{d\sigma}{d\Omega}$ od kąta rozpraszania ν w układzie biegunowym wg Rutherforda dla węgla i złota [146]

Rozwiązanie równania transportu polega na rozwinięciu wyrażeń określających przepływ elektronów I oraz przekroju czynnego na rozpraszanie σ w szereg Legendre'a [46]. Uzyskane na podstawie równania transportu rozkłady kątowe są zgodne z wynikami doświadczalnymi. Dla przykładu na rysunku 2.4 pokazano wykresy $d\eta/d\Omega$ w układzie biegunowym w przypadku cienkiej warstwy [46], które są zgodne z wynikami doświadczalnymi Niedriga [148] oraz z wynikami symulacji Monte Carlo uzyskanymi przez Shimizu oraz Muratę [187].



Rys. 2.4. Rozkłady kątowe elektronów wstecznie rozpraszonych przy normalnym padaniu wiązki, w przypadku: a) Al o grubości 800 nm; b) Au o grubości 20 nm.

Energia elektronów wiązki $E_0 = 30$ keV [46]

Jak widać na rysunku 2.4, w przypadku cienkiej warstwy na wykresie $d\eta/d\Omega$ występują charakterystyczne wybrzuszenia (niezależnie od rodzaju pierwiastka), które zanikają, gdy próbka jest gruba (rys. 2.12).

2.2. MODELE PROBABILISTYCZNE OPARTE NA METODZIE MONTE CARLO

Metoda Monte Carlo (MC) jest, począwszy od roku 1963, powszechnie stosowana do symulacji zjawisk zachodzących wewnątrz próbki podczas oddziaływania wiązki elektronów z ciałem stałym [37, 43, 47, 64, 65, 113, 119, 120, 138÷140, 169, 172, 184]. Od 1979 roku metodę MC stosuje się również z powodzeniem do analizy zależności sygnału EWR w SEM od ukształtowania powierzchni [1, 5, 35, 36, 41, 64, 65, 101, 114÷116, 152, 161, 171, 173, 186, 188, 193]. Wyniki uzyskane dzięki symulacji zjawiska wstecznego rozpraszania elektronów pozwalają więc na:

- badanie podstawowych charakterystyk sygnału EWR [47, 64, 67, 113, 139],
- badanie topografii próbki [36, 115, 161, 171],
- analizę składu materiałowego próbki [5, 114, 161, 186].

W metodzie MC maksymalna droga, jaką elektron o danej energii początkowej E_0 może przebyć w próbce, jest przedstawiona w postaci łamanej (rys. 2.5). Długość odcinka łamanej λ zależy przede wszystkim od energii początkowej elektronu oraz rodzaju materiału. Zwykle przyjmuje się następujące założenia [139]:

- elektron pierwotny wnika do próbki bez strat energii na odległość λ_0 ,
- elektron jest rozpraszany przez obiekt punktowy,
- energia elektronu pozostaje stała w zakresie przyjętego odcinka łamanej.

Istota metody MC polega na losowym wybieraniu realizacji poszczególnych zmiennych spośród wartości możliwych. Dotyczy to takich zmiennych, jak: typ zderzenia (sprężyste, niesprężyste), kąty rozpraszania ν i kąt azymutalny φ , długość kroku między kolejnymi punktami rozpraszania (rys. 2.5). Dlatego też w metodzie MC należy na wstępie określić:

- przekrój czynny na rozpraszanie, który decyduje o zmianie kąta ν ,
- średnią drogę swobodną λ elektronu w próbce jako długość kroku,
- straty energii elektronu podczas penetracji próbki.

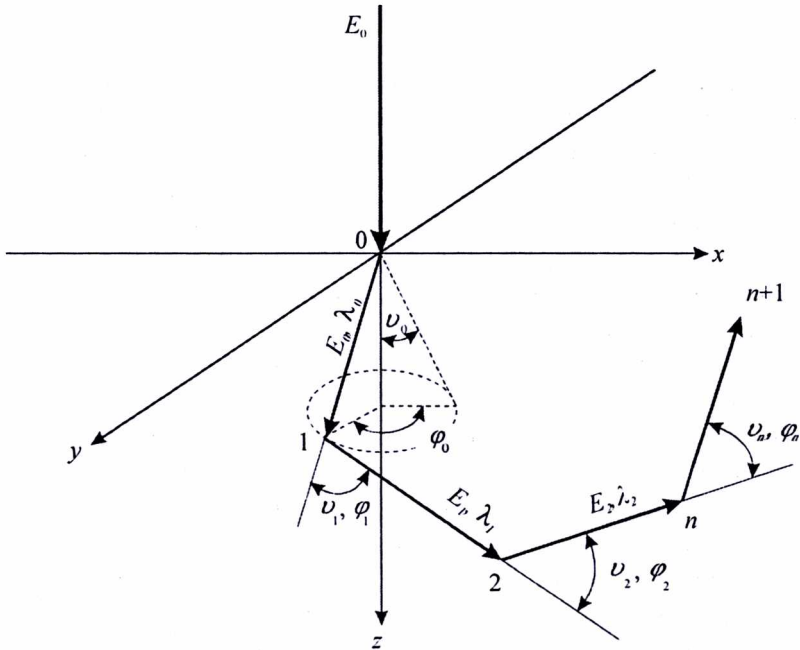
Przekrój czynny na rozpraszanie najczęściej określa się zgodnie z teorią Rutherforda (p. 2.1), z uwzględnieniem parametru ekranowania jądra atomu przez elektrony powłok atomowych [140]

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{Z(Z+1)e^4}{4E^2(1-\cos\nu+2\beta)^2}, \quad (2.9)$$

gdzie:

σ – całkowity przekrój czynny na rozpraszanie (wzór 2.6),

Ω – kąt bryłowy,
 Z – liczba atomowa pierwiastka,
 e – ładunek elektronu,
 E – energia początkowa,
 ν – kąt rozpraszania (rys. 2.2),
 β – parametr ekranowania [138].



Rys. 2.5. Sposób przedstawiania drogi elektronu w próbce metodą Monte Carlo

Średnią drogę swobodną λ można wyznaczyć ze wzoru [1, 139]

$$\lambda = \frac{1}{g\sigma}, \quad (2.10)$$

w którym g – gęstość objętościowa atomów równa liczbie atomów w jednostce objętości.

Wielkość strat energii elektronu penetrującego próbkę oblicza się zwykle za pomocą przybliżenia ciągłego charakteru strat, zgodnie z teorią Bethego [22, 67, 138],

$$-\frac{dE}{dS} = \frac{2\pi e^4 gZ}{E} \ln \frac{1,166E}{J}, \quad (2.11)$$

gdzie:

S – długość drogi,

J – potencjał jonizacyjny, zależny od Z ($J = 11,5Z$).

Dla przykładu w tabeli 2.1 podano, za Muratą [139], wyniki obliczeń dla trzech pierwiastków.

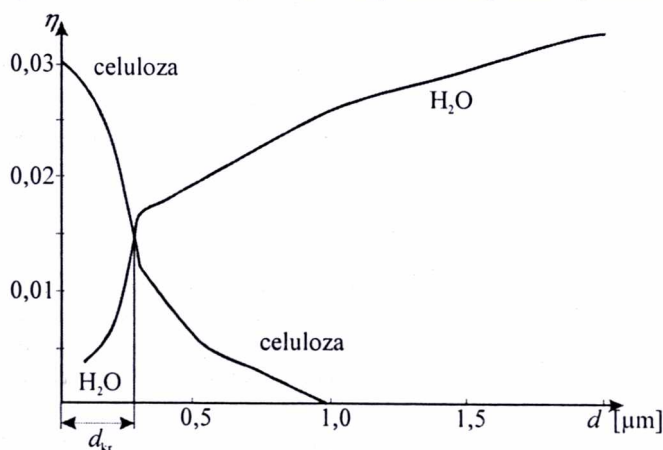
Tabela 2.1. Długość kroku λ , straty energii ΔE przy pierwszym kroku i zasięgu wnikania R , gdy $E_0 = 20$ keV

Próbka (Z)	λ , μm	ΔE , eV	R , μm
Al (13)	0,033	94	3,899
Cu (29)	0,0064	64	1,485
Au (79)	0,0032	37	1,043

Dokładność metody MC zależy głównie od liczby przyjętych do obliczeń torów elektronów. Zwykle liczba ta waha się od 10 000 do 40 000. Ze względu na statystyczny charakter metody, analiza wyników dotyczy tylko konkretnie symulowanych przypadków, jakkolwiek bowiem zmiana parametru wejściowego obliczeń wymaga powtórzenia całej procedury. Metoda MC pozwala jednak ingerować w dowolny parametr wejściowy, a więc daje możliwość symulacji nawet przypadków trudnych do zbadania w sposób eksperymentalny, poza tym pozwala uzyskać bardzo dużą dokładność obliczeń i jest chętnie stosowana przez badaczy.

Jak podano na początku tego rozdziału, jest bardzo dużo publikacji na temat stosowania metody MC do symulacji zjawisk zachodzących podczas padania wiązki elektronów na próbkę. Na przykład Joy [64, 65] oraz Murata [138, 139] przedstawili kompleksową analizę zależności sygnału EWR od energii wiązki pierwotnej, od kąta detekcji, głębokości wnikania wiązki w materiał, od rodzaju materiału, grubości cienkiej warstwy.

Rozwój mocy obliczeniowej komputerów pozwala uwzględniać podczas symulacji coraz bardziej zbliżone do rzeczywistości warunki procesu rozpraszania, badać próbki o rozbudowanej topografii i kompozycji. Kotera i inni w 1992 roku zaproponowali, na podstawie metody MC, szczegółową analizę zjawisk zachodzących na granicy różnych materiałów [114]. Shah i Durkin opublikowali wyniki symulacji zjawiska rozpraszania w przypadku próbek biologicznych [186]. Dzięki metodzie MC określono maksymalną grubość warstewki wody, która może pokrywać powierzchnię w SEM. Z rysunku 2.6 wy-



Rys. 2.6. Zależność współczynnika η od grubości d warstewki wody pokrywającej powierzchnię celulozy ($E_0 = 10$ keV), $d_{kr} = 0,28$ μm [186]

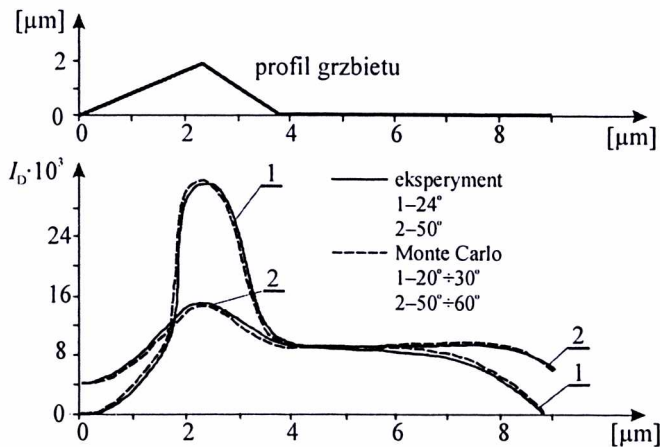
nika, że „krytyczna” grubość tej warstewki wynosi $0,28 \mu\text{m}$ przy energii wiązki pierwotnej $E_0 = 10 \text{ keV}$. Powyżej tej grubości nie jest możliwa identyfikacja podłoża z pomocą sygnału EWR.

Z kolei w artykule z 1994 roku Radzimski za pomocą metody MC przeanalizował proces formowania się kontrastu materiałowego w SEM. Badał on między innymi zależność obrazu w modzie COMPO od rozmiaru średnicy wiązki pierwotnej oraz głębokości wyjścia EWR w przypadku próbek złożonych z kilku materiałów [161].

Metoda MC z powodzeniem jest także stosowana do badania topografii próbki. Na przykład Reimer i inni [41, 101, 171] oraz Kotera i inni [111, 115] zajmowali się symulacją przebiegów sygnału EWR w zależności od ukształtowania powierzchni.

Autor również prowadził tego typu badania, stosując metodę MC do analizy wpływu kąta detekcji na sygnał EWR [35, 36]. Symulację przeprowadził, zakładając elastyczny charakter odbicia elektronów pierwotnych oraz stosując przybliżenie ciągłego charakteru strat energii zgodnie z teorią Bethego (wzór 2.11) [138]. Przyjął, że układ detekcyjny jest półsferyczny, podzielony na 4 części, a każda ćwiartka podzielona jeszcze na 9 części.

Na rysunku 2.7 pokazano dla przykładu porównanie wyników symulacji z badaniami doświadczalnymi. Widać dobrą zgodność obu przebiegów zarówno dla małych, jak i średnich kątów detekcji.



Rys. 2.7. Porównanie przebiegów sygnału EWR uzyskanych doświadczalnie i metodą MC w przypadku małego (krzywa 1) i średniego (krzywa 2) kąta detekcji, mierzonego od powierzchni próbki [36]

Zgodnie z danymi literatury przedmiotu [65, 66, 158, 161] można stwierdzić, że symulacja wyników metodą MC jest dużo bardziej zgodna z rzeczywistością w przypadku sygnału EWR niż sygnału EW. Na sygnał EW mają bowiem wpływ, między innymi, zanieczyszczenia powierzchni i lokalne pola magnetyczne, dlatego trudniejsza

jest symulacja zjawisk zachodzących w próbce. Z kolei nawet przy niskich energiach wiązki (około 1 keV) obrazy powierzchni uzyskane dzięki sygnałowi EWR mają wysoką rozdzielczość (około 1 nm) [114], dlatego też podejmowane są próby zastosowania metody MC do trójwymiarowej rekonstrukcji powierzchni za pomocą sygnału EWR [161, 205].

2.3. UPROSZCZONE MODELE ANALITYCZNE WSTECZNEGO ROZPRASZANIA

Analityczne modele, dotyczące zjawiska rozpraszania wiązki elektronowej w ciele stałym, spełniają ważną rolę w rozwoju zaawansowanych metod analizy powierzchni próbki w SEM. Przy zastosowaniu tego typu modeli badana jest np. zależność sygnału od topografii i kompozycji próbki [32÷34, 69, 81] lub optymalizowane są metody detekcji i obróbki sygnału EWR [76, 88]. Z tego względu poniżej przedstawiono krótki przegląd uproszczonych modeli wstecznego rozpraszania.

Pierwsze analityczne modele opisujące zjawisko rozpraszania elektronów wiązki w próbce pochodzą z lat sześćdziesiątych. Można podzielić je na trzy grupy:

- modele dyfuzyjne [3],
- modele pojedynczego rozpraszania [45],
- modele kombinowane, uwzględniające zjawisko dyfuzji oraz pojedynczego rozpraszania [147, 82, 83, 21].

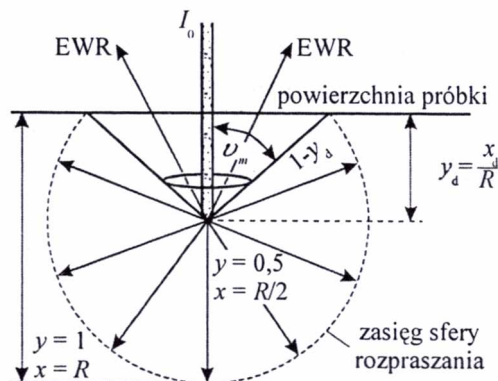
Pierwszym modelem dyfuzyjnym był model Archarda, zwany modelem punktowego źródła dyfuzji [3]. Zakłada on, że elektrony wiązki wnikają w próbkę bez odchylenia na głębokość dyfuzji y_d (rys. 2.8) i dopiero wtedy podlegają procesowi dyfuzji równomiernie we wszystkich kierunkach.

Głębokość dyfuzji odpowiada położeniu punktu, w którym zakłada się, że promień dyfuzji wynosi $(1 - y_d)$. Wzór Archarda określający współczynnik wstecznego rozpraszania ma postać [3, 149]

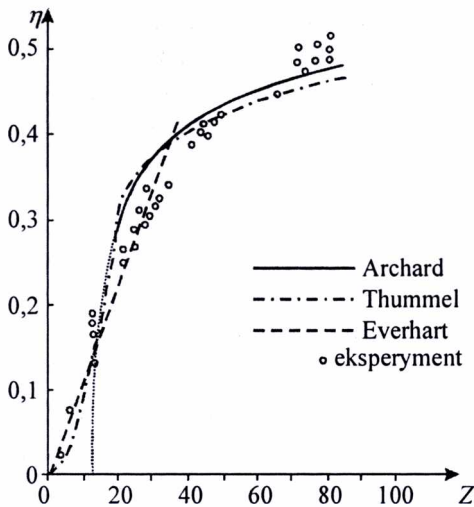
$$\eta = \frac{7Z - 80}{14Z - 80}, \quad (2.12)$$

gdzie

Z – liczba atomowa pierwiastka.



Rys. 2.8. Geometria modelu Archarda punktowego źródła dyfuzji (R – zasięg wnikania elektronów wiązki, y_d – zredukowana głębokość dyfuzji, przy czym $y_d \approx 40/7Z$, x_d – głębokość dyfuzji) [147]



Rys. 2.9. Zależność współczynnika wstecznego rozpraszania η od liczby atomowej Z , wynikająca z modeli Archarda, Thummela i Everharta w porównaniu z wynikami doświadczalnymi [147]

energii zgodnie z prawem Thomsona–Whiddingtona [147]

$$v^4 - v_0^4 = -c_T \rho x, \quad (2.13)$$

gdzie:

v – prędkość elektronu na głębokości x ,
 v_0 – prędkość elektronu padającego na próbkę,
 c_T – stała Terrilla; $c_T = 5,05 \cdot 10^{33} \text{ m}^6 \text{ kg}^{-1} \text{ s}^{-4}$,
 ρ – gęstość materiału próbki.

Następnie elektrony pierwotne podlegają pojedynczemu wielokątowemu rozpraszaniu. Wzór Everharta na współczynnik wstecznego rozpraszania ma postać [111]

$$\eta = \frac{a - 1 + 0,5^a}{a + 1}, \quad (2.14)$$

gdzie a – współczynnik Everharta.

Model Everharta nie uwzględnia wielokrotnego rozpraszania elektronów wiązki pod małymi kątami, dlatego też, w celu uzyskania dobrej zgodności wzoru (2.14) z doświadczeniem, Everhart przyjął, że

$$a = 0,045Z. \quad (2.15)$$

Jak widać na rysunku 2.9, przebieg charakterystyki $\eta = f(Z)$ – uzyskany na podstawie modelu Archarda – jest zgodny z danymi doświadczalnymi tylko dla materiałów o liczbie atomowej $Z \geq 50$.

Rozwinięciem modelu dyfuzyjnego jest model Thummela [197], który zakłada ciągły rozkład głębokości dyfuzji i wprowadza prawdopodobieństwo wyjścia elektronów na zewnątrz próbki. Dzięki temu Thummel uzyskał dobrą zgodność z doświadczeniem nawet dla małych Z (rys. 2.9).

Drugą grupę stanowią modele oparte na opisie zjawiska rozpraszania elektronów wiązki pierwotnej w próbce.

Pierwszym tego typu modelem był model pojedynczego rozpraszania Everharta [45, 147]. Everhart założył, że elektrony wiązki wnikają bez odchylenia bezpośrednio w głąb próbki, doznając przy tym strat

Na rysunku 2.9 porównano z wynikami doświadczalnymi przebieg charakterystyki $\eta = f(Z)$, otrzymanej na podstawie modelu Everharta, przy uwzględnieniu zależności (2.14) i (2.15). Jak widać, model ten jest zgodny z danymi doświadczalnymi w zakresie liczb atomowych $Z \leq 40$.

Stosując modele zarówno Everharta, jak i Thummela, Niedrig zaproponował udoskonalony analityczny model wstecznego rozpraszania, na podstawie którego otrzymał wyniki zbliżone do danych doświadczalnych w szerokim zakresie liczb atomowych [147].

Według Niedriga współczynnik wstecznego rozpraszania $d\eta(y, v, \varphi)$ w warstwie dy na głębokości y , przy rozproszeniu w kącie bryłowym $d\Omega$, wynosi

$$d\eta(y, v, \varphi) = (1 - y)^{a+k-1} dy \left(\frac{a}{2 \cos^4 \frac{v}{2}} + k \right) \frac{d\Omega}{2\pi}, \quad (2.16)$$

gdzie:

v – kąt wyjścia EWR liczony od normalnej do powierzchni,

φ – azymutalny kąt wyjścia EWR,

y – głębokość wyjścia EWR,

Ω – kąt bryłowy,

a – współczynnik Everharta; $a = 0,024 Z^2/A$; A – masa atomowa pierwiastka [45],

k – współczynnik udziału dyfuzji wyznaczany numerycznie; $k = f(Z)$.

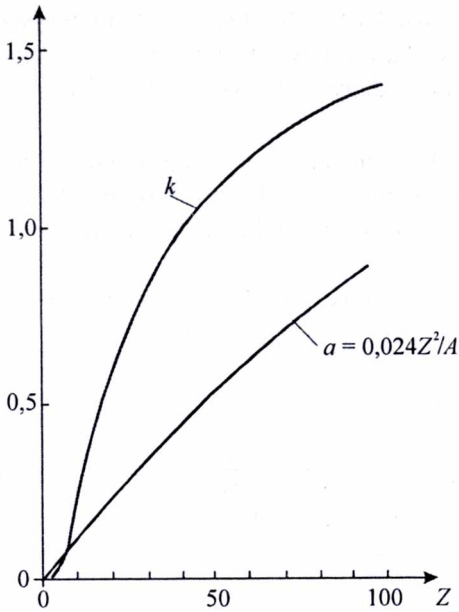
Ostateczna postać wzoru Niedriga określającego wartość η jest następująca

$$\eta = a \frac{a+k-1+0,5^{a+k}}{(a+k)(a+k+1)} + k \frac{a+k-2+0,5^{a+k-1}}{(a+k)(a+k-1)}. \quad (2.17)$$

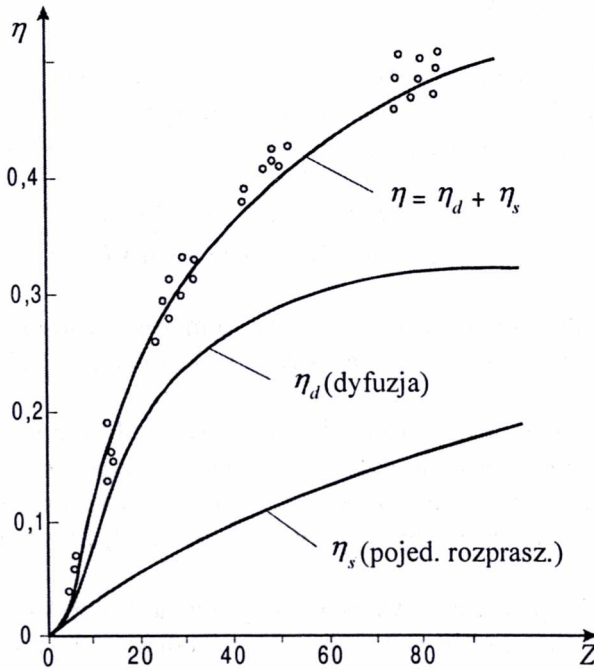
Zależność współczynników a i k od liczby atomowej pokazano na rysunku 2.10. Jeżeli udział procesu dyfuzji jest nieznaczny ($k = 0$), to wzór (2.17) przekształca się we wzór (2.14).

Pierwszy człon wzoru (2.17) przedstawia więc wpływ pojedynczego rozpraszania, drugi zaś wpływ procesu dyfuzji na wielkość współczynnika η . Ze wzoru (2.17) wynika również wzajemna zależność obu tych procesów, ponieważ współczynniki a i k są funkcjami liczby atomowej Z (rys. 2.10) i występują w obu członach wzoru.

Na rysunku 2.11 pokazano wykres współczynnika η uzyskany według modelu Niedriga. Jak widać, model ten wykazuje lepszą zgodność z wynikami doświadczalnymi niż pozostałe uproszczone modele wstecznego rozpraszania. Model Niedriga zakłada jednak taki rozkład prawdopodobieństwa głębokości dyfuzji, że udział procesu dyfuzji jest znaczny już na samej powierzchni próbki.



Rys. 2.10. Wykresy współczynników Everharta a i dyfuzji k w funkcji liczby atomowej Z [147]



Rys. 2.11. Charakterystyka współczynnika wstecznego rozpraszania w funkcji Z , otrzymana na podstawie modelu Niedriga w porównaniu z wynikami doświadczalnymi [147]

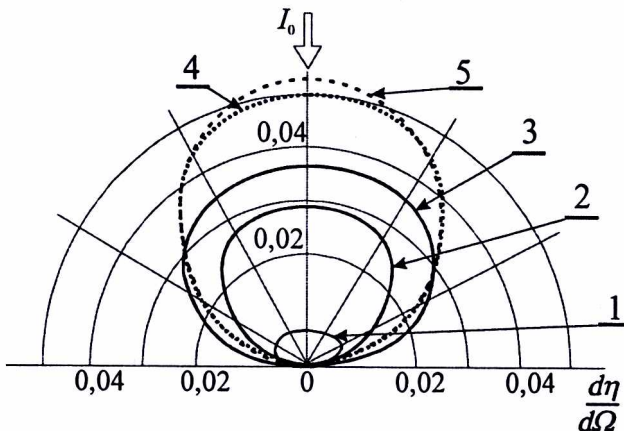
Autor zaproponował modyfikację modelu Niedriga w taki sposób, aby udział procesu dyfuzji we wstecznym rozpraszaniu można było wyrazić za pomocą rozkładu prawdopodobieństwa głębokości dyfuzji i jednocześnie, aby rozkład kątowy współczynnika wstecznego rozpraszania $d\eta/d\Omega$ (gdzie Ω – kąt bryłowy) wykazywał dobrą zgodność z wynikami doświadczalnymi [82, 83]. Zmodyfikowany wzór określający współczynnik wstecznego rozpraszania warstwy dy na głębokości y przy rozproszeniu w kącie bryłowym $d\Omega$ ma postać [83]

$$\int d\eta(y, v, \varphi) = \int (1-y)^{a+k-1} e^{ky} dy \left(\frac{a}{2 \cos^4 \frac{v}{2}} + ky \right) \frac{d\Omega}{2\pi}, \quad (2.18)$$

gdzie granice całkowania wynoszą odpowiednio dla kąta:

- $v - 0 \div v_m(y)$; v_m – maksymalny kąt wyjścia na głębokości y (rys. 2.8),
- $\varphi - 0 \div 2\pi$,
- Ω – połowa sfery nad powierzchnią próbki.

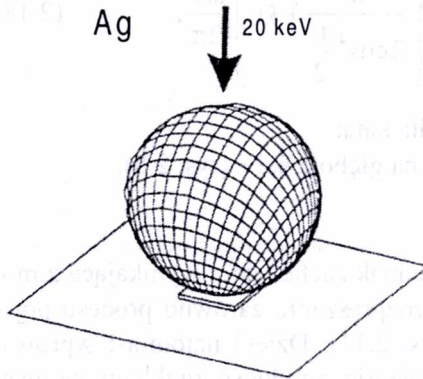
Mimo że wzory (2.16) i (2.18) różnią się, to jednak zachowano, wynikające z modelu Niedriga, proporcje udziału we wstecznym rozpraszaniu zarówno procesu pojedynczego rozpraszania, jak i procesu dyfuzji (rys. 2.11). Dzięki natomiast wprowadzonej modyfikacji [83] uzyskano lepszą niż Niedrig zgodność rozkładu kąowego współczynnika wstecznego rozpraszania $d\eta/d\Omega$ z wynikami doświadczalnymi (rys. 2.12).



Rys. 2.12. Rozkłady kątowe współczynnika wstecznego rozpraszania $d\eta/d\Omega$ przy normalnym padaniu wiązki elektronów I_0 na grubą próbkę, uzyskane na podstawie różnych modeli analitycznych:
 1 – model pojedynczego rozpraszania; 2 – model dyfuzyjny,
 3 – model Niedriga; 4 – model autora [83];
 5 – rozkład doświadczalny (Seidel – 30 keV [147])

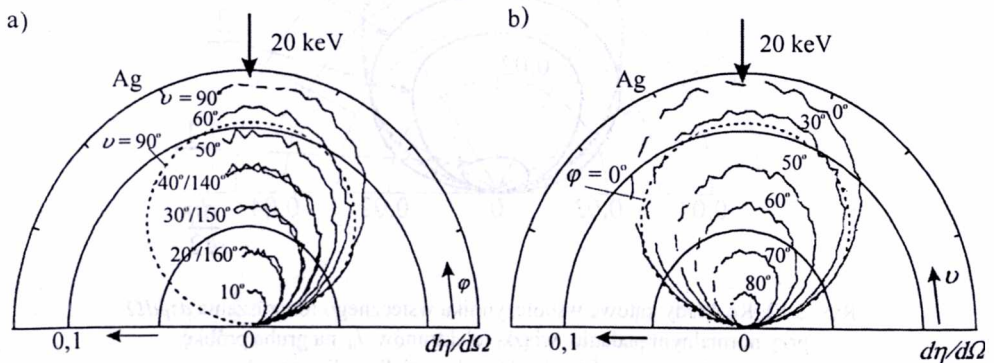
Znajomość rozkładu kąтового $d\eta/d\Omega$ jest bardzo istotna w praktyce, np. przy optymalizacji układów do detekcji sygnału EWR, do interpretacji kontrastu TOPCO i COMPO w SEM, czy przy doskonaleniu metod rekonstrukcji trójwymiarowej. Jaki ważny jest problem prawidłowego opisu zjawiska wstecznego rozpraszania, może świadczyć fakt pojawiania się ciągle nowych publikacji na ten temat [20, 21, 206].

W 1996 roku Berger i inni przeprowadzili dokładne badania kąтового rozkładu współczynnika wstecznego rozpraszania $d\eta/d\Omega$ dla różnych materiałów [20, 206] w celu znalezienia rozkładów przestrzennych [21]. Wyniki tych pomiarów w układzie biegunowym przedstawiono na rysunku 2.13.



Rys. 2.13. Przestrzenny rozkład kątowy współczynnika wstecznego rozpraszania przy prostym padaniu wiązki uzyskany na drodze doświadczalnej [21]

Dzięki bardzo precyzyjnym pomiarom rozkładu kąowego EWR, Berger i inni oszacowali [21], że zmodyfikowany przez autora model Niedriga daje w przypadku normalnego kąta padania wiązki na próbkę wartości $d\eta/d\Omega$ około 20% mniejsze od wartości doświadczalnych i wybrali oni ten model do porównania z własnymi wynikami doświadczalnymi (rys. 2.14) [20, 21, 206]. Można więc przyjąć, że zaproponowany przez autora uproszczony model analityczny opisuje z dostateczną dla praktyki inżynierskiej dokładnością charakterystykę kąowego rozkładu wstecznego rozpraszania.



Rys. 2.14. Doświadczalne rozkłady $d\eta/d\Omega$ przedstawione w układzie biegunowym: a) przy zmianie kąta ν , b) przy zmianie kąta φ [21]. Linia przerywaną zaznaczono rozkład uzyskany na podstawie zmodyfikowanego przez autora modelu Niedriga [82, 83]

2.4. ANALIZA SEPARACJI KONTRASTU TOPOGRAFICZNEGO I MATERIAŁOWEGO W SEM

Podstawowym problemem podczas rekonstrukcji obrazu rzeczywistej powierzchni próbki za pomocą sygnału EWR jest fakt, że sygnał EWR niesie równocześnie informację o kompozycji, jak i topografii próbki (p. 1.1). Jak już wspomniano w p. 1.2.2, pierwsze prace nad separacją informacji o topografii i kompozycji próbki polegały na sumowaniu (mod COMPO) lub odejmowaniu (mod TOPO) sygnałów pochodzących z dwóch, symetrycznie względem wiązki ustawionych detektorów EWR. Dalsze polepszenie separacji modów TOPO i COMPO uzyskano dzięki tzw. korekcji kątowej. Polega ona na umieszczeniu detektorów EWR pod małym kątem w stosunku do próbki ($< 30^\circ$) w przypadku badania kontrastu topograficznego, natomiast pod dużym kątem ($> 60^\circ$) – w przypadku badania kontrastu materiałowego (p. 1.2.2) [70, 90, 91]. Metoda ulepszonej separacji została zaproponowana przez Reimera i innych [59, 121, 151, 167] na podstawie analizy wyników doświadczalnych i uzyskanych za pomocą metody MC. Polega ona na zastosowaniu następującego algorytmu mieszania sygnałów z trzech detektorów: $(A - B)/C$, gdzie A oraz B są to sygnały EWR z detektorów ustawionych nisko nad próbką, natomiast C jest sygnałem z detektora ustawionego pod soczewką obiektywową mikroskopu. Metoda ta pozwala na uzyskanie lepszego obrazu topografii powierzchni w SEM [59, 183]. Problem separacji kontrastów topograficznego i materiałowego jest też analizowany teoretycznie [4, 99, 106, 129, 167].

Autor [76, 131, 134] przeprowadził analizę, z której wynika możliwość udoskonalenia separacji modów TOPO i COMPO w SEM zarówno dla sygnałów EW [135], jak i EWR [132, 133]. Poniżej podano przyjęte założenia teoretyczne oraz najważniejsze wyniki. Bardziej szczegółowy opis tego zagadnienia można znaleźć w pracy [76].

Teoria separacji opiera się na analizie układu: wiązka pierwotna–próbka–detektor. Zależność pomiędzy kątami opisującymi wzajemne położenie elementów tego układu wynika z twierdzenia Albataniego – podstawowego twierdzenia geometrii sferycznej [64, 167]

$$\cos \theta = \cos \theta_0 \cos \alpha + \sin \theta_0 \sin \alpha \cos \varphi. \quad (2.19)$$

Na rysunku 2.15 zdefiniowano kąty występujące we wzorze (2.19) oraz przedstawiono rozważany układ detekcyjny.

Podczas analizy działania systemu detekcyjnego w SEM należy przejść od układu współrzędnych związanego z normalną do powierzchni próbki do układu związanego z osią wiązki (rys. 2.15b), to znaczy dokonać odpowiedniego obrotu układu współrzędnych o kąt α . Operacja ta jest niewygodna rachunkowo i może być dokonana na podstawie modeli uproszczonych. Według Muraty [138], który zestawił prawo rozpraszania Rutherforda (p. 2.1) [139], model Everharta pojedynczego rozpraszania elektronów (p. 2.3) [149] oraz prawo strat energetycznych Thomsona–Whiddingtona (p. 2.3) [149], gęstość kątowa prądu EWR wynosi

$$j = \frac{dI}{d\Omega} = A \cos^2 \alpha \left[1 - \left(\frac{\cos \alpha}{\cos \theta + \cos \alpha} \right)^{\frac{a}{\cos^2 \alpha}} \right] (1 + \cos \theta \cos \alpha + \sin \theta \sin \alpha \cos \varphi)^2, \quad (2.20)$$

gdzie:

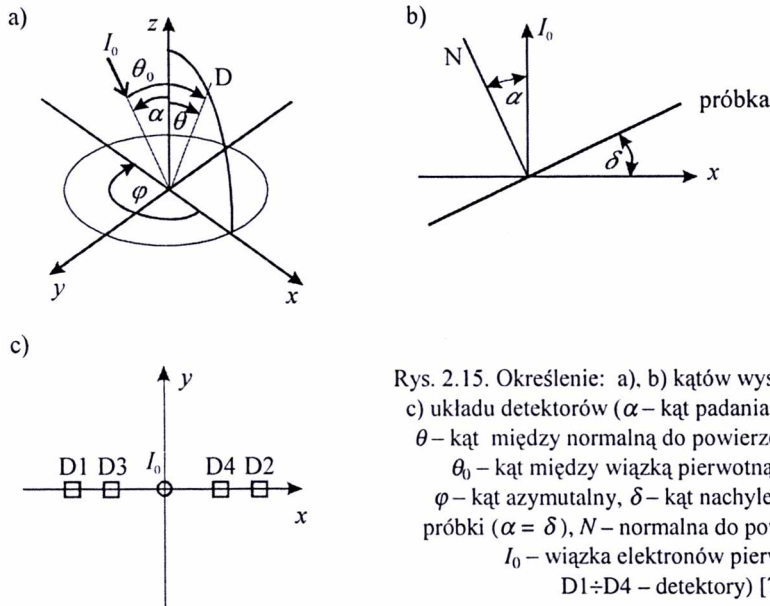
I – prąd EWR,

Ω – kąt bryłowy związany z detektorem,

A – współczynnik związany z rodzajem materiału [131, 135],

α – kąt będący nośnikiem informacji o topografii powierzchni,

a – stała związana z liczbą atomową Z ($a = 0,037 Z$ [139]).



Rys. 2.15. Określenie: a), b) kątów występujących w teorii; c) układu detektorów (α – kąt padania wiązki pierwotnej, θ – kąt między normalną do powierzchni a detektorem, θ_0 – kąt między wiązką pierwotną a detektorem, φ – kąt azymutalny, δ – kąt nachylenia powierzchni próbki ($\alpha = \delta$), N – normalna do powierzchni próbki, I_0 – wiązka elektronów pierwotnych, D1÷D4 – detektory) [76]

Podczas skanowania powierzchni próbki, prąd mierzony przez punktowy detektor EWR ustawiony pod kątem θ_0 i φ (rys. 2.15a) wyraża się następującą zależnością [167]

$$j = j(A, \alpha) = A(\cos \theta_0 + \sin \theta_0 \operatorname{tg} \alpha \cos \varphi). \quad (2.21)$$

Wprowadzając teorię małych sygnałów [167], przyjęto założenie, że kąty α są małe. Po obliczeniu pochodnych cząstkowych i po rozwinięciu wyrażenia (2.21) w szereg Taylora dla funkcji dwóch zmiennych otrzymujemy (z pominięciem składowej stałej)

$$j(A, \alpha) = j_A dA + j_\alpha d\alpha + \frac{1}{2!} [j_{AA} (dA)^2 + 2j_{A\alpha} dA d\alpha + j_{\alpha\alpha} (d\alpha)^2], \quad (2.22)$$

gdzie:

$$j_A = \cos \theta_0 + \sin \theta_0 \operatorname{tg} \alpha \cos \varphi, \quad (2.23)$$

$$j_{AA} = 0, \quad (2.24)$$

$$j_{A\alpha} = \cos \theta_0 + \frac{\sin \theta_0 \cos \varphi}{\cos^2 \alpha}, \quad (2.25)$$

$$j_\alpha = A \sin \theta_0 \frac{\cos \varphi}{\cos^2 \alpha}, \quad (2.26)$$

$$j_{\alpha\alpha} = A \frac{\sin \theta_0 2 \sin \alpha \cos \varphi}{\cos^4 \alpha}. \quad (2.27)$$

W równaniu (2.22) pierwszy składnik $j_A dA$ niesie informację o materiale próbki przez czynnik dA . Drugi składnik równania (2.22) $j_\alpha d\alpha$ dotyczy topografii.

W celu separacji informacji o topografii i kompozycji próbki, w przypadku modu COMPO, sumuje się sygnały z dwóch detektorów D3 i D4 (rys. 2.15c), ponieważ są one ustawione pod dużym kątem w stosunku do próbki (patrz rysunek 1.14b). Wówczas sygnał ten wynosi [76]

$$dj = 2 \cos \theta_0 dA + f_3 \alpha^2. \quad (2.28)$$

W przypadku modu TOPO odejmuje się sygnały z dwóch detektorów D1 i D2 (rys. 2.15c), ponieważ są one ustawione pod małym kątem w stosunku do próbki (patrz rysunek 1.14b). Sygnał ten wynosi [76]

$$dj = 2A \sin \theta_0 \cos \varphi d\alpha + f_4 \alpha dA, \quad (2.29)$$

gdzie f_3, f_4 – współczynniki będące funkcją θ_0 i α [76].

Dla teorii małych sygnałów na podstawie równań (2.22), (2.28) i (2.29) przy uwzględnieniu członów harmoniczných drugiego rzędu otrzymuje się zależność [76]

$$dj = 2 \cos \theta_0 dA + 2A \sin \theta_0 \cos \varphi d\alpha + f_3 \alpha^2 + f_4 \alpha dA. \quad (2.30)$$

Przypadek uwzględnienia wyższych członów harmoniczných w teorii małych sygnałów autor przedstawił w artykule [76].

Równanie określające sygnał EWR można zapisać jako [76, 131]

$$dj = f_0 (1 + f_1 dA + f_2 \alpha + f_3 \alpha^2 + f_4 dA \alpha), \quad (2.31)$$

gdzie:

$$f_0 = A_0 (1 + \cos \theta_0)^2 \left[1 - \frac{1}{(1 + \cos \theta_0)^a} \right] d\Omega, \quad (2.32)$$

$$f_1 = \frac{1}{A_0}, \quad (2.33)$$

$$f_2 = -\frac{1}{(1 + \cos \theta_0)^a - 1} \frac{a \sin \theta_0}{1 + \cos \theta_0}, \quad (2.34)$$

$$f_3 = \frac{-1}{(1 + \cos \theta_0)^a - 1} \frac{a}{2} \left[\ln \frac{1}{1 + \cos \theta_0} + \frac{\sin^2 \theta_0}{(1 + \cos \theta_0)^2} \right] - \frac{1}{2}, \quad (2.35)$$

$$f_4 = \frac{1}{A_0} f_2, \quad (2.36)$$

gdzie:

θ_0 – kąt detekcji zdefiniowany na rysunku 2.15a,

$d\Omega$ – kąt bryłowy związany z detektorem,

α – kąt padania wiązki pierwotnej zdefiniowany na rysunku 2.15a,

A_0, a – stałe proporcjonalne do liczby atomowej Z [76].

We wzorze (2.31) składnik ze współczynnikiem f_1 odpowiada sygnałowi niosącemu informację o kompozycji próbki, a ze współczynnikiem f_2 – o topografii próbki. Dalsze człony wzoru (2.31) mają charakter zakłóceń i mogą być oznaczone jako TOPO^2 oraz TOPO-COMPO .

Z opracowanej teorii separacji wynika, że sumowanie sygnałów EWR z pojedynczych detektorów powoduje znikanie we wzorze (2.31) wszystkich członów, w których występuje α o nieparzystej potędze. Jako „zakłócenie” tak tworzonych modu COMPO pozostaje jednak wyrażenie TOPO^2 .

Odjęcie sygnałów EWR z pojedynczych detektorów powoduje natomiast znikanie we wzorze (2.31) członów, w których występuje α o parzystej potędze. Jako zakłócenie tak tworzonych modu TOPO pozostaje jednak wyrażenie TOPO-COMPO .

Na podstawie przedstawionej analizy teoretycznej zaproponowano kompensację tych sygnałów zakłócających [88]. Tworzenie modu COMPO z korekcją – nazwanego „czyste” COMPO oraz modu TOPO z korekcją – nazwanego „czyste” TOPO powinno więc odbywać się według następujących algorytmów [85, 88, 110]:

$$\text{„czyste” COMPO : } S1 = (D3 + D4) - \beta (D1 - D2)^2, \quad (2.37)$$

$$\text{„czyste” TOPO : } S2 = (D1 - D2) - \gamma (D1 - D2) (D3 + D4), \quad (2.38)$$

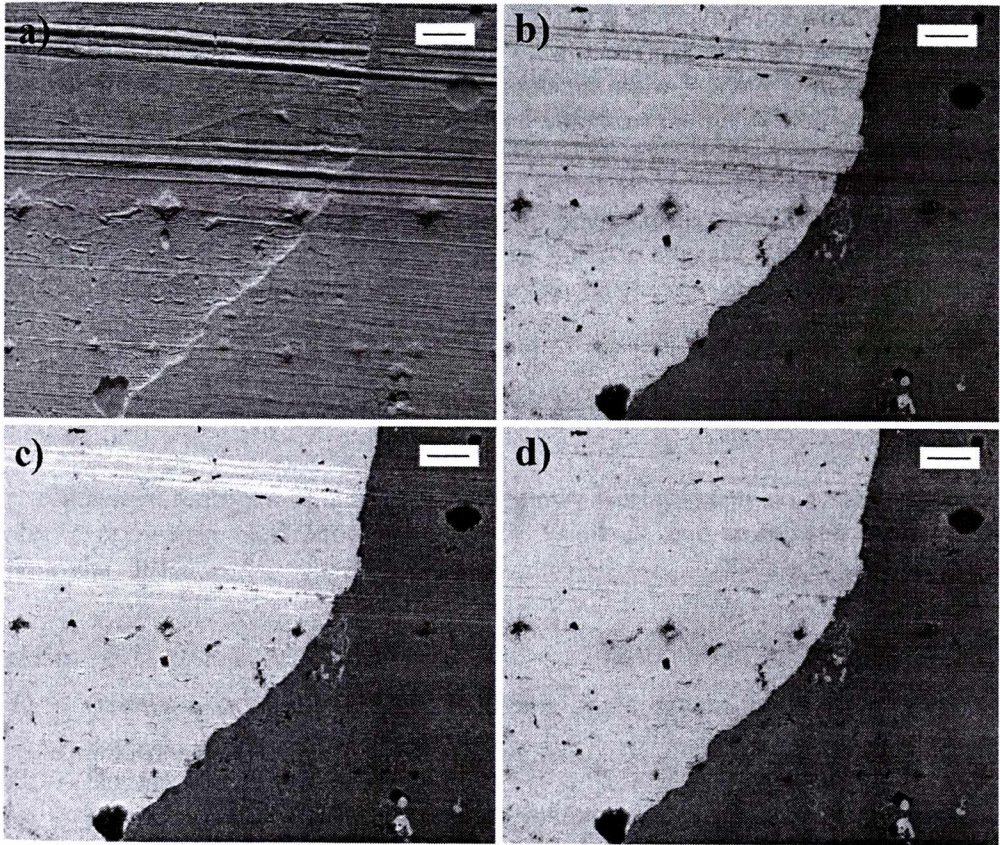
gdzie:

$D1 \div D4$ – sygnały EWR z detektorów pokazanych na rysunku 2.15c,

β – współczynnik korekcji modu COMPO dobrany doświadczalnie,

γ – współczynnik korekcji modu TOPO dobrany doświadczalnie.

Wyniki przedstawionej analizy teoretycznej zostały zweryfikowane doświadczalnie [87, 88, 92, 110]. Dla przykładu na rysunku 2.16 pokazano wynik zastosowania, proponowanych w teorii separacji, algorytmów mieszania sygnałów EWR [88].



Rys. 2.16. Cyfrowy obraz oszlifowanego przekroju spoiny Ta($Z = 73$) – Cu($Z = 29$): a) mod TOPO, b) mod COMPO, c) mod „czyste” COMPO przy zbyt dużym współczynniku korekcji ($\beta = 0,08$), d) mod „czyste” COMPO przy prawidłowo dobranym współczynniku korekcji ($\beta = 0,025$).
Znacznik = 25 μm [88]

Na rysunkach 2.16a,b porównano obrazy powierzchni spoiny Ta–Cu w modzie TOPO i COMPO po zastosowaniu typowej separacji (wzory (2.37) i (2.38) bez członów korekcyjnych). Na obrazie w modzie COMPO (rys. 2.16b) widać poprzeczne ciemne linie, które mogą być interpretowane albo jako obecność innego materiału na jasnej powierzchni Ta, albo jako zakłócenie modu COMPO kontrastem topograficz-

nym, związanym z głębokimi rysami, które są wyraźnie widoczne na obrazie w modzie TOPO (rys. 2.16a). Po zastosowaniu korekcji modu COMPO, zgodnie ze wzorem (2.37), poprzeczne ciemne linie znikły (rys. 2.16d), a więc było to zakłócenie kontrastem topograficznym. Gdy człon korekcyjny we wzorze (2.37) jest zbyt duży, uzyskuje się efekt „przekompensowania” (białe poprzeczne linie na rys. 2.16c). Na podstawie analizy wielu obrazów mikroskopowych o słabo rozwiniętej powierzchni, po zastosowaniu różnego poziomu korekcji, ustalono następujące optymalne wartości współczynników korekcyjnych: $\beta \approx 0,025$; $\gamma \approx 0,03$ [87, 88, 110].

Otrzymanie obrazów zaprezentowanych na rysunku 2.16 wymagało zastosowania obróbki sygnałów EWR z wielu detektorów według zadanych algorytmów ich mieszania. Dlatego w kolejnym rozdziale omówiono metody obróbki sygnałów z systemów wielodetektorowych.

3. METODY OBRÓBKI SYGNAŁÓW EWR Z SYSTEMÓW WIELODETEKTOROWYCH W SEM

Omówione dotychczas metody doskonalenia sposobu detekcji sygnału EWR w SEM polegały głównie na stosowaniu systemów wielodetektorowych (p. 1.2.2) i tworzeniu odpowiednich algorytmów mieszania sygnałów z wielu detektorów (p. 2.4). Miało to na celu przede wszystkim lepszą separację kontrastów topograficznego i materiałowego oraz tworzenie obrazu powierzchni próbki w modach TOPO i COMPO. Jakość obrazów otrzymanych za pomocą sygnału EWR w SEM zależy w dużym stopniu od udziału szumu w badanym sygnale.

3.1. WPŁYW SZUMU NA JAKOŚĆ SYGNAŁU EWR

Głównym rodzajem szumu jest szum śrutowy wprowadzany do systemu detekcyjnego przez wiązkę elektronów pierwotnych. Wielkość tego szumu jest określona zależnością [39]

$$\overline{I_n^2} = 2eI_0 \Delta f, \quad (3.1)$$

gdzie:

$\overline{I_n^2}$ – średnia z kwadratu wartości natężenia prądu szumu śrutowego związanego z wiązką elektronów pierwotnych,

e – ładunek elektronu,

I_0 – natężenie prądu wiązki elektronów pierwotnych,

Δf – szerokość pasma częstotliwości detektora.

Źródłem szumu śrutowego jest również prąd EWR z powodu przypadkowych fluktuacji ilości EWR wychodzących z próbki. Dlatego też szum śrutowy I_{nd} na wyjściu detektora EWR ma wartość

$$I_{nd} = (2e I_D K \Delta f)^{1/2}, \quad (3.2)$$

gdzie:

I_D – natężenie prądu wyjściowego detektora,

K – wzmacnienie detektora.

Jak widać, szum śrutowy jest proporcjonalny do pierwiastka kwadratowego z prądu wyjściowego detektora. Zależność (3.2) została potwierdzona doświadczalnie przez

Davisa dla detektorów półprzewodnikowych [39]. Inne szумы związane z detektorem półprzewodnikowym (np. ciepłone czy wynikające z chropowatości powierzchni detektora) są pomijalnie małe [208].

Jakość sygnału określa się stosunkiem sygnału do szumu S/N , zgodnie z pracą [125]

$$S/N = \left(\frac{\gamma I_0}{2e\Delta f} \right)^{1/2}, \quad (3.3)$$

gdzie:

S – sygnał wyjściowy EWR,

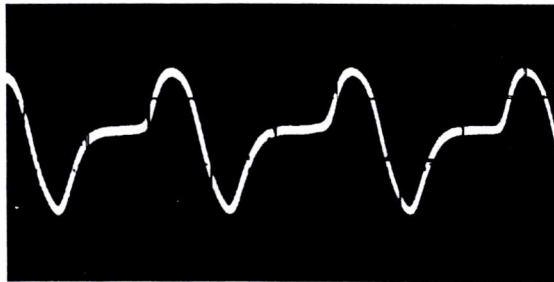
N – sygnał szumu,

γ – stosunek liczby EWR przechwyconych przez detektor do całkowitej liczby EWR,

η – całkowity współczynnik wstecznego rozpraszania materiału próbki.

W praktyce układy detekcyjne EWR charakteryzuje się współczynnikiem będącym stosunkiem względnej wartości szumu na wyjściu detektora $(N/S)_{\text{wyj}}$ do względnej wartości szumu śrutowego wiązki pierwotnej $(N/S)_{\text{wej}}$. Według Baumanna i Reimera współczynnik ten, przy energii elektronów pierwotnych równej 20 keV, wynosi w przypadku: detektora scyntylacyjnego typu Robinsona – 1,5, konwertera z warstwą MgO – 1,7, detektora typu Everharta–Thornleya – 10,2 [16].

Na rysunku 3.1 autor [82, 83] pokazał dla przykładu jakość sygnału uzyskanego z diody typu p-i-n (p. 1.2.1). Na zdjęciu ekranu oscyloskopu widać przebieg sygnału z pojedynczej diody ustawionej pod kątem 60° w stosunku do powierzchni krzemu z wytrawionym ciągiem grzbietów o przekroju w kształcie trójkąta. Jak widać, szum w tym przypadku jest niewielki, o czym świadczy mała szerokość linii w stosunku do amplitudy sygnału ($S/N = 10$). Prąd wiązki pierwotnej wynosił 1 nA, energia wiązki – 20 keV, średnica wiązki – $0,1 \mu\text{m}$, powierzchnia detektorów – 25 mm^2 .



Rys. 3.1. Przebieg sygnału EWR uzyskany z pojedynczej diody typu p-i-n ustawionej pod kątem 60° w stosunku do powierzchni krzemu z wytrawionym ciągiem grzbietów o przekroju w kształcie trójkąta (rys. 6.5).

Detektor umieszczony był na osi x zgodnej z kierunkiem przesuwu wiązki, ciąg grzbietów natomiast był ustawiony równoległe do osi y (skala 5 mV/cm) [82]

Bardzo ważnym parametrem detektorów, ze względu na konieczność współpracy całego systemu detekcyjnego z torem wizyjnym mikroskopu, jest częstotliwość graniczna. W przypadku zastosowanych diod częstotliwość graniczna wynosiła 150 kHz i była wystarczająca do pracy w trybie monitorowym mikroskopu (625 linii na 5 s). System obróbki sygnałów EWR powinien być tak zaprojektowany, żeby nie pogorszyć tego parametru. Należy również pamiętać, że w przypadku układów wielodetektorowych musi być zapewniona możliwość indywidualnej korekcji rozrzutu parametrów poszczególnych diod.

Zarówno stosowanie kilku detektorów, jak i realizacja opracowanych na drodze analizy teoretycznej algorytmów mieszania wielu sygnałów, wymaga wprowadzenia metod analogowej lub cyfrowej obróbki tych sygnałów. Proste algorytmy mieszania sygnałów EWR mogą być realizowane metodą analogową przy zastosowaniu wzmacniaczy operacyjnych. Bardziej skomplikowana obróbka sygnałów, w szczególności związana z trójwymiarową rekonstrukcją obrazu powierzchni próbki, wymaga natomiast stosowania metod cyfrowych.

3.2. METODA ANALOGOWA

Za pomocą analogowych metod mieszania sygnałów EWR realizowane są między innymi następujące algorytmy:

$(D1 - D2)$ do tworzenia modu TOPO [121, 150, 167, 170, 176],

$(D1 + D2)$ do tworzenia modu COMPO [25, 150, 176],

$\frac{(D1 - D2)}{D1 + D2}$ do tworzenia udoskonalonego modu TOPO [59, 75, 150],

$D(EW) - k D(EWR)$ do lepszej separacji kontrastu topograficznego [150, 167].

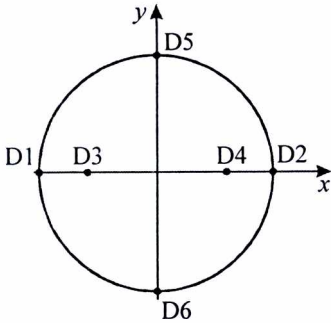
Wprawdzie ten ostatni algorytm dotyczy obrazów tworzonych za pomocą sygnału elektronów wtórnych (EW), ale występuje tu sygnał EWR. Chodzi o wyeliminowanie sygnału EW pochodzącego z głębszych warstw próbki, a niosącego ze sobą informację o składzie materiałowym. Frakcję tę stanowią głównie EW wzbudzone przez EWR i szacuje się, że jest to 30÷70% całkowitego sygnału EW [150]. Współczynnik k jest dobierany doświadczalnie.

W literaturze rzadko są prezentowane schematy blokowe układów do analogowej obróbki sygnałów EWR [121]. Dlatego przedstawiona tu metoda analogowa jest oparta na pracach własnych autora [85, 108, 109].

Omawiany układ do analogowej obróbki sygnałów EWR został zbudowany w celu zrealizowania algorytmów wynikających z teorii separacji (wzory (2.37) i (2.38) p. 2.4). Układ złożony jest z dwóch głównych części:

- systemu detekcyjnego umieszczonego w komorze roboczej mikroskopu,
- przystawki do mikroskopu.

Część umieszczona w próżni składa się z sześciu detektorów EWR, pokazanych na rysunkach 1.15a i 3.2, oraz z przedwzmacniaczy (rys. 1.15b) zamontowanych po



Rys. 3.2. Rozmieszczenie sześciu detektorów półprzewodnikowych w układzie współrzędnych xy (kąty detekcji: D1, D2, D5, D6 – 30° , D3, D4 – 60°)

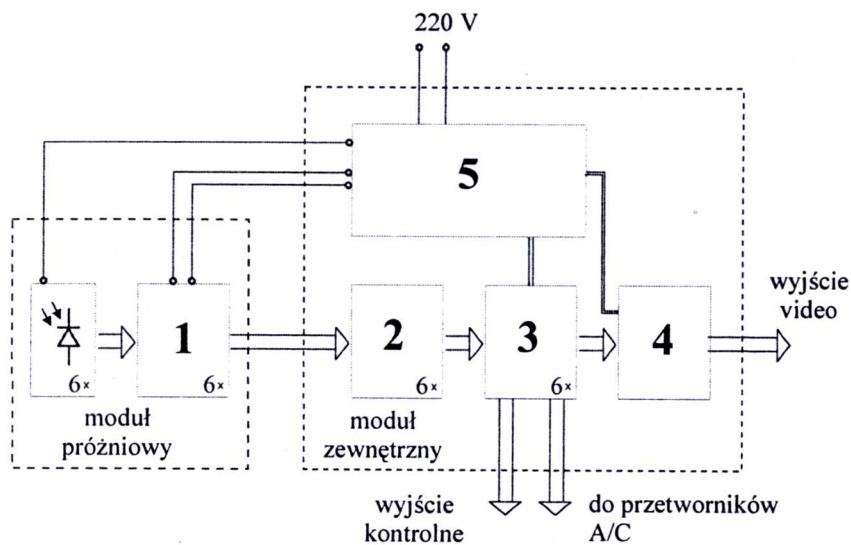
przeciwnej stronie uchwytu z diodami. Liczba diod została podyktowana kilkoma względami. Cztery diody, ustawione pod małym kątem w stosunku do powierzchni próbki (D1, D2, D5, D6 z rys. 3.2), potrzebne były do tworzenia modu TOPO w kierunkach x i y , natomiast do tworzenia modu COMP0 wystarczyły dwie diody, ustawione pod dużym kątem w stosunku do próbki (D3, D4 z rys. 3.2). Poza tym, za pomocą systemu sześciiodiodowego można było zrealizować algorytmy wynikające z teorii separacji (p. 2.4). O liczbie detektorów zdecydowały też względy konstrukcyjne, ponieważ trudno byłoby umieścić większą liczbę przedwzmacniaczy po przeciwnej stronie zaprojektowanego uchwytu z diodami (patrz rys. 1.15b).

Sygnaly EWR na poziomie 10 mV wychodzą z sześciu przedwzmacniaczy do modułu zewnętrznego, który jest złożonym układem elektronicznym w postaci przystawki do mikroskopu. Układ ten ma za zadanie wzmocnienie sygnałów EWR oraz ich zrównoważenie. Następnie realizuje on na drodze analogowej poszczególne algorytmy mieszania sygnałów zgodnie z wynikami teorii separacji (p. 2.4). Ważne jest, aby po tej obróbce amplituda sygnału wyjściowego była dopasowana do wartości wymaganej przez tor wizyjny mikroskopu. Przystawka do mikroskopu składa się z czterech bloków (rys. 3.3) [85, 108]:

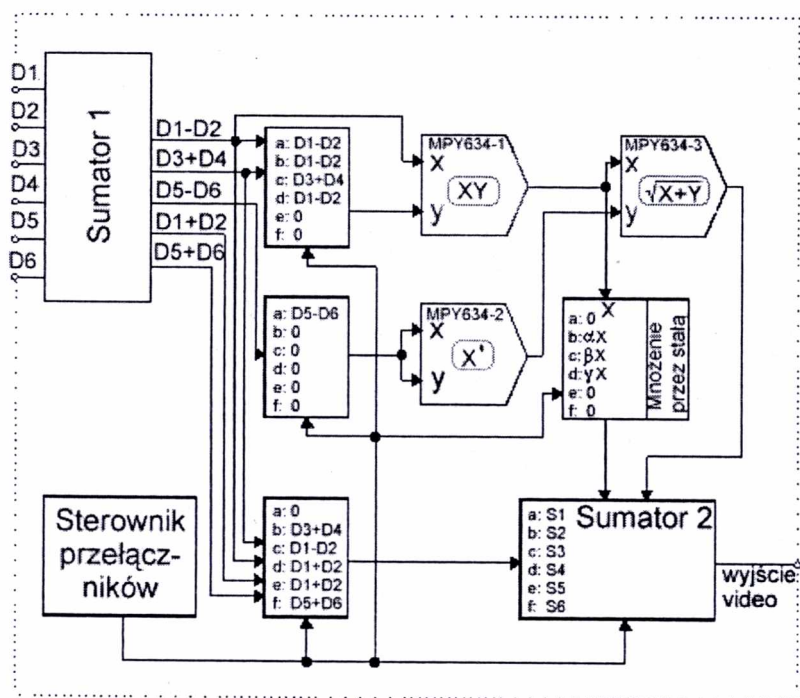
- filtrów dolnoprzepustowych,
- dwustopniowych wzmacniaczy regulowanych,
- bloku funkcyjnego,
- zasilacza.

Filtry dolnoprzepustowe są to bierne filtry LC umożliwiające wyeliminowanie znacznej części widma sygnałów zakłócających, które mają częstotliwości wyższe od sygnałów użytecznych.

Blok wzmacniaczy regulowanych ma za zadanie wzmocnienie i zrównoważenie sygnałów z detektorów EWR, odcięcie składowej związanej z prądem ciemnym detektorów półprzewodnikowych oraz regulację składowej stałej. Blok wzmacniacz zapewnia uzyskanie sygnałów wyjściowych o maksymalnej amplitudzie $5 \div 10$ V, przy czym dla każdego detektora przeznaczony jest osobny tor. Zastosowanie wzmacniaczy dwustopniowych pozwala na uzyskanie odpowiednio dużego wzmocnienia, nie powodując jednocześnie obniżenia częstotliwości granicznej przystawki. Pierwszy stopień stanowi wzmacniacz operacyjny o zmiennej transkonduktancji, drugi natomiast – wzmacniacz operacyjny w układzie nieodwracającym fazę.



Rys. 3.3. Schemat blokowy elektronicznej przystawki do analogowej obróbki sygnałów EWR: 1) przedwzmacniacze EWR, 2) filtry dolnoprzepustowe, 3) dwustopniowe wzmacniacze regulowane, 4) blok funkcyjny, 5) zasilacz [89]

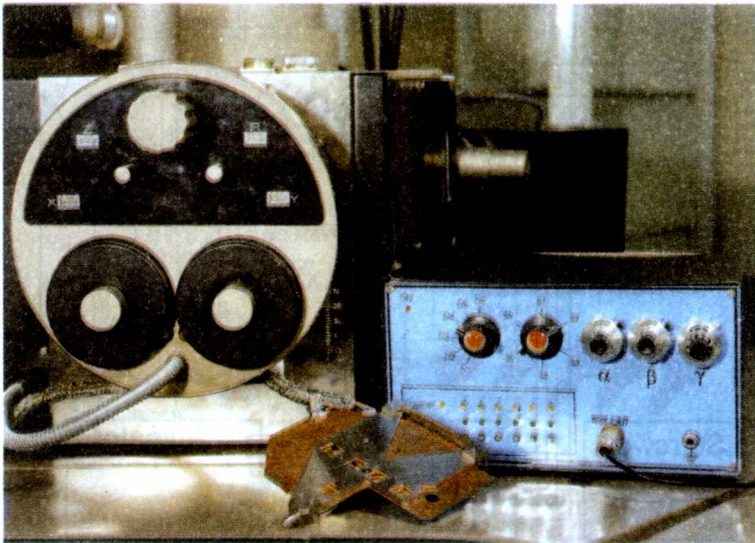


Rys. 3.4. Schemat bloku funkcyjnego [109]

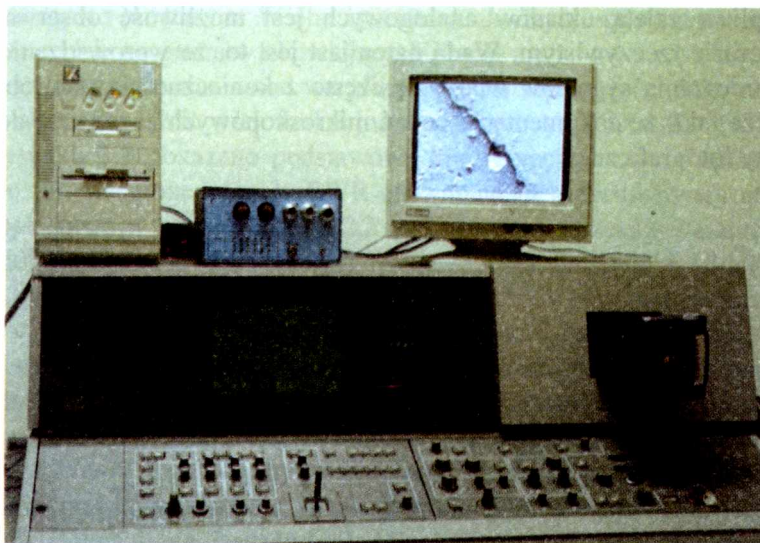
Zadaniem bloku funkcyjnego jest wykonanie w sposób analogowy odpowiednich działań na sygnałach, takich jak: mnożenie, dodawanie, odejmowanie, podnoszenie do kwadratu, pierwiastkowanie. Wzmocnione sygnały EWR pochodzące z sześciu detektorów kierowane są do odpowiednich układów funkcyjnych za pomocą przełączników elektronicznych (rys. 3.4). Przełącznikami są multiplexery analogowe. Do realizacji działań arytmetycznych zastosowano układy analogowe firmy Burr-Brown. Ostatnim elementem na drodze sygnału jest stopień wyjściowy, który dopasowuje amplitudę sygnału wyjściowego do wartości wymaganej przez tor wizyjny mikroskopu skaningowego.

Na rysunkach 3.5 i 3.6 pokazano zdjęcie przystawki elektronicznej do analogowej obróbki sygnałów EWR, pochodzących z detektorów D1÷D6 [110]. Wybór odpowiednich algorytmów mieszania sygnałów S1÷S6 następuje za pomocą pokręteł, przy czym np. algorytm S1 dany jest wzorem (2.37), a S2 wzorem (2.38).

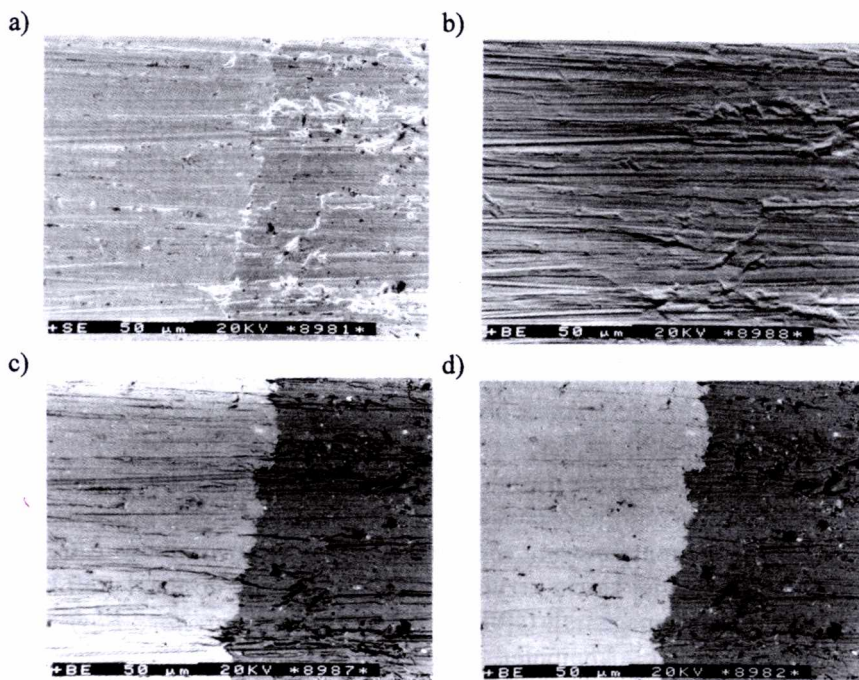
Na rysunku 3.7 przedstawiono zdjęcia mikroskopowe powierzchni spawu Mo-Cu, otrzymane po analogowej obróbce sygnału za pomocą opisanego układu. Dla porównania na rysunku 3.7a pokazano zdjęcie wykonane za pomocą pojedynczego detektora scyntylacyjnego EW. Widać tu wzajemne nakładanie się kontrastu topograficznego i materiałowego oraz typowy dla modu EW efekt krawędziowy, polegający na nienaturalnym, silnym rozjaśnieniu ostrych krawędzi. Na zdjęciach (rys. 3.7b,c,d) pokazano efekt separacji informacji o topografii i kompozycji powierzchni w wyniku stosowania odpowiedniego mieszania sygnałów metodą analogową.



Rys. 3.5. Zdjęcie systemu detekcyjnego (wykonanego przez autora), wyjętego z komory roboczej mikroskopu oraz przystawki elektronicznej do analogowej obróbki sygnału EWR [108]



Rys. 3.6. Zdjęcie pulpitu sterowniczego mikroskopu skaningowego typu TESLA BS 340 wyposażonego w układy do analogowej i cyfrowej obróbki sygnałów EWR



Rys. 3.7. Obrazy mikroskopowe powierzchni spoiny Mo ($Z = 42$) – Cu ($Z = 29$) otrzymane przy użyciu: a) jednego detektora scyntylacyjnego E-T (sygnał EW), b), c), d) przystawki do analogowej obróbki sygnałów EWR, przy czym: b) mod TOPO, c) mod COMPO, d) mod „czyste” COMPO [72]

Niewątpliwą zaletą układów analogowych jest możliwość obserwacji obrazu w SEM w czasie rzeczywistym. Wadą natomiast jest to, że wprowadzenie zmian do algorytmu mieszania sygnałów wiąże się często z koniecznością przeróbek układowych, a także fakt, że dokumentacja badań mikroskopowych zazwyczaj dokonywana jest na kliszy fotograficznej.

3.3. METODA CYFROWA

Główne zalety cyfrowej obróbki sygnałów EWR z wielu detektorów to:

- możliwość dokonywania szybkich zmian funkcji algebraicznych realizowanych za pomocą programu komputerowego,
- znaczna szybkość uzyskiwania wyników,
- dysponowanie wieloma nowymi narzędziami, niedostępnymi przy pracy w trybie analogowym (np. wprowadzenie symulacji kolorów),
- łatwy dostęp do wszystkich informacji związanych ze sposobem obróbki sygnałów, co niezwykle upraszcza analizę i dokumentację dużego materiału badawczego,
- możliwość wprowadzenia trzeciego wymiaru do rekonstrukcji obrazu powierzchni próbki.

Obróbkę cyfrową sygnałów EWR z wielu detektorów zaczęto stosować w połowie lat osiemdziesiątych [24, 29, 40, 63, 96, 103, 104, 127, 130, 150, 155, 165, 167, 170, 190, 199, 203]. Początkowo metodę tę stosowano głównie do tworzenia dwuwymiarowych (2D) obrazów powierzchni próbki według udoskonalonych algorytmów mieszania sygnałów [29, 40, 122, 150, 155, 165, 182]. Za pomocą komputera możliwa jest również rekonstrukcja obrazu topografii próbki w trzech wymiarach (3D) [24, 127, 203], a także tworzenie barwnych map składu materiałowego powierzchni [72, 78, 199]. W licznych publikacjach prezentowane są schematy blokowe zastosowanych systemów do cyfrowej obróbki sygnałów EWR [24, 40, 127, 130, 151, 190] oraz dokładny opis metody [150, 155]. Autor prowadził również badania z zastosowaniem tej metody (rys. 3.6) [75, 79, 80, 87, 88].

Metoda cyfrowa składa się z dwóch etapów: akwizycji danych i obróbki danych pomiarowych. W celu przeprowadzenia cyfrowej akwizycji danych, mikroskop należy sprząc z systemem komputerowym za pośrednictwem przetworników A/C, umieszczanych na wielofunkcyjnej karcie przyłączanej bezpośrednio do magistrali komputera lub za pośrednictwem magistrali GPIB (*General Purpose Interface Bus*). Urządzeniem sterującym jest zwykle komputer, za pomocą którego operator systemu wydaje polecenia, przetwarza i prezentuje wyniki pomiarów.

Porównując oba systemy komputerowej akwizycji danych można stwierdzić, że złącze GPIB daje większe możliwości rozbudowy układów pomiarowych i jest bardziej uniwersalne. Zastosowanie natomiast wielofunkcyjnej karty jest rozwiązaniem

znacznie tańszym i prostszym. W obu systemach akwizycji użytkownik ma do dyspozycji bogaty wybór programów ułatwiających pracę.

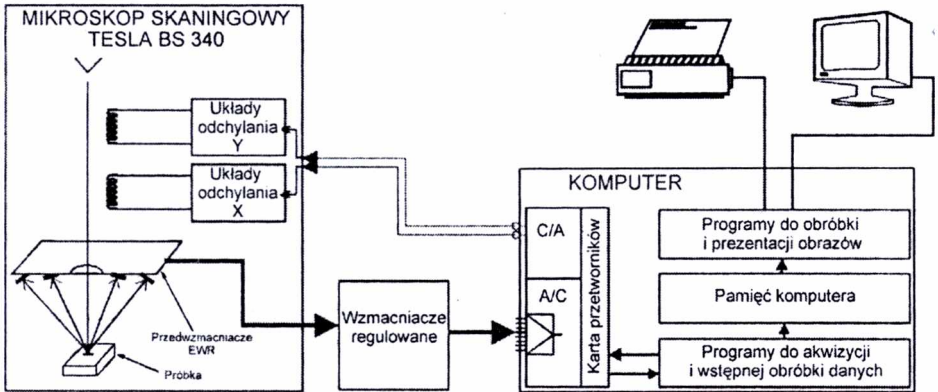
Autor, prowadząc badania nad weryfikacją teorii separacji (p. 2.4), zastosował do akwizycji sygnałów EWR wielofunkcyjną kartę typu AMBEX-LC011-0812 [80, 87, 88]. Na rysunku 3.8 pokazano podstawową konfigurację systemu opartego na tego typu karcie. Wzmocnione sygnały EWR otrzymane za pośrednictwem układu detekcyjnego, opisanego w podrozdziale 1.2.2 (rys. 1.15), są przekazywane osobnymi torami na multipleksowane wejścia analogowe karty wielofunkcyjnej. Układ próbkujący pobiera sygnały EWR kolejno z poszczególnych torów wzmacniacza, a przetworzone do postaci cyfrowej wyniki pomiarów są umieszczone w pamięci komputera. W przypadku zastosowania do akwizycji kilku detektorów konieczne jest spełnienie warunku, aby pomiar sygnału pochodzącego z każdego punktu na powierzchni próbki dokonywany był jednocześnie przez wszystkie detektory. W przeciwnym razie obraz uzyskany po przetworzeniu sygnałów byłby nieostry, a korekcje modów TOPO i COMPO nie mogłyby działać prawidłowo. Minimalny czas próbkowania przetworników A/C przy pracy wielokanałowej jest równy $n \cdot 28 \mu s$ (gdzie n jest liczbą wykorzystywanych kanałów pomiarowych). Daje to, przy zastosowaniu sygnałów EWR z sześciu detektorów, maksymalną dopuszczalną częstotliwość przemiatania wiązki, równą w przybliżeniu 4,5 kHz. Uzyskanie tak niskiej częstotliwości nie było możliwe w żadnym automatycznym trybie pracy mikroskopu wykorzystywanego przez autora. Dlatego też zastosowano zewnętrzne układy do sterowania odchyleniem wiązki pierwotnej. Dzięki cyfrowo-analogowym przetwornikom karty AMBEX można było w pełni zsynchronizować przemiatanie wiązki z próbkowaniem sygnałów EWR.



Rys. 3.8. Przykład systemu akwizycji danych opartego na wielofunkcyjnej karcie montowanej bezpośrednio w komputerze

Wyniki pomiarów są zapisywane w formie nieskompresowanej z dokładnością odpowiadającą odróżnianiu 256 odcieni szarości pojedynczego punktu obrazu próbki. Poziom szarości zależy od wielkości sygnału EWR dochodzącego do detektora z danego punktu próbki. Obrazy mikroskopowe są zapisywane w formacie danych graficznych BMP. Obszar danych stanowi dwuwymiarowa tablica o wymiarach zgodnych z wymiarami i rozdzielczością ekranu mikroskopu, np. 1200 punktów · 1000 linii.

Każdy punkt obrazu zapisany w tej tablicy reprezentuje 1 bajt (czyli wykorzystywana jest paleta 256 odcieni szarości lub w przypadku palety barwnej – 256 kolorów). Na rysunku 3.9 pokazano schemat komputerowego systemu akwizycji sygnałów EWR z mikroskopu skaningowego [88].



Rys. 3.9. Schemat blokowy systemu komputerowej akwizycji sygnałów EWR z mikroskopu skaningowego TESLA BS340 z wykorzystaniem karty przetworników A/C i C/A [88]

Cyfrowe przetwarzanie obrazu wymaga opracowania odpowiedniego algorytmu i jego oprogramowania. Na rysunku 2.16 (rozdz. 2) przedstawiono obrazy, które otrzymano w wyniku cyfrowej obróbki sygnałów z czterech detektorów.

Dotychczas w pracy autor przedstawił zagadnienia, których znajomość powinna być pomocna przy wyborze odpowiedniej strategii detekcji sygnału EWR w SEM. W kolejnym rozdziale omówiono problemy związane z prawidłową interpretacją obrazów mikroskopowych.

4. ANALIZA ARTEFAKTÓW WYSTĘPUJĄCYCH PODCZAS TWORZENIA OBRAZÓW POWIERZCHNI ZA POMOCĄ SYGNAŁU EWR

Jak już wspomniano, znajomość podstaw zjawiska wstecznego rozpraszania oraz metod detekcji sygnału EWR może być niewystarczająca do prawidłowej interpretacji obrazów mikroskopowych próbki ze względu na zniekształcenia, które powstają w procesie tworzenia obrazu za pomocą sygnału EWR w SEM. Reimer [176] do określenia efektów pseudotopograficznych, występujących na obrazach mikroskopowych w modzie TOPO, zastosował nazwę „artefakt” – termin zapożyczony z mikroskopii świetlnej [207]. Z definicji, artefakt jest to zjawisko powstałe z przyczyn ubocznych, niezależne od istotnych właściwości badanej próbki. Z literatury wynika, że artefakty stanowią poważne utrudnienie analizy obrazów w SEM.

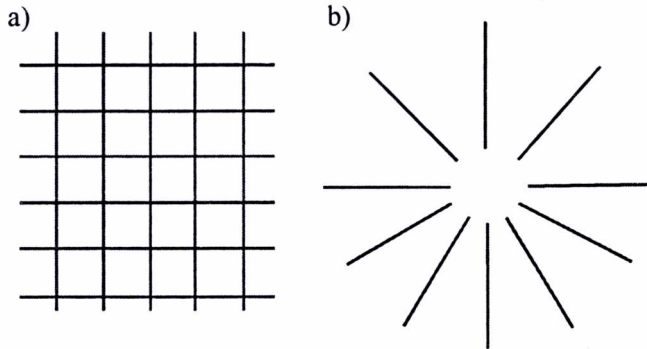
Autor na podstawie danych zawartych w literaturze przedmiotu [51, 115, 116, 129, 155, 161, 166, 176, 191, 195, 199, 202, 203] oraz badań własnych [74, 77, 80, 94] proponuje następującą klasyfikację artefaktów występujących w SEM podczas wizualizacji powierzchni próbki za pomocą sygnału EWR:

- artefakty związane z układem detekcyjnym,
- artefakty związane z niedoskonałą separacją modów TOPO i COMPO,
- artefakty związane z pikami na charakterystyce kątowej EWR,
- artefakty związane z energią wiązki pierwotnej.

4.1. ARTEFAKTY ZWIĄZANE Z UKŁADEM DETEKCYJNYM

Najczęściej w SEM mamy do czynienia z artefaktami związanymi z układem detekcyjnym, ponieważ mikroskopowy obraz topografii próbki silnie zależy od liczby zastosowanych detektorów. Bardzo często mikroskopy skaningowe są fabrycznie wyposażone tylko w dwa detektory EWR, ustawione naprzeciw siebie symetrycznie po obu stronach wiązki pierwotnej (rys. 1.12d). Należy pamiętać, że wówczas w modzie TOPO na obrazie nie będą widoczne elementy topograficzne ustawione równolegle do linii łączącej te detektory. Pokazano ten fakt na testowych próbkach ze specjalnie

ukształtowaną topografią [77, 80]. Na powierzchni tantalu wykonano krzyżujące się rysy (rys. 4.1a), a na powierzchni krzemu wytrawiono rozchodzące się promieniście rowki (rys. 4.1b).



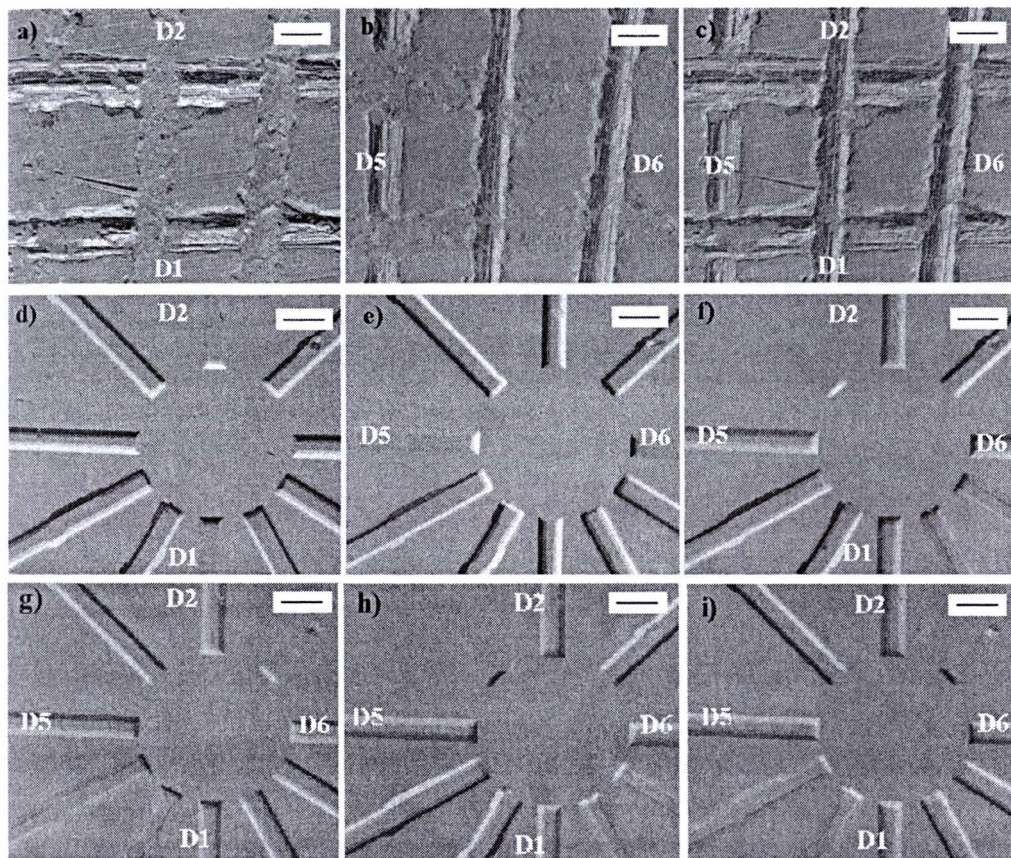
Rys. 4.1. Schematy struktur testowych do badania artefaktów: a) krzyżujące się rysy, b) promieniście rozchodzące się rowki [80]

Obrazy w modzie TOPO otrzymano w typowy sposób, odejmując sygnały EWR z dwóch naprzeciw siebie ustawionych detektorów.

Na rysunku 4.2 pokazano jak zafałszowany jest wówczas obraz rzeczywistej topografii powierzchni. Gdy mod jest tworzony jako różnica sygnałów ($D2 - D1$), prawie nie widać rys oraz rowków pionowych (rys. 4.2a,d), z kolei, gdy mod TOPO powstaje jako różnica sygnałów ($D5 - D6$), struktury poziome są słabo widoczne (rys. 4.2b,e). W przypadku krzyżujących się rys ustawionych prostopadłe do kierunków wyznaczonych przez dwie pary detektorów można uzyskać obraz zbliżony do rzeczywistości w wyniku sumowania różnic sygnałów z czterech detektorów ($D2 - D1$) + ($D5 - D6$) (rys. 4.2c).

Przy zastosowaniu sygnałów z czterech detektorów nie można jednak zrekonstruować struktur ustawionych pod kątem ($90^\circ + 45^\circ$) w stosunku do linii poziomej (rys. 4.2f), przy czym zmiana kolejności odejmowania sygnałów, np. według algorytmu ($D2 - D1$) + ($D6 - D5$), powoduje znikanie struktur ustawionych pod kątem około 45° w stosunku do linii poziomej (rys. 4.2g). Powodem tego typu zjawiska jest fakt, że w przypadku detektorów ustawionych w stosunku do siebie pod kątem prostym (np. detektory D2 i D5 na rys. 4.2f) dochodzący do nich sygnał EWR jest taki sam, jeśli rowek jest ustawiony względem tych detektorów symetrycznie.

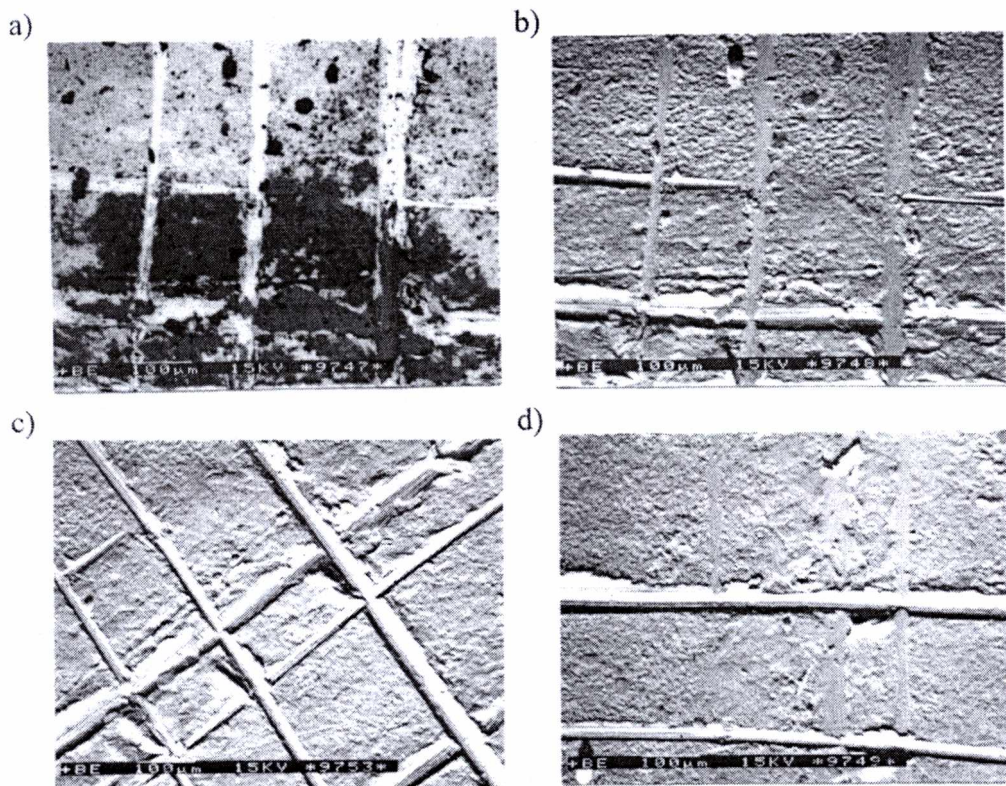
Dodatkowym wynikiem zmiany kolejności odejmowania sygnałów jest również zmiana rozkładu cieni na poszczególnych obrazach [74, 77, 79, 80, 136]. Z porównania np. rysunków 4.2h oraz 4.2i wynika, że pierwszy z nich wygląda jakby był oświetlony od dołu z prawej strony, drugi natomiast – od dołu z lewej strony.



Rys. 4.2. Obrazy mikroskopowe topografii powierzchni ze strukturami testowymi otrzymane w wyniku: a), d) odejmowania sygnałów EWR z detektorów (D2 – D1), b), e) odejmowania sygnałów z detektorów (D5 – D6), c), f) sumowania różnic sygnałów (D2 – D1) + (D5 – D6), g), h), i) zmiany kolejności odejmowania od siebie sygnałów z czterech detektorów, gdzie: g) (D2 – D1) + (D6 – D5), h) (D1 – D2) + (D6 – D5), i) (D1 – D2) + (D5 – D6).
Polożenie detektorów zaznaczono symbolicznie na poszczególnych obrazach.
Znacznik = 75 μm [77, 80]

Z przedstawionej analizy wynika, że artefakty związane z układem detekcyjnym mogą prowadzić do błędnej interpretacji obrazów z SEM. Można temu zapobiec m.in. przez zwiększenie liczby detektorów, ale skomplikowałoby to bardzo algorytm mieszania sygnałów w celu uzyskania modu TOPO. Podczas badania topografii powierzchni za pomocą czterech detektorów należałoby dodatkowo rejestrować obraz przed i po obrocie próbki o kąt 45° .

Jeśli układ detekcyjny jest złożony tylko z dwóch detektorów EWR, można również uniknąć artefaktów, dzięki rejestracji obrazów powierzchni po zastosowaniu obrotu próbki względem układu detekcyjnego, jak pokazano na rysunku 4.3.



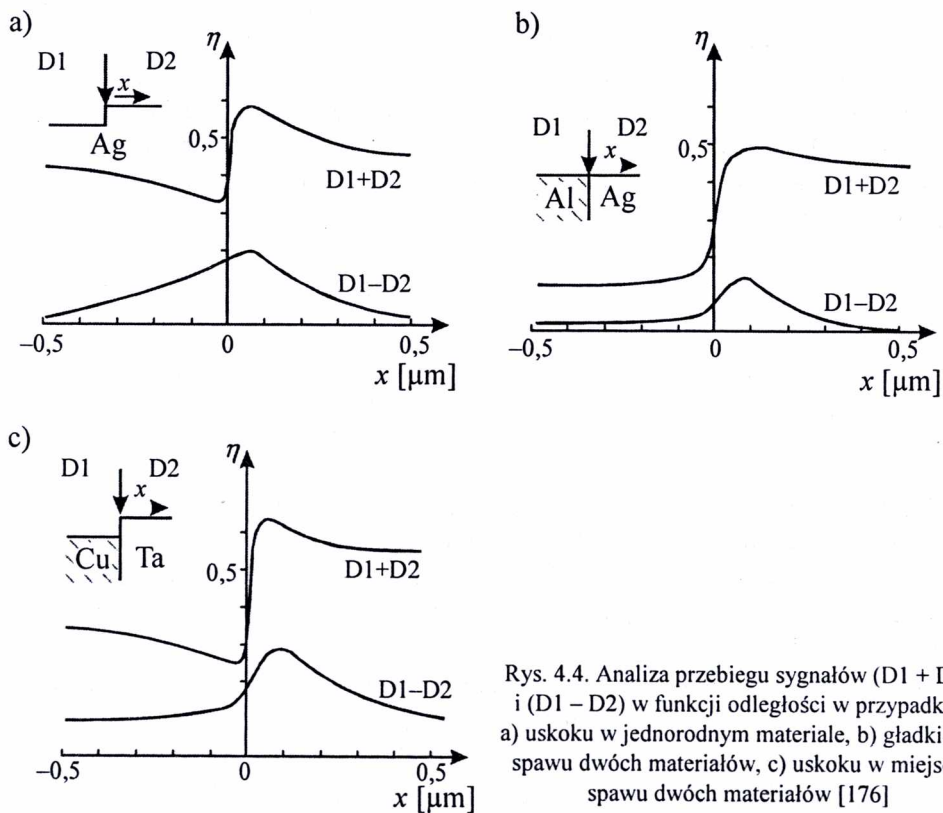
Rys. 4.3. Zdjęcia mikroskopowe powierzchni mosiężnej podkładki wykonane przy różnym ustawieniu próbki względem dwóch detektorów: a) mod COMPO (D1 + D2), b) mod TOPO (D1 – D2), c) mod TOPO po obrocie próbki w lewo o 45°, d) mod TOPO po obrocie próbki w lewo o 90°. Detektory D1 i D2 są ustawione nad próbką tak, jak na rysunku 4.2

Z literatury wynika, że Janssen i Hersener [63], Radzimski [161] oraz Wassink i inni [203] stosowali dodatkowo obrót próbki przy trójwymiarowej rekonstrukcji topografii, natomiast Chiorboli i inni [29] opracowali cyfrową metodę obrotu obrazu w celu testowania układów scalonych.

4.2. ARTEFAKTY ZWIĄZANE Z NIEDOSTATECZNĄ SEPARACJĄ MODÓW TOPO I COMPO

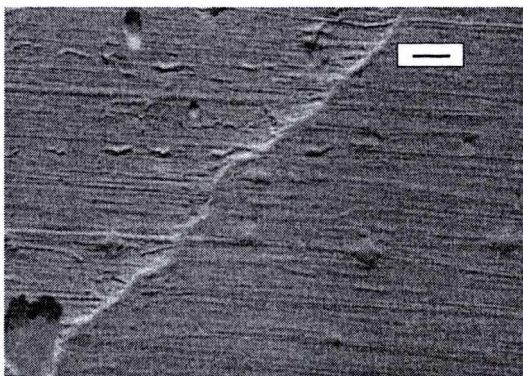
W przypadku stosowania sygnału EWR do analizy złożonej powierzchni próbki pojawia się, jak już wspomniano, problem separacji sygnałów niosących informacje na temat kompozycji i topografii. Na wzrost współczynnika wstecznego rozpraszania

ma bowiem wpływ zarówno wzrost liczby atomowej (rys. 1.3), jak i wzrost kąta nachylenia powierzchni (rys. 1.5). Problem zilustrowano na rysunku 4.4, na którym przedstawiono trzy rodzaje próbek i wykresy sygnałów $(D1 + D2)$ oraz $(D1 - D2)$ [25, 69, 102, 176]. Na rysunku 4.4a pokazano uskoku w jednorodnym materiale. W miejscu uskoku widać zmianę wartości η zarówno w przebiegu sygnału $(D1 + D2)$, jak i $(D1 - D2)$. Na obrazie w modzie COMPO wystąpi więc artefakt związany z wpływem topografii. Na rysunku 4.4b pokazano gładką powierzchnię próbki złożonej z dwóch materiałów. Na granicy Al–Ag również widać zmianę wartości η zarówno w przebiegu sygnału $(D1 + D2)$, jak i $(D1 - D2)$. Na obrazie w modzie TOPO wystąpi więc artefakt związany z wpływem kontrastu materiałowego. Z kolei na rysunku 4.4c pokazano przypadek, gdy w miejscu spawu dwóch materiałów dodatkowo występuje uskoku. Wówczas zarówno na obrazie w modzie TOPO, jak i w modzie COMPO pojawią się artefakty spowodowane przez wzrost sygnału η , wskutek jednoczesnego silnego wpływu topografii i kompozycji próbki.



Rys. 4.4. Analiza przebiegu sygnałów $(D1 + D2)$ i $(D1 - D2)$ w funkcji odległości w przypadku: a) uskoku w jednorodnym materiale, b) gładkiego spawu dwóch materiałów, c) uskoku w miejscu spawu dwóch materiałów [176]

Problem separacji modów TOPO i COMPO zilustrowano na rysunku 4.5, przedstawiającym gładką (szlifowaną) granicę spawu Ta–Cu. Jako artefakt widać tu rozjaśniony grzbiet na granicy dwóch materiałów.



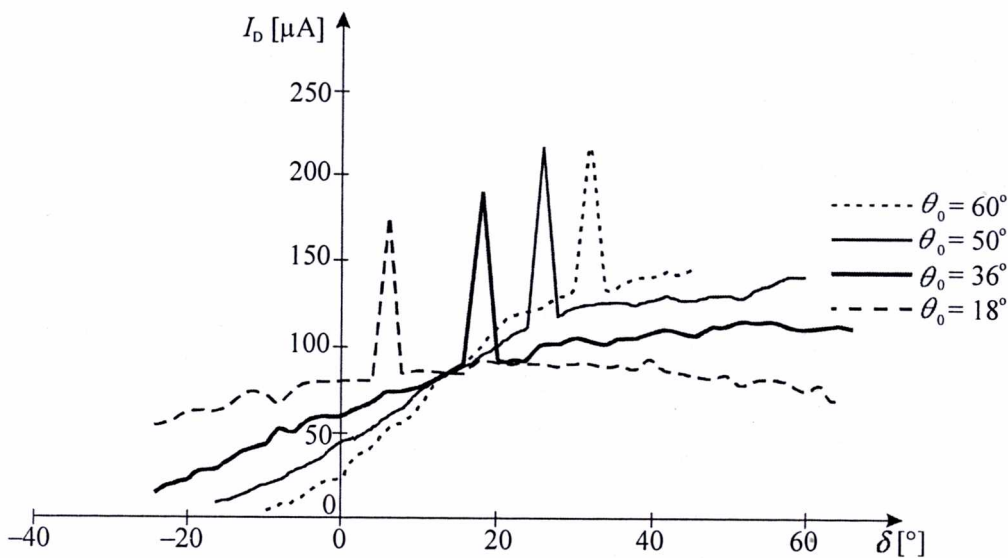
Rys. 4.5. Obraz mikroskopowy gładkiej spoiny Ta-Cu w modzie TOPO. Znacznik = 10 μm [88]

Z podanych przykładów wynika, że omówione artefakty trudno jest zidentyfikować i uwzględnić przy analizie obrazów mikroskopowych. Reimer proponuje dla próbek o złożonej powierzchni obniżenie energii wiązki pierwotnej do około 5÷10 keV, przez co znacznie zmniejsza się głębokość wnikania elektronów wiązki w próbkę (rys. 1.2) [176]. Z kolei autor zaproponował w p. 2.4 metodę tworzenia modów „czyste” TOPO i „czyste” COMPO, które w znacznym stopniu są pozbawione artefaktów związanych z niedoskonałą separacją kontrastu topograficznego i materiałowego [76, 131].

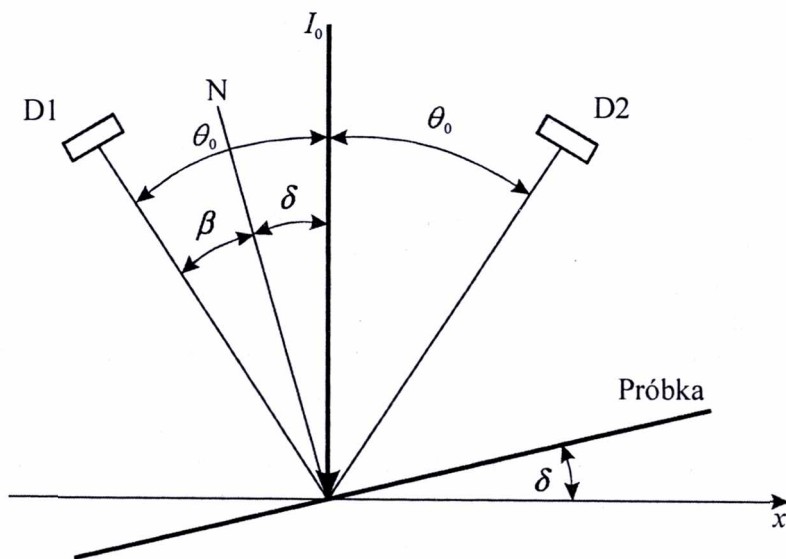
4.3. ARTEFAKTY ZWIĄZANE Z PIKAMI NA CHARAKTERYSTYCE KĄTOWEJ EWR

Trudne do wykrycia artefakty mogą pojawić się na obrazach mikroskopowych przy nieodpowiednio dobranym kącie ustawienia detektora względem próbki. Dokładne pomiary prądu EWR w funkcji kąta nachylenia próbki δ wykazały, że dla wąskiego przedziału kątów $\Delta\delta$ występują silne piki sygnałowe (rys. 4.6) [74, 77, 80, 94].

Jak wynika z rysunku 4.6, piki sygnałowe pojawiają się przy kącie nachylenia próbki δ , równym w przybliżeniu połowie kąta detekcji θ_0 . Przyczynę pojawienia się na charakterystyce $I_D = f(\delta)$ pików sygnałowych wyjaśniono na rysunku 4.7. Jest tu pokazany przypadek, gdy kąt nachylenia powierzchni próbki δ jest równy połowie kąta detekcji θ_0 ($\delta = \theta_0/2$), a więc również kąt $\beta = \theta_0/2 = \delta$. Wtedy do detektora D1 docierają EWR sprężysto odbite od próbki, zgodnie z prawem odbicia (kąt padania równa się kątowi odbicia). Pik sygnałowy występuje więc tylko wówczas, gdy kąt $\beta \approx \delta$ [77, 94].

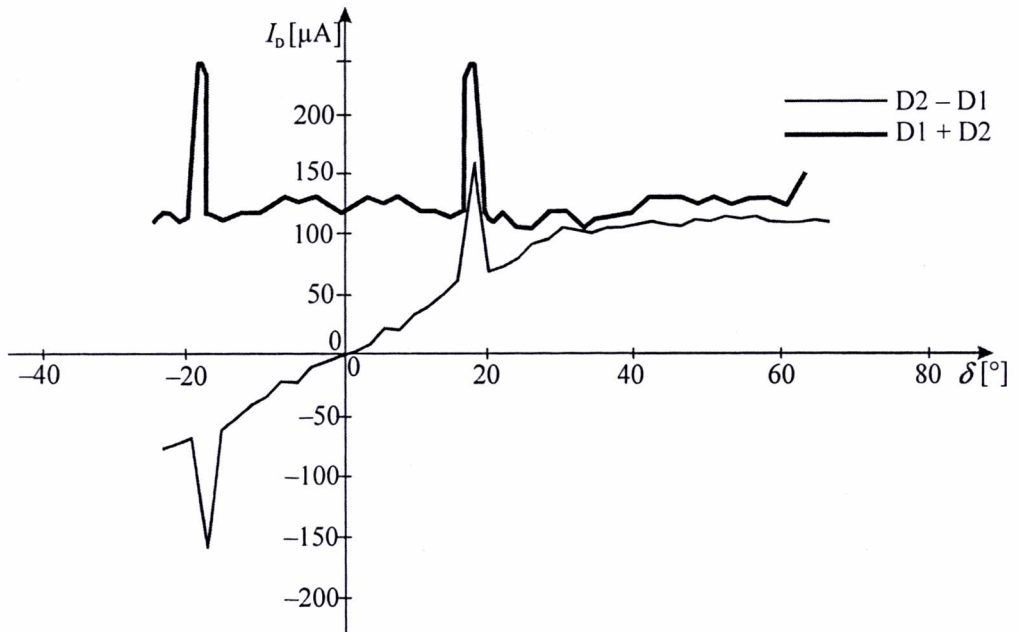


Rys. 4.6. Przebiegi prądu EWR I_D w zależności od kąta nachylenia δ gładkiej powierzchni próbki Au i przy różnym kącie θ_0 ustawienia detektora względem wiązki pierwotnej. Wysokości wszystkich pików zostały prawie dwukrotnie zmniejszone, gdyż znacznie wykraczały poza przyjęty górny poziom pomiarowy w SEM [94]



Rys. 4.7. Rysunek pomocniczy dla wyjaśnienia zjawiska występowania pików (δ – kąt nachylenia próbki, θ_0 – kąt detekcji zawarty między detektorem a wiązką pierwotną, N – normalna do powierzchni próbki) [94]

Opisane piki sygnałowe pojawiają się oczywiście również w przebiegach sumy (mod COMPO) i różnicy (mod TOPO) sygnałów EWR z symetrycznie względem wiązki rozmieszczonych detektorów D1 i D2. Na rysunku 4.8 pokazano przypadek, gdy kąt ustawienia detektorów wynosił 36° , a więc piki występują dla obu przebiegów przy kącie około 18° .

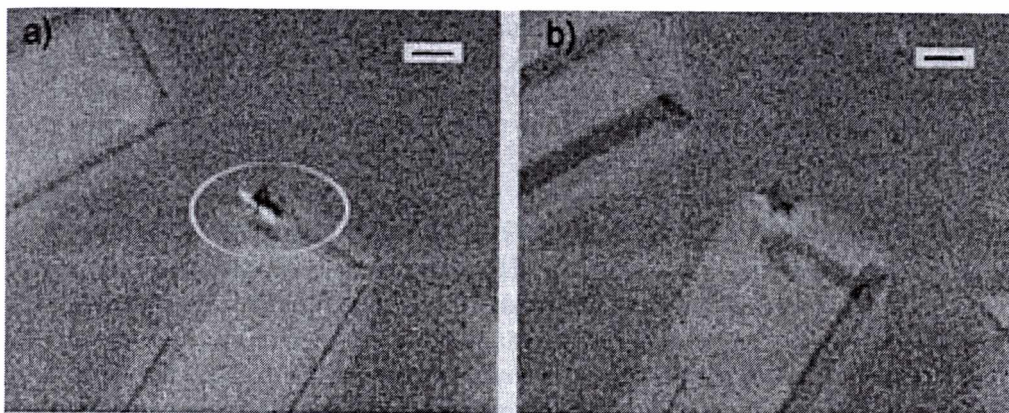


Rys. 4.8. Doświadczalne przebiegi różnicy sygnałów EWR ($D2 - D1$) oraz sumy ($D2 + D1$) w funkcji kąta nachylenia δ powierzchni próbki Au [74]

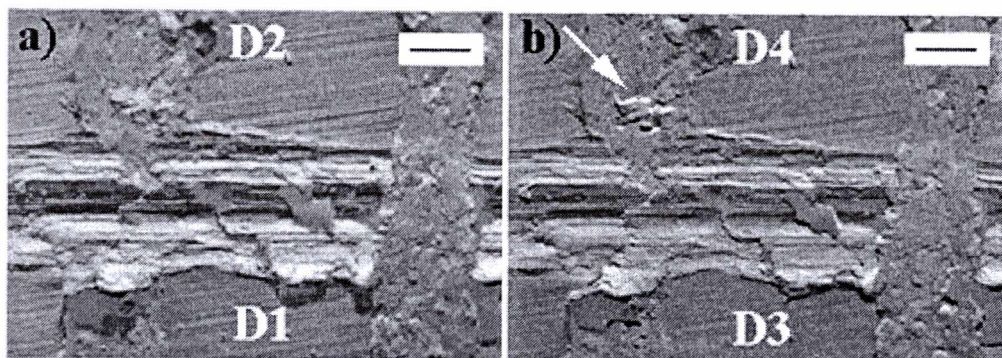
Poniżej, na przykładzie analizy obrazów mikroskopowych w modzie TOPO i w modzie COMPO, pokazano, że przy nieodpowiednio dobranym kącie detekcji istnienie pików sygnałowych powoduje wystąpienie artefaktów.

Na rysunku 4.9a przedstawiono w modzie COMPO ($D3 + D4$) obraz powierzchni krzemu z wytrawionymi rowkami, na którym w zaznaczonym miejscu widać jaśniejszy fragment powierzchni. Należałoby to interpretować jako obecność materiału o wyższej liczbie atomowej Z . Jednak po zmianie kąta detekcji (rys. 4.9b), gdy mod COMPO jest utworzony jako suma sygnałów z detektorów D1 i D2 (rys. 3.2) – jaśniejszy fragment powierzchni znika. Dowodzi to pojawienia się artefaktu związanego z pikami sygnałowymi.

Z kolei na rysunku 4.10 porównano obrazy w modzie TOPO porysowanej powierzchni tantalu, uzyskane za pomocą detektorów D2 i D1 oraz D3 i D4, ustawionych jak na rysunku 3.2. Na rysunku 4.10b strzałką zaznaczono artefakt w postaci wyraźnego rozjaśnienia powierzchni. Efektu tego nie ma na rysunku 4.10a.



Rys. 4.9. Obraz mikroskopowy w modzie COMPO powierzchni krzemu z wytrawionymi rowkami:
a) (D3 + D4), b) (D1 + D2). Znacznik 25 μm



Rys. 4.10. Obraz mikroskopowy w modzie TOPO porysowanej powierzchni tantalum:
a) (D2 – D1), b) (D4 – D3). Znacznik 15 μm [74, 94]

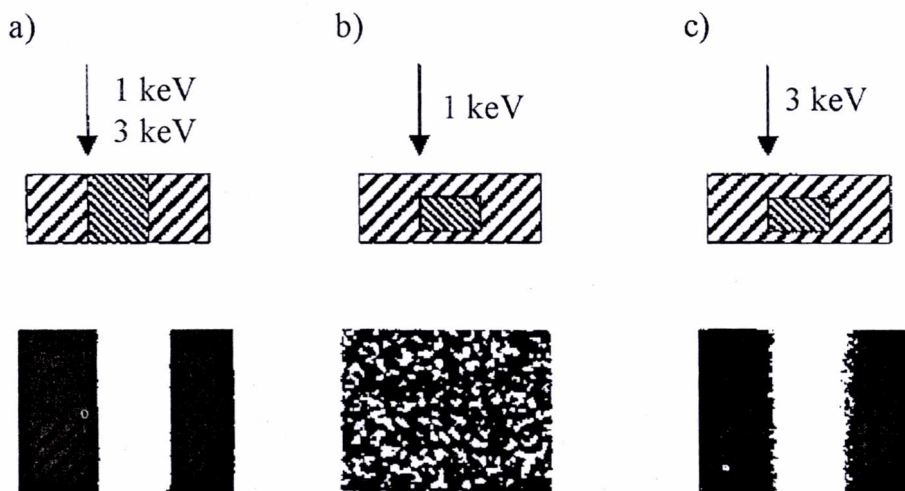
Przytoczone doświadczenia potwierdzają, że artefakty, których źródłem są piki sygnałowe, można zidentyfikować przez obserwację tego samego fragmentu próbki przy dwóch różnych kątach detekcji (np. zmieniając odległość próbki od układu detekcyjnego) [94]. Taka szczegółowa analiza mikroskopowa może okazać się bardzo przydatna na przykład w dziedzinie biologii i medycyny, gdzie coraz częściej stosuje się sygnał EWR do badania próbek organicznych [105, 180, 198].

4.4. ARTEFAKTY ZWIĄZANE Z ENERGIA WIĄZKI PIERWOTNEJ

W podrozdziale 1.1 podano, że sygnał EWR może mieć energię od 50 eV do kilkudziesięciu kiloelektronowoltów. Przy różnych energiach wiązki pierwotnej infor-

macje niesione przez sygnał EWR pochodzą z różnych głębokości próbki (rys. 1.2). Należy więc uwzględnić ten fakt podczas analizy obrazu mikroskopowego, w przeciwnym bowiem razie będziemy mieli do czynienia z artefaktem związanym z energią wiązki pierwotnej. Bardzo bogaty materiał na ten temat zawierają prace Radzimskiego [161] oraz Reimera i Volberta [176].

Problem ten zilustrowano na rysunku 4.11. Pokazano na nim, z zastosowaniem metody Monte Carlo [161], jak będzie wyglądać obraz w modzie COMPO w przypadku próbek złożonych z dwóch materiałów, gdy zostanie zmieniona energia wiązki pierwotnej. Na rysunku 4.11a widoczna jest próbka, w której granice między krzemem i złotem znajdują się na powierzchni. Obraz w modzie COMPO zarówno przy energii 1 keV, jak i 3 keV będzie bardzo podobny. Na rysunku 4.11b złoto znajduje się na głębokości 500 Å pod powierzchnią krzemu, a energia wiązki pierwotnej wynosi 1 keV. Ponieważ maksymalna głębokość wnikania w krzem wiązki o energii 1 keV wynosi 300 Å [161], wobec tego na obrazie w modzie COMPO będzie widoczna tylko powierzchnia krzemu. Dopiero zwiększenie energii do 3 keV pozwoli zaobserwować na obrazie w modzie COMPO złoto znajdujące się pod powierzchnią krzemu (rys. 4.11c).



Rys. 4.11. Obrazy w modzie COMPO powierzchni próbek złożonych z dwóch materiałów – Si (zakreskowane grubą linią) oraz Au (zakreskowane cieką linią) przy zastosowaniu różnych energii wiązki: a) granice między Si oraz Au znajdują się na powierzchni próbki, a energia wiązki wynosi 1 keV lub 3 keV, b) Au jest zanurzone w Si na głębokości 500 Å, a energia wiązki wynosi 1 keV, c) Au jest zanurzone w Si na głębokości 500 Å, a energia wiązki wynosi 3 keV [161]

Z podanego przykładu wynika, że prawidłowo interpretując obraz mikroskopowy, możemy wyciągnąć fałszywe wnioski o rzeczywistej strukturze badanej próbki, jeśli nie uwzględnimy energii wiązki pierwotnej.

Warto zwrócić uwagę na to, że sygnał EWR doskonale nadaje się do analizy wewnętrznej struktury próbki – warstwa po warstwie – przez kontrolowaną zmianę zarówno energii wiązki pierwotnej, jak i głębokości wyjścia sygnału EWR z próbki [161, 178, 196]. Przy zastosowaniu techniki cyfrowej możliwa jest więc trójwymiarowa rekonstrukcja obrazu wnętrza próbki, dająca efekty podobne jak w tomografii [163].

Na zakończenie tego rozdziału autor chciałby podkreślić, że większość omawianych tu artefaktów można z łatwością wyeliminować. Często jednak nie uświadamiamy sobie faktu ich występowania.

5. METODY TWORZENIA MAP SKŁADU MATERIAŁOWEGO POWIERZCHNI ZA POMOCĄ SYGNAŁU EWR

W poprzednich rozdziałach pracy przedstawiono metody tworzenia obrazu mikroskopowego powierzchni próbki w modzie COMPO jako sumy sygnałów z detektorów EWR umieszczonych wysoko nad próbką (p. 1.2.2) oraz metody separacji kontrastów topograficznego i materiałowego przez stosowanie odpowiednich algorytmów mieszania sygnałów z wielu detektorów (p. 1.2.2 i 2.4), a także przez korekcję modu COMPO zgodnie z teorią separacji (p. 2.4). Omówiono też artefakty, które utrudniają prawidłową analizę składu materiałowego próbki (rozdz. 4).

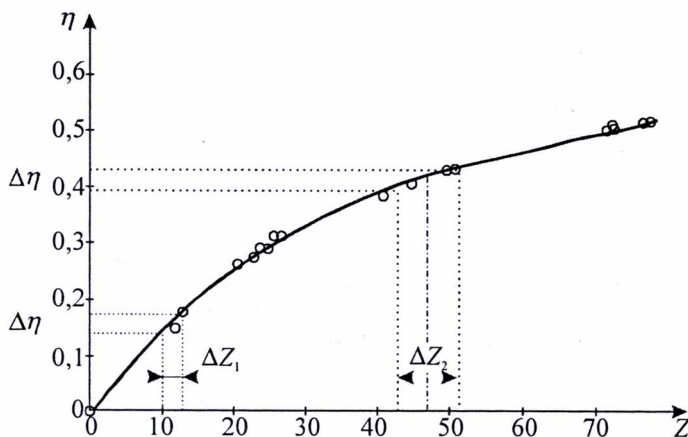
W niniejszym rozdziale pokazano sposoby identyfikacji poszczególnych pierwiastków za pomocą sygnału EWR oraz możliwości doskonalenia metod wizualizacji kompozycji próbki przy założeniu, że wcześniej dokonana została separacja modów COMPO i TOPO.

Metoda EWR, jak wynika z literatury [13, 48, 50, 105÷107, 128, 154, 165, 178, 179], jest konkurencyjna w stosunku do innych metod badań materiałowych, stosujących np. promienie X [13, 50, 105, 128] czy elektrony Augera [50]. Szczególnie świadczy o tym szerokie zastosowanie sygnału EWR w diagnostyce medycznej i biologicznej [105, 128, 180, 198]. Główne zalety stosowania tego sygnału do analizy materiałowej to, między innymi, dokładność i szybkość uzyskiwania informacji [12, 178], a także możliwość analizy pierwiastków o bardzo niskich liczbach atomowych, trudnych do identyfikacji za pomocą promieni X [178, 186]. Podstawową natomiast wadą metody EWR jest konieczność jak najlepszej separacji informacji o topografii i składzie materiałowym próbki, żeby wyeliminować artefakty (rozdz. 4). Poza tym pewne niedogodności stwarza fakt, że charakterystyka współczynnika $\eta = f(Z)$ nie jest liniowa w całym zakresie. Omówiono to w podrozdziale 5.2.

5.1. OCENA ROZDZIELCZOŚCI MATERIAŁOWEJ UZYSKIWANEJ ZA POMOCĄ SYGNAŁU EWR

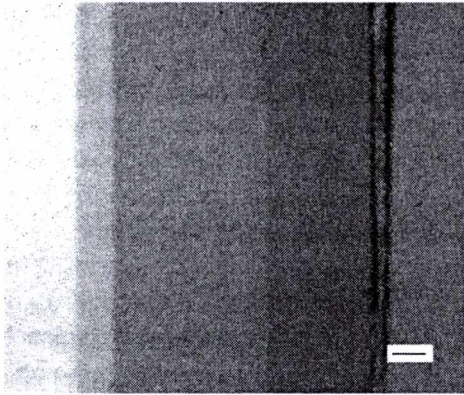
Zastosowanie sygnału EWR do tworzenia mapy składu materiałowego powierzchni jest możliwe dzięki zależności współczynnika wstecznego rozpraszania η od liczby atomowej Z pierwiastka (rys. 1.3). Jak wynika z badań doświadczalnych [13, 53, 62,

146, 177], dla liczb atomowych w granicach $3 < Z < 40$ charakterystyka $\eta = f(Z)$ ma przebieg prawie liniowy, natomiast dla $Z \gg 40$ przebieg charakterystyki może być przybliżony prostą o stałym nachyleniu, ale mniejszym niż na odcinku początkowym (rys. 5.1). Dodatkowo przy analizie należy uwzględnić wpływ stochastycznego charakteru zjawiska wstecznego rozpraszania, co wiąże się z określonym poziomem szumów $\Delta\eta$ (rys. 5.1) [73]. W liniowym zakresie charakterystyki małej wartości $\Delta\eta$ związanej z fluktuacjami będzie odpowiadać mała wartość błędu określenia liczby atomowej ΔZ_1 (rys. 5.1), natomiast dużym liczbom atomowym tej samej wartości $\Delta\eta$ odpowiada większa wartość błędu ΔZ_2 (rys. 5.1). W praktyce, na obrazie mikroskopowym powierchni nastąpi uśrednienie błędu, gdyż w różnych sąsiednich punktach powierchni będą różne wartości fluktuacji $\Delta\eta$. Utrudnia to analizę powierchni próbki w szerszym zakresie liczb atomowych [73]. Mimo to sygnał EWR jest bardzo precyzyjnym źródłem informacji o materiale próbki i okazuje się konkurencyjny w porównaniu z innymi sygnałami (p. 5.4).

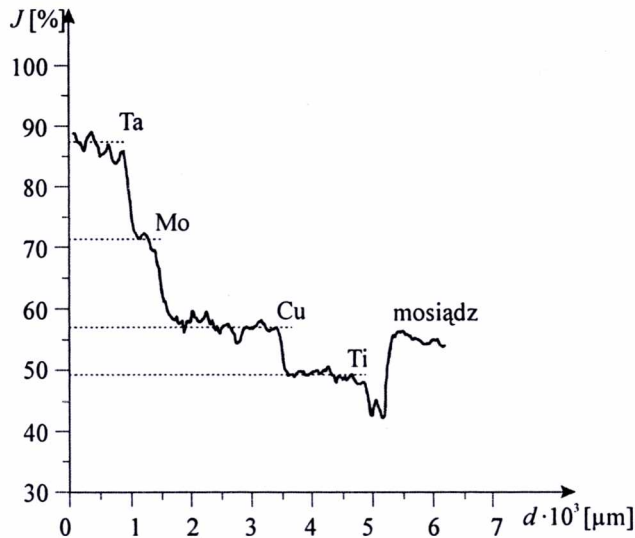


Rys. 5.1. Ilustracja do analizy błędu określenia liczby atomowej ΔZ na podstawie charakterystyki $\eta = f(Z)$ [73]

Metodę identyfikacji pierwiastków za pomocą sygnału EWR, przedstawioną przez autora w pracy [73], tu omówiono na przykładzie próbki wykonanej z metali o określonych liczbach atomowych. Na rysunku 5.2 pokazano jej obraz cyfrowy w modzie COMPO. Obraz jest plikiem w formacie BMP, odpowiadającym rozdzielczości 1200 punktów \cdot 1000 linii (p. 3.2). Na rysunku 5.3 pokazano przebieg wybranej linii obrazu cyfrowego, przechodzącej przez całą badaną próbkę. Jest to wykres rozkładu odcieni szarości, który zgodnie z charakterystyką $\eta = f(Z)$ odpowiada materiałowi próbki. Przyjęto, że odpowiednikiem wartości bitowej od 0 do 255 jest jasność J wyrażona w procentach i że wartości bitowej 255 odpowiada 100% jasności J . Na podstawie wykresu (rys. 5.3) można odczytać dla każdego materiału odpowiedni poziom jasności J , który jest proporcjonalny do prądu detektora EWR.

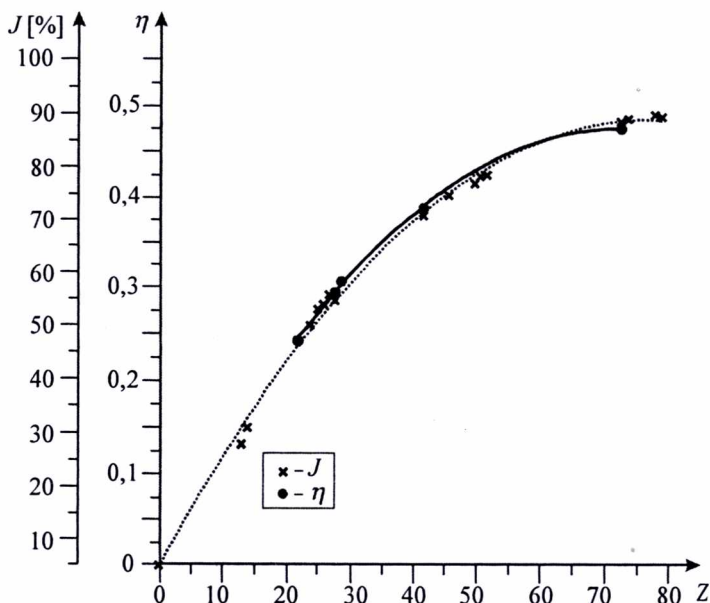


Rys. 5.2. Obraz cyfrowy w modzie COMPO próbki złożonej z: Ta($Z = 73$) – Mo($Z = 42$) – Cu($Z = 29$) – Ti($Z = 22$) – mosiądz (patrzac od lewej strony). Znacznik = $500 \mu\text{m}$ [73]



Rys. 5.3. Wykres poziomu jasności J wzdłuż całej szerokości d próbki, której obraz przedstawiony jest na rys. 5.2 [73]

W celu identyfikacji pierwiastków wchodzących w skład nieznaney próbki należy najpierw przeprowadzić kalibrację poziomu jasności względem charakterystyki $\eta = f(Z)$, co pokazano na rysunku 5.4. Wykorzystuje się tu fakt, że zarówno J , jak i η są wielkościami proporcjonalnymi do natężenia prądu elektronów wstecznie rozproszonych. Na podstawie poziomu jasności obrazu powierzchni próbki w modzie COMPO można więc wnioskować o wartości liczby atomowej Z . Na rysunku 5.4, w celu prezentacji metody, czarnymi kropkami zaznaczono odpowiednio poziomy J z rysunku 5.3, dzięki czemu można zidentyfikować poszczególne pierwiastki i określić miejsce ich występowania na powierzchni (rys. 5.2).



Rys. 5.4. Kalibracja rozkładu jasności J względem charakterystyki $\eta = f(Z)$ [73]

W podobny sposób dokonuje się analizy dwuskładnikowych związków chemicznych lub stopów metali [13, 28, 38]. Danguy i Quivy [38] podali wzór, który pozwala na obliczenie uśrednionej liczby atomowej Z_z związku dwóch pierwiastków. Jeśli związek ma postać $A_m B_n$, to

$$Z_z = \frac{Z_A^2 \frac{m}{n} + Z_B^2}{Z_A \frac{m}{n} + Z_B}, \quad (5.1)$$

gdzie Z_A , Z_B – liczby atomowe pierwiastków A i B wchodzących w skład związku.

Z kolei Castaing zaproponował wzór na współczynnik wstecznego rozpraszania η_Z w przypadku stopu dwóch metali [28]

$$\eta_Z = C_A \eta_A + (1 - C_A) \eta_B, \quad (5.2)$$

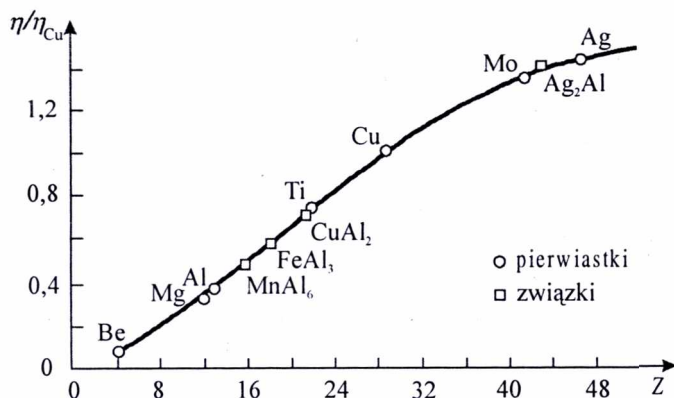
gdzie:

η_Z , η_A , η_B – współczynniki wstecznego rozpraszania odpowiednio dla: stopu, pierwiastka A i pierwiastka B ,

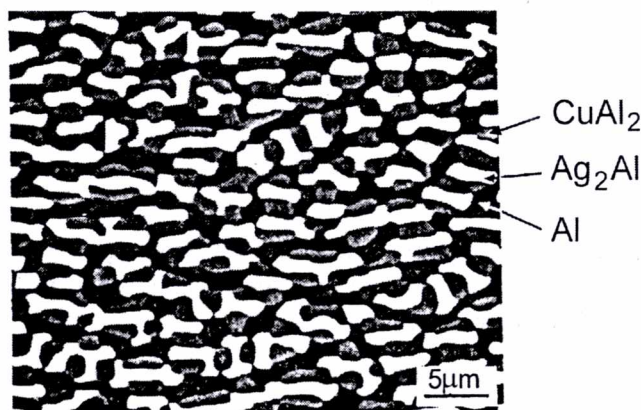
C_A – koncentracja atomów pierwiastka A (%), przy czym $C_A/(1 - C_A) = m/n$ [13].

Wyniki uzyskane na podstawie wzorów (5.1) oraz (5.2) są zgodne z danymi doświadczalnymi w szerokim zakresie liczb atomowych. Na przykład Ball i McCartney [13] badali dwuskładnikowe związki złożone z pierwiastków o liczbach atomowych $Z \leq 48$ (rys. 5.5), czyli w prawie liniowym zakresie charakterystyki $\eta = f(Z)$. Według

znormalizowanej krzywej z rysunku 5.5 można zidentyfikować dany związek chemiczny na obrazie mikroskopowym w modzie COMPO. Na rysunku 5.6 pokazano obraz eutektycznego stopu Al–Cu–Ag, na którym dobrze jest widoczny kontrast materiałowy oraz morfologia próbki. Jasność poszczególnych obszarów świadczy o wielkości współczynnika η . Procedura identyfikacji materiału jest podobna do podanej na rysunku 5.4.



Rys. 5.5. Przebieg znormalizowanego względem Cu współczynnika η w funkcji liczby atomowej Z pierwiastka i uśrednionej liczby atomowej związków dwóch pierwiastków, przy energii wiązki $E_0 = 20$ keV. Liczba atomowa związków chemicznych została wyznaczona według wzoru (5.1) [13]



Rys. 5.6. Obraz w modzie COMPO powierzchni eutektycznego stopu Al–Cu–Ag, gdzie: aluminium oznaczono kolorem czarnym, związek miedzi i aluminium – kolorem szarym, związek srebra i aluminium – kolorem białym [13]

Rozdzielczość materiałową sygnału EWR w przypadku dwuskładnikowych związków można ocenić według wzorów (5.1) i (5.2) [13]. Jeśli C_A jest koncentracją atomów w pierwiastku A , natomiast związek ma wzór chemiczny A_mB_n , to

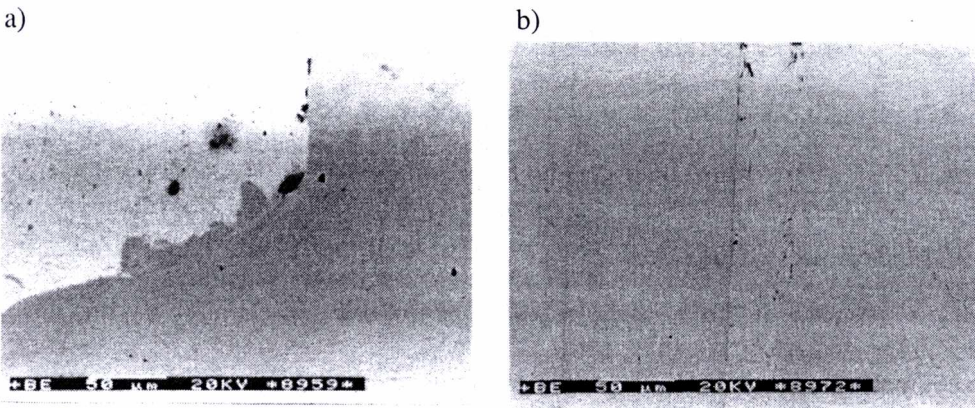
$$\frac{m}{n} = \frac{C_A}{1 - C_A}. \quad (5.3)$$

Po podstawieniu zależności (5.3) do wzoru (5.1) i przy założeniu, że $C_A \ll 1$, otrzymujemy uproszczony wzór określający zmianę liczby atomowej ΔZ_z wraz ze zmianą koncentracji C_A

$$\frac{\Delta Z_z}{\Delta C_A} \approx \frac{Z_A(Z_A - Z_B)}{Z_B}. \quad (5.4)$$

Ball i McCartney [13] podali, że po spełnieniu określonych warunków dotyczących prądu wiązki pierwotnej, czasu skanowania, czułości układu detekcyjnego, możliwe jest osiągnięcie dla małych liczb atomowych rozdzielczości materiałowej ΔZ nawet około $\pm 0,25$. Franchi i inni na podstawie badania za pomocą sygnału EWR struktur supersieciowych określili minimalną wykrywalną różnicę liczb atomowych jako $\Delta Z = \pm 0,8$ [48]. Z kolei, według Reimera dokładność określenia liczby atomowej pierwiastka w przypadku niskich liczb atomowych wynosi $\Delta Z = \pm 2$, a w przypadku dużych liczb atomowych $\Delta Z = \pm 5$ [165].

Autor dokonał oceny rozdzielczości materiałowej uzyskiwanej za pomocą sygnału EWR na specjalnie spreparowanych próbkach [73, 108]. Metale dobrane parami tak, aby różnica ich liczb atomowych była jak najmniejsza, zespawano za pomocą wiązki elektronowej. Następnie powierzchnię próbek oszlifowano. Na rysunku 5.7 pokazano zdjęcia mikroskopowe w modzie COMPO powierzchni próbek złożonych z Cu($Z = 29$) – Ni($Z = 28$) oraz Ta($Z = 73$) – W($Z = 74$), gdzie różnica liczb atomowych $\Delta Z = 1$. Jak widać na rysunku 5.7a, w przypadku małych liczb atomowych, granica spawu Cu–Ni jest bardzo wyraźna. Natomiast na rysunku 5.7b pierwiastki o dużych liczbach atomowych, przy różnicy liczb atomowych $\Delta Z = 1$, są praktycznie nierozróżnialne.



Rys. 5.7. Ocena rozdzielczości materiałowej w zakresie małych i dużych liczb atomowych: a) powierzchnia spawu Cu–Ni (różnica liczb atomowych $\Delta Z = 1$), b) powierzchnia spawu Ta–W (różnica liczb atomowych $\Delta Z = 1$). Poziom jasności dobierany był oddzielnie dla każdej próbki [73]

Aby rozszerzyć możliwości analizy za pomocą sygnału EWR materiałów o dużych liczbach atomowych, autor zaproponował opisaną w kolejnym rozdziale metodę zwiększenia rozdzielczości ΔZ w sposób sztuczny [73]. Metodę tę nazwano linearyzacją charakterystyki wstecznego rozpraszania w funkcji liczby atomowej pierwiastka.

5.2. METODA LINEARYZACJI CHARAKTERYSTYKI

$$\eta = f(Z)$$

Standardowa metoda linearyzacji funkcji za pomocą metod numerycznych, zdaniem autora [73], może być z powodzeniem stosowana w celu poprawienia rozdzielczości materiałowej sygnału EWR przy wyższych liczbach atomowych pierwiastka.

Linearyzacja charakterystyki $\eta = f(Z)$ polega na:

- wybraniu najbardziej reprezentatywnej doświadczalnej charakterystyki $\eta = f(Z)$,
- opisanie charakterystyki doświadczalnej $\eta = f(Z)$ za pomocą wielomianu,
- wyznaczeniu wielomianu linearyzującego przebieg $\eta = f(Z)$,
- zastosowaniu linearyzacji do zapamiętanego w postaci cyfrowej obrazu próbki w modzie COMPO.

Po analizie wyników doświadczalnych wielu autorów [73], w celu zaprezentowania metody wybrano charakterystykę $\eta = f(Z)$ zmierzoną przez Heinricha [53, 147] w szerokim zakresie energii wiązki pierwotnej (rys. 5.8). Do aproksymacji tej charakterystyki z dokładnością około 3% zastosowano następujący wielomian trzeciego stopnia [73]

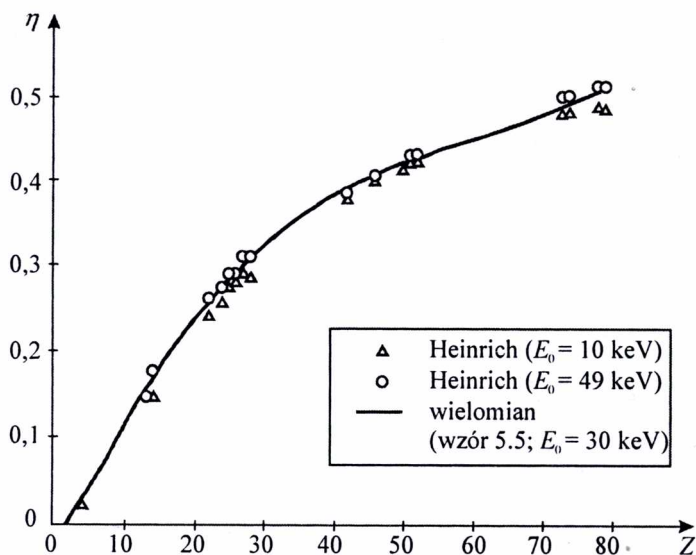
$$\eta(Z) = 7,91 \cdot 10^{-7} \cdot Z^3 - 0,000179 \cdot Z^2 + 0,0158 \cdot Z - 0,0215. \quad (5.5)$$

Na rysunku 5.8 widać, że wykres otrzymany na podstawie wielomianu danego wzorem (5.5) wykazuje dobrą zgodność z wynikami doświadczalnymi i że w zakresie liczb atomowych $Z < 20$ ma on przebieg liniowy. Można więc wyznaczyć współczynnik kierunkowy prostej przechodzącej przez tę część charakterystyki $\eta = f(Z)$ (rys. 5.9). Funkcja liniowa ma postać

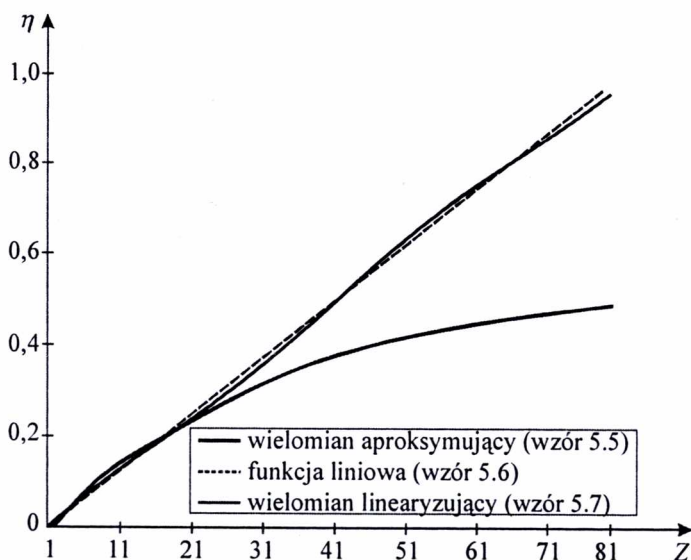
$$\eta_L(Z) = 0,0123 \cdot Z - 0,0107. \quad (5.6)$$

W praktyce wygodniej jest jednak posługiwać się współczynnikiem η , który jest proporcjonalny do prądu EWR z badanej próbki. Wielomian linearyzujący ma wtedy postać (rys. 5.9)

$$Z(\eta) = 13,74\eta^3 - 6,38\eta^2 + 1,83\eta - 0,0192.. \quad (5.7)$$



Rys. 5.8. Porównanie wykresu $\eta = f(Z)$ otrzymanego za pomocą metody numerycznej z wynikami doświadczalnymi [73]

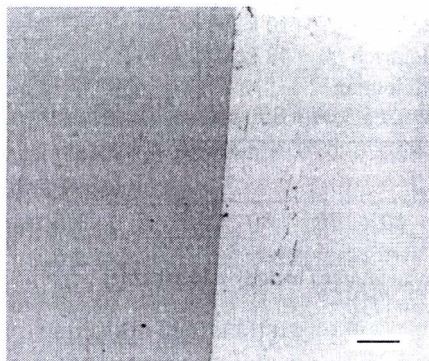


Rys. 5.9. Wykresy pokazujące sposób linearyzacji charakterystyki $\eta = f(Z)$ [73]

Aby zastosować metodę linearyzacji podczas analizy składu chemicznego próbki, należy najpierw znormalizować funkcję $\eta = f(Z)$ daną wzorem (5.5). Do tego celu używa się próbki testowej, złożonej z dwóch pierwiastków o znanych liczbach ato-

mowych. Wówczas za pomocą programu komputerowego można każdemu punktowi obrazu cyfrowego w modzie COMPO o danym poziomie jasności J (czyli o danej wartości bitowej) przyporządkować konkretną wartość współczynnika η , a więc określić liczbę atomową pierwiastka.

Metodę linearyzacji charakterystyki $\eta = f(Z)$ zastosowano do zwiększenia rozdzielczości ΔZ obrazu w modzie COMPO spoiny Ta–W z rysunku 5.7b. Na rysunku 5.10 bardzo wyraźnie widać granicę między dwoma pierwiastkami o dużych liczbach atomowych.



Rys. 5.10. Cyfrowy obraz powierzchni spawu Ta–W po zastosowaniu metody linearyzacji charakterystyki $\eta = f(Z)$. Znacznik = 36 μm [73]

Zauważmy, że linearyzacji można dokonać dla dowolnie małego przedziału liczb atomowych i dzięki temu wykorzystać pełną gamę odcieni szarości. Na przykład, jeśli wiemy, że badana próbka składa się z pierwiastków o liczbach atomowych znajdujących się w przedziale $Z_A < Z < Z_B$, to wówczas pierwiastkom o liczbach $1 < Z < Z_A$ można przydzielić wartość bitową 0 (pierwszy kolor palety – czarny), pierwiastkom zaś o liczbach $Z > Z_B$ – wartość bitową 255 (ostatni kolor palety – biały). Metoda linearyzacji charakterystyki $\eta = f(Z)$ znacznie więc zwiększa rozdzielczość wizualną ΔZ sygnału EWR i może być stosowana do szczegółowej analizy składu materiałowego powierzchni. Inną bardzo skuteczną metodą służącą do tego celu jest cyfrowa symulacja kolorów. Obie metody można stosować niezależnie od siebie.

5.3. METODA CYFROWEJ SYMULACJI KOLORÓW DO ANALIZY KOMPOZYCJI PRÓBKII

Autor zastosował nazwę „cyfrowa symulacja kolorów” dla opracowanej przez siebie metody tworzenia za pomocą komputera barwnych map składu materiałowego powierzchni na podstawie sygnału EWR z mikroskopu [72, 78]. Ogólnie dostępne są programy komputerowe do obróbki obrazów cyfrowych, takie jak np. „Photo-Styler”,

„Photo Shop”, „Picture Publisher”, które dają bardzo duże możliwości poprawiania jakości obrazów i ich kolorowania. Jednak to, co jest niezwykle pożyteczne z punktu widzenia użytkowników tych programów (np. możliwość wyostrzania, konturowania, redukcji szumów, kolorowania obrazów), stwarza niebezpieczeństwo niekontrolowanej zmiany informacji o próbce badanej za pomocą sygnału EWR. Do analizy obrazów mikroskopowych nie powinno się stosować procedur ingerujących w obszar danych bitmapy. Wysokiej klasy mikroskopy skaningowe są fabrycznie wyposażone w programy do otrzymywania kolorowej dokumentacji wyników badań [126, 130, 196], jednak na rynku nie są dostępne w wersji profesjonalnej programy specjalistyczne do obróbki np. tylko obrazów EWR.

Opracowana metoda symulacji kolorów [72, 78] przyporządkowuje w zadany sposób odpowiednie kolory obszarom o różnych liczbach atomowych, które na obrazie cyfrowym próbki w modzie COMPO są widoczne jako różne odcienie szarości.

W komputerze obraz kolorowy jest reprezentowany w systemie RGB [145, 157]. System ten zapewnia możliwość uzyskania różnych barw przez zmieszanie w odpowiednich proporcjach trzech podstawowych kolorów: czerwonego (R – red), zielonego (G – green) i niebieskiego (B – blue). Jeśli jasność każdego koloru zmienia się w skali od 0 do 255, to zmieszanie barw o różnej intensywności daje do dyspozycji ponad 16 milionów kolorów. Czarno-biały obraz cyfrowy powierzchni próbki, gdzie R:G:B = 1:1:1, ma 256 odcieni szarości (p. 3.2). Należy więc spośród tej olbrzymiej liczby kolorów wybrać tylko 256. Wszystkie kolory są reprezentowane za pomocą trzech bajtów, oznaczających nasycenie poszczególnych kolorów podstawowych. Czwarty bajt określa dokładność ich rozróżnienia.

Wprowadzając cyfrową symulację kolorów należy, między innymi, zwrócić uwagę na problem sąsiedztwa barw o małej jasności czy też na kolejność następowania ich po sobie [157]. Gdy znany jest skład próbki, wówczas poszczególnym liczbom atomowym można przydzielić kontrastujące ze sobą kolory. Jest to korzystne, gdy próbka składa się z pierwiastków o zbliżonych liczbach atomowych. Na rysunku 5.11a przedstawiono zdjęcie w modzie COMPO porysowanej powierzchni z granicą spawu Cu ($Z = 29$) – Ni ($Z = 28$), gdzie $\Delta Z = 1$. W porównaniu z rysunkiem 5.7a, na którym zaprezentowano obraz gładkiej powierzchni Cu–Ni, trudniej jest teraz określić przebieg granicy spawu.

Na rysunku 5.11b pokazano kolorową mapę składu materiałowego tej samej powierzchni. Przyjęto, że kolor czerwony oznacza miedź, zielony – nikiel, granatowy – materiał o liczbie atomowej niższej od niklu (zanieczyszczenia, tlenki). Zarówno Ni, jak i Cu są materiałami miękkimi. Na skutek porysowania stalową igłą powierzchni na obszarze Cu w miejscu rys widać przeniesiony przez ostrze igły (oznaczony zielonym kolorem) nikiel i odwrotnie, na obszarze Ni – w miejscu rys znajdują się śladowe ilości miedzi (kolor czerwony).

W celu stworzenia mapy składu materiałowego powierzchni dowolnej próbki przyjęto dwa podstawowe sposoby doboru barw:

- według kolejności w pudełku kredek (biały, żółty, pomarańczowy, czerwony, różowy, seledynowy, zielony, niebieski, fioletowy, brązowy, szary, czarny); jest to zgodne z naturalnym odczuciem, że jasne kolory to duża liczba atomowa Z , ciemne – mała liczba atomowa,

- według kolejności w widmie świetlnym (czerwony, pomarańczowy, żółty, zielony, niebieski, różowy, fioletowy) w przedziałach np. co 10 liczb atomowych; eliminuje to od razu grupy pierwiastków nie występujących w badanej próbce.

Poniżej przedstawiono przykład zastosowania metody symulacji kolorów do analizy składu materiałowego za pomocą sygnału EWR w SEM.

Na rysunku 5.12 pokazano możliwość identyfikowania uśrednionej liczby atomowej stopu dwóch metali.

Na rysunku 5.12a widać w modzie COMPO zdjęcie strefy przetopu W(74) – Mo(42) od strony wolframu. Z rozkładu odcieni szarości w miejscu spoiny można wnioskować, że pod wpływem energetycznej wiązki elektronowej materiały podstawowe W i Mo uległy wymieszananiu. Zastosowano metodę symulacji kolorów, przydzielając kolor granatowy Mo(42), natomiast żółty – W(74).

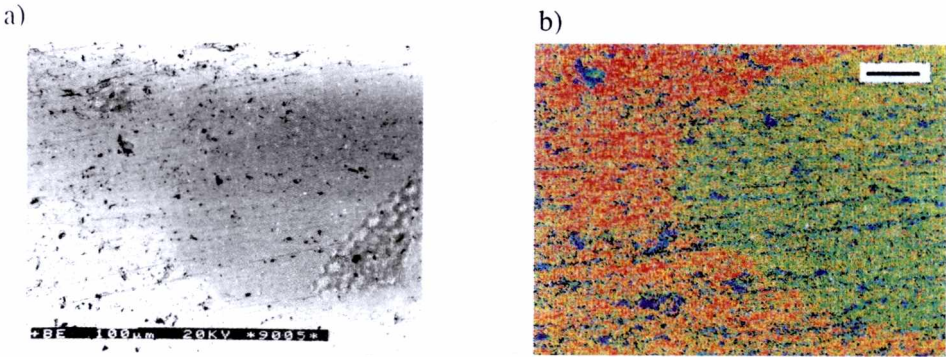
Liczbom atomowym $46 < Z < 70$ przyporządkowano kolory w sposób pokazany na skali barw pod rysunkiem 5.12b. Przewaga w spoinie koloru jasnozielonego (umieszczonego na skali w pobliżu koloru czerwonego) świadczy o dużym udziale molibdenu w stopie. Dlatego do dalszej szczegółowej analizy materiałowej wybrano obszar jasnozielony odpowiadający liczbom atomowym $52 < Z < 58$.

Odcinek jasnozielony na skali podzielono na cztery równe części i każdej z nich przydzielono nowe kolory (rys. 5.12c). Widać, że kolor jasnozielony został zastąpiony kolorem purpurowym, który odpowiada węższemu zakresowi liczb atomowych. Postępując podobnie jak na rysunku 5.12c, podzielono purpurowy odcinek skali na cztery mniejsze części.

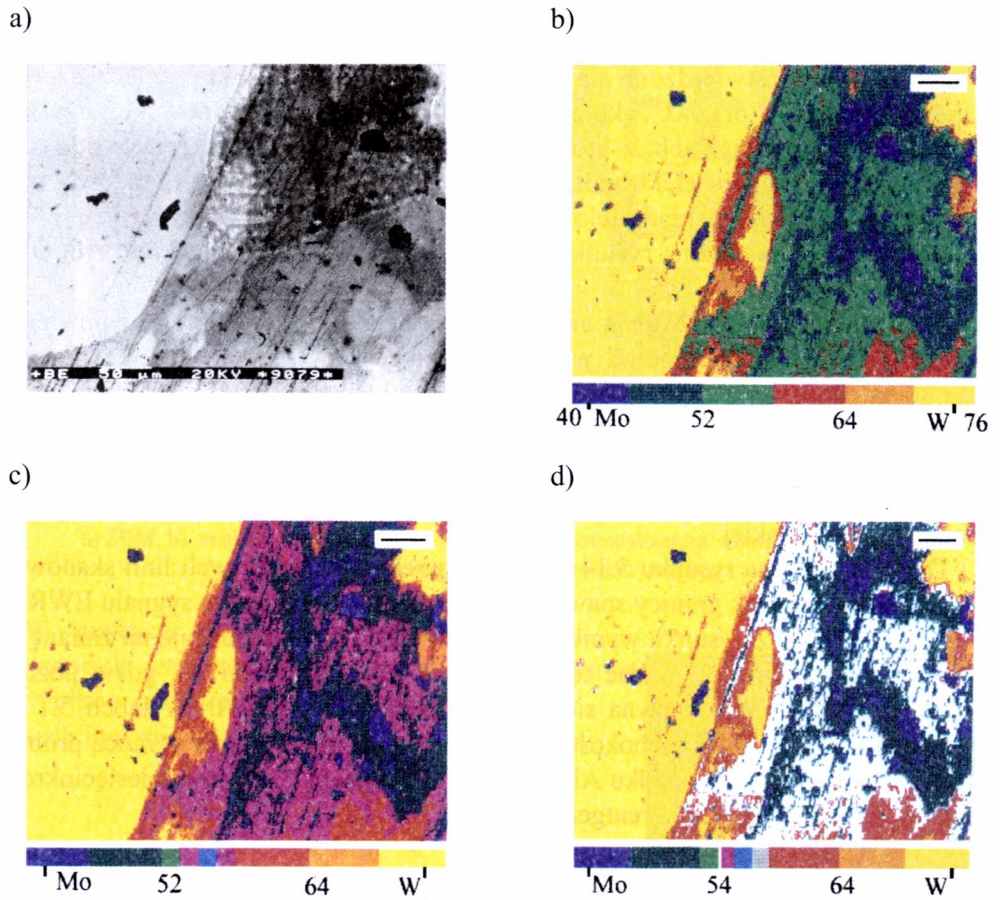
Jak widać na rysunku 5.12d, na dużym obszarze powierzchni pojawił się kolor biały, który odpowiada konkretnej wartości liczby atomowej na skali barw ($Z \approx 54$).

Podczas badania składu materiałowego nieznannej próbki należy najpierw wykonać kalibrację rozkładu jasności obrazu w modzie COMPO względem charakterystyki $\eta = f(Z)$ (patrz rys. 5.4). Do tego potrzebna jest próbka testowa z dwoma pierwiastkami o znanej liczbie atomowej. Oznacza to, że odpowiednim odcieniem szarości obrazu powierzchni próbki zostaną przydzielone konkretne wartości liczb atomowych. Wówczas można zastosować metodę symulacji kolorów tak, jak to opisano powyżej.

Na zakończenie należy podkreślić, że przedstawiona w tym rozdziale metoda umożliwi rozróżnienie bardzo dużej liczby kolorów. O dokładności analizy materiałowej decyduje jednak w tym przypadku jakość czarno-białego obrazu cyfrowego w modzie COMPO, uzyskanego po akwizycji sygnału EWR z SEM. Należy więc pamiętać o dobrej separacji modów TOPO i COMPO oraz o tym, że szum oraz artefakty, które może zawierać obraz, podlegają również kolorowaniu.



Rys. 5.11. Obrazy w modzie COMPO porysowanej powierzchni spawu Cu-Ni:
a) zdjęcie mikroskopowe, b) obraz cyfrowy po zastosowaniu symulacji kolorów. Znacznik = 75 μm [72]



Rys. 5.12. Obrazy w modzie COMPO fragmentu strefy przetopu W-Mo:
a) zdjęcie mikroskopowe, b), c), d) obrazy po zastosowaniu linearyzacji charakterystyki $\eta = f(Z)$
i symulacji kolorów zgodnie z umieszczoną pod nimi skalą. Znacznik = 50 μm [78]

5.4. INNE METODY BADANIA KOMPOZYCJI PRÓBKII

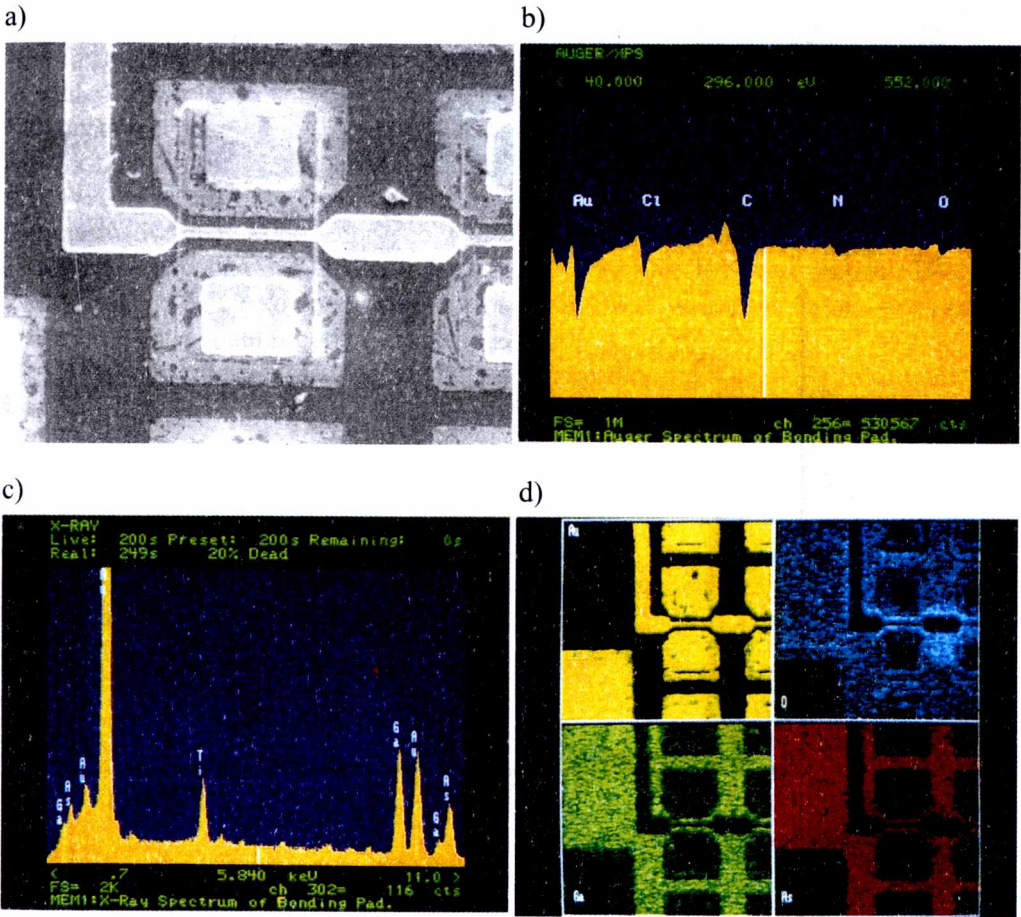
Do analizy składu materiałowego powierzchni próbki powszechnie są stosowane różne metody spektroskopowe, które pozwalają na uzyskanie informacji z warstw o grubości od 0,5 nm do 5 mm [13, 50, 128, 194]. Czasem dokładna analiza próbki wymaga stosowania kilku specjalistycznych metod badania naraz [14, 15, 50]. Są już dostępne na rynku, niestety bardzo drogie, urządzenia – „kombajny”, które zawierają np. skaningowy mikroskop elektronowy, mikroanalizator rentgenowski oraz analizator elektronów Augera. Dzięki temu można przeprowadzić kompleksowe badania powierzchni próbki pod względem składu materiałowego, zanieczyszczeń, głębokości, na której występują poszczególne pierwiastki. Na rysunku 5.13 pokazano wyniki badania składu materiałowego powierzchni układu scalonego (rys. 5.13a) za pomocą urządzenia o nazwie Link Analytical AN 10000 X-ray Microanalysis System. Jak widać na rysunku 5.13b, za pomocą spektroskopii Augera stwierdzono na powierzchni półprzewodnika zanieczyszczenia w postaci: Cl, C, N oraz O. Z kolei, dzięki mikroanalizie rentgenowskiej uzyskano informacje o pierwiastkach, z których składa się układ scalony (rys. 5.13c). Obróbka cyfrowa sygnału elektronów Augera umożliwia tworzenie obrazów, pokazujących dodatkowo rozkład niektórych z tych pierwiastków na powierzchni badanej próbki. Na przykład na rysunku 5.13d widać rozkład pierwiastków: Au, O, Ga oraz As.

Elektrony Augera pozwalają analizować bardzo cienką warstwę przypowierzchniową. W zależności od energii wiązki pierwotnej E_0 wynosi ona od 0,5 nm (przy $E_0 = 70$ eV) do 2 nm (przy $E_0 = 2$ keV) [50]. Sygnał EWR, w zależności od energii E_0 , pochodzi natomiast z warstw o grubości od kilkudziesięciu nanometrów do kilkudziesięciu mikrometrów. Dlatego też w literaturze [13, 128] obrazy w modzie COMPO, uzyskane za pomocą sygnału EWR, porównywane są najczęściej z wynikami mikroanalizy rentgenowskiej.

Dla przykładu na rysunku 5.14 pokazano przebieg pojedynczych linii skanowania biegnących w poprzek granicy spawu Cu–Al zarówno w przypadku sygnału EWR, jak i promieni X [13]. Z rysunku wynika, że sygnał EWR szybciej reaguje na zmianę materiału niż promienie X. Widać to szczególnie na powierzchni Al, gdzie poziomy przebieg sygnału EWR zaczyna się blisko granicy spawu Cu–Al. W tabeli 5.1 [13] porównano rozdzielczość głębokościową, możliwą do uzyskania za pomocą promieni X i sygnału EWR. W przypadku Al rozdzielczość sygnału EWR jest dziesięciokrotnie większa niż promieniowania rentgenowskiego.

Tabela 5.1. Rozdzielczość d sygnału EWR i promieni X przy energii wiązki 20 keV

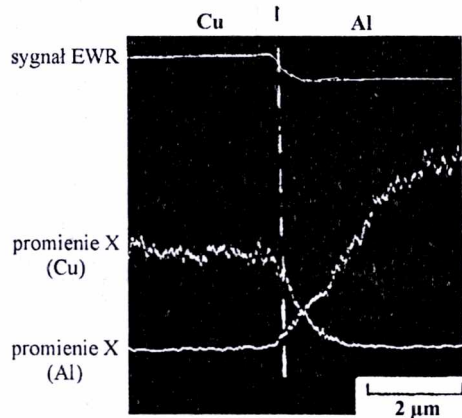
Rodzaj sygnału	d [μm] dla Cu	d [μm] dla Al
EWR	0,2	0,4
Promienie X	0,8	4,0

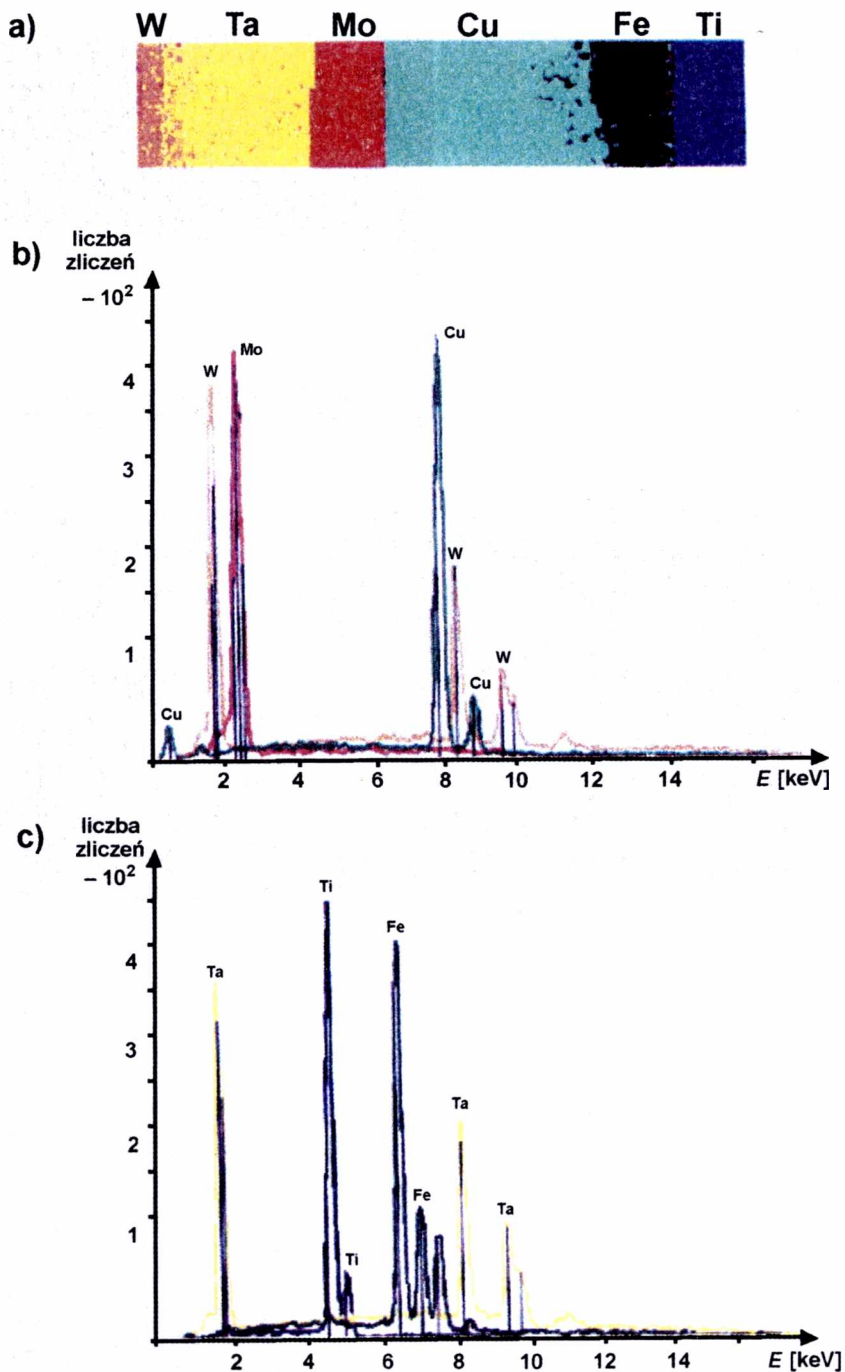


Rys. 5.13. Wyniki badania składu materiałowego powierzchni układu scalonego za pomocą:
 a) SEM, b) analizatora elektronów Augera, c) mikroanalizatora rentgenowskiego,
 d) obróbki cyfrowej sygnału elektronów Augera

W praktyce często mikroanalizator rentgenowski jest stosowany do weryfikacji wyników badań materiałowych prowadzonych innymi metodami.

Rys. 5.14. Przebieg pojedynczych linii skanowania w poprzek próbki z granicą spawu Cu-Al w przypadku sygnału EWR oraz promieni X. Linia przerywaną zaznaczono granicę spawu [13]





Rys. 5.15. Wyniki analizy składu materialowego próbki złożonej z metali według:
 a) metody symulacji kolorów, b) widma promieniowania rentgenowskiego dla Cu, Mo, W,
 c) widma promieniowania rentgenowskiego dla Ti, Fe, Ta

Autor tego typu weryfikacji dokonał w przypadku próbki złożonej z metali o różnych liczbach atomowych. Na rysunku 5.15a pokazano w modzie COMPO obraz powierzchni otrzymany za pomocą sygnału EWR po zastosowaniu symulacji kolorów. Na podstawie badań spektrometrem rentgenowskim potwierdzono, że identyfikacja pierwiastków za pomocą sygnału EWR była prawidłowa. Do prezentacji widm promieniowania rentgenowskiego, charakterystycznych dla poszczególnych pierwiastków, zastosowano te same kolory, co w metodzie symulacji kolorów (rys. 5.15b i c).

W wyniku badań doświadczalnych [13, 72, 78, 106, 198] można stwierdzić, że w przypadku analizy kompozycji próbki sygnał EWR wykazuje następujące zalety w stosunku do sygnału promieni rentgenowskich:

- większą rozdzielczość, szczególnie w przypadku mniejszych liczb atomowych (tab. 5.1),
- możliwość natychmiastowego uzyskania wyników z każdego analizowanego punktu powierzchni,
- możliwość zastosowania do badania pierwiastków i związków o bardzo małej liczbie atomowej,
- możliwość prezentacji kompozycji równocześnie z uwzględnieniem topografii próbki (zagadnienie to omówiono w rozdziale 6).

6. METODY REKONSTRUKCJI OBRAZU TOPOGRAFII POWIERZCHNI ZA POMOCĄ SYGNAŁU EWR

W poprzednich rozdziałach omówiono charakterystyki, które pokazują zależność sygnału EWR od topografii powierzchni (rys. 1.5, 1.6, 2.12, 4.8).

W podrozdziale 1.2.2 przedstawiono metodę tworzenia obrazu mikroskopowego powierzchni próbki w modzie TOPO jako różnicy sygnałów z detektorów EWR umieszczonych nisko nad próbką.

W podrozdziale 2.4 omówiono metody separacji kontrastów topograficznego i materiałowego, natomiast w rozdziale 4 pokazano artefakty, które utrudniają prawidłową analizę topografii próbki.

Rekonstrukcja obrazu rzeczywistego ukształtowania powierzchni w SEM jest problemem o wiele bardziej złożonym niż analiza materiałowa (rozdz. 5).

Jak wykazują publikacje z lat 90. [17, 18, 63, 78, 100, 161, 168, 183, 203], sygnał EWR jest bardzo precyzyjnym źródłem informacji o topografii powierzchni. Nie ma jednak opracowań, które ujmowałyby to zagadnienie całościowo.

Niniejszy rozdział jest poświęcony klasyfikacji sposobów przedstawiania obrazu ukształtowania powierzchni oraz omówieniu metod badania rzeczywistej topografii próbki.

Za pomocą sygnału EWR w SEM można otrzymać następujące rodzaje obrazów topografii powierzchni:

- dwuwymiarowe (2D): [25, 29, 59, 74, 80, 94, 97, 100, 103, 115, 121, 150, 161, 167, 168, 183, 190, 195],
- dające wrażenie trzeciego wymiaru (impression 3D): [17÷19, 63, 82, 100, 122, 150, 161, 167, 183],
- trójwymiarowe (true 3D reconstruction): [17÷19, 63, 78, 97, 100, 122, 123, 161, 183, 189, 203].

Autor zaproponował jeszcze metodę jednoczesnej prezentacji zarówno trójwymiarowej topografii, jak i kompozycji próbki [78].

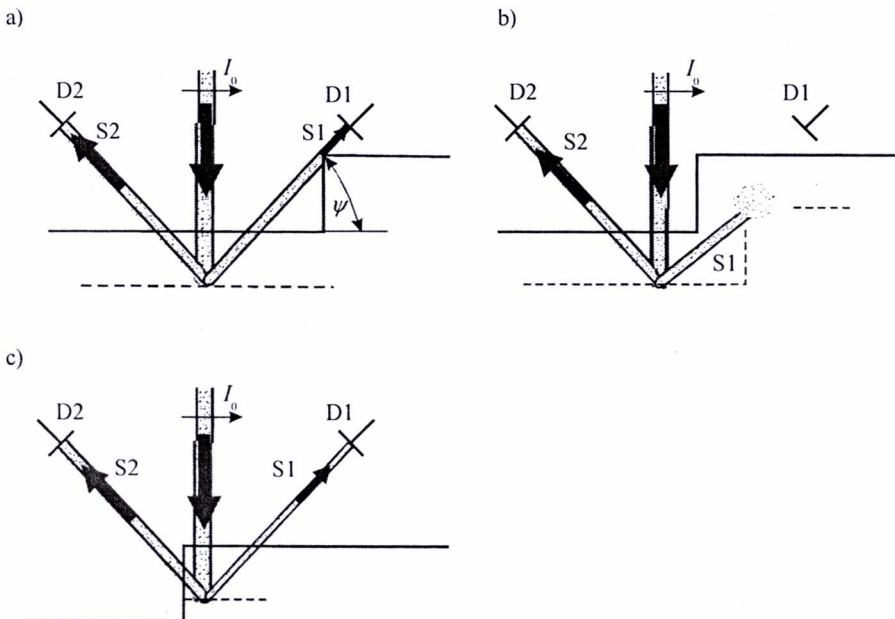
Wymienione zagadnienia omówiono w podrozdziałach 6.2÷6.5, w podrozdziale 6.1 pokazano natomiast pewne analogie między mikroskopią elektronową i świetlną, stosowane do analizy ukształtowania powierzchni.

6.1. PODSTAWOWE CZYNNIKI MAJĄCE WPŁYW NA OBRAZ TOPOGRAFII PRÓBKİ

Jak już wspomniano wcześniej, prawidłowa interpretacja obrazu topografii próbki otrzymanego za pomocą sygnału EWR jest dużo trudniejsza niż w przypadku badania składu materiałowego. Przede wszystkim obraz ukształtowania powierzchni zależy nie tylko od charakterystyk kątowych wstecznego rozpraszania, ale również od umiejscowienia punktu obserwacji oraz od wielkości efektu przechwytywania przez wypukłe elementy topograficzne sygnału EWR wychodzącego w kierunku detektora.

Na rysunku 6.1 pokazano przypadek skanowania za pomocą wiązki elektronowej I_0 elementu topograficznego w kształcie stopnia. Jak widać, wielkość sygnałów EWR, dochodzących z próbki do detektorów D1 oraz D2, zależy głównie od ukształtowania powierzchni w pobliżu punktu padania wiązki pierwotnej, gdyż kąt padania wiązki na próbkę jest taki sam. Autor [69] wyróżnił tu następujące efekty:

- efekt zacienienia (rys. 6.1a), kiedy to sygnał EWR (S1) na drodze do detektora (D1) napotyka wypukłe elementy topograficzne,
- efekt pochłaniania (rys. 6.1b), kiedy sygnał EWR (S1) ulega całkowitemu rozproszeniu w materiale próbki,
- efekt krawędziowy (rys. 6.1c), kiedy wzrasta sygnał (S2) dochodzący do detektora (D2) z krawędzi obszaru wypukłego.



Rys. 6.1. Ilustracja efektów: a) zacienienia ($S1 < S2$); b) pochłaniania ($S1 = 0$); c) krawędziowy ($S1 < S2$). Oznaczenia: S1, S2 – sygnały EWR dochodzące odpowiednio do detektorów D1 i D2; I_0 – wiązka elektronów pierwotnych, ψ – kąt zacienienia [69]

Jasność poszczególnych elementów topograficznych na obrazie w SEM (zależna między innymi od wymienionych efektów) odpowiada wielkości sygnału EWR docierającego do detektora. Istnieje więc analogia między interpretacją obrazów topografii uzyskanych podczas badania próbki wiązką elektronową i wiązką świetlną: źródło światła znajduje się w miejscu detektora, natomiast wyrzutnia elektronowa stanowi punkt obserwacyjny [77, 150, 167, 183, 203]. Jasność elementu powierzchni zależy od jego orientacji względem kierunku oświetlenia i obserwacji. W SEM ten efekt może być użyty do określenia nachylenia elementu powierzchni na podstawie różnicy sygnałów z dwóch detektorów (p. 6.4) [17]. Można zastosować tu prawo Lamberta, dotyczące rozpraszania światła [19, 27, 183]. W przypadku dwóch detektorów EWR ustawionych wzdłuż osi x mamy [18, 150, 183]

$$\frac{D1 - D2}{D1 + D2} = \sin \alpha \cos \varphi, \quad (6.1)$$

gdzie:

$D1, D2$ – sygnały EWR dochodzące odpowiednio do detektorów $D1, D2$,

α – kąt między normalną do powierzchni i wiązką pierwotną (rys. 2.15),

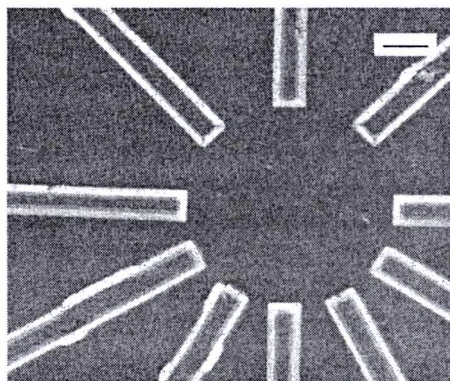
φ – kąt azymutalny między normalną i osią x , wzdłuż której ustawione są detektory.

Współczynnik $(D1 - D2)/(D1 + D2)$ nie zależy od kompozycji próbki, tylko od lokalnego nachylenia powierzchni. Dzięki analogii między wiązką elektronową i świetlną to lokalne nachylenie powierzchni jest określane na podstawie jej jasności (p. 6.4) [19, 167].

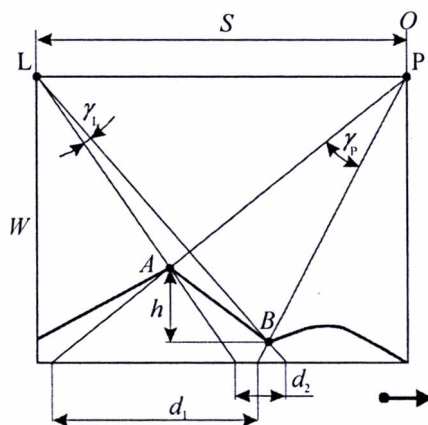
W rozdziale 4. na rysunku 4.2d,e pokazano obrazy powierzchni krzemu z promieniście rozchodzącymi się rowkami. Na rysunku 4.2d widać, że rowki są jakby oświetlone od strony detektora $D2$, natomiast na rysunku 4.2e – od strony detektora $D5$. W podrozdziale 4.1 pokazano, że efekt ten może niekiedy prowadzić do błędnej analizy ukształtowania powierzchni. Autor zaproponował metodę tworzenia modu TOPO, która pozwala zarówno na zlikwidowanie efektu cienia, jak i na uwolnienie się od artefaktów związanych z układem detekcyjnym [136]. Na rysunku 6.2 pokazano obraz tej samej próbki co na rysunku 4.2, ale otrzymany w wyniku dodania modułów różnic sygnałów pochodzących z dwóch par detektorów ustawionych wzdłuż osi x i y . Widać tu, że wszystkie rowki są oświetlone tak, jakby źródło światła znajdowało się na dnie każdego z nich. Zdaniem autora tego typu procedura może być stosowana jako wstępny test, w celu prawidłowego określenia struktury na powierzchni próbki (np. wówczas, gdy efekt cienia wykorzystuje się do rekonstrukcji rzeczywistej powierzchni, co omówiono w p. 6.4).

Do badania topografii w SEM można również użyć efektu stereoskopowego [17÷19, 63, 97, 167, 183]. Stereoscopia jest metodą stosowaną od ponad pięćdziesięciu lat do tworzenia przestrzennych obrazów różnych obiektów za pomocą wiązki świetlnej. W odniesieniu do sygnału EWR w SEM metodą tą zajmowali się głównie Beil i Carlsen [17÷19].

Rys. 6.2. Obraz topografii powierzchni krzemu z wytrawionymi rowkami, otrzymany w wyniku obróbki sygnałów EWR z czterech detektorów zgodnie z algorytmem: $\text{TOPO}_m = |D2 - D1| + |D6 - D5|$.
 Detektory ustawione są jak na rysunku 4.2f.
 Znacznik = 50 μm [136]



Stereoskopia polega na postrzeganiu trójwymiarowości obiektu, gdy obserwuje się go z dwóch kierunków równocześnie (czyli korzysta się tu z cechy widzenia dwuocznego). Zasadę tworzenia obrazu pokazano na rysunku 6.3. Metoda stereoskopowa wymaga jednoznacznego zidentyfikowania charakterystycznych punktów (np. A , B) na badanej powierzchni. Punkty te, jak widać na rysunku 6.3, są niejednakowo oddalone od obserwatora przed i po przesunięciu obiektu na odległość S .



Rys. 6.3. Metoda stereoskopowa oparta na przesunięciu badanego obiektu względem punktu obserwacji.

Oznaczenia: O – punkt obserwacji, S – odległość, na jaką została przesunięta próbka; W – odległość punktu obserwacji od stolika z próbką; γ_P , γ_L – kąty obserwacji odpowiednio z prawej (P) i lewej (L) strony;
 d_1 , d_2 – odległości między punktami obserwacji A i B mierzone w płaszczyźnie stolika przy jego położeniu z prawej i lewej strony; h – wysokość obiektu badanego (próbka przesuwa się w prawo względem punktu obserwacji O na odległość S) [183]

(W SEM wykorzystuje się często dwa detektory ustawione w odległości S). Również kąty γ_P i γ_L widzenia odcinka AB , odpowiednio w położeniu prawym i lewym, są różne. Próg widzenia stereoskopowego, czyli najmniejsza wartość różnicy kątów $\gamma = \gamma_P - \gamma_L$, przy której dany obiekt może być widziany z różnych odległości bez zniekształcenia, wynosi zwykle $5 \div 10^\circ$. Gdy stosuje się większe kąty γ , wówczas przy rozbudowanej topografii bardzo trudno jest dokładnie zestawić dwa obrazy tego samego fragmentu powierzchni (dokonać fuzji), gdyż w wyniku zacinienia pewne obszary nie będą widoczne na obu obrazach jednocześnie. Wprawdzie stosuje się czasem kąty γ około 20° , ale tylko w przypadku bardzo gładkich powierzchni [183]. Z kątami widzenia γ_P i γ_L wiąże się pojęcie paralaksy. Jest to różnica odległości ($d_1 - d_2$) między

punktami obserwacji AB , mierzona w płaszczyźnie stolika, gdy znajduje się on w pozycji prawej i lewej (rys. 6.3). Paralaksa nie może być zbyt duża, gdyż trudno byłoby wówczas uzyskać efekt stereoskopowy. Na podstawie danych z rysunku 6.3 można wyznaczyć wysokość badanego elementu topograficznego [183]

$$h = W \frac{d_1 - d_2}{S}, \quad (6.2)$$

co jest niezbędne przy rekonstrukcji trójwymiarowej powierzchni.

Stereoskopową parę obrazów można również uzyskać, gdy zamiast przesunięcia próbki dokona się jej obrotu o kąt około 10° względem osi z (p. 6.4).

Omówione w tym rozdziale efekty stanowią najczęściej podstawę opracowywania różnych metod rekonstrukcji i analizy ukształtowania powierzchni.

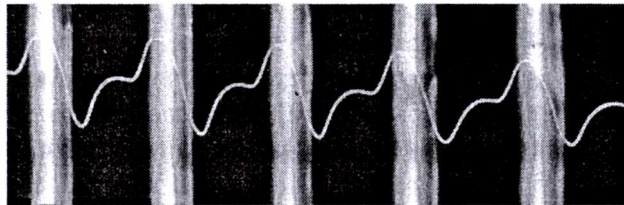
Zgodnie z zaproponowaną klasyfikacją metod prezentacji topografii, najpierw omówiono sposoby tworzenia obrazów dwuwymiarowych.

6.2. METODY TWORZENIA DWUWYMIAROWYCH OBRAZÓW TOPOGRAFII PRÓBKII

Typowy SEM służy głównie do tworzenia dwuwymiarowych (2D) obrazów powierzchni, kiedy próbka leży w płaszczyźnie prostopadłej do wiązki pierwotnej. Można wyróżnić tu trzy rodzaje prezentacji 2D:

- 1) obraz otrzymany za pomocą jednego detektora,
- 2) obraz w modzie TOPO, otrzymany w wyniku odejmowania sygnałów EWR z dwóch (lub czterech) detektorów,
- 3) obraz w trybie „modulacja Y”.

Pierwszy rodzaj prezentacji to obraz mikroskopowy topografii otrzymany przy użyciu jednego, nisko w stosunku do próbki umieszczonego detektora. Obraz tworzony jest wówczas na podstawie efektu cienia. Dla przykładu na rysunku 6.4 pokazano powierzchnię krzemu z ciągiem wytrawionych grzbietów o przekroju w kształcie trójkąta. Jak widać z rozkładu cieni, detektor umieszczony był z lewej strony próbki.



Rys. 6.4. Obraz mikroskopowy powierzchni krzemu z wytrawionym ciągiem grzbietów o przekroju w kształcie trójkąta, otrzymany za pomocą pojedynczego detektora. Dodatkowo na rysunku pokazano przebieg sygnału EWR przy jednokrotnym przejściu wiązki w poprzek płasko ustawionej względem niej próbki (tryb „modulacja Y”) [83]

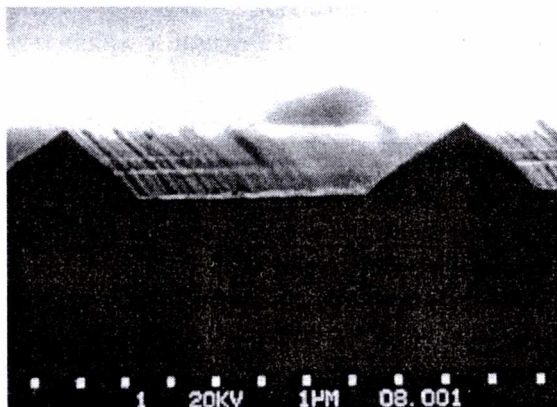
Drugi rodzaj prezentacji 2D omówiono w rozdziałach 2 (rys. 2.16a) oraz 4 (rys. 4.2, 4.3).

Trzeci rodzaj prezentacji 2D uzyskuje się w wyniku rejestracji przebiegu sygnału EWR przy jednokrotnym przejściu wiązki pierwotnej w poprzek prostopadle do niej ustawionej powierzchni próbki (rys. 6.4). W literaturze przedmiotu [100, 150, 151, 168, 183, 195] tego typu prezentacja nazywa się rekonstrukcją przekroju poprzecznego próbki (*cross-section reconstruction*) lub trybem „modulacja Y” (*Y-modulation*). Metoda ta umożliwia odtworzenie profilu powierzchni próbki bez konieczności jej przecinania. Najczęściej służy ona do kontroli jakościowej procesu produkcji układów scalonych [29, 97, 150, 161, 168, 183]. Wymagane jest wówczas bardzo dokładne zorientowanie badanej struktury względem kierunku skanowania. Autor stosował tryb „modulacja Y” do badania zależności sygnału EWR od kształtu różnego typu elementów topograficznych (rys. 2.7) [32÷34, 81÷83].

6.3. METODY POZWALAJĄCE UZYSKAĆ WRAŻENIE TRZECIEGO WYMIARU

Topografia powierzchni próbki może być przedstawiona za pomocą sygnału EWR w SEM metodami, które pozwalają uzyskać wrażenie trzeciego wymiaru. W literaturze stosuje się określenie „impression 3D” [100, 122, 161, 183] w odróżnieniu od metod rzeczywistej rekonstrukcji 3D (*true 3D surface reconstruction*), które polegają na dokładnym wyznaczeniu rozmiarów struktury w trzecim wymiarze [17, 18, 183].

Podstawowym sposobem uzyskania wrażenia trzeciego wymiaru w SEM jest mechaniczne pochylenie próbki względem padającej wiązki [17, 63, 97, 100, 161, 183] i jej obrót [63, 100, 150, 161]. Na rysunku 6.5 pokazano uzyskany w taki sposób obraz powierzchni krzemu z wytrawionymi grzbietami. Ta sama próbka była prezentowana za pomocą metody 2D na rysunku 6.4 [82].



Rys. 6.5. Obraz mikroskopowy powierzchni krzemu z wytrawionym ciągiem grzbietów o przekroju w kształcie trójkąta, uzyskany po obrocie i pochyleniu próbki z rys. 6.4 względem wiązki pierwotnej [82]

W SEM w celu uzyskania wrażenia trzeciego wymiaru podczas badania topografii powierzchni można również zastosować:

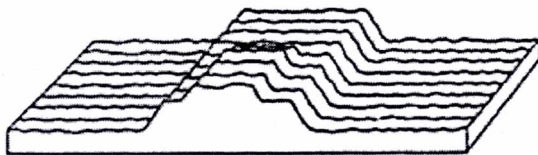
- metodę „przestrzennej” modulacji Y [122, 150, 183],
- metodę opartą na efekcie cienia [167, 183],
- metodę stereoskopową [63, 97, 167, 183].

Powszechnie stosowana metoda „przestrzennej” modulacji Y polega na aksometrycznym przedstawieniu rozkładu sygnału EWR dla pojedynczych linii skanowania powierzchni próbki wiązką elektronową. W nazwie metody zastosowano cudzość, ponieważ także rzeczywista rekonstrukcja 3D prezentowana jest w podobny sposób. Dla przykładu na rysunku 6.6 pokazano dający wrażenie trzeciego wymiaru obraz stalowej kulki w modzie TOPO [150].



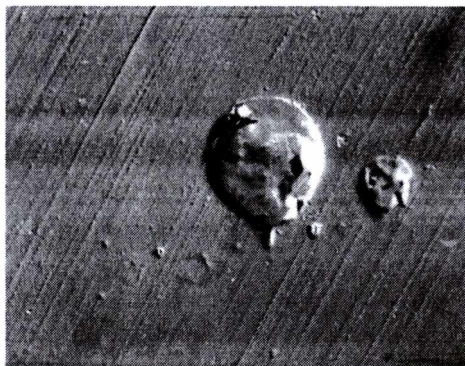
Rys. 6.6. Obraz stalowej kulki o średnicy 1 mm pokazany za pomocą metody „przestrzennej” modulacji Y (jest on znacznie zniekształcony na skutek rekonstrukcji obrazu z efektem cienia) [150]

Metoda ta może służyć również, po zastosowaniu cyfrowej obróbki sygnałów, do rekonstrukcji przestrzennej profilu próbki (rys. 6.7) [183].



Rys. 6.7. Przestrzenny obraz profilu powierzchni półprzewodnika uzyskany w wyniku cyfrowej obróbki pojedynczych sygnałów w trybie modulacja Y [183]

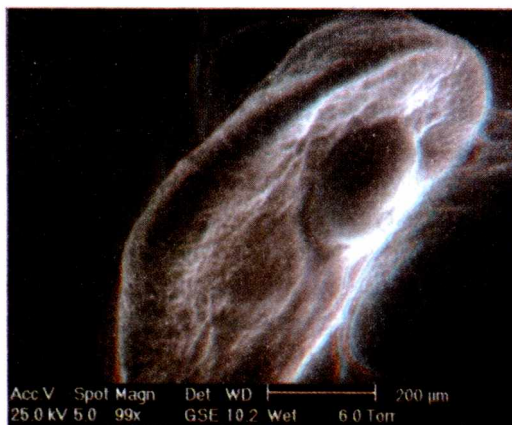
Na uzyskanie wrażenia trzeciego wymiaru pozwala też, jak już podano w podrozdziale 6.1, metoda oparta na efekcie cienia. Na rysunku 6.8 pokazano, jak w modzie TOPO wyglądają wypukłe zanieczyszczenia na powierzchni oszlifowanego przekroju spoiny Ta–Mo [90]. Obraz tej próbki w modzie COMPO przedstawiono na rysunku 1.9.



Rys. 6.8. Obraz mikroskopowy w modzie TOPO oszlifowanego przekroju spoiny Ta-Mo z wypukłymi zanieczyszczeniami. (Powiększenie 200×) [90]

Z praktyki wiadomo, że niekiedy efekt cienia na obrazie w modzie TOPO może utrudniać prawidłowe rozróżnienie obszarów wklęsłych i wypukłych (np. rys. 4.2a). W przypadku stosowania tej metody do rzeczywistej rekonstrukcji 3D wymagane są dodatkowe procedury korekcyjne (p. 6.4).

Najsilniejsze wrażenie trzeciego wymiaru daje (specjalnie do tego celu przeznaczona) metoda stereoskopowa. W podrozdziale 6.1 podano, że efekt trójwymiarowości uzyskuje się przez nałożenie dwóch dwuwymiarowych obrazów tej samej próbki, widzianych pod nieco różniącymi się kątami. Istnieje możliwość widzenia jednocześnie każdym okiem przeznaczonego dla niego obrazu. Uzyskuje się to dzięki przydzieleniu jednemu obrazowi np. barwy czerwonej, drugiemu zaś – niebieskiej. Do oglądania efektu stereoskopowego służą wówczas specjalne okulary z różnobarwnymi filtrami (rys. 6.9).



Rys. 6.9. Stereoskopowy obraz embrionu kurczaka uzyskany w SEM wyposażonym w rastrowy stereoeokran (Zdjęcie reklamowe firmy Philips Electron Optics z 1997 r.)

6.4. METODY TRÓJWYMIAROWEJ REKONSTRUKCJI OBRAZU TOPOGRAFII POWIERZCHNI

Wraz z rozwojem układów detekcyjnych EWR oraz metod cyfrowej obróbki sygnałów z wielu detektorów zaczęło pojawiać się coraz więcej prac dotyczących trójwymiarowej (3D) rekonstrukcji obrazu rzeczywistej topografii powierzchni. Określenie „rekonstrukcja” należy tu rozumieć dosłownie, ponieważ w SEM uzyskuje się tylko dwuwymiarowy obraz topografii. Trzeci wymiar odtwarzany jest dopiero na podstawie analizy tego dwuwymiarowego obrazu.

Jak wynika z literatury, najczęściej są stosowane następujące metody rekonstrukcji obrazu powierzchni próbki w trzech wymiarach:

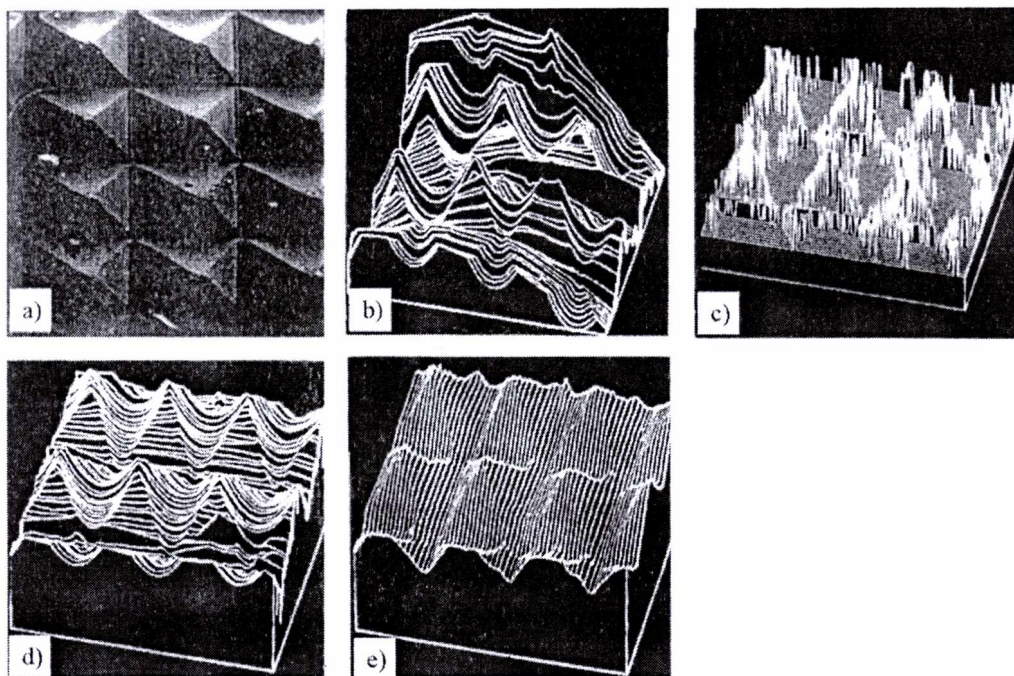
- metody oparte na efekcie stereoskopowym (p. 6.1), które w literaturze występują pod nazwą „shape from stereo” [17÷19, 63, 97, 183],
- metody oparte na efekcie cienia (p. 6.1), które w literaturze występują pod nazwą „shape from shading” [17, 19, 122, 123, 150, 161, 167, 183, 203],
- metody mieszane, oparte na obu powyższych efektach [17÷19].

Należy tu jednak zaznaczyć, że metody te nie są jeszcze powszechnie stosowane np. w procesie testowania układów scalonych, aczkolwiek zapotrzebowanie na tego typu analizę topografii jest bardzo duże. Publikowane wyniki badań nad rekonstrukcją typu 3D mają z reguły charakter podstawowy i dotyczą struktur testowych.

Często stosowaną strukturą testową jest ciąg ściśle upakowanych grzbietów w kształcie piramid. Tego typu topografię badali między innymi: Beil i Carlsen [17÷19], Reimer i inni [167] oraz Lebedzik [122]. Na rysunku 6.10 pokazano zestaw obrazów topografii takiej struktury uzyskany za pomocą różnych metod rekonstrukcji 3D [18]. I tak, na rysunku 6.10a przedstawiono obraz ukształtowania powierzchni stali, otrzymany dzięki zastosowaniu metody dającej wrażenie 3D. Na rysunku 6.10b widać profil piramid zrekonstruowany za pomocą metody opartej na efekcie cienia. Można tu zauważyć wyraźne zniekształcenie obrazu w stosunku do rzeczywistej struktury, spowodowane głównie zastosowaniem do rekonstrukcji tylko dwóch detektorów. Charakterystyczne punkty na powierzchni bardzo dobrze można zlokalizować za pomocą metody stereoskopowej (rys. 6.10c). Rekonstrukcja powierzchni 3D wymaga jednak odtworzenia całego profilu powierzchni, co pokazano na rysunku 6.10d. Efekt zastosowania metody mieszanej do rekonstrukcji obrazu topografii widoczny jest na rysunku 6.10e.

Zestaw obrazów na rysunku 6.10 jest tylko ilustracją najczęściej stosowanych metod rekonstrukcji 3D. Metody te poniżej krótko omówiono.

Jeśli idzie o metodę stereoskopową, to w podrozdziale 6.1 opisano już efekt stereoskopowy oraz podano jedną z metod określenia wysokości badanej struktury (wzór (6.2)). Do otrzymania obrazu na rysunku 6.10c zastosowano nieco inną technikę wyznaczania trzeciego wymiaru.

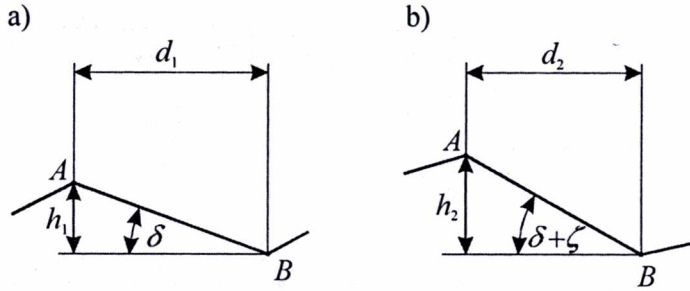


Rys. 6.10. Obrazy powierzchni stalowej próbki z wytrawioną strukturą w kształcie piramid, otrzymane za pomocą różnych metod: a) metoda stereoskopowa dająca wrażenie 3D; b) profil powierzchni uzyskany przy użyciu metody opartej na efekcie cienia (2 detektory); c) charakterystyczne punkty na powierzchni zrekonstruowane za pomocą metody stereoskopowej (kąt pochylenia próbki $\zeta = 4^\circ$); d) rekonstrukcja 3D powierzchni za pomocą metody stereoskopowej; e) rekonstrukcja powierzchni przy użyciu metody mieszanej (4 detektory).
Powiększenie 167 pikseli/mm [18]

W celu uzyskania pary obrazów stereoskopowych próbka nie była przesuwana, jak na rysunku 6.3, tylko pochyłona w stosunku do prostopadłej osi, jak na rysunku 6.11. Kąt pochylenia próbki ζ nie powinien być większy niż 10° (p. 6.1). Znając kąt ζ oraz odległości d_1 i d_2 między punktami A i B (przed i po pochyleniu próbki), można obliczyć wysokość struktury h_1 z rysunku 6.11 [183]

$$h_1 = \frac{d_1 \cos \zeta - d_2}{\sin \zeta}. \quad (6.3)$$

Wskutek pochylenia próbki o kąt ζ zmienia się kąt zawarty między normalną do powierzchni i kierunkiem padania wiązki. To powoduje, że oświetlenie tych samych obiektów na obrazach stereoskopowych z rysunku 6.11 jest różne. Lokalne nachylenia rzeczywistej powierzchni mogą więc być wyznaczone na podstawie różnicy poziomu szarości obrazu. Dokładność metody stereoskopowej zależy głównie od dokładności pomiaru kąta pochylenia ζ oraz odległości d_1 i d_2 (rys. 6.11).



Rys. 6.11. Para obrazów stereoskopowych stosowanych do pomiaru wysokości badanej struktury.
 Oznaczenia: d_1, d_2 – odległości między punktami A i B, mierzone w płaszczyźnie horyzontalnej przed i po pochyleniu próbki; h_1, h_2 – wysokości obiektu przed i po pochyleniu próbki; δ – kąt nachylenia powierzchni; ζ – kąt pochylenia próbki dla uzyskania efektu stereoskopowego (do około 10°)

Metoda stereoskopowa może być stosowana do rekonstrukcji 3D z pewnymi ograniczeniami. Badane powierzchnie powinny mieć łatwe do jednoznacznego zidentyfikowania obiekty. Dlatego na przykład mogą pojawić się trudności przy rekonstrukcji ciągu identycznych elementów topograficznych. Problemy również stwarza zastosowanie zbyt dużych kątów ζ pochylenia próbki. Wtedy bowiem może stać się niemożliwe precyzyjne nałożenie na siebie dwóch obrazów w celu uzyskania efektu stereoskopowego. Efekt ten trudno też jest uzyskać w przypadku płaskich, mało zróżnicowanych powierzchni. Dlatego Beil i Carlsen [17÷19] opracowali metodę mieszaną rekonstrukcji 3D obrazu topografii, która dzięki uwzględnieniu efektu cienia likwiduje wyżej wymienione ograniczenia.

Z literatury wynika, że najczęściej do rekonstrukcji trójwymiarowego obrazu powierzchni w SEM stosuje się metody oparte na efekcie cienia (p. 6.1), jako że są one dużo tańsze od metod stereoskopowych [161, 183]. Na rysunku 6.10b można zaobserwować, że efekt cienia prowadzi do bardzo dużego zniekształcenia rekonstruowanego obrazu wówczas, gdy stosuje się tylko dwa detektory. Warunkiem koniecznym do prawidłowego wykorzystania tego efektu jest zastosowanie dwóch par detektorów, ustawionych wzajemnie prostopadłe (detektory D1, D2, D5, D6 na rys. 3.2). Należy jednak pamiętać, że dokładność rekonstrukcji zależy tu bardzo silnie od symetrii ustawienia detektorów, odpowiednio dobranych pod względem czułości i wzmocnienia. Zestaw czterech detektorów pozwala na wyznaczenie lokalnego nachylenia powierzchni w dwóch kierunkach: $\frac{\partial z}{\partial x}$ i $\frac{\partial z}{\partial y}$ i dlatego możliwe jest określenie trzeciego wymiaru badanej powierzchni. Wówczas mamy [122, 150, 167]:

$$\frac{\partial z}{\partial x} \sim \frac{D1 - D2}{D1 + D2} = \sin \alpha \cos \varphi, \quad (6.4)$$

$$\frac{\partial z}{\partial y} \sim \frac{D6 - D5}{D5 + D6} = \sin \alpha \sin \varphi, \quad (6.5)$$

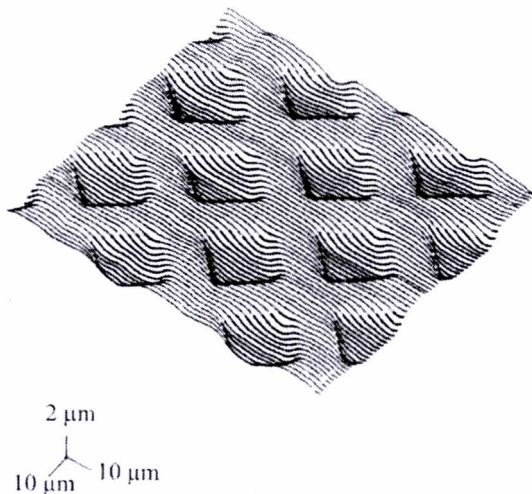
gdzie:

- $D1, D2, D5, D6$ – sygnały EWR otrzymane odpowiednio z detektorów $D1, D2, D5, D6$, rozmieszczonych jak na rysunku 3.2,
 α – kąt między normalną do powierzchni i wiązką pierwotną,
 φ – kąt azymutalny mierzony od osi x , wzdłuż której są ustawione detektory.

Wzory (6.4) i (6.5) są słuszne dla kątów nachylenia powierzchni $\delta < 50 \div 60^\circ$.

Metoda 3D, oparta na efekcie cienia, była stosowana przez niektórych autorów z różnymi modyfikacjami. I tak, na przykład Reimer i inni [167] wprowadzili metodę iteracji, polegającą na stopniowym kompensowaniu efektu cienia przy kilkakrotnym obliczaniu profili $z = f(x)$ i $z = f(y)$. W kolejnych przybliżeniach tych profili zmieniały się kąt zacienienia (np. kąt ψ z rysunku 6.1a). Na podstawie dwuwymiarowego obrazu topografii powierzchni, otrzymanego z SEM, można też wprowadzić trzeci wymiar za pomocą metody Monte Carlo [161].

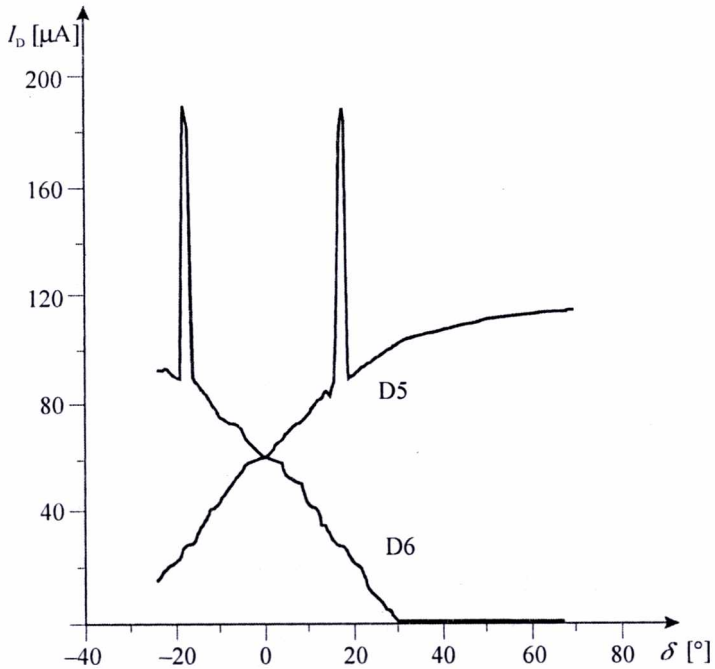
W 1991 r. Wassink i inni [203] zaproponowali metodę trójwymiarowej rekonstrukcji obrazu próbki, opartą na efekcie cienia z jednoczesną prezentacją kompozycji próbki. Na rysunku 6.12 pokazano obraz 3D powierzchni próbki krzemowej z naniesioną strukturą w postaci siatki ze złota. Obraz zrekonstruowano opierając się na sygnałach z czterech detektorów półprzewodnikowych, ustawionych pod kątem 45° w stosunku do próbki. Do prezentacji różnic materiałowych zastosowano różne grubości linii.



Rys. 6.12. Obraz powierzchni krzemu z naniesioną złotą siatką, otrzymany za pomocą metody 3D opartej na efekcie cienia. Krzem jest przedstawiony za pomocą linii grubej, złoto natomiast – cienkiej [203]

Na rysunku 6.12 obraz powierzchni krzemu jest pokazany za pomocą grubej linii, natomiast złota – za pomocą cienkiej linii. Pomimo że krawędzie złotej siatki były w rzeczywistości prostopadłe do powierzchni krzemu, to na obrazie rekonstrukcji 3D nie uzyskano nachylenia ścianek siatki większych niż 45° . Oceniono, że metoda jest dokładna w $\sim 10\%$.

Autor opracował metodę rekonstrukcji 3D obrazu powierzchni próbki [78], wykorzystując pomiary sygnałów EWR dochodzących do detektorów D1, D2, D5 i D6 w funkcji kąta nachylenia δ powierzchni próbki (rys. 4.6 i 4.8). Pomiary wykonano, dokładnie pozycjonując wiązkę elektronową w każdym punkcie powierzchni próbki. Na rysunku 6.13 pokazano zależność prądu I_D detektorów D5 i D6 od kąta nachylenia powierzchni δ . Detektory ustawione były pod kątem 36° w stosunku do próbki, a ruch wiązki był zgodny z osią x .

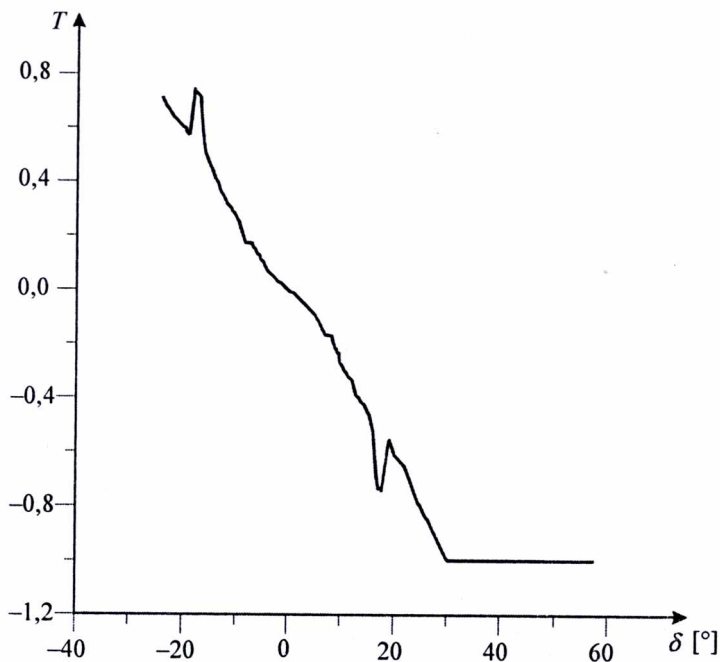


Rys. 6.13. Zależność prądu I_D detektorów D5 i D6 od kąta nachylenia próbki δ [78]

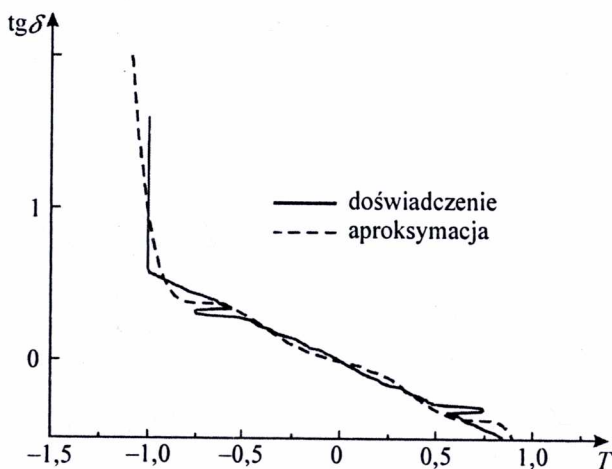
Na rysunku 6.14 pokazano przebieg znormalizowanego sygnału T w funkcji kąta δ , gdzie

$$T = \frac{D6 - D5}{D5 + D6}. \quad (6.6)$$

Sygnał T jest ściśle powiązany z nachyleniem elementarnego wycinka powierzchni. Charakterystykę $T = f(\delta)$ przekształcono w charakterystykę $\text{tg}\delta = f(T)$ i aproksymowano za pomocą wielomianu ósmego rzędu (rys. 6.15).



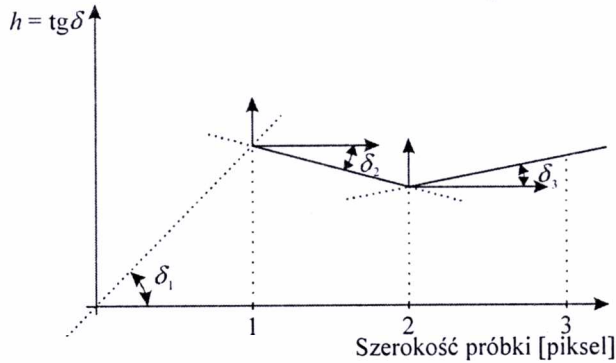
Rys. 6.14. Przebieg zależności znormalizowanego sygnału TOPO od kąta nachylenia powierzchni próbki δ [78]



Rys. 6.15. Porównanie zależności tangensa δ od znormalizowanego sygnału T uzyskanej na drodze doświadczalnej oraz po zastosowaniu aproksymacji krzywą wielomianu ósmego rzędu [78]

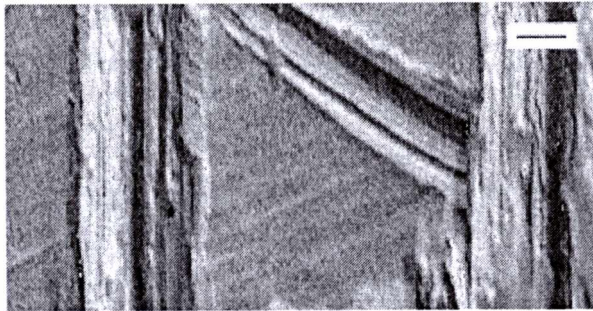
Znajomość wartości tangensa δ pozwala na odtworzenie nachylenia powierzchni w płaszczyźnie $x-z$. Rekonstrukcję profilu próbki wykonuje się dla każdej pary detektorów osobno, startując od punktu $x = 0, z = 0$. Na rysunku 6.16 pokazano dla przy-

kładu przebieg pierwszej rekonstruowanej linii, przy założeniu, że krok obliczeń wynosi 1 piksel. Tę procedurę należy zastosować również w przypadku detektorów D1 i D2 ustawionych wzdłuż osi x w celu rekonstrukcji nachylenia powierzchni w płaszczyźnie $y-z$.



Rys. 6.16. Przebieg pierwszej rekonstruowanej linii, z której wynika, że kąty nachylenia próbki wynoszą odpowiednio δ_1 , δ_2 , δ_3 [78]

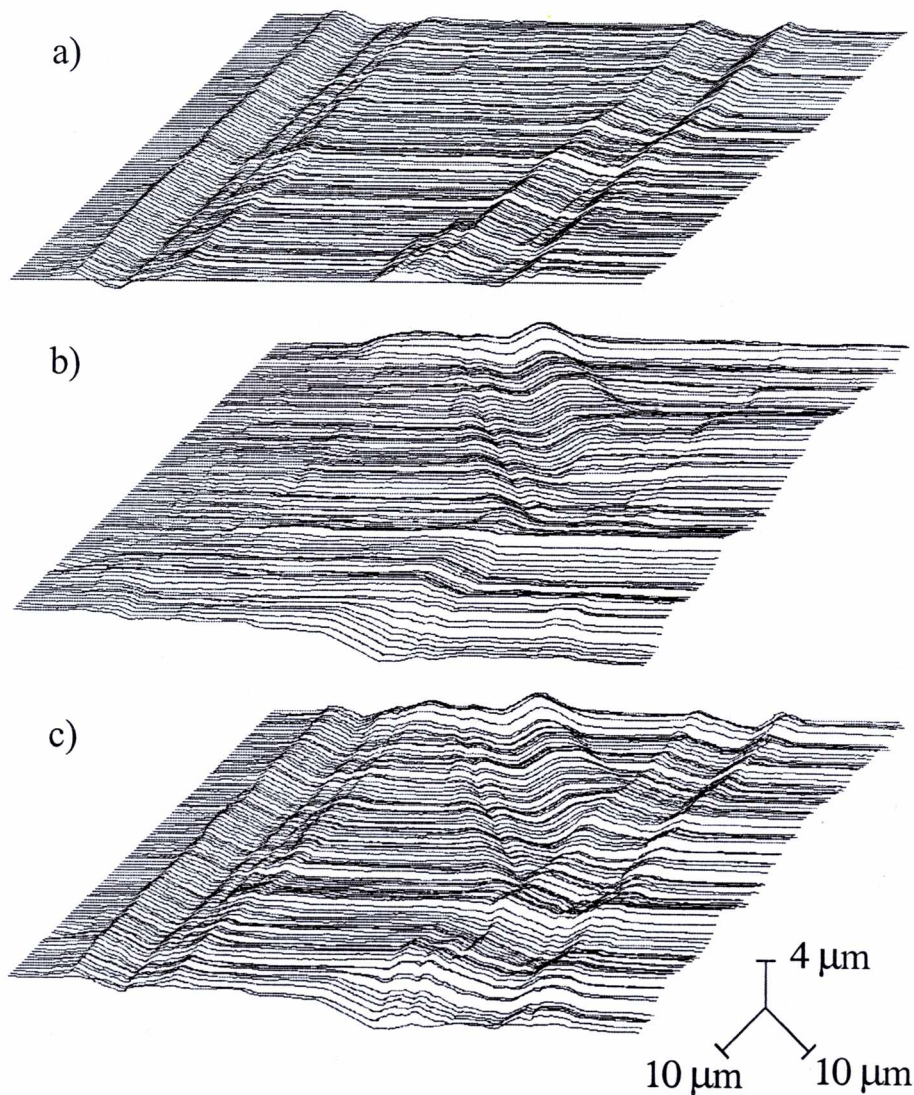
Poszczególne etapy rekonstrukcji 3D topografii pokazano na przykładzie porysowanej powierzchni tantalu. Na rysunku 6.17 widać mikroskopowy obraz próbki w modzie TOPO, natomiast na rysunku 6.18 przedstawiono kolejno: obraz rekonstrukcji topografii, przy uwzględnieniu nachylenia powierzchni tylko w kierunku x (rys. 6.18a), tylko w kierunku y (rys. 6.18b) oraz obraz pełnej rekonstrukcji 3D porysowanej powierzchni tantalu (rys. 6.18c).



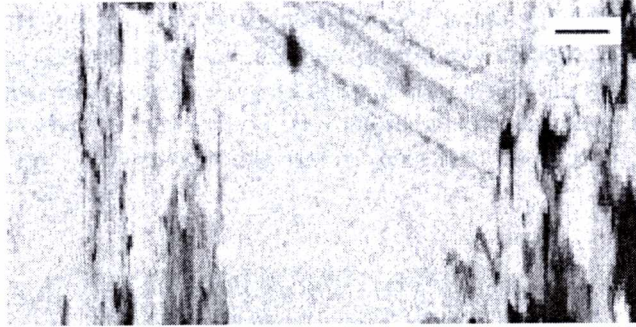
Rys. 6.17. Mikroskopowy obraz porysowanej powierzchni tantalu w modzie TOPO. Znacznik = $23 \mu\text{m}$ [78]

Autor zaproponował metodę równoczesnej prezentacji trójwymiarowego obrazu topografii i kompozycji próbki [78]. Na rysunku 6.19 pokazano mikroskopowy obraz porysowanej powierzchni tantalu w modzie COMPO. Po zastosowaniu metody symulacji kolorów do prezentacji składu materiałowego próbki (rozdz. 5) i po nało-

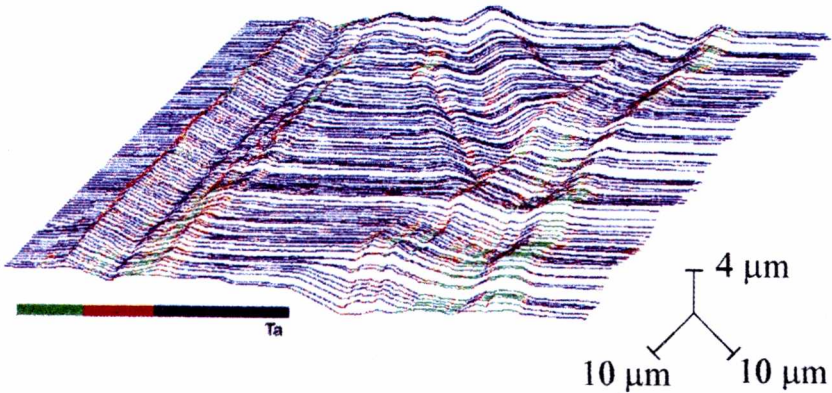
zeniu takiej kolorowej mapy na trójwymiarowy obraz topografii powierzchni, otrzymano wynik przedstawiony na rysunku 6.20. Na podstawie analizy stwierdzono, że na powierzchni tantalu (kolor granatowy), w miejscu rys występują wtrącenia pierwiastków o mniejszej liczbie atomowej. Ponieważ rysy były wykonane mechanicznie stalową igłą, są to więc ślady żelaza (kolor czerwony) oraz rdzy (kolor zielony).



Rys. 6.18. Kolejne etapy rekonstrukcji topografii porysowanej powierzchni tantalu:
 a) uwzględnienie nachylenia elementów topograficznych tylko względem osi x ;
 b) jw. tylko względem osi y ; c) obraz rekonstrukcji 3D [78]



Rys. 6.19. Mikroskopowy obraz porysowanej powierzchni tantalu w modzie COMPO. Znacznik = 23 μm [78]



Rys. 6.20. Obraz trójwymiarowej rekonstrukcji topografii porysowanej powierzchni tantalu z jednoczesną prezentacją składu materiałowego [78]

Autor, na podstawie badań, których rezultaty zostały przedstawione w niniejszej pracy, proponuje zastosowanie tak zwanej „kompleksowej metody rekonstrukcji obrazu powierzchni próbki”. Poniżej przedstawiono etapy realizacji kompleksowej metody:

1. Zapis obrazów mikroskopowych w postaci bitmapy cyfrowej (p. 3.2).
2. Typowa separacja modów TOPO i COMPO (p. 1.2.2).
3. Korekcja modów TOPO i COMPO w oparciu o analizę teoretyczną (p. 2.4).
4. Linearyzacja charakterystyki wstecznego rozpraszania (p. 5.2).
5. Symulacja kolorów w celu analizy kompozycji próbki (p. 5.3).
6. Trójwymiarowa rekonstrukcja obrazu topografii powierzchni (p. 6.4).
7. Zestawienie kolorowej bitmapy, pokazującej skład materiałowy próbki i obrazu 3D ukształtowania powierzchni (rys. 6.20).

PODSUMOWANIE

Przedstawiona praca jest adresowana przede wszystkim do użytkowników elektronowych mikroskopów skaningowych (SEM) – zarówno do osób bezpośrednio z nimi związanych, jak i do korzystających z ich usług. Autor przedstawił zagadnienia, których znajomość może być przydatna, gdy do analizy próbki stosowany jest sygnał elektronów wstecznie rozproszonych (EWR). Szczególnie rozdział 4, dotyczący artefaktów, w którym podano również sposoby ich unikania, może być pomocny podczas ustalania programu badań mikroskopowych. Problem polega tu tylko na uświadomieniu sobie pewnych faktów, dzięki czemu bez żadnych dodatkowych nakładów łatwo jest wykluczyć możliwość wystąpienia w procesie tworzenia obrazu mikroskopowego zjawisk ubocznych, niezależnych od właściwości badanej próbki.

Zaproponowane przez autora w rozdziałach 5 i 6 metody doskonalenia analizy powierzchni próbki w SEM mogą być zastosowane w typowym mikroskopie skaningowym. Jest to o tyle ważne, że wysoka cena profesjonalnych, dobrej klasy mikroskopów elektronowych, wyposażonych dodatkowo w odpowiedni sprzęt diagnostyczny, zmusza wiele ośrodków naukowych do podejmowania prac mających na celu rozszerzenie możliwości badawczych typowego SEM. Tym bardziej, że wzrasta zapotrzebowanie na specjalistyczną analizę próbek zarówno ze strony wciąż rozwijającej się mikroelektroniki, jak i medycyny.

Większość prezentowanych w tej pracy wyników to oryginalny dorobek autora. Wszystkie cytowane publikacje współautorskie powstały według koncepcji autora i przy jego udziale w realizacji istotnych ich części. Poniżej zestawiono ważniejsze zagadnienia opracowane przez autora w ramach prezentowanej tematyki:

1. Przedstawienie modeli teoretycznych, dotyczących zarówno podstaw zjawiska wstecznego rozpraszania elektronów, jak i separacji modów TOPO i COMPO w SEM, a zwłaszcza:

- zastosowanie metody Monte Carlo do analizy wpływu kąta detekcji i ukształtowania powierzchni na przebieg sygnału EWR (p. 2.2),
- zmodyfikowanie modelu Niedriga dla uzyskania lepszej zgodności rozkładu kątowego współczynnika wstecznego rozpraszania $d\eta/d\Omega$ z wynikami doświadczalnymi (p. 2.3),
- opracowanie teoretycznego modelu, z którego wynika możliwość udoskonalenia separacji modów TOPO i COMPO w SEM przez kompensację sygnałów zakłócających oraz zweryfikowanie tego modelu na drodze doświadczalnej (p. 2.4).

2. Prace związane z budową, testowaniem i optymalizacją układów detekcyjnych, a w szczególności:

- współdziałal w produkcji monokryształu granatu itrowo-glinowego (YAG) domieszkowanego cerem i neodymem, zastosowanego jako scyntylator w detektorach Everharta-Thornleya oraz określenie charakterystyk widmowych i trwałości tych detektorów (p. 1.2.1),

- opracowanie konstrukcji konwertera EWR/EW i zbadanie jego przydatności do detekcji sygnału EWR (p. 1.2.1),

- współdziałal w produkcji diod typu p-n oraz p-i-n, a także przeprowadzenie badań testowych w celu określenia ich przydatności jako detektorów sygnału EWR (p. 1.2.1),

- opracowanie sześciodiodowego systemu detekcyjnego wraz z przedwzmacniaczami sygnału EWR zastosowanego do badań związanych z rekonstrukcją obrazu próbki w SEM (p. 1.2.2).

3. Współdziałal w budowie układów do obróbki sygnałów EWR pochodzących z wielodetektorowego systemu detekcyjnego:

- analogowego (p. 3.2),

- cyfrowego (p. 3.3).

4. Na podstawie własnych badań oraz dostępnej literatury propozycja klasyfikacji:

- systemów wielodetektorowych ze względu na: sposób ustawienia detektorów, typ detektorów (dodatkowo właściwości różnego typu detektorów podano w tabeli 1.1) oraz rodzaj dostarczanej informacji (p. 1.2.2),

- artefaktów na związane z układem detekcyjnym, z niedoskonałą separacją modów TOPO i COMPO, z pikami na charakterystyce katowej EWR i z energią wiązki pierwotnej (rozd. 4),

- efektów mających wpływ na obraz topografii próbki (efekty: zacienienia, pochłaniania i krawędziowy) (p. 6.1),

- rodzajów obrazów topografii powierzchni na dwuwymiarowe, dające wrażenie trzeciego wymiaru oraz trójwymiarowe (oparte na efekcie *shape from stereo*, oparte na efekcie *shape from shading* i mieszane) (rozd. 6).

5. Opracowanie metod udoskonalonej analizy składu materiałowego powierzchni za pomocą sygnału EWR w SEM, a zwłaszcza:

- metody linearyzacji charakterystyki $\eta = f(Z)$ w celu zwiększenia rozdzielczości materiałowej sygnału EWR,

- metody cyfrowej symulacji kolorów w celu identyfikacji pierwiastków na powierzchni próbki.

6. Opracowanie metod rekonstrukcji obrazu topografii powierzchni próbki za pomocą sygnału EWR, a w szczególności:

- metody bezcieniowej, w celu uwolnienia się od artefaktów związanych z układem detekcyjnym (p. 6.1),

- metody trójwymiarowej rekonstrukcji topografii próbki w oparciu o charakterystykę współczynnika wstecznego rozpraszania w funkcji kąta nachylenia powierzchni (p. 6.4),

- kompleksowej metody rekonstrukcji obrazu powierzchni próbki (p. 6.4).

LITERATURA

- [1] AIZAKI N., *Monte Carlo simulation of alignment mark signal for direct electron-beam writing*, Jpn. J. Appl. Phys., Supplement 18-1, 1979, Vol. 18, s. 319-325.
- [2] ANTOLAK A. J., WILLIAMSON W., *Electron backscattering from bulk materials*, J. Appl. Phys., 1985, Vol. 58, No. 1, s. 526-534.
- [3] ARCHARD G.D., *Backscattering of electrons*, J. Appl. Phys., 1961, Vol. 32, s. 1505-1509.
- [4] ARISTOV V.V., DREOMOVA N.N., FIRSOVA A.A., USCHAKOV N.G., ZAITSEV S.I., *Signal formation of backscattered electrons by microinhomogeneities and surface relief in SEM*, Scanning, 1991, Vol.13, s. 15-22.
- [5] ASSA A., GOMATI M., *Monte Carlo simulation of the signals used in multispectral analytical electron microscopy (MULSAM)*, EMAG '91, Inst. Phys. Conf. Ser., 1991, No. 119, s. 21-23.
- [6] AUTRATA R., *A double detector system for BSE and SE imaging*, Scanning, 1984, Vol. 6, s. 174-182.
- [7] AUTRATA R., *Backscattered electron imaging using single crystal scintillator detectors*, Scanning Microscopy, 1989, Vol. 3, No. 3, s. 739-763.
- [8] AUTRATA R., *New configurations of single-crystal scintillator detectors in SEM*, Proceedings of the XIIth International Congress for Electron Microscopy, 1990, s. 376-377.
- [9] AUTRATA R., HERMANN R., MÜLLER M., *An efficient single crystal BSE detector in SEM*, Scanning, 1992, Vol. 14, No. 3, s. 127-135.
- [10] AUTRATA R., SCHAUER P., KVAPIL J., KVAPIL I., *A new generation of scintillators for scanning electron microscopes and transparent screens in electron optical devices*, Scanning Electron Microscopy, Part II, 1983, s. 489-500.
- [11] AUTRATA R., SCHAUER P., KVAPIL J., KVAPIL I., *Use of single crystal scintillators and viewing screens in electron microscopes*, BEDO, 1985, Vol. 18, s. 97-105.
- [12] BALL M.D., AMOR L., LAMB M., *Some application of quantitative backscattered imaging using a Robinson - type detector*, Proc. of Conference „Electron Microscopy and Analysis”, 1981, s. 56-62.
- [13] BALL M.D., MCCARTNEY D.G., *The measurement of atomic number and composition in an SEM using backscattered detectors*, Journal of Microscopy, 1981, Vol. 124, pt 1, s. 57-68.
- [14] BARKSHIRE I.R., ROBERTS R.H., GREENWOOD J.C., KENNY P.G., PRUTTON M., EL GOMATI M.M., *Automatic removal of substrate backscattering effects in Auger images*, EMAG 91, Inst. Phys. Conf. Ser., 1991, No. 119, s. 185-188.
- [15] BARKSHIRE I.R., ROBERTS R.H., GREENWOOD J.C., KENNY P.G., PRUTTON M., *Application of ion beam bevel sectioning to semiconducting and metallic layer structures*, Electron Microscopy and Analysis, Inst. Phys. Conf. Ser., 1991, No. 119, s. 17- 20.
- [16] BAUMANN W., REIMER L., *Comparison of the noise of different electron detection systems using a scintillator-photomultiplier combination*, Scanning, 1981, Vol. 4, No. 3, s. 141-151.
- [17] BEIL W., CARLSEN I.C., *Multi-sensorial approach to the reconstruction of true surface topographies from SEM images*, Proc. of SPIE/SPSE Symposium on Electronic Imaging, 1990, s. 15-25.
- [18] BEIL W., CARLSEN I.C., *Surface reconstruction from stereoscopy and „shape from shading” in SEM images*, Machine Vision and Applications, 1991, Vol. 4, s. 271- 285.
- [19] BEIL W., CARLSEN I.C., *A combination of topographical contrast and stereoscopy for the reconstruction of surface topographies in SEM*, Journal of Microscopy, 1990, Vol.157, pt 1, s. 127-133.
- [20] BERGER D., NIEDRIG H., WITICH T., *Measurement of complete angular distribution of backscattered electrons from tilted targets*, Proc. of XI European Congress on Electron Microscopy, EUREM'96, 1996, s. I-285-I-286.

- [21] BERGER D., NIEDRIG H., WITTICH T., *Apparatus for measurement of complete angular distribution of scattered electrons*, Proc. of XI European Congress on Electron Microscopy, EUREM'96, 1996, s. I-283-I-284.
- [22] BETHE H.A., *Moliere's theory of multiple scattering*, Phys. Rev., 1953, Vol. 89, No. 6, s. 1256-1266.
- [23] BETHE H.A., ROSE M.E., SMITH L.P., *The multiple scattering of electrons*, Proc. Amer. Phil. Soc., 1938, Vol. 78, s. 573-585.
- [24] BRETON B.C., THONG J.T.L., NIXON C., *A contactless 3-D measuring technique for IC inspection*, Proc. of SPIE, 1987, Vol. 775, s. 109-117.
- [25] BUCZKOWSKI A., HEJNA J., RADZIMSKI Z., *Signal mixing technique for backscattered electrons in the scanning electron microscope*, Scanning Microscopy, 1988, Vol. 2, No. 2, s. 633-638.
- [26] CARLBOM I., TERZOPOULOS D., HARRIS K.M., *Reconstructing and visualizing models of neuronal dendrites*, Handbook of Scientific Visualization of Physical Phenomena, Ed. by N.M. Patrikulakis, 1996, s. 623-638.
- [27] CARLSEN I.C., *Reconstruction of true surface - topographies in SEM using backscattered electrons*, Scanning, 1985, Vol. 7, s. 169-177.
- [28] CASTAING R., *The fundamentals of quantitative electron probe microanalysis*, Advanc. X-ray Anal., 1960, Vol. 4, s. 351-355.
- [29] CHIORBOLI G., DEMALDE G., MORANDI C., *Measuring rotations in SEM images of integrated circuits*, Microelectronic Engineering, 1992, Vol. 16, s. 397-404.
- [30] CIEŚLAK J., *Półprzewodnikowe elementy optoelektroniczne*, Warszawa, Wyd. MON, 1981.
- [31] CZEPKOWSKI T., SŁÓWKO W., *Some limitations of surface profile reconstruction in scanning electron microscopy*, Scanning, 1996, Vol. 18, s. 433-446.
- [32] CZYZEWSKI Z., KACZMAREK D., *BSE signal from registration marks*, Proc. of XI Int. Congress on Electron Microscopy, Kyoto, Japan, 1986, s. 673-674.
- [33] CZYZEWSKI Z., KACZMAREK D., *Registration mark detection by means of backscattered electrons*, Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl., 1986, Vol. 19, s. 225-230.
- [34] CZYZEWSKI Z., KACZMAREK D., *Badanie znaków topograficznych za pomocą elektronów wstecznie rozproszonych*, III konferencja naukowa ELTE 87, Poznań, 1987, s. 56-58.
- [35] CZYZEWSKI Z., KACZMAREK D., *Optimum detection of the triangle-bar mark for the e-beam lithography technique*, Second International Conference on Electron Beam Technologies EBT-88, VARNA, 1988, s. 397-402.
- [36] CZYZEWSKI Z., KACZMAREK D., *Backscattered electron signal from single bars*, Proc. of IX European Congress on Electron Microscopy, EUREM 88, England, 1988, s. 377-378.
- [37] CZYZEWSKI Z., MACCALLUM D., ROMIG A., JOY D.C., *Calculations of mott scattering cross-section*, J. Appl. Phys., 1990, Vol. 73, s. 101-120.
- [38] DANGUY L., QUIVY R., *Retrodiffusion des electrons par les solutions et les alliages*, J. Phys. Radium, 1956, Vol. 16, s. 320-324.
- [39] DAVIS D.E., *Registration mark detection for electron-beam lithography - ELI system*, IBM J. Res. Develop., 1980, Vol. 24, No. 5, s. 545-553.
- [40] DESAI V., REIMER L., *Digital image recording and processing using an Apple II microcomputer*, Scanning, 1985, Vol. 7, s. 185-197.
- [41] DESAI V., REIMER L., *Calculation of the signal of backscattered electrons using a diffusion matrix from Monte Carlo calculations*, Scanning, 1990, Vol. 12, s. 1-4.
- [42] DIFABRIZIO E., LUCIANI L., GRELLA L., BACIOCCHI M., MASTROGIACOMO L., GENTILI M., *Critical dimension control of high resolution metal structures by backscattered electrons*, J. Vac. Sci. Technol. B, 1992, Vol. 10, No. 3, s. 1187-1192.
- [43] DINGLEY D.J., *Backscattering in the scanning electron microscope*, EMAG 91, Inst. Phys. Conf. Ser., 1991, No. 119, s. 551-558.

- [44] DRZAZGA W., GRZĄDZIEL I., KUBERA Cz., MOKRAUZ I., SŁÓWKO W., SZYMAŃSKI H., *Development of a scanning electron microscope with a two detector system*, Scanning, 1987, Vol. 9, No. 1, s. 9–15.
- [45] EVERHART T.E., *Simple theory concerning the reflection of electrons from solid.*, J. Appl. Phys., 1960, Vol. 31, s. 1483–1490.
- [46] FATHERS D.J., REZ P., *A transport equation theory of electron backscattering*, Scanning Electron Microscopy, pt I, 1979, s. 55–66.
- [47] FITTING H.J., HINKFOTH CH., GLAEFEKE H., KUHR J.Ch., *Electron scattering in the keV and sub-keV range*, Phys. Stat. Sol. (a), 1991, Vol. 126, s. 85–99.
- [48] FRANCHI S., MERLI P.G., Ono A., *High-resolution backscattered electron imaging of GaAs/GaAlAs superlattice structures with SEM*, Proc. of XII Int. Congress for Electron Microscopy, 1990, s. 380–381.
- [49] FROST M.T., HARROWFIELD I.R., ZAIDERWYK M., *A wide bandwidth solid state BSE detector for the SEM and microprobe*, I. Phys. E, Sci. Instrum., 1981, Vol. 14, s. 597–601.
- [50] GELLER J.D., *Computer- aided surface analysis techniques*, Materials Characterization, Elsevier Science Publishing, 1991, Vol. 27, s. 199–212.
- [51] GRÜTTER P., ZIMMERMANN-EDLING W., BRODBECK D., *Tip artifacts of microfabricated force sensors for atomic force microscopy*, Appl. Phys. Lett., 1992, Vol. 60, No. 22, s. 2741–2743.
- [52] HASSELBACH F., MAIER U., *A few steps towards a more quantitative understanding of contrast in the scanning electron microscope*, Scanning Microscopy Supplement, 1993, Vol. 7, s. 21–32.
- [53] HEINRICH K.F., *Electron probe microanalysis*, Appl. Spectrosc. A Rev., 1968, Vol. 22, s. 395–403.
- [54] HEJNA J., *A ring scintillation detector for detection of backscattered electrons in the scanning electron microscope*, Scanning Microscopy, 1987, Vol.1, No. 3, s. 983–987.
- [55] HEJNA J., *Detection of topographic contrast in the scanning electron microscope at low and medium resolution by different detectors and detector systems*, Scanning Microscopy, 1994, Vol. 8, No. 2, s. 143–164.
- [56] HEJNA J., *Optimization of the ring scintillation detector for backscattered electrons in the scanning electron microscope*, EUREM 88 Inst. Phys. Conf. Ser., 1988, No. 93, s. 119–120.
- [57] HEJNA J., BUCZKOWSKI A., RADZIMSKI Z., *Signal mixing technique for backscattered electrons in the scanning electron microscope*, Scanning Microscopy, 1988, Vol. 2, No. 2, s. 633–638.
- [58] HEJNA J., RADZIMSKI Z., BUCZKOWSKI A., *Detection system for SEM*, Scanning Electron Microscopy, 1985, No. 1, s. 151–156.
- [59] HEJNA J., REIMER L., *Backscattered electron multidetector systems for improved quantitative topographic contrast*, Scanning, 1987, Vol. 9, No. 4, s. 162–172.
- [60] HELBIG H.F., RYDGREN R.D., KOTORMAN L., *Channel plate detection in low energy scanning electron microscopy*, Scanning Microscopy, 1987, Vol. 1, No. 4, s. 1491–1499.
- [61] HIROSAWA K., KASAMATSU Y., SHIRAIISHI T., *Three-dimensional reconstruction of goblet cells in the rabbit conjunctivum*, J. Electron Microsc., 1991, Vol. 40, s. 54–57.
- [62] HUNGER H.J., KÜCHLER L., *Measurements of the electron backscattering coefficient for quantitative EPMA in the energy range of 4 to 40 keV*, Phys. Stat. Sol.(a), 1979, Vol. 56, s. K45–K48.
- [63] JANSSEN R., HERSENER J., *Reconstruction of topographies from multiple SEM views*, Microelectronic Engineering, 1991, Vol. 13, s. 531–534.
- [64] JOY D.C., *Beam interactions, contrast and resolution in the SEM*, Journal of Microscopy, 1984, Vol. 136, pt 2, s. 241–258.
- [65] JOY D.C., *Contrast in high-resolution scanning electron microscope images*, Journal of Microscopy, 1991, Vol. 161, pt 2, s. 343–355.
- [66] JOY D.C., *High resolution scanning electron microscopy*, EMAG-MICRO 89, Inst. Phys. Conf. Ser., 1989, No. 98, s. 443–446.
- [67] JOY D.C., LUO S., *An empirical stopping power relationship for low-energy electrons*, Scanning, 1989, Vol. 11, No. 4, s. 176–180.

- [68] KACZMAREK D., *Badanie topografii powierzchni krzemu za pomocą elektronów wstecznie rozproszonych*, Raport Inst. Technol. Elektron. PWr., 1986, nr 1, s. 14–160.
- [69] KACZMAREK D., *The simplified BSE signal analysis from registration marks*, Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl., 1988, Vol. 21, s. 179–184.
- [70] KACZMAREK D., *Topographic and composition contrasts imaging by the backscattered electron signal in SEM*, Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl., 1989, Vol. 22, s. 129–132.
- [71] KACZMAREK D., *Badanie kontrastu materiałowego i topograficznego na granicy stopów metali przy użyciu mikroskopu skaningowego*, XIII konferencja metaloznawcza „Nowoczesne materiały i technologie”, AMT 92, Warszawa–Popowo, 1992, s. 270–271.
- [72] KACZMAREK D., *Analiza składu materiałowego na podstawie badań powierzchni próbki w SEM z wykorzystaniem symulacji kolorów*, II konferencja „Stopy miedzi”, Szklarska Poręba, 1996, s. 87–92.
- [73] KACZMAREK D., *The method of increasing COMPO contrast by linearization of backscattering characteristic $\eta = f(Z)$* , Scanning, 1997, Vol. 19, No. 4, s. 310–315.
- [74] KACZMAREK D., *The surface reconstruction method with the use of BSE signal in SEM*, Fifth International Conference on Electron Beam Technologies EBT 97, Varna, 1997, s. 255–260.
- [75] KACZMAREK D., *Cyfrowa korekcja modu TOPO realizowana przy użyciu sygnału EWR w SEM*, VI konferencja naukowa „Technologia elektronowa”, ELTE 97, 1997, t. 2, s. 340–343.
- [76] KACZMAREK D., *Theoretical analysis of SE and BSE signals applied to SEM multiple detector systems*, Opt. Appl., 1997, Vol. 27, No. 3, s. 161–171.
- [77] KACZMAREK D., *Backscattered electrons topographic mode problems in the scanning electron microscope*, Scanning Microscopy, 1997, Vol. 11 (w druku).
- [78] KACZMAREK D., *Metoda trójwymiarowej rekonstrukcji powierzchni próbki w SEM przy użyciu sygnału EWR*, Elektronika, 1998, nr 9, s. 6–8; 38.
- [79] KACZMAREK D., ANDRZEJEWSKI P., *Cyfrowa realizacja kontrastu topograficznego w elektronowym mikroskopie skaningowym*, Elektronika, 1995, nr 6, s. 16–18.
- [80] KACZMAREK D., ANDRZEJEWSKI P., *Methods of topography modes realization in scanning electron microscope*, Proc. of SPIE, 1995, Vol. 2780, s. 125–128.
- [81] KACZMAREK D., CZYZEWSKI Z., *BSE signal dependence on the shape of the silicon multiple bars*, Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl., 1987, Vol. 20, s. 73–76.
- [82] KACZMAREK D., CZYZEWSKI Z., *Signal of backscattered electrons from multiple marks in dependence on mark profile*, Scanning Microscopy, 1988, Vol. 2, No. 3, s. 1273–1281.
- [83] KACZMAREK D., CZYZEWSKI Z., HEJNA J., RADZIMSKI Z., *Investigation of surface topography using the backscattered electron signal*, Scanning, 1987, Vol. 9, No. 3, s. 109–116.
- [84] KACZMAREK D., KORDAS L., *Wykorzystanie monokryształu typu YAG ($Y_2Al_3O_{12}$) do detekcji sygnału elektronów wtórnych w SEM*, IV konferencja naukowa ELTE 90, Książ, 1990, s. 198–200.
- [85] KACZMAREK D., KORDAS L., *A new BSE detector system for undisturbed TOPO and COMPO images in SEM*, Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb. Oberfl., 1992, Vol. 25, s. 103–106.
- [86] KACZMAREK D., KORDAS L., *Sześciiodiodowy układ detekcyjny EWR do elektronowego mikroskopu skaningowego*, VIII konferencja „Mikroskopia elektronowa ciała stałego”, Wrocław–Szklarska Poręba, 1993, s. 19–21.
- [87] KACZMAREK D., KORDAS L., *Obróbka sygnałów z wielu detektorów w celu separacji kontrastu topograficznego i materiałowego w SEM*, konferencja dolnośląska „Stopy miedzi”, Szklarska Poręba, 1994, s. 119–126.
- [88] KACZMAREK D., KORDAS L., *Undisturbed TOPO and COMPO modes in SEM*, Beitr. Elektronenmikroskop. Direktabb., 1994, Vol. 27, s. 99–102.
- [89] KACZMAREK D., KORDAS L., *Multiple detector system for TOPO and COMPO contrasts enhancement in SEM*, Fourth International Conference on Electron Beam Technologies. EBT 94, Varna, 1994, s. 265–270.

- [90] KACZMAREK D., KORDAS L., CZYŻEWSKI Z., DĄBROWSKA-SZATA M., MULAŁA A., ROMANOWSKI A., WIKIERA R., *BSE detector systems for imaging in a scanning electron microscope*, Opt. Appl., 1989, Vol. 19, No. 3, s. 301–311.
- [91] KACZMAREK D., KORDAS L., MULAŁA A., *Wykorzystanie elektronów wstecznie rozproszonych do uzyskania kontrastu materiałowego i topograficznego w SEM*, VII konferencja „Mikroskopia Elektronowa ciała stałego”, Kraków–Krynica, 1989, s. 455–458.
- [92] KACZMAREK D., KORDAS L., MULAŁA A., *Realizacja modów czyste COMPO i czyste TOPO w SEM*, V konferencja naukowa ELTE 94, Szczyrk, 1994, s. 859–862.
- [93] KACZMAREK D., KORDAS L., TOMASZEWSKI J., *Badanie detektorów półprzewodnikowych dla mikroskopii skaningowej*, III konferencja naukowa ELTE 87, Poznań, 1987, s. 435–437.
- [94] KACZMAREK D., MULAŁA A., *Wpływ charakterystyk kątowych detektorów w SEM na jakość rekonstrukcji obrazu powierzchni*, VI konferencja naukowa „Technologia elektronowa”, ELTE 97, 1997, t. 2, s. 344÷347.
- [95] KACZMAREK D., OLSZEWSKA-MATEJA B., *Konstrukcja układu do detekcji elektronów wstecznie rozproszonych w elektronowym mikroskopie skaningowym*, Elektronika, 1992, nr 10, s. 20–21.
- [96] KAK A.C., ROBERTS B.A., *Reconstruction from projections: applications in computerized tomography*, Handbook of Pattern Recognition and Image Processing, Ed. by Academic Press. Inc. Wisconsin, 1986, s. 649–693.
- [97] KAYAALP A.E., RAO A.R., JAIN R., *Scanning electron microscope based stereo analysis*, Proc. of the IEEE Computer Society Conference on Computer Vision and Pattern Recognition, 1989, s. 429–434.
- [98] KASHYAP R.L., *Image models*, Handbook of Pattern Recognition and Image Processing, Ed. by Academic Press. Inc. Wisconsin, 1986, s. 281–310.
- [99] KAZMIRUK V.V., SAVITSKAYA T.N., STEPANOV I.S., FIRSOVA A.A., *Analysis of BSE signal characteristics depending of surface microtopography*, Scanning, 1993, Vol. 15, No. 3, s. 152–155.
- [100] KAZMIRUK V.V., STEPANOV I.S., *An attachment to SEM for 3-D surface topography measurements of uniform materials*, Scanning, 1993, Vol. 15, No. 3, s. 161–164.
- [101] KÄSSENS M., REIMER L., *Contrast effects using a two-detector system in low-voltage scanning electron microscopy*, Journal of Microscopy, 1996, Vol. 181, No. 3, s. 277–285.
- [102] KIMOTO S., HASHIMOTO H., *Stereoscopic observation in scanning microscopy using multiple detectors*, Electron Microprobe, Handbook ed. by Wiley, 1966, s. 480–489.
- [103] KOMAI K., MINOSHIMA K., KIKUCHI J., NISHIDE Y., *Application of 2-D computer image processing to damaged surfaces in an aggressive environment*, Proc. of the XXVIII Japan Congress on Materials Research, 1985, s. 113–118.
- [104] KOMAI K., NOGUCHI M., *Three-dimensional image analysis of corrosion fatigue fracture surface*, Transactions ISIJ, 1987, Vol. 27, s. 658–663.
- [105] KODAKA T., MORI R., DEBARI K., TAKIGUCHI R., HIGASHI S., *Backscattered electron imaging and energy-dispersive x-ray microanalysis studies of evidence for calcium salt heterogeneity in fifteen gallstones from an elderly human*, Scanning Microscopy, 1995, Vol. 9, No. 3, s. 907–924.
- [106] KONKOL A., *Resolution of compositional backscattered electron profiles of single interfaces in the scanning electron microscope*, Scanning, 1996, Vol. 18, No. 1, s. 13–18.
- [107] KONKOL A., WILSHAW P.R., BOOKER G.R., *Deconvolution method to obtain composition profiles from SEM backscattered electron signal profiles for bulk specimens*, Ultramicroscopy, 1994, Vol. 55, s. 183–195.
- [108] KORDAS L., KACZMAREK D., *Badanie rozdzielczości materiałowej sześciiodiodowego detektora w SEM*, V konferencja naukowa ELTE 94, Szczyrk, 1994, s. 873–876.
- [109] KORDAS L., KACZMAREK D., MULAŁA A., *Realizacja układowa specjalnej korekcji kontrastów TOPO i COMPO dla sześciiodiodowego układu detekcyjnego EWR*, VIII konferencja „Mikroskopia elektronowa ciała stałego”, Wrocław–Szklarska Poręba, 1993, s. 16–18.

- [110] KORDAS L., KACZMAREK D., MULAK A., *Optymalizacja kontrastu topograficznego i materiałowego w SEM przy wykorzystaniu teorii geometrycznej*, Konferencja dolnośląska „Stopy miedzi”, Szklarska Poręba, 1994, s. 127–132.
- [111] KOTERA M., FUJIWARA T., SUGA H., WITTRY D.B., *A simulation of the topographic contrast in the SEM*, Jpn. J. Appl. Phys., 1990, Vol. 29, No. 10, s. 2312–2316.
- [112] KOTERA M., FUJIWARA T., YAMAGUCHI S., SUGA H., *Calculation of a topographic contrast in the scanning electron microscope*, Scanning Microscopy, 1993, Vol. 7, No. 2, s. 547–554.
- [113] KOTERA M., MURATA K., NAGAMI K., *Monte Carlo simulation of 1÷10 keV electron scattering in an aluminium target*, J. Appl. Phys., 1981, Vol. 52, No. 12, s. 7403–7408.
- [114] KOTERA M., YAMAGUCHI S., FUJIWARA T., SUGA H., *Theoretical evaluation of compositional contrast of scanning electron microscope images*, Jpn. J. Appl. Phys., 1992, Vol. 31, s. 4531–4536.
- [115] KOTERA M., YAMAGUCHI S., UMEGAKI S., SUGA H., *Simulation of scanning electron microscope image for trench structures*, Jpn. J. Appl. Phys., 1993, Vol. 32, s. 6281–6286.
- [116] KOTERA M., YAMAGUCHI S., UMEGAKI S., SUGA H., *Analysis of charging effect during observation of trench structures by scanning electron microscope*, Jpn. J. Appl. Phys., 1994, Vol. 33, s. 7144–7147.
- [117] KUYPERS W., LICHTENEGGER S., *Universal detector system for backscattered electrons, transmitted electrons and cathodoluminescence*, Proc. of VII Eur. Congress Electr. Microsc., 1980, Vol. 1, s. 522–523.
- [118] KVAPIL J., KVAPIL I., BLÁŽEK K., ZIKMUND J., *The luminescence efficiency of YAG: Ce phosphors*, Czech. J. Phys., 1980, Vol. B30, s. 185–192.
- [119] KYSER D.F., MURATA K., *Monte Carlo simulation of electron beam scattering and energy loss in thin film on thick substrates*, Proc. of VI Int. Conf. Electron Ion Beam Sci. Tech., 1974, s. 205–223.
- [120] KYSER D.F., MURATA K., *Quantitative electron microprobe analysis of thin films on substrates*, IBM J. Res. Develop., 1974, s. 352–363.
- [121] LANGE M., REIMER L., TOLLKAMP C., *Testing of detector strategies in scanning electron microscopy by isodensities*, Journal of Microscopy, 1984, Vol. 134, pt 1, s. 1–12.
- [122] LEBIEDZIK J., *An automatic topographical surface reconstruction in the SEM*, Scanning, 1979, Vol. 2, No. 4, s. 230–237.
- [123] LEBIEDZIK J., WHITE E.W., *Multiple detector method for quantitative determination of microtopography in the SEM*, Scanning Electron Microscopy 1975, 1975, part I, s. 181–188.
- [124] LEE K.L., WARD M., *Low voltage backscattered electron collection for package substrates and integrated circuit inspection*, J. Vac. Sci. Technol. B, 1991, Vol. 9, No. 6, s. 3590–3596.
- [125] LIN Y., NEUREUTHER A.R., ADESIDA I., *Alignment signals from silicon tapered steps for electron beam lithography*, J. Appl. Phys., 1982, Vol. 53, No. 2, s. 899–911.
- [126] MADRENAS J., NAKAMAE K., FUJIOKA H., URA K., *Pseudo-color display of stroboscopic voltage contrast on electrodes in integrated circuits*, J. Electron Microsc., 1991, Vol. 40, No. 1, s. 58–66.
- [127] MARTINEZ M.A., GOMEZ DE SALAZAR J.M., CRIADO A.J., *Stereometry of crystalline phases observed in scanning electron microscopy*, Scanning Microscopy, 1994, Vol. 8, No. 2, s. 189–195.
- [128] MISHIMA H., SAKAE T., KOZAWA Y., *Scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy analysis of calciotraumatic lines in rat labial dentin after acute exposure to strontium chloride*, Scanning Microscopy, 1995, Vol. 9, No. 3, s. 797–803.
- [129] MITYUKHLYAEV V.B., DYUKOV V.G., *A new method of compositional image formation by a four-element detector in a SEM*, Scanning, 1994, Vol. 16, No. 1, s. 6–10.
- [130] MORANDI C., VANZI M., BIANCO F., NERI R., *A PC-AT-based system for the acquisition of SEM images*, Scanning, 1989, Vol. 11, No. 2, s. 81–85.
- [131] MULAK A., KACZMAREK D., *Theoretical analysis of multiple detector system in SEM*, Beitr Elektronmikroskop. Direktabb. Oberfl., 1990, Vol. 23, s. 357–360.

- [132] MULAK A., KACZMAREK D., *On the correction possibilities of the TOPO and COMPO signals in SEM*, Proc. of the XII International Congress for Electron Microscopy, Seattle, USA, 1990, s. 412–413.
- [133] MULAK A., KACZMAREK D., *Badanie możliwości korekcji sygnałów typu TOPO i COMPO w elektronowym mikroskopie skaningowym*, IV konferencja naukowa ELTE 90, Książ, 1990, s. 195–197.
- [134] MULAK A., KACZMAREK D., *Analiza charakterystyki kierunkowej układów detekcyjnych SEM do badania topografii próbki*, IV konferencja naukowa ELTE 90, Książ, 1990, s. 192–194.
- [135] MULAK A., KACZMAREK D., *Material contrast dependence on the SE angular distribution in SEM*, International Conference on Electron Beam Technologies, Varna, 1991, s. 631–633.
- [136] MULAK A., KACZMAREK D., *Rozwój układów detekcyjnych w mikroskopii skaningowej*, VI konferencja naukowa „Technologia elektronowa”, ELTE 97, 1997, t. 2, s. 258–263.
- [137] MULAK A., KACZMAREK D., KORDAS L., *Układy wielodetektorowe w elektronowej mikroskopii skaningowej*, V konferencja naukowa ELTE 94, Szczyrk, 1994, s. 52–57.
- [138] MURATA K., *Exit angle dependence of penetration depth of backscattered electrons in the scanning electron microscope*, Phys. Stat. Sol. (a), 1976, Vol. 36, s. 197–207.
- [139] MURATA K., *Spatial distribution of backscattered electrons in the scanning electron microscope and electron microprobe*, J. Appl. Phys., 1974, Vol. 45, No. 9, s. 4110–4117.
- [140] MURATA K., KOTERA M., NAGAMI K., *Quantitative electron microprobe analysis of thin films on substrates with a new Monte Carlo simulation*, J. Appl. Phys., 1983, Vol. 54, No. 2, s. 1110–1114.
- [141] MÜLLEROVÁ I., LENC M., *Low-voltage scanning electron microscope (LVSEM) with a single-polepiece lens*, Proc. of the XIIth International Congress for Electron Microscopy, 1990, s. 398–399.
- [142] MÜLLEROVÁ I., LENC M., FLORIÁN M., *A small area semiconductor detector for backscattered electrons*, Scanning, 1987, Vol. 9, No. 1, s. 42–44.
- [143] MÜLLEROVÁ I., LENC M., FLORIÁN M., *Collection of backscattered electrons with a single polepiece lens and a multiple detector*, Scanning Microscopy, 1989, Vol. 3, No. 2, s. 419–428.
- [144] MYSHKIN N.K., GRIGORIEV A.YA., KHOLODILOV O.V., *Quantitative analysis of surface topography using scanning electron microscopy*, Wear, 1992, Vol. 153, s. 119–133.
- [145] NAKA T., NISHIMURA K., TAGUCHI F., NAKASE Y., *A new color conversion method for realistic light simulation*, Handbook of Scientific Visualization of Physical Phenomena, Ed. by N.M. Patrikoulakis, 1995, s. 345–359.
- [146] NIEDRIG H., *Electron backscattering from thin films*, J. Appl. Phys., 1982, Vol. 53, No. 4, s. R15–R48.
- [147] NIEDRIG H., *Simple theoretical models for electron backscattering from solid films*, Scanning Electron Microscopy, part I, 1981, s. 29–45.
- [148] NIEDRIG H., *Thickness determination of thin films by electron backscattering: principles, problems and applications*, Ninth International Congress on Electron Microscopy, Toronto, 1978, Vol. 1, s. 208–209.
- [149] NIEDRIG H., *Analytical models in electron backscattering*, Electron Beam Interactions With Solids, SEM, Inc., AMF O Hare, 1984, s. 51–68.
- [150] NIEMIETZ A., REIMER L., *Digital image processing of multiple detector signals in scanning electron microscopy*, Ultramicroscopy, 1985, Vol. 16, s. 161–174.
- [151] NIEMIETZ A., REIMER L., TOLLKAMP C., *Analog and digital reconstruction of the surface profile by the difference signal of two secondary electron detectors*, Proc. of IX European Congress on Electron Microscopy, EUREM '84, 1984, s. 639–640.
- [152] NUNN J.W., *Comparison between the experimental and theoretical modeling of line width measurements on photomasks and their intensity to accelerating voltage in the scanning electron microscope*, Scanning, 1990, Vol. 12, No. 5, s. 257–263.

- [153] OATLEY C.W., *Detectors for the scanning electron microscope*, J. Phys. E: Sci. Instrum., 1981, Vol. 14, s. 971–976.
- [154] OGURA K., ONO A., FRANCHI S., MERLI P.G., MIGLIORI A., *Electron imaging modes with an ultrahigh resolution scanning electron microscope*, Proc. of XII Int. Congress for Electron Microscopy, 1990, s. 404–405.
- [155] OHO E., OGIHARA A., KANAYA K., *A method using an on-line digital computer for the improvement of resolution of backscattered electron images*, Journal of Microscopy, 1991, Vol. 164, pt 2, s. 143–152.
- [156] OKTIK S., RUSSEL G.J., WOODS J., *The correlation between current transport mechanisms and etch features in Au–CdS single-crystal Schottky diodes*, Semicond. Sci. Technol., 1987, Vol. 2, s. 661–665.
- [157] OSTROWSKI M., *Informacja obrazowa*, Warszawa, WNT, 1992.
- [158] POSTEK M.T., *Low accelerating voltage SEM imaging and metrology using backscattered electrons*, Rev. Sci. Instrum., 1990, Vol. 61, No. 12, s. 3750–3754.
- [159] POSTEK M.T., KEERY W.J., *Low-profile high-efficiency microchannel-plate detector system for scanning electron microscopy applications*, Rev. Sci. Instrum., 1990, Vol. 61, No. 6, s. 1648–1657.
- [160] RADZIMSKI Z.J., *Scanning electron microscope solid state detectors*, Scanning Microscopy, 1987, Vol. 1, No. 3, s. 975–982.
- [161] RADZIMSKI Z.J., *BSE image simulation in scanning electron microscopy*, Journal of Computer-Assisted Microscopy, 1994, Vol. 6, No. 4, s. 149–165.
- [162] RADZIMSKI Z.J., RUSS J.C., *Selection of backscattered electron energy for imaging in the scanning electron microscope*, Journal of Computer-Assisted Microscopy, 1989, Vol. 1, No. 2, s. 181–193.
- [163] RAU E.I., SCHINDLER B., REIMER L., *Energy-filtered imaging and spectroscopy of multilayered structures by backscattered electrons in SEM*, Proc. of XI European Congress on Electron Microscopy, EUREM 96, 1996, s. I-336 – I-337.
- [164] REIMER L., *Electron-specimen interactions*, Scanning Electron Microscopy, 1979, part II, s. 111–123.
- [165] REIMER L., *Electron signal and detector strategy*, *Electron Beam Interactions with Solids, SEM*, Inc., AMF O Hare, 1984, s. 299–309.
- [166] REIMER L., *Quantitative scanning electron microscopy of surfaces*, Journal de Physique, Colloque C2, supplement, 1984, Vol. 45, No. 2, s. C2–291 – C2–296.
- [167] REIMER L., BÖNGELER R., DESAI V., *Shape from shading using multiple detector signals in scanning electron microscopy*, Scanning Microscopy, 1987, Vol. 1, No. 3, s. 963–973.
- [168] REIMER L., FRASE G., *Comparison of experimental and Monte Carlo simulated linescans of surface steps*, Proc. of XI European Congress on Electron Microscopy, EUREM'96, 1996, s. I-330 – I-331.
- [169] REIMER L., RIEPENHAUSEN M., *Dependence of the signal of backscattered electrons on surface tilt and take-off angles*, Proc. of IX European Congress on Electron Microscopy, EUREM 84, 1984, s. 641–642.
- [170] REIMER L., RIEPENHAUSEN M., *Detector strategy for secondary and backscattered electrons using multiple detector systems*, Scanning, 1985, Vol. 7, No. 5, s. 221–238.
- [171] REIMER L., RIEPENHAUSEN M., SCHIERJOTT, *Signal of backscattered electrons at edges and surface steps in dependence on surface tilt and take-off direction*, Scanning, 1986, Vol. 8, No. 4, s. 164–175.
- [172] REIMER L., SENKEL R., *Monte Carlo simulations in low voltage scanning electron microscopy*, Optic, 1995, Vol. 98, No. 3, s. 85–94.
- [173] REIMER L., STELTER D., *Monte Carlo calculations of electron emission at surface edges*, Scanning Microscopy, 1987, Vol. 1, No. 3, s. 951–962.
- [174] REIMER L., TOLLKAMP C., *Measuring the backscattering coefficient and secondary electron yield inside a scanning electron microscope*, Scanning, 1980, Vol. 3, No. 1, s. 35–39.

- [175] REIMER L., VOLBERT B., *Detector system for backscattered electrons by conversion to secondary electrons*, Scanning, 1979, Vol. 2, s. 238–248.
- [176] REIMER L., VOLBERT B., *The origin and correction of SEM imaging artefacts arising from the use of the difference signal of two detectors*, Philips electron optics bulletin, 1982, Vol. 118, s. 6–9.
- [177] REUTER W., *The ionization function and its applications to the electron probe analysis of thin films*, Proc. of VI Intern. Conf. X-ray Optics and Microanalysis, 1972, s. 121–130.
- [178] ROBINSON V.N.E., *Imaging with backscattered electrons in a scanning electron microscope*, Scanning, 1980, Vol. 3, s. 15–26.
- [179] ROBINSON V., *Materials characterisation using the backscattered electron signal in SEM*, Scanning Microscopy, 1996, Vol. 1, s. 107–111.
- [180] ROSCHGER P., PLENK H., KLAUSHOFER K., ESCHBERGER A., *A new scanning microscopy approach to the quantification of bone mineral distribution: backscattered electron image grey-levels correlated to calcium K_{α} -line intensities*, Scanning Microscopy, 1995, Vol. 9, No. 1, s. 75–88.
- [181] ROSENFELD A., *Computer vision*, Handbook of Pattern Recognition and Image Processing, Ed. by Academic Press. Inc. Wisconsin, 1986, 355–368.
- [182] RUSS J.C., *Computer-aided quantitative microscopy, Materials Characterisation*, Elsevier Science Publishing, 1991, Vol. 27, s. 185–197.
- [183] RUSS J.C., *Computer assisted microscopy, The Measurement and Analysis of Images*, Plenum Press., 1990, s. 309–349.
- [184] RUSS J.C., RADZIMSKI Z., BUCZKOWSKI A., MAYNARD L., *Monte-Carlo modelling of electron signals from heterogeneous specimens with non-planar surfaces*, Journal of Computer Assisted Microscopy, 1989, Vol. 1, No. 2, s. 199–217.
- [185] RUTHERFORD E., *The scattering of electrons and particles by matter and the structure of the atom*, Phil. Mag., 1911, Vol. 21, s. 669–688.
- [186] SHAH J., DURKIN R., *Monte Carlo simulation of backscattered electron trajectories from wet organic surfaces*, EMAG 91, Inst. Phys. Conf. Ser., 1991, No. 119, s. 161–164.
- [187] SHIMIZU R., MURATA K., *Monte Carlo calculations of the electron-sample interactions in the scanning electron microscope*, Journal of Applied Physics, 1971, Vol. 42, No. 1, s. 387–393.
- [188] SHIRAKI H., AIZAKI N., *Backscattered electron signal from alignment mark: experiment and simulation*, Jpn. J. Appl. Phys., 1981, Vol. 20, No. 6, s. L385–L388.
- [189] SIMOV S., SIMOVA E., PIROV J., *Three-dimensional reconstruction of electron microscope objects characterized by linear elements, applied to CdO bent whiskers*, Journal of Materials Science Letters, 1987, Vol. 6, s. 235–237.
- [190] SISCHKA D., BISEK R., *Detection of defects on the surface of microelectronic structures*, Proc. of IEEE Transactions on Electron Devices, 1989, Vol. 36, No. 1, s. 8–13.
- [191] SMITH A.T., LEDGEWAY T., *Separate detection of moving luminance and contrast modulations: fact or artifact*, Vision Research, 1997, Vol. 37, s. 45–62.
- [192] SOLIGO D., HARVEN E.P., QUIRICI N., CANEVA L., DELILIERI L., *Cell surface changes of hemopoietic cells during normal and leukemic differentiation: an immuno-scanning electron microscopy study*, Scanning Microscopy, 1995, Vol. 9, No. 1, s. 175–178.
- [193] STEPHANI D., *Monte Carlo calculations of backscattered electrons at registration masks*, J. Vac. Sci. Technol., 1979, Vol. 16, No. 6, s. 1739–1742.
- [194] STIETZ F., WOLL J., PERSCH V., ALLINGER T., ERFURTH W., GOLDMANN A., SCHAEFER J.A., *Interaction of hydrogen and methane with InP(100) and GaAs(100) surfaces*, Physica Status Solid A, 1997, Vol. 159, s. 185–194.
- [195] SULLIVAN N.T., NEWCOMB R.M., *Critical dimension measurement in the SEM: Comparison of backscattered vs. secondary electron detection*, SPIE, 1994, Vol. 2196, No. 3, s. 118–127.
- [196] TAKAHASHI H., KONDO Y., OKUMURA T., SEO Y., *Micro-analysis of high - T_c superconducting oxides*, Jeol News, 1989, Vol. 27E, No. 2, s. 2–7.

- [197] THUMMEL H.W., *Die Beiträge von einzelstreuung und Diffusion zur Rückstreuung monoenergetischer Elektronen*, J. Phys., 1967, Vol. 198, s. 263–276.
- [198] VAJDA E.G., SKEDROS J.G., BLOEBAUM R.D., *Consistency in calibrated backscattered electron images of calcified tissues and minerals analyzed in multiple imaging sessions*, Scanning Microscopy, 1995, Vol. 9, No. 3, s. 741–755.
- [199] VALE S.H., *The use of a computer controlled back scattered electron detector for quantitative microanalysis and imaging*, EMAG 91, Inst. Phys. Conf. Ser., 1991, No. 119, s. 193–196.
- [200] VIA G., *Mobile detector for a scanning electron-beam microscope*, IBM Technical Disclosure Bulletin, 1983, Vol. 26, No. 3A, s. 1175–1176.
- [201] VITURRO H., PEEZ C., BONETTO R.D., ALVAREZ A.G., *A simple backscattered electrons and specimen current detection device for the scanning electron microscope*, Scanning, 1993, Vol. 15, No. 4, s. 232–235.
- [202] Walther P., Autrata R., Chen Y., Pawley J. B., *Backscattered electron imaging for high resolution surface scanning electron microscopy with a new type YAG-detector*, Scanning Microscopy, 1991, Vol. 5, No. 2, s. 301–310.
- [203] WASSINK D.A., RASKI J.Z., LEVITT J.A., HILDRETH D., LUDEMA K.C., *Surface topographical and compositional characterisation using backscattered electron methods*, Scanning Microscopy, 1991, Vol. 5, No. 4, s. 919–926.
- [204] WELLS O.C., *Backscattered electron image (BSI) in the scanning electron microscope (SEM)*, Scanning Electron Microscopy, Part I, 1977, s. 747–771.
- [205] WINKLER H., GROSS H., *Image interpretation of metal shadowed specimens with the aid of Monte Carlo simulation of the shadowing process*, Scanning Microscopy Supplement, 1988, Vol. 2, s. 379–386.
- [206] WITTICH T., BERGER D., *The spatial distribution of electrons backscattered from bulk targets: a fitting approach*, Proc. of XI European Congress on Electron Microscopy, EUREM'96, 1996, s. I-319–I-320.
- [207] WITTRIDGE N.J., KNUDSEN R.D., *Recovery and recrystallization characterization in ferritic stainless steel by using electron channeling contrast*, Materials Characterization, 1996, Vol. 37, s. 31–37.
- [208] ZAKLIKIEWICZ A.M., *Źródła szumów w przyrządach półprzewodnikowych i ich wykorzystanie*, Prace Instytutu Technologii Elektronowej, Warszawa, 1995, Z. 2, s. 7–15.

S.00

Serdecznie dziękuję Panom Profesorom

Januszowi BIERNATOWI, Wojciechowi CZARCZYŃSKIEMU,

Andrzejowi MULLAKOWI, Juliuszowi SIELANEC, Witoldowi SŁÓWCE,

Henrykowi SZYMAŃSKIEMU oraz Jerzemu ZDANOWSKIEMU

za cenne uwagi, które przyczyniły się do udoskonalenia tekstu niniejszej monografii.



