

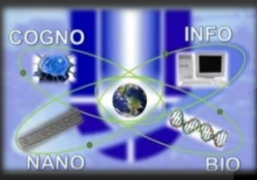
ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ ОБЪЕКТОВ, ИССЛЕДОВАННЫХ МЕТОДАМИ РАСТРОВОЙ И ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Васильев А.Л.

НИЦ «Курчатовский институт»
Институт кристаллографии РАН

Первая
Всероссийская
научная конференция
«Практическая микротомография»





НИЦ «Курчатовский институт»

Михуткин А. А.,

Каратеев И.Н.

Занавескин М.И.

Ковальчук М.В.

НИИ НМ им.Бочвара

Е.А.Дергунова



ТРЕХМЕРНАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

- Трехмерная реконструкция поверхности образца в растровой электронной микроскопии (РЭМ)

Характерный латеральный размер области ~ 0.05 - 500 мкм

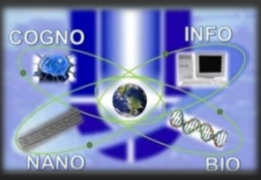
- Трехмерная растровая электронно-ионная микроскопия (РЭИМ) - Массивные образцы

Характерный размер > 0.05 мкм

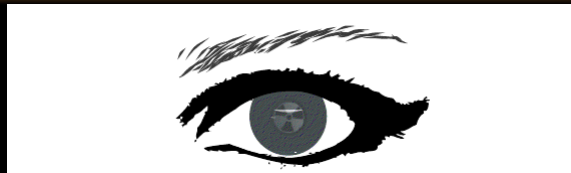
- Томография в просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ):

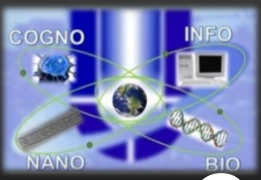
- «Тонкие» образцы
- Отдельные частицы

Характерный размер ~ 1 – 500 нм



- **Методы трехмерной электронной микроскопии**
- **Трехмерная реконструкция поверхности образца в РЭМ:**
 - Калибровка прибора и программы.
 - Исследование объектов микроэлектроники и новой техники.
Биокоррозия в образце после воздействия Pac. variety
- **Трехмерная растровая электронно-ионная микроскопия:**
 - Сверхпроводящие провода на основе Nb_3Sn
 - Транзистор
- **Томография в ПЭМ и ПРЭМ:**
 - Частицы палыгорскита
 - Бактериофаги





ПРОСВЕЧИВАЮЩИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП ТИТАН



TITAN 80-300 (FEI)

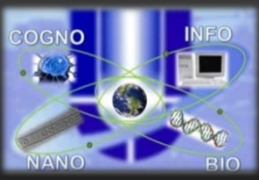
- *Resolution: 0.08 нм*
- *EDXS: energy resolution 128 eV*
- *EELS: energy resolution 1 eV*

Vibration damping

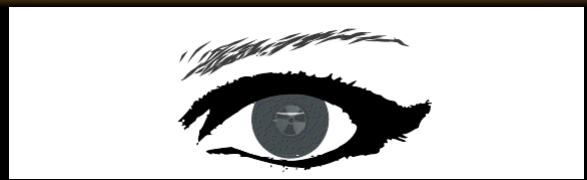
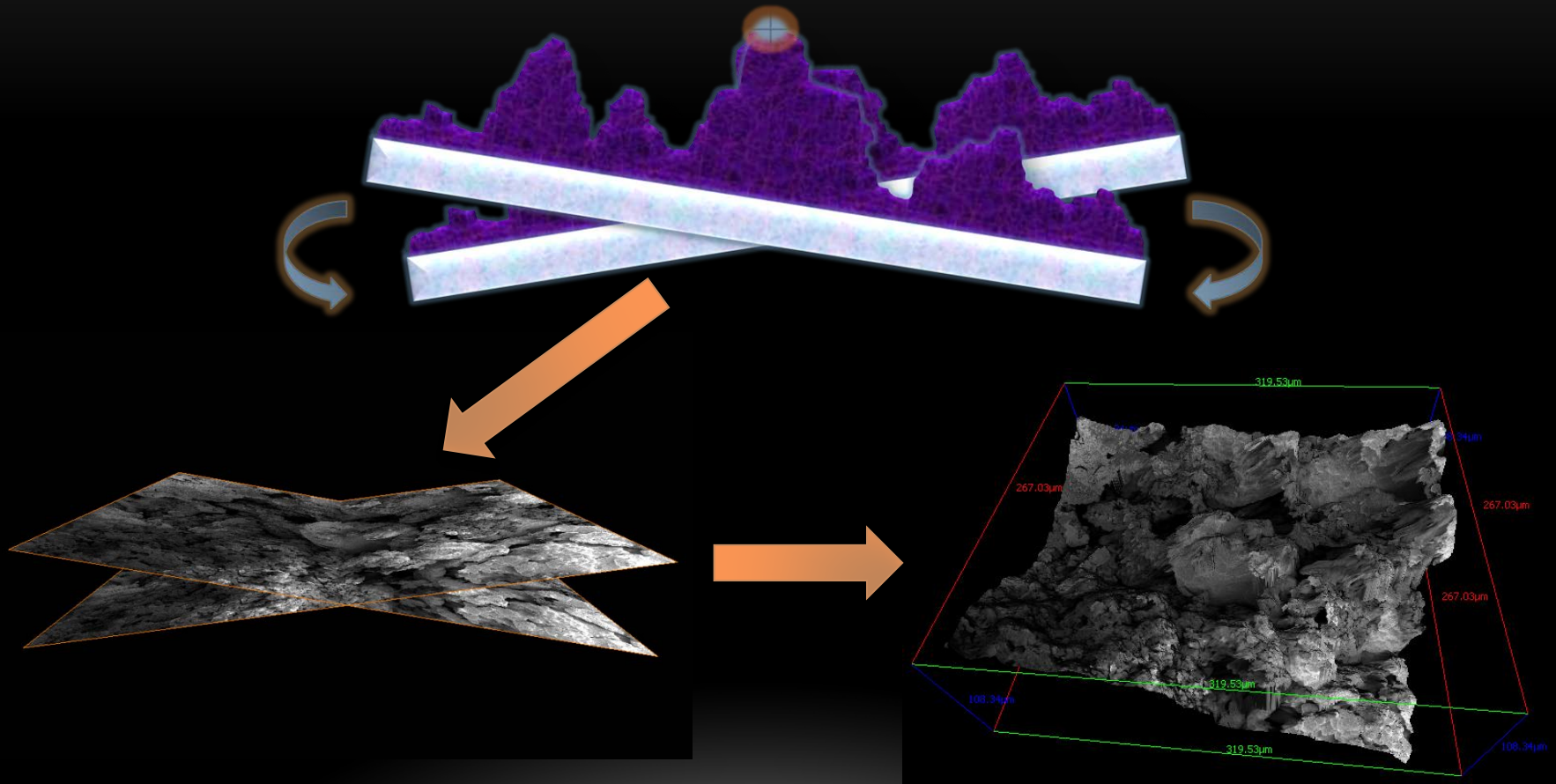
Temperature control system ± 0.2 °/час.

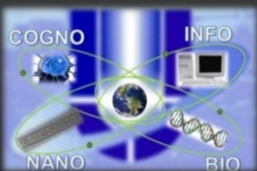






ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ОБРАЗЦА В РЭМ



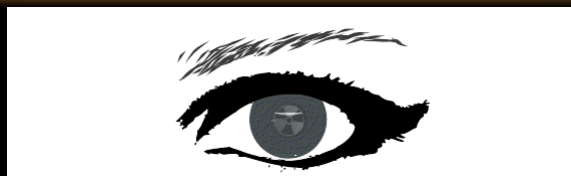


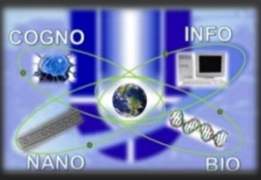
КАЛИБРОВОЧНАЯ РЕШЕТКА TGZ3



- Сформирована на кремниевой подложке на слое SiO_2
- Период решетки : 3.00 ± 0.05 мкм
- Высота ступенек : 535 ± 3 нм

(АСМ изображение)

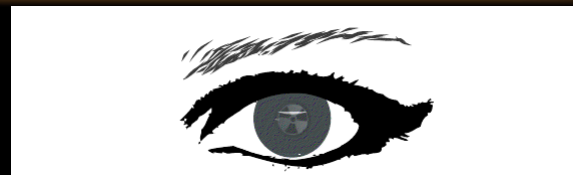
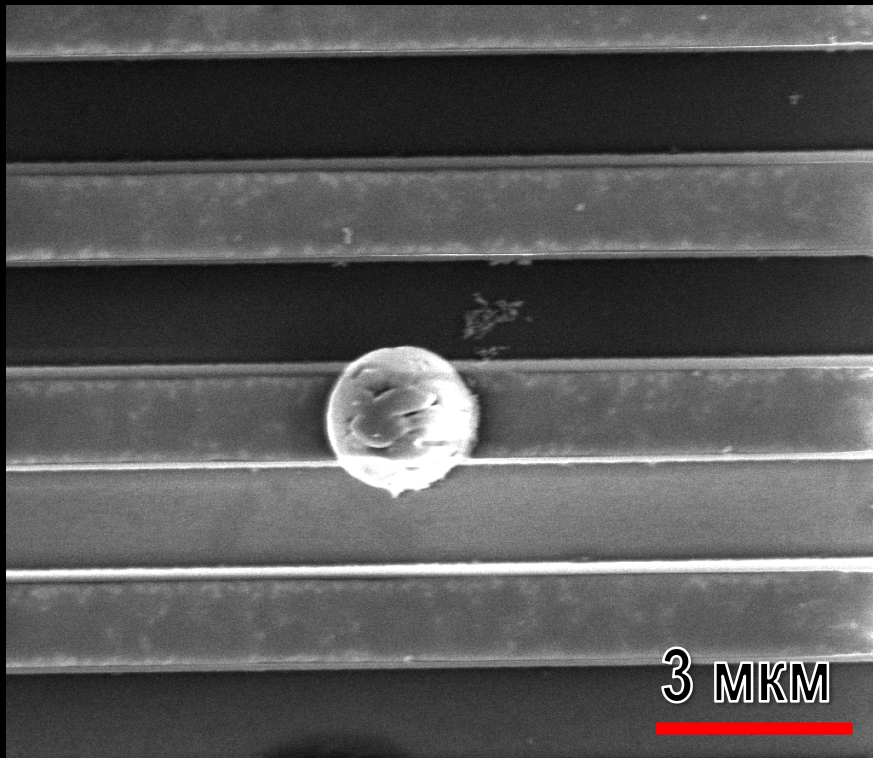




СТЕРЕОПАРА ИЗОБРАЖЕНИЙ

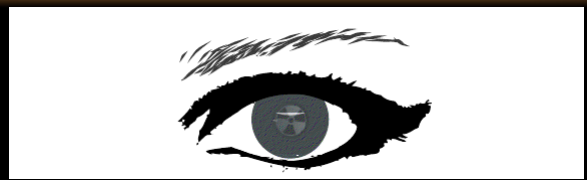
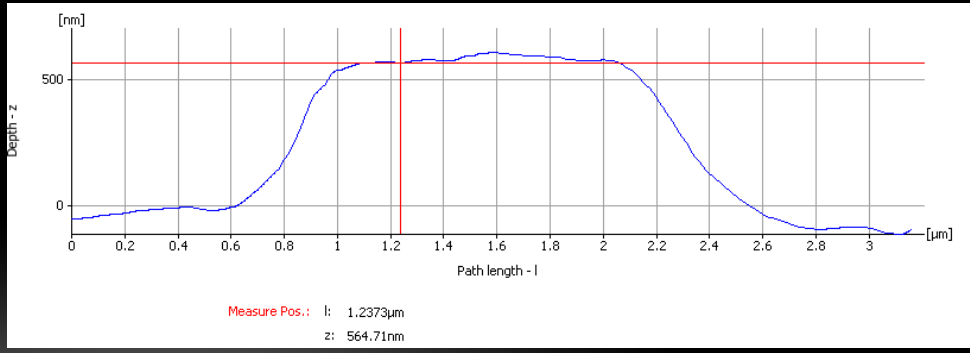
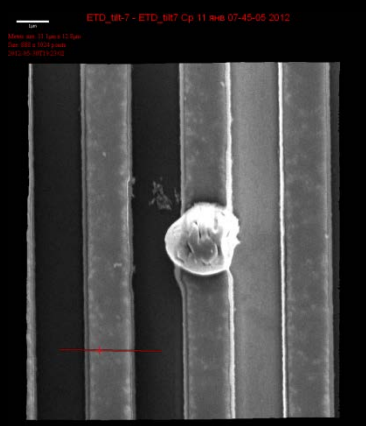
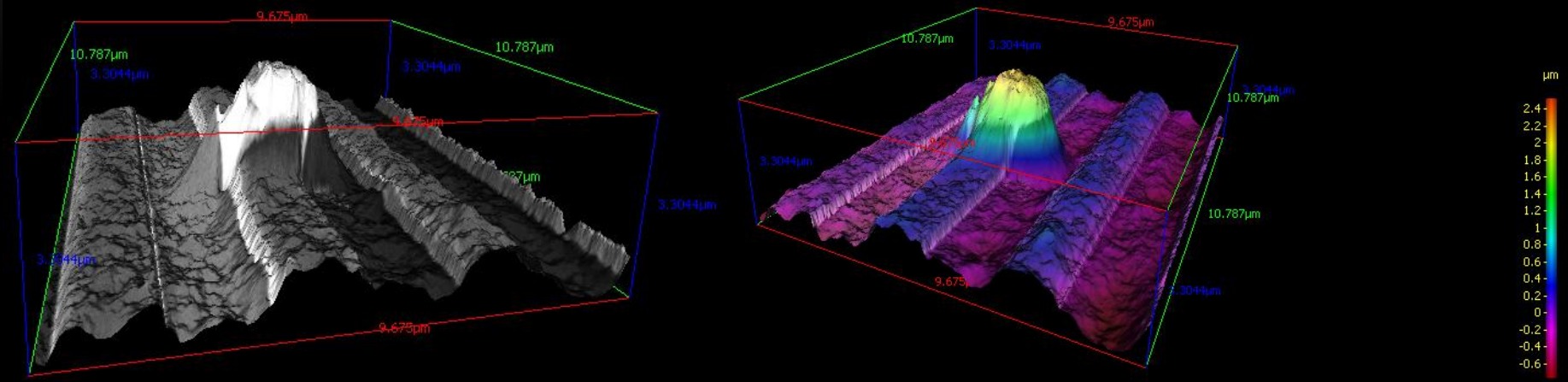
-7°

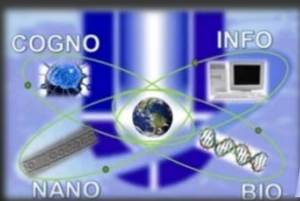
7°



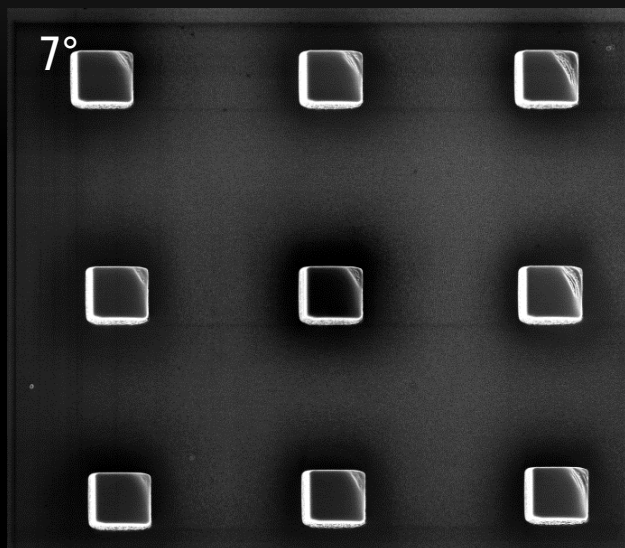
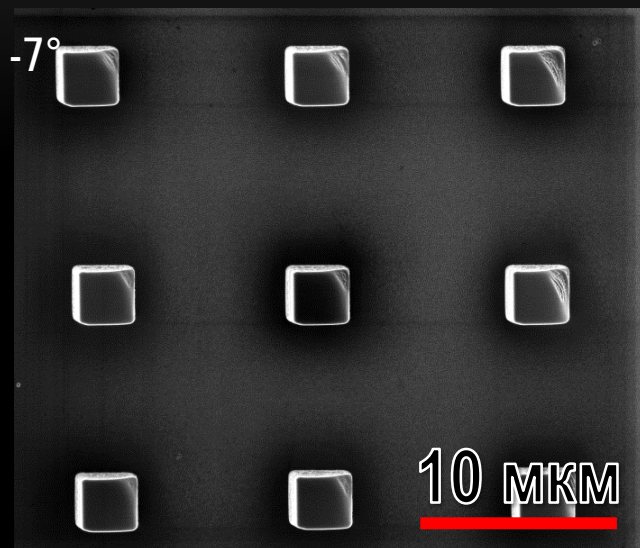


РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ КАЛИБРОВОЧНОЙ РЕШЕТКИ TGZ3

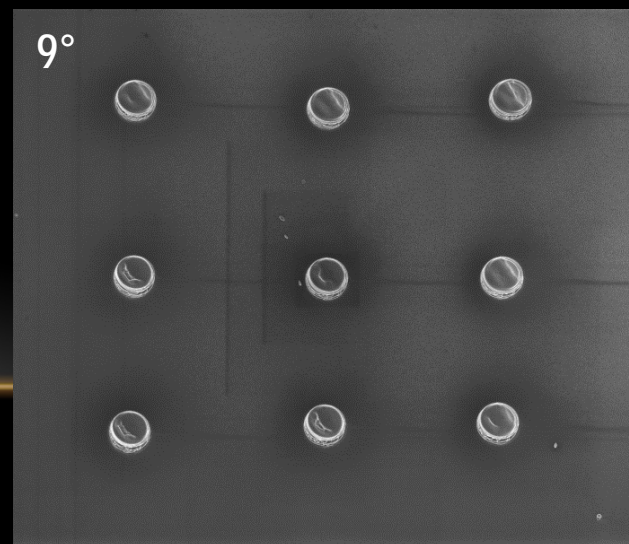
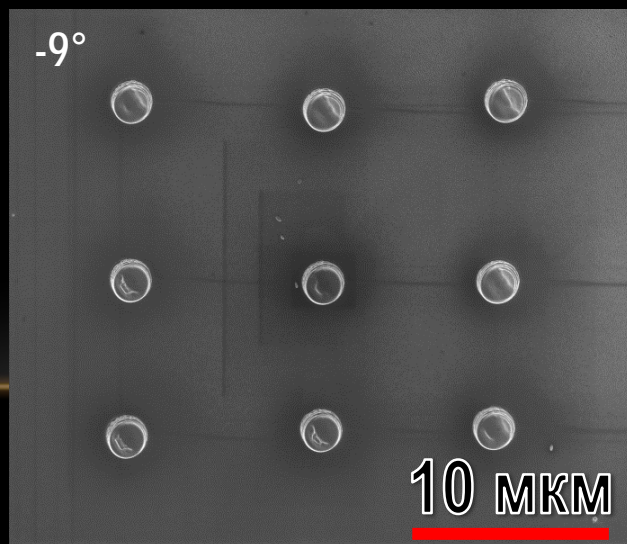




ТЕСТОВЫЕ ОБРАЗЦЫ: РЕШЕТКИ «КУБОВ» И ЦИЛИНДРОВ» (3×3) НА КРЕМНИЕВОЙ ПОДЛОЖКЕ СТЕРЕОПАРЫ ИЗОБРАЖЕНИЙ

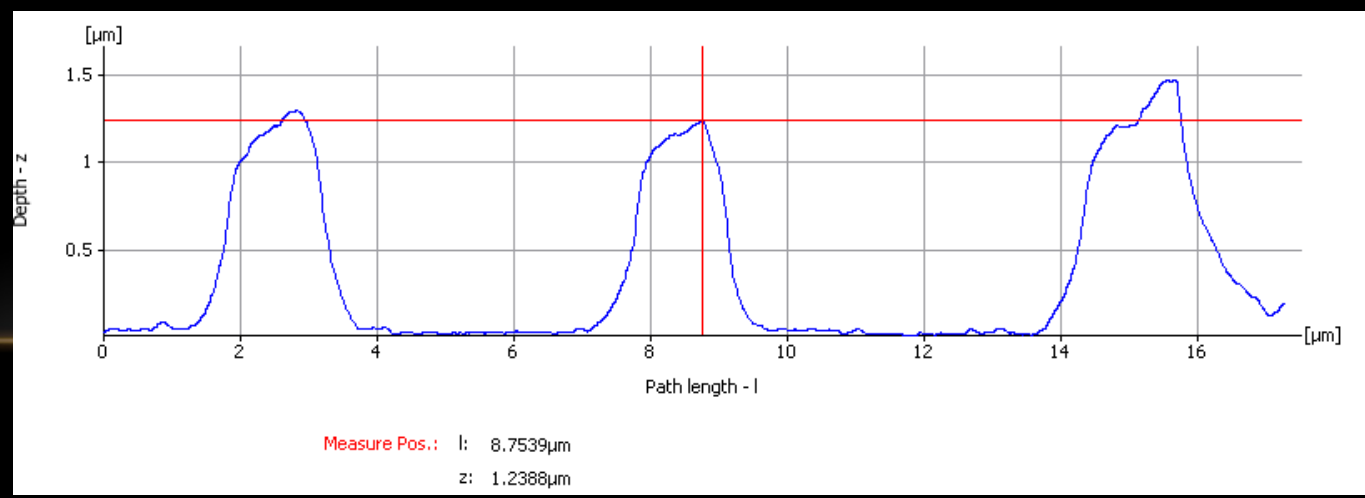
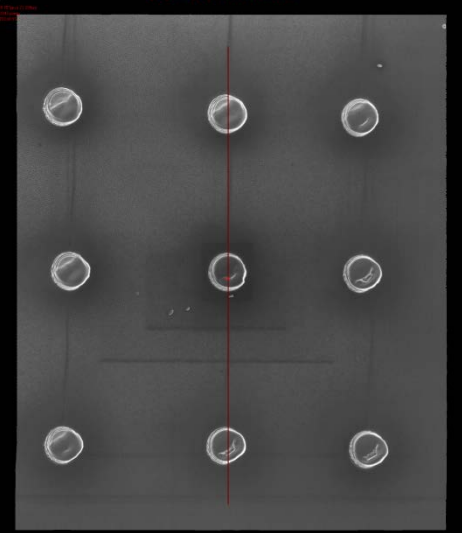
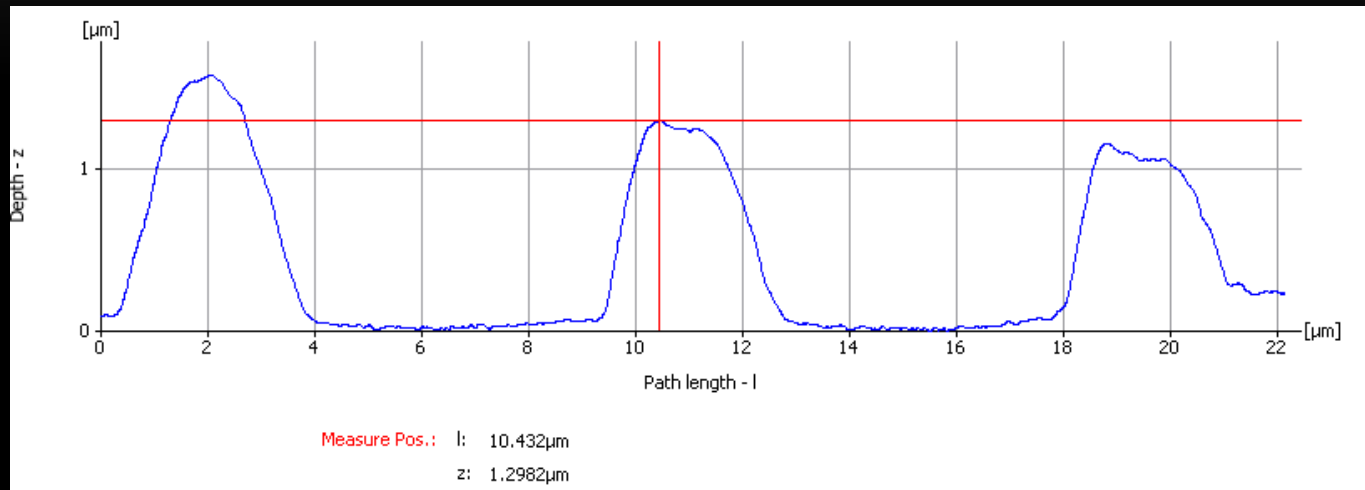
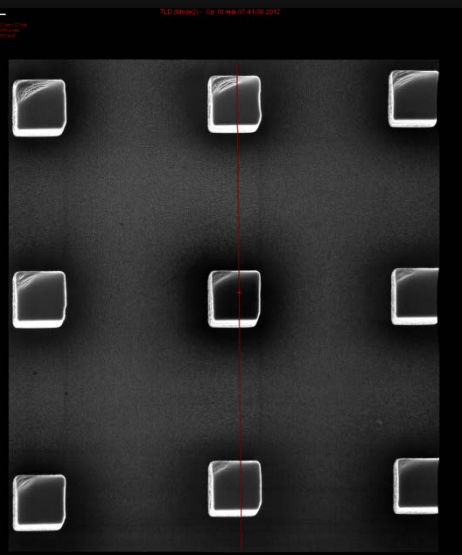


SE mode, TLD
detector (режим
Immersion Field).



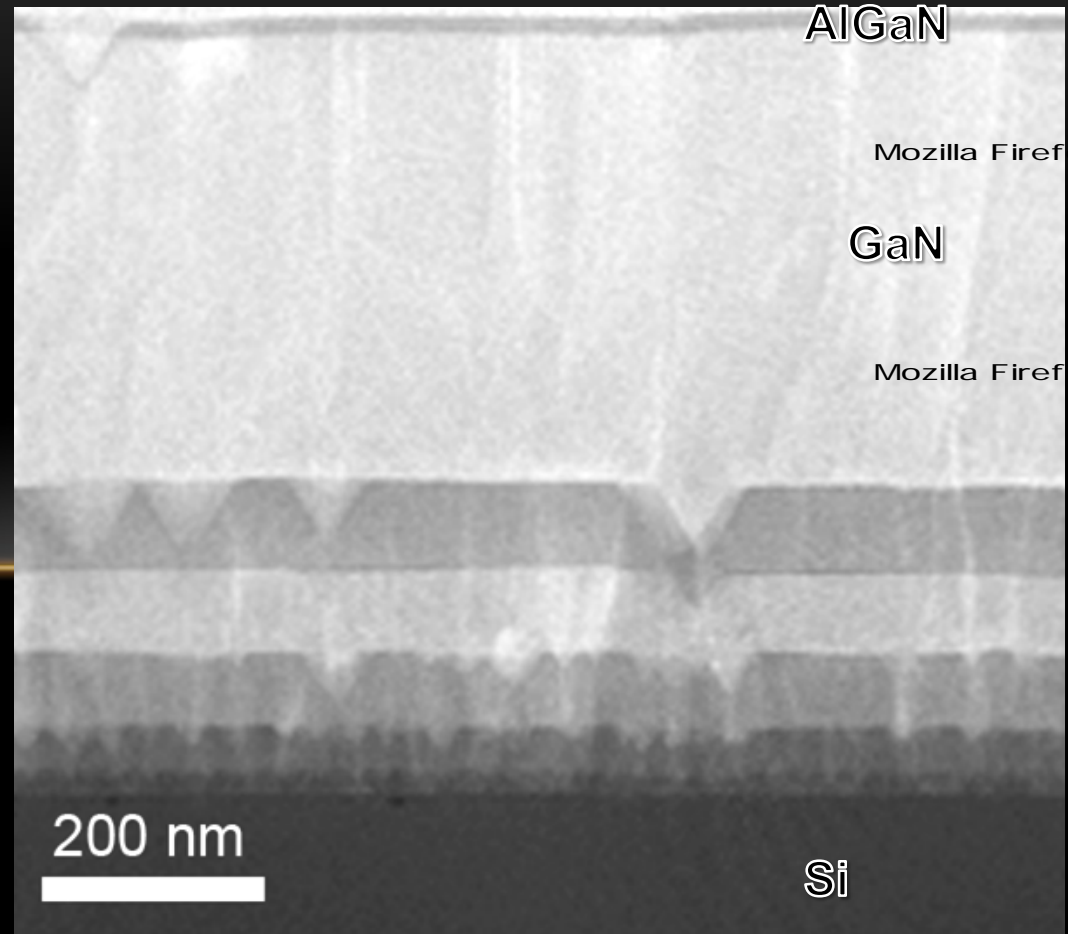


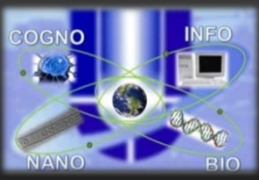
ПРОФИЛИ РЕКОНСТРУИРОВАННЫХ ПОВЕРХНОСТЕЙ



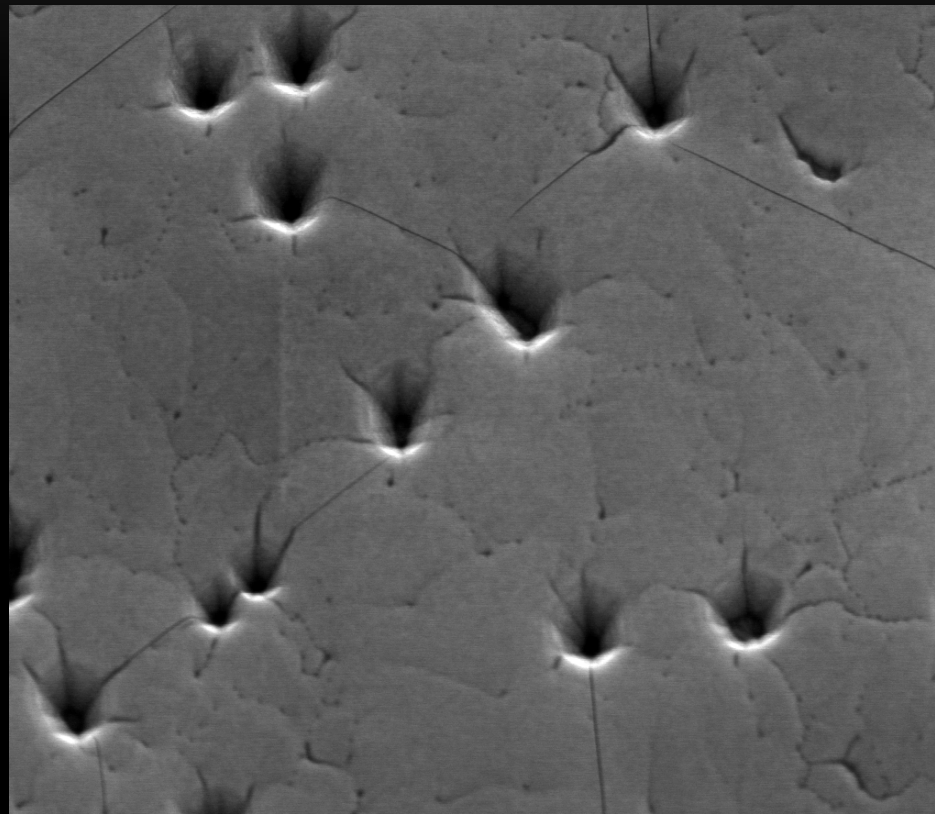
ПЛЕНКИ НА ОСНОВЕ AlGaN

AlGaN – 4,5 нм
AlGaN(n ⁺) – 18,5 нм
AlGaN – 3 нм
AlN – 1 нм
GaN – 1000 нм
Al _{0,4} Ga _{0,6} N – 200 нм
Al _{0,1} Ga _{0,9} N – 200 нм
Переходный слой
Al _{0,4} Ga _{0,6} N – 200 нм
Al _{0,7} Ga _{0,3} N – 100 нм
AlN – 40 нм
Si





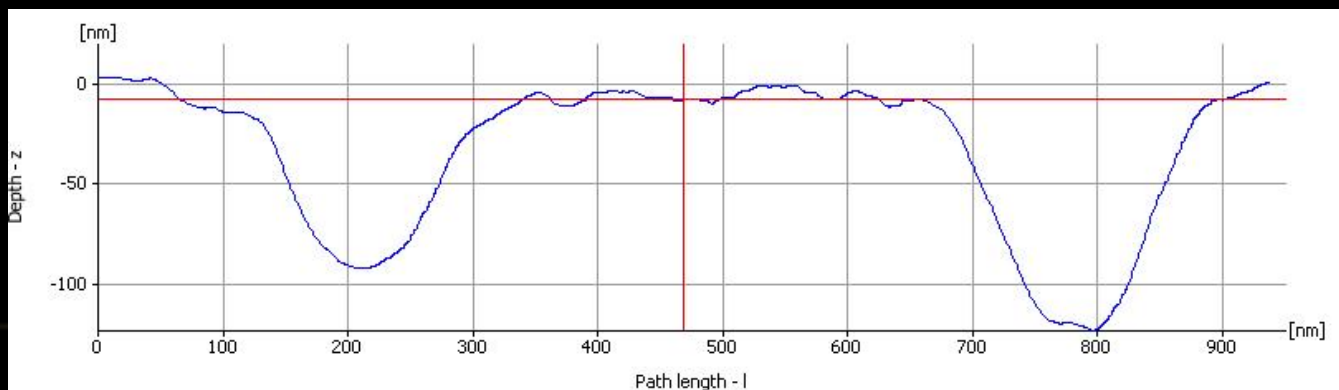
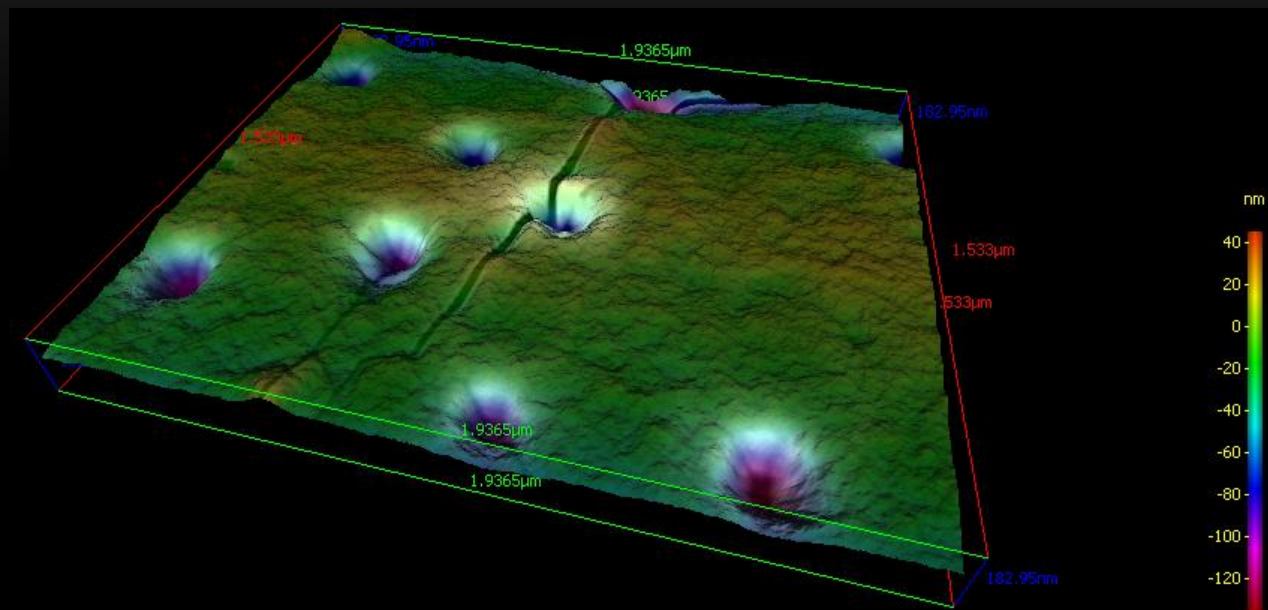
ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПЛЕНКИ НА ОСНОВЕ AlGaN



	HV	WD	mode	det	mag	HFV	tilt	500 nm
	15.00 kV	4.0 mm	SE	TLD	60 000 x	2.13 μ m	25 °	Helios D435

Изображение получено во вторичных электронах,
детектор – TLD, наклон образца - 25°.

ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПЛЕНКИ НА ОСНОВЕ AlGaN



Профиль реконструированной поверхности

Measure Point: l: 460.72 nm
z: -7.9871 nm

AMSC's 344 Superconductors

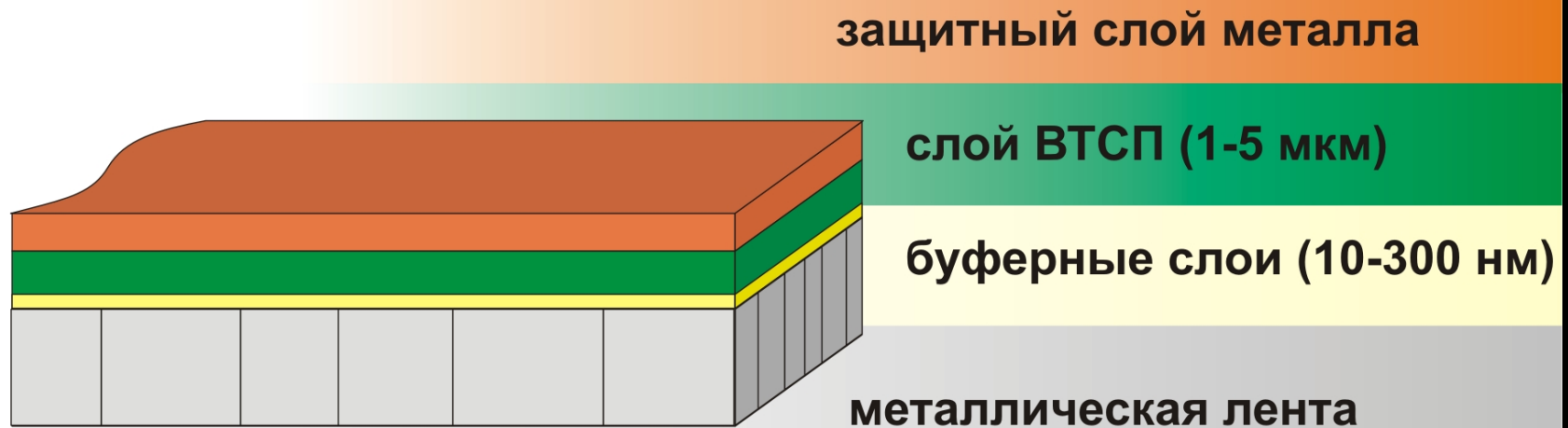
Высокотемпературные сверхпроводящие ленты



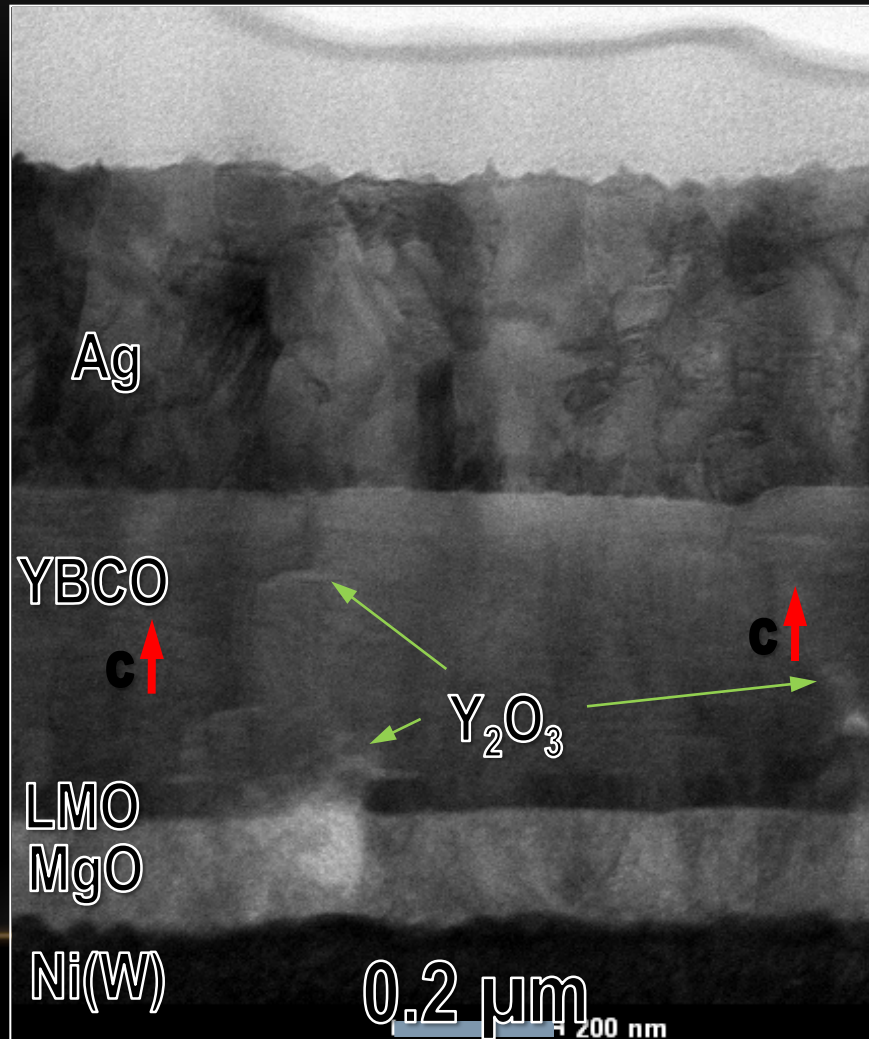
300000 домов
574 МВт

Высокотемпературные сверхпроводящие ленты

Архитектура ВТСП-ленты II поколения (компания SuperOx)

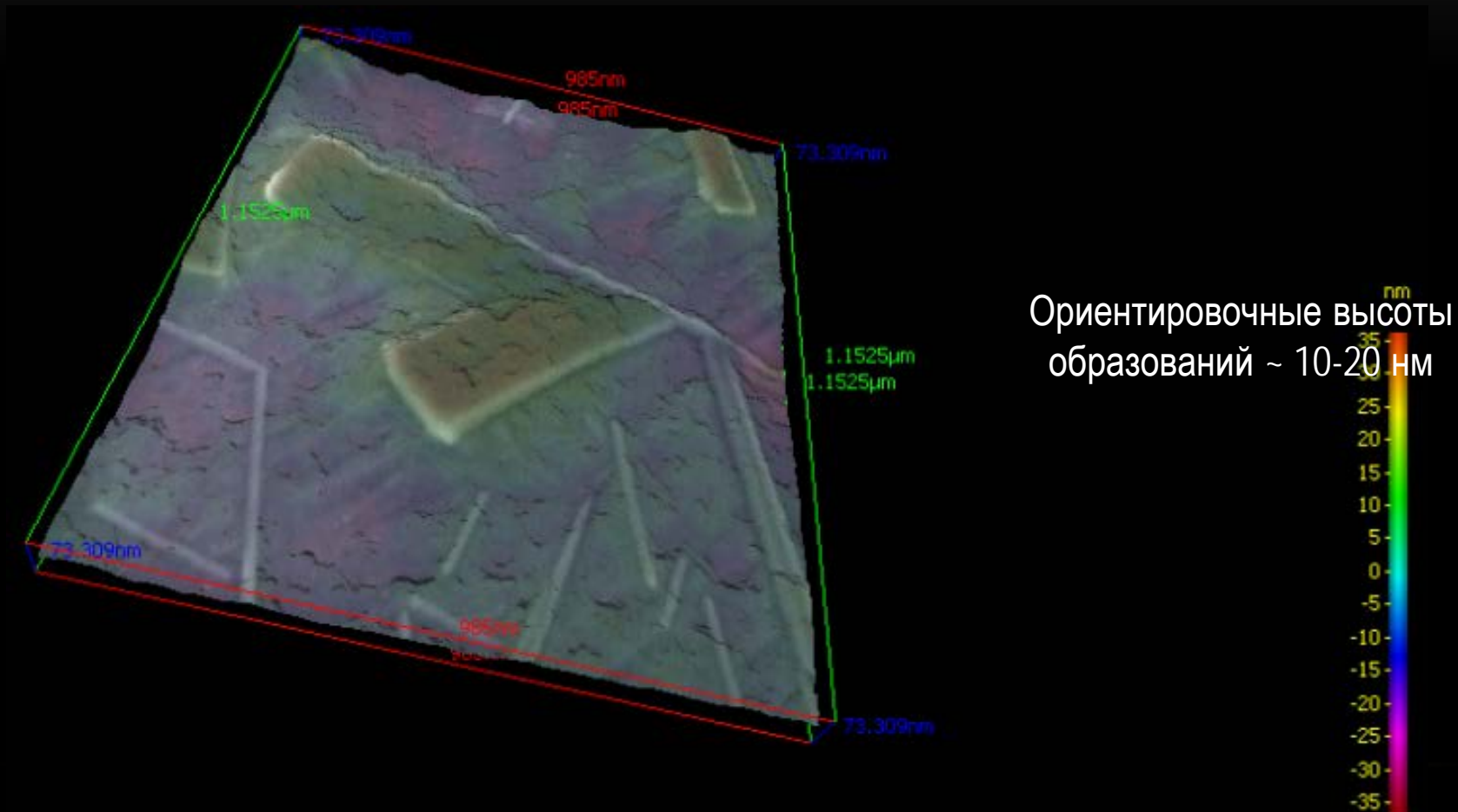


Высокотемпературные сверхпроводящие ленты



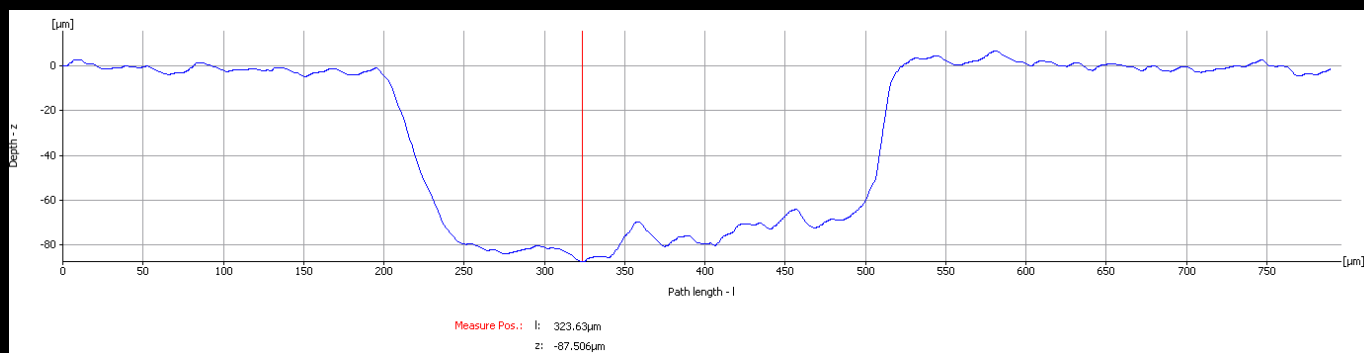
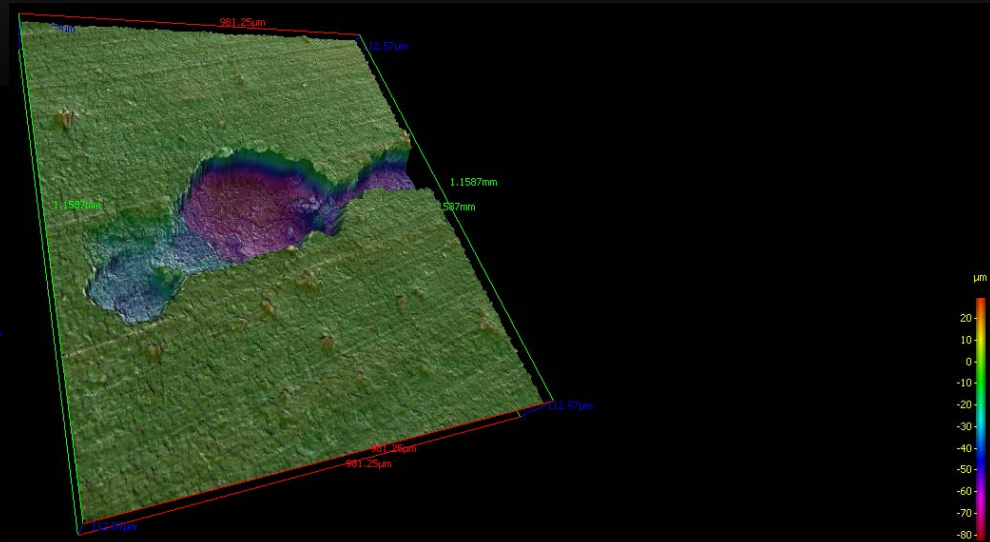
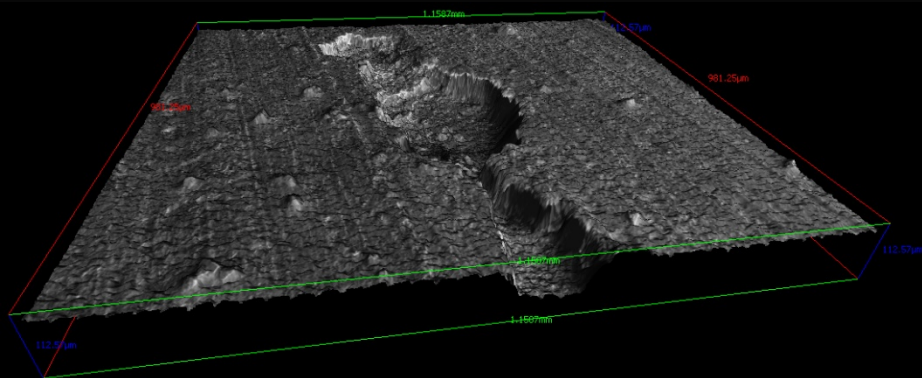


ПОВЕРХНОСТЬ ЛЕНТЫ НА ОСНОВЕ СПЛАВА Ni-W

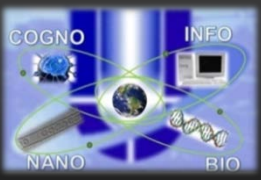




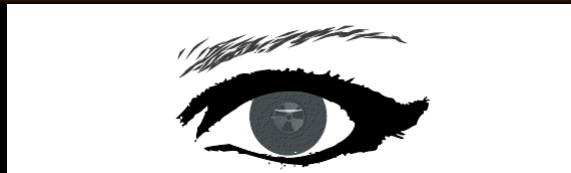
БИОКОРРОЗИЯ В ОБРАЗЦЕ ПОСЛЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ РАС. VARIOTY



Глубина достигает 87 мкм.

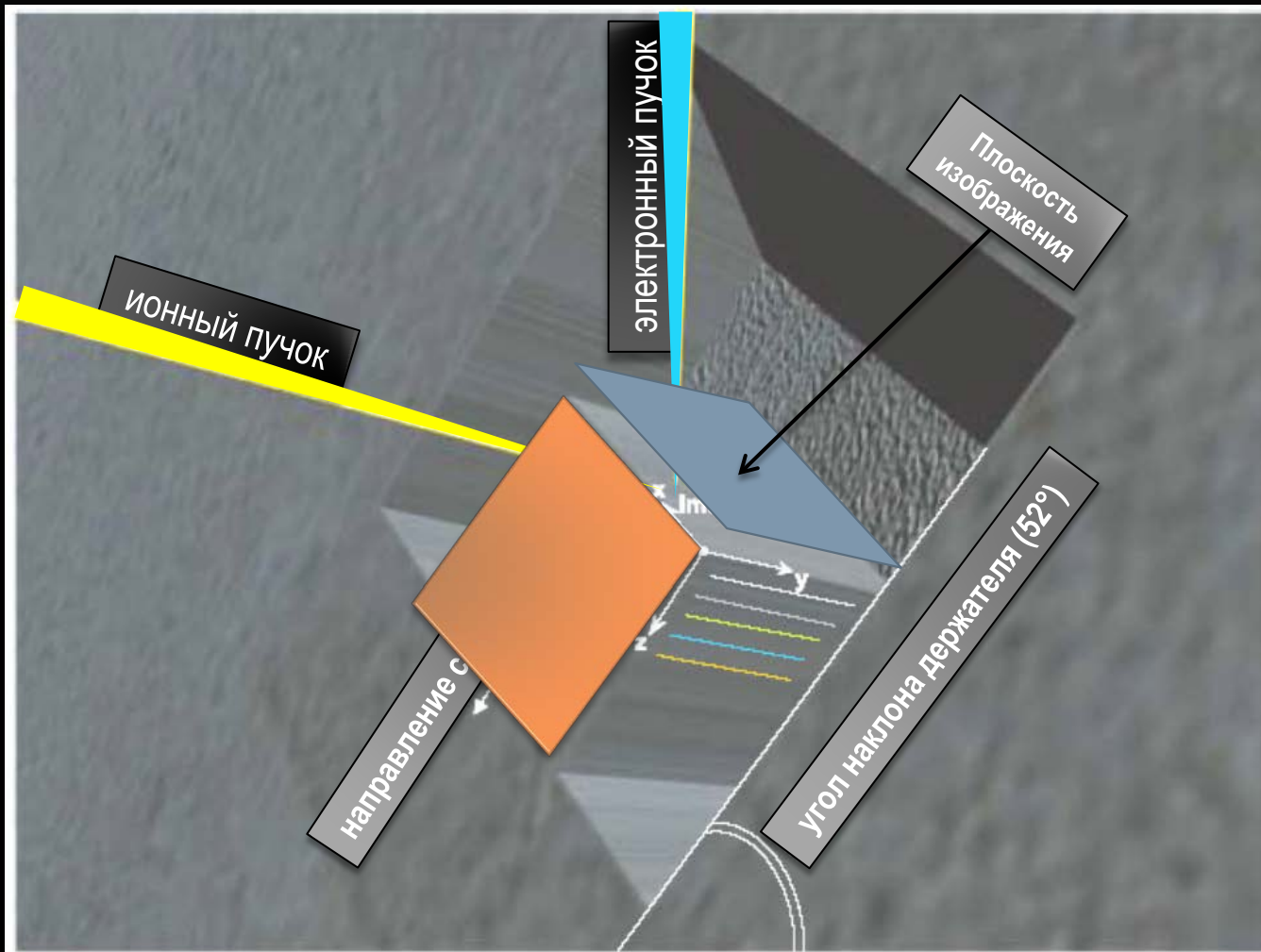


- Методы трехмерной электронной микроскопии
- Трехмерная реконструкция поверхности образца в РЭМ:
 - Калибровка прибора и программы.
 - Исследование объектов микроэлектроники и новой техники.
Биокоррозия в образце после воздействия Рас. variety
- **Трехмерная растровая электронно-ионная микроскопия:**
 - Сверхпроводящие провода на основе Nb_3Sn
 - Транзистор
- Томография в ПЭМ и ПРЭМ:
 - Частицы палыгорскита
 - Бактериофаги



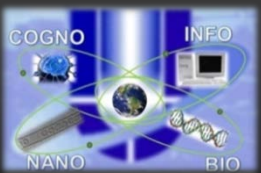
ТРЕХМЕРНАЯ РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННО-ИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

(Метод "Slice & View", FIB/SEM (DualBeam) Nanotomography, Serial sectioning SEM)



Основные этапы метода:

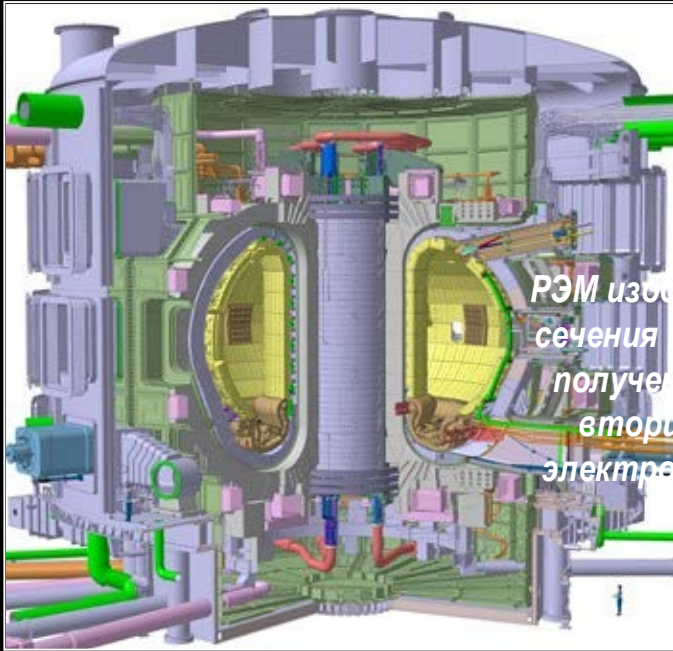
1. Ориентирование образца (плоскость образца перпендикулярна ионному пучку)
2. Напыление защитного слоя на исследуемую область (C, W, Pt)
3. Травление кратера
4. Полирование области среза (плоскость изображения)
5. Запуск процесса последовательных срезов:
 - Получение изображения электронным пучком (РЭМ)
 - Срезание слоя ионным пучком (ФИП)



ОСНОВНЫЕ ДЕТЕКТИРУЕМЫЕ СИГНАЛЫ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ 3D РЕКОСТРУКЦИИ:

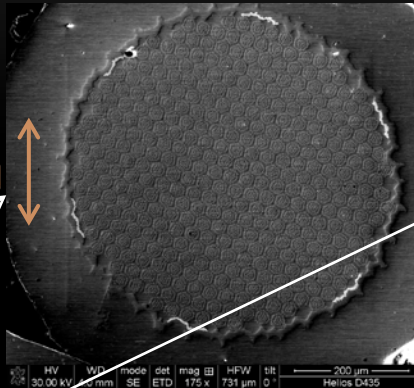
- Вторичные электроны (SE)
- Отраженные электроны (BSE)
- Характеристическое рентгеновское излучение (EDX)
- Вторичные ионы (SI)

МНОГОЖИЛЬНЫЕ ПРОВОДА НА ОСНОВЕ СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО Nb_3Sn

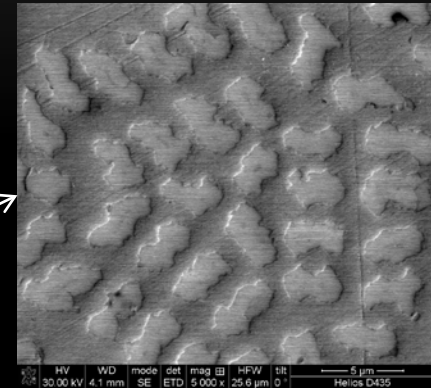


Проект ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor)

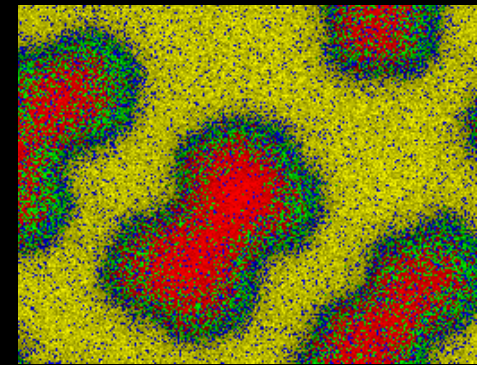
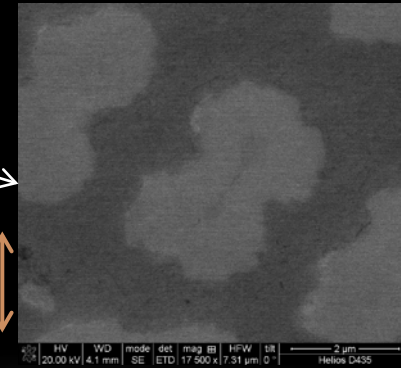
200 мкм



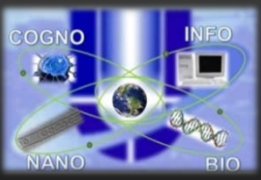
5 мкм



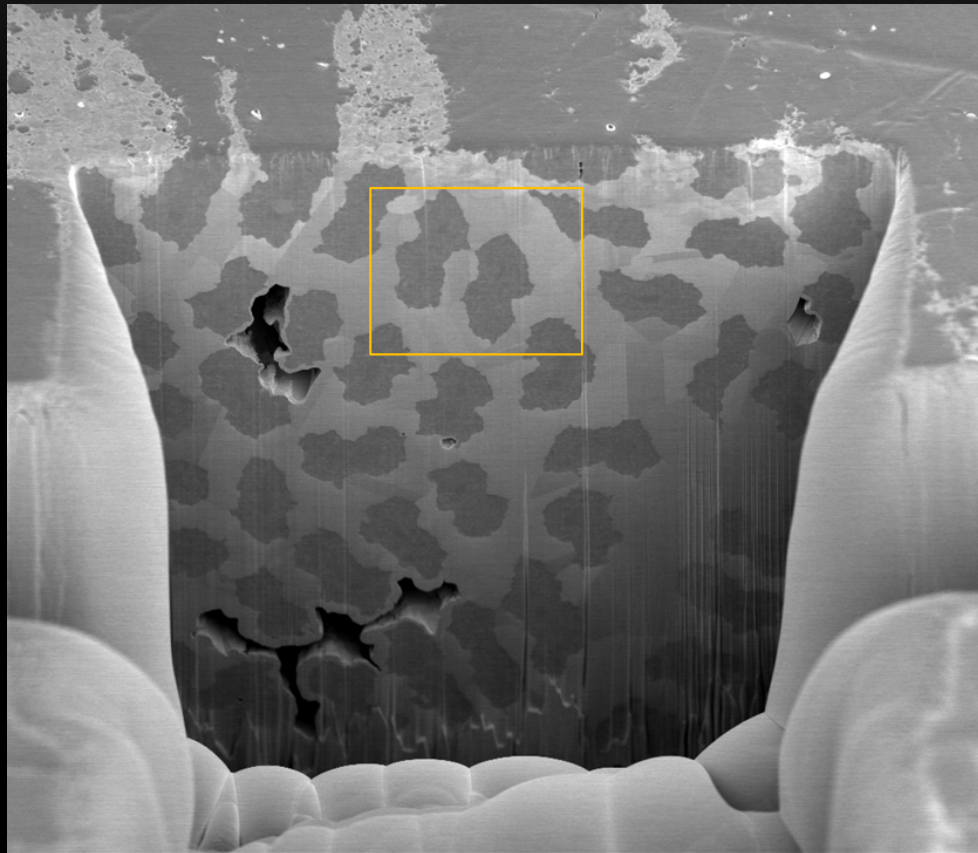
2 мкм




Результаты микроанализа (EDXS)



ВЫБОР ОБЛАСТИ ИНТЕРЕСА

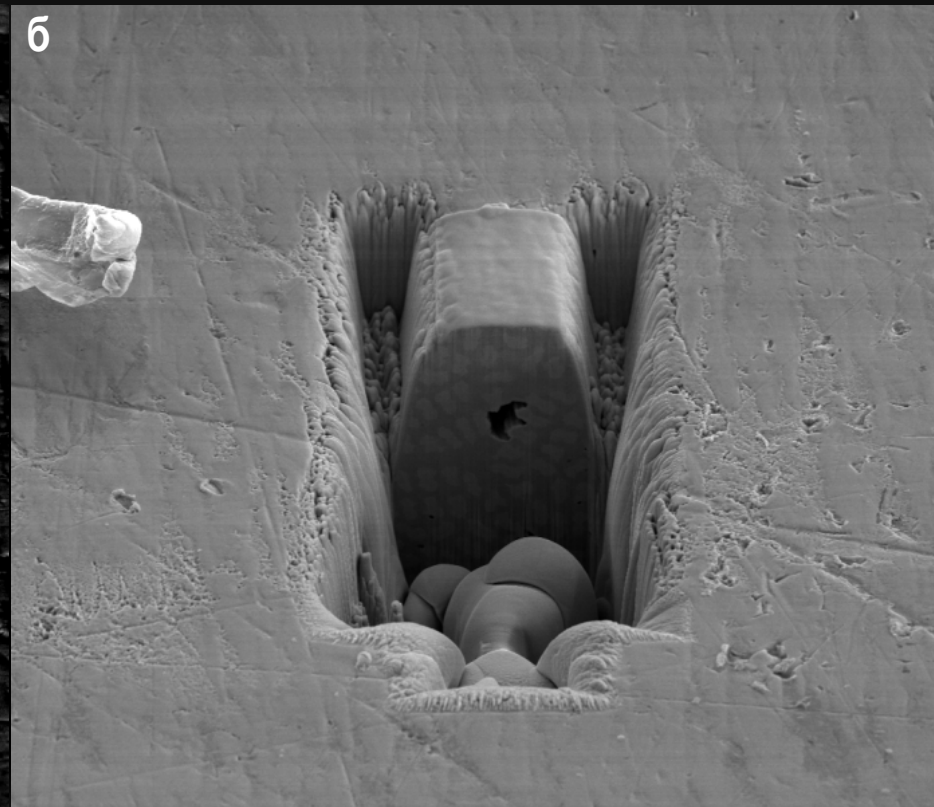


	HV	WD	mode	det	mag	HFWD	tilt	10 μ m
	2.00 kV	4.0 mm	SE	TLD	3 500 x	36.6 μ m	52 °	Helios D435

КРАТЕР ИОННОГО ТРАВЛЕНИЯ

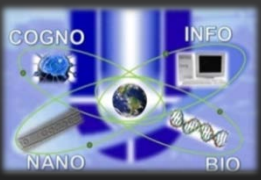


	mag	HV	WD	tilt	spot	50 μ m	
	1 000 x	15.0 kV	9.9 mm	52 °	6.5	SMA QUANTA 3D FEG	



	mag	HV	WD	tilt	spot	50 μ m	
	1 000 x	15.0 kV	9.9 mm	52 °	6.5	SMA QUANTA 3D FEG	

РЭМ изображения кратера ионного травления, полученные: **а** – в обратно-рассеянных электронах, **б** - во вторичных электронах.

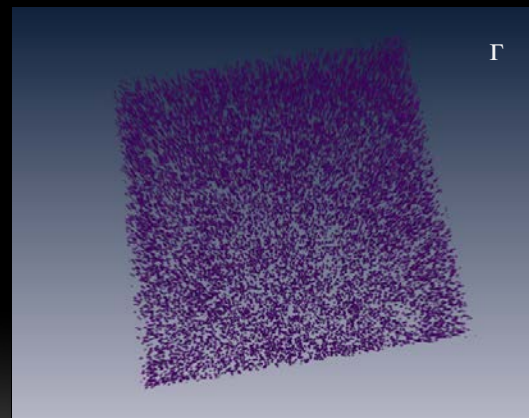
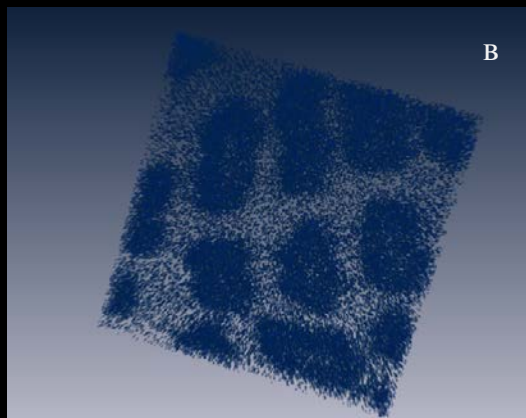
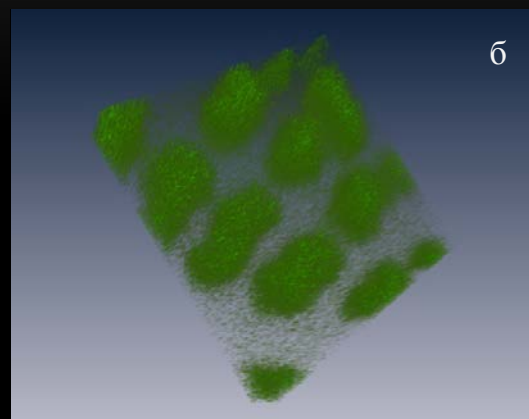
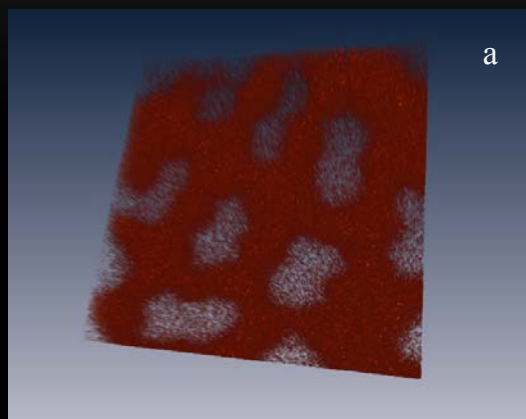


ОСНОВНЫЕ ЭТАПЫ ОБРАБОТКИ ИЗОБРАЖЕНИЙ

- Коррекция изображений с учетом угла наклона образца (*tilt correction/compensation*)
- Инвертирование изображений (если требуется)
- Выравнивание слоев (*Alignment*)
- Коррекция теней (*Shadowing correction*)
- Дополнительная обработка изображений и фильтрация

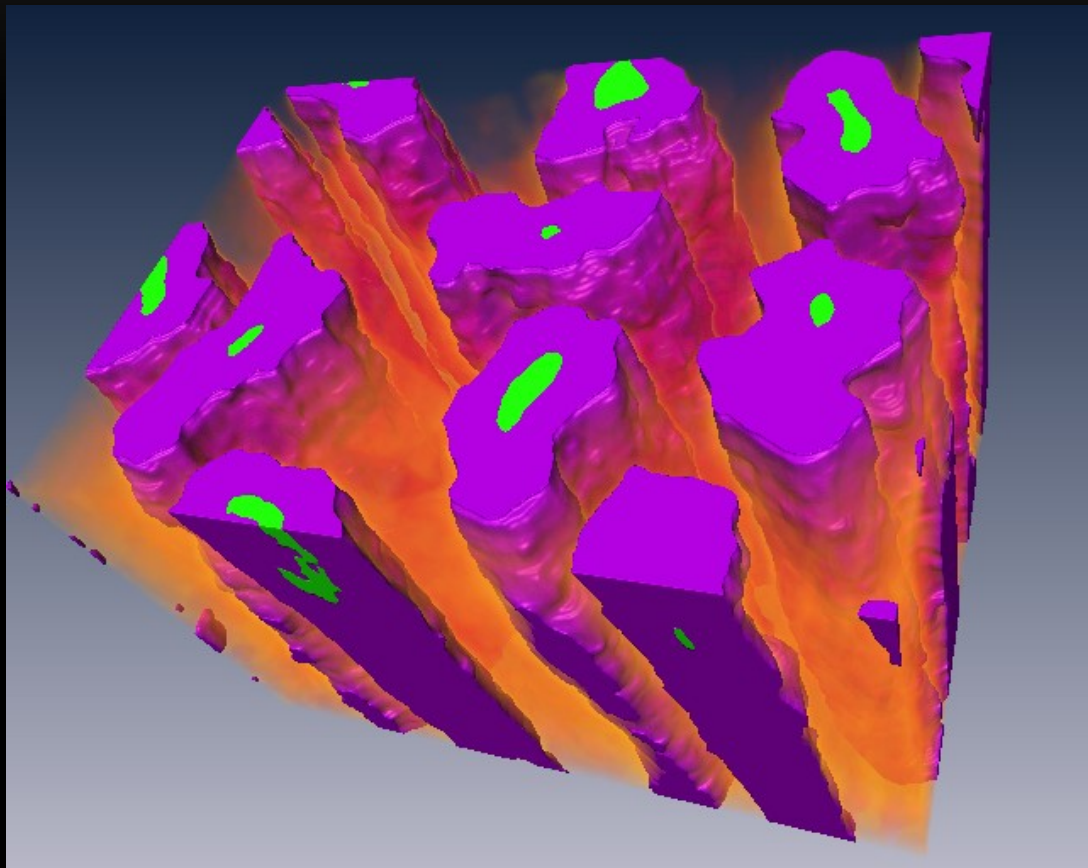
***ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ
ПРОВОДОВ НА ОСНОВЕ Nb₃Sn***

ОБЪЕМНАЯ ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ОТДЕЛЬНЫХ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ



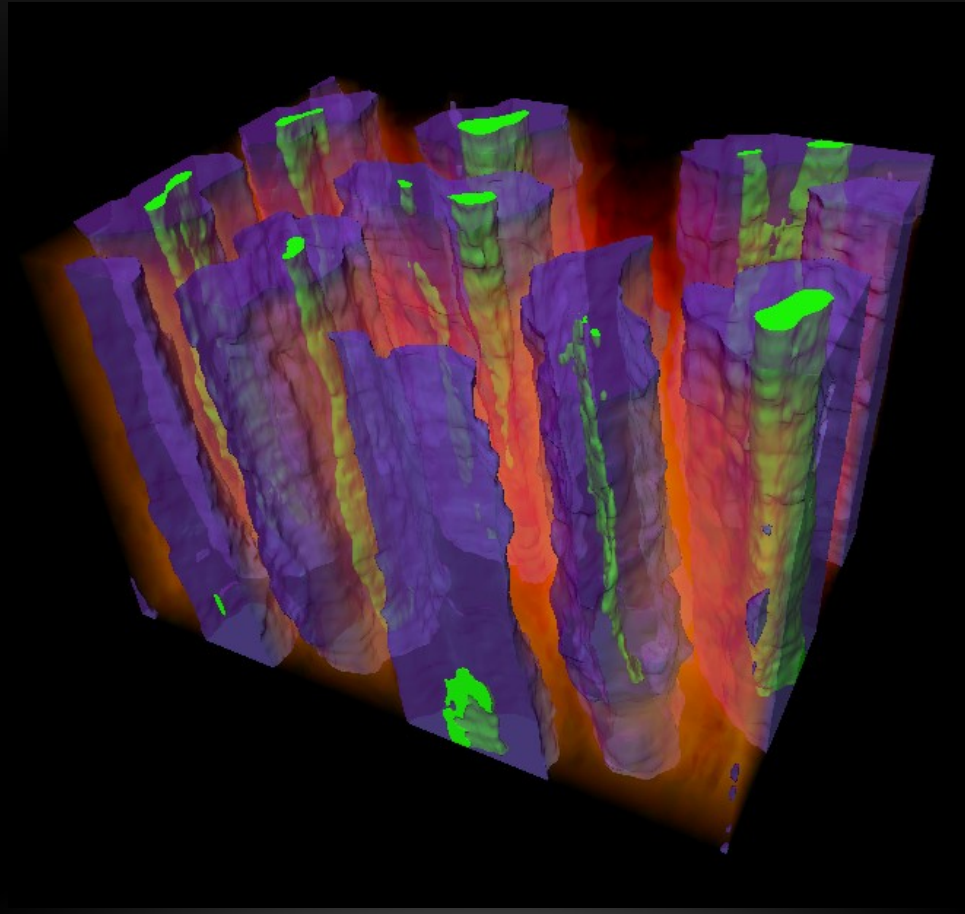
а) Cu, б) Nb, в) Sn, г) Ti

РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ВОЛОКОН ВМЕСТЕ С ОБЪЕМНОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИЕЙ СРЕДЫ



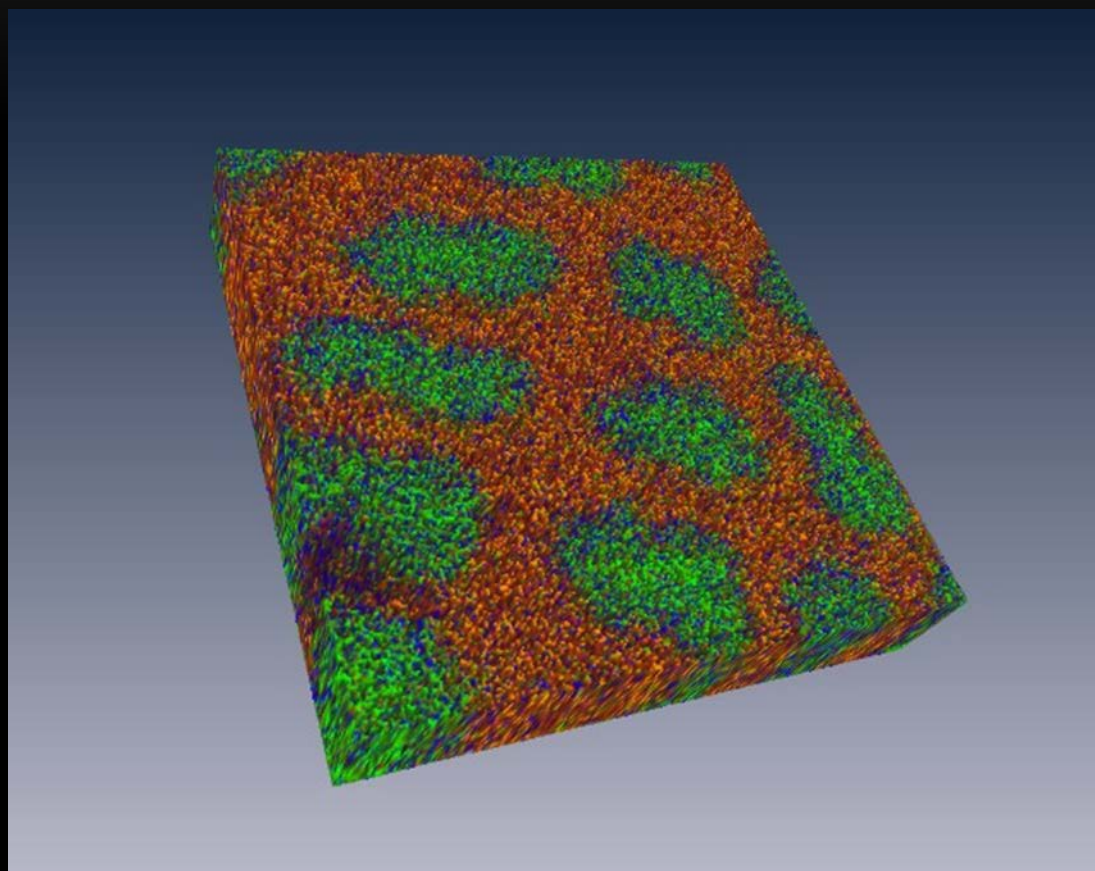
Волокна Nb_3Sn показаны фиолетовым цветом, сердцевины волокон (Nb) - зеленым цветом, бронзовая матрица - оранжевым цветом.

РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ВОЛОКОН ВМЕСТЕ С ОБЪЕМНОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИЕЙ СРЕДЫ (В РЕЖИМЕ ЗАДАНИЯ ПРОЗРАЧНОСТИ)



Волокна Nb_3Sn показаны синим цветом, сердцевины волокон (Nb) - зеленым цветом, бронзовая матрица - оранжевым цветом.

ОБЪЕМНАЯ ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ (EDX)



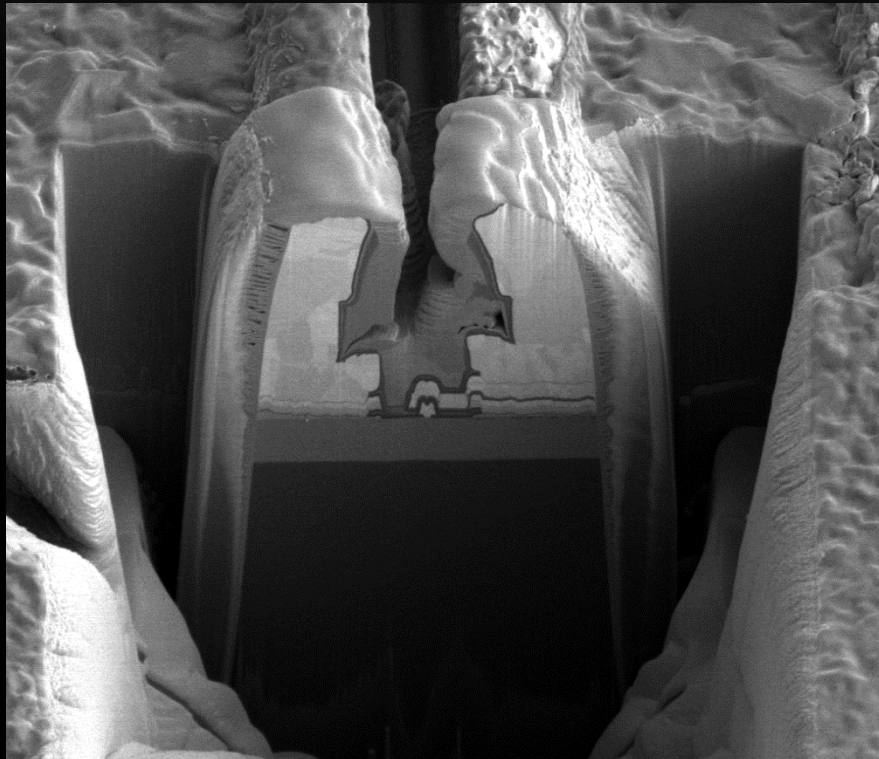
Nb
Cu
Sn
Ti

ЭКСПЕРИМЕНТ - ТРАНЗИСТОР

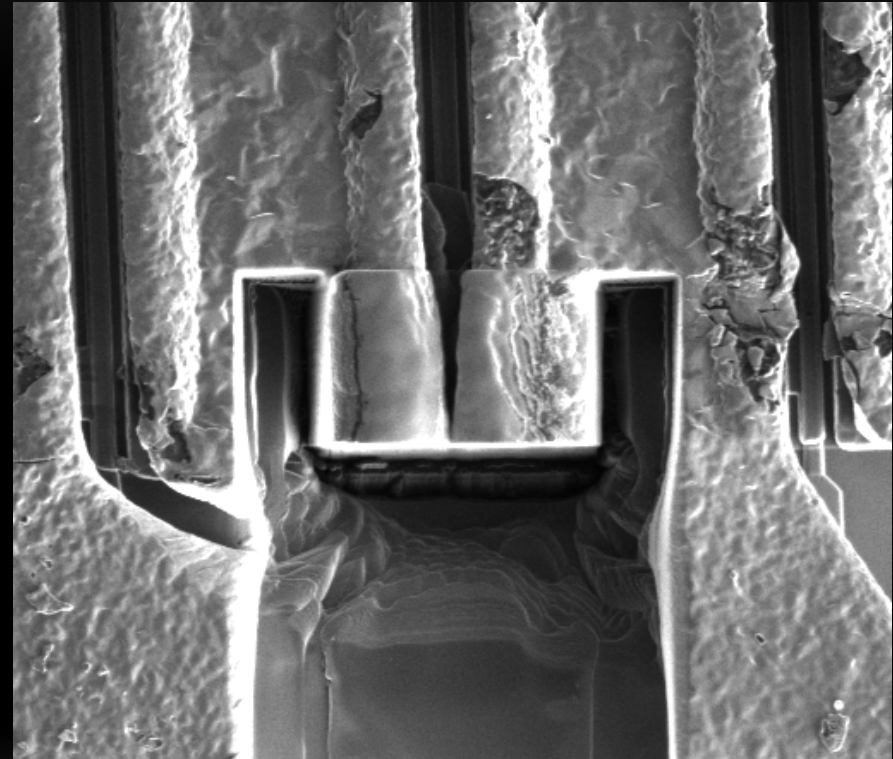
- РЭИМ *FEI Helios*
- Напыление защитного слоя $Pt \sim 1$ мкм
- Ионное травление кратера при напряжении ионного пучка 30 кВ и токе 9,3 нА; зачистка поперечного сечения при токе 2,8 нА
- Детектор *ETD (SE)*
- Ускоряющее напряжение электронного пучка: 2 кВ (ток – 86 пА)
- Ускоряющее напряжение ионного пучка: 30 кВ (ток - 0,92 нА)
- Размер получаемых изображений ($X \times Y$): 2048 \times 1768 пикселей (10,24 \times 8,84 мкм) (с учетом коррекции наклона образца)
- Глубина сканирования (по оси Z): 5,4 мкм
- Шаг по Z : 100 нм
- Количество срезов: 54



КРАТЕР ИОННОГО ТРАВЛЕНИЯ



HV	curr	WD	mode	det	mag	HFV	10 μ m
2.00 kV	86 pA	3.9 mm	SE	ETD	3 250 x	39.4 μ m	Helios D435

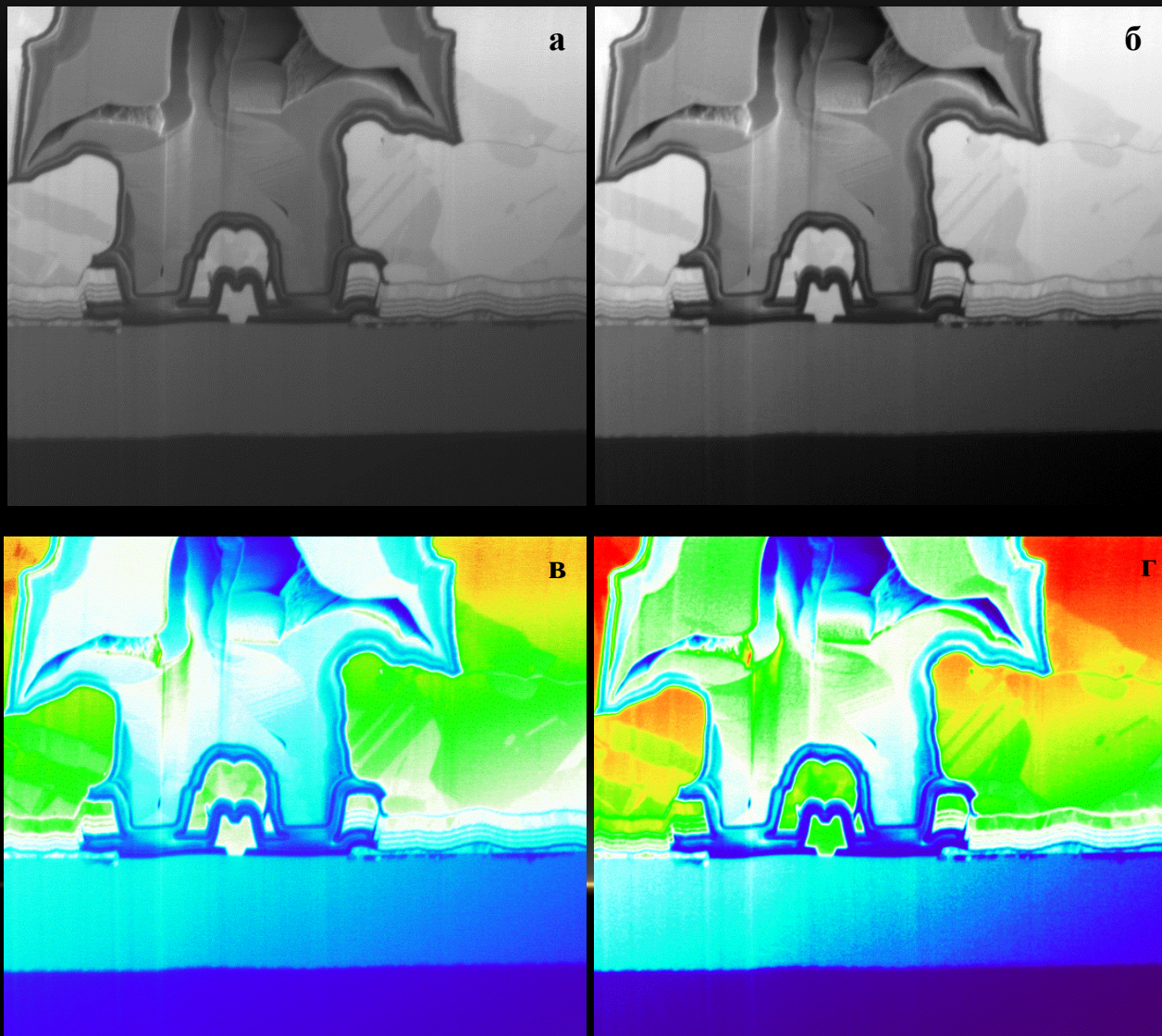


HV	WD	HFV	mag	det	curr	20 μ m
30.00 kV	16.5 mm	64.0 μ m	2 000 x	ETD	0.92 nA	Helios D434

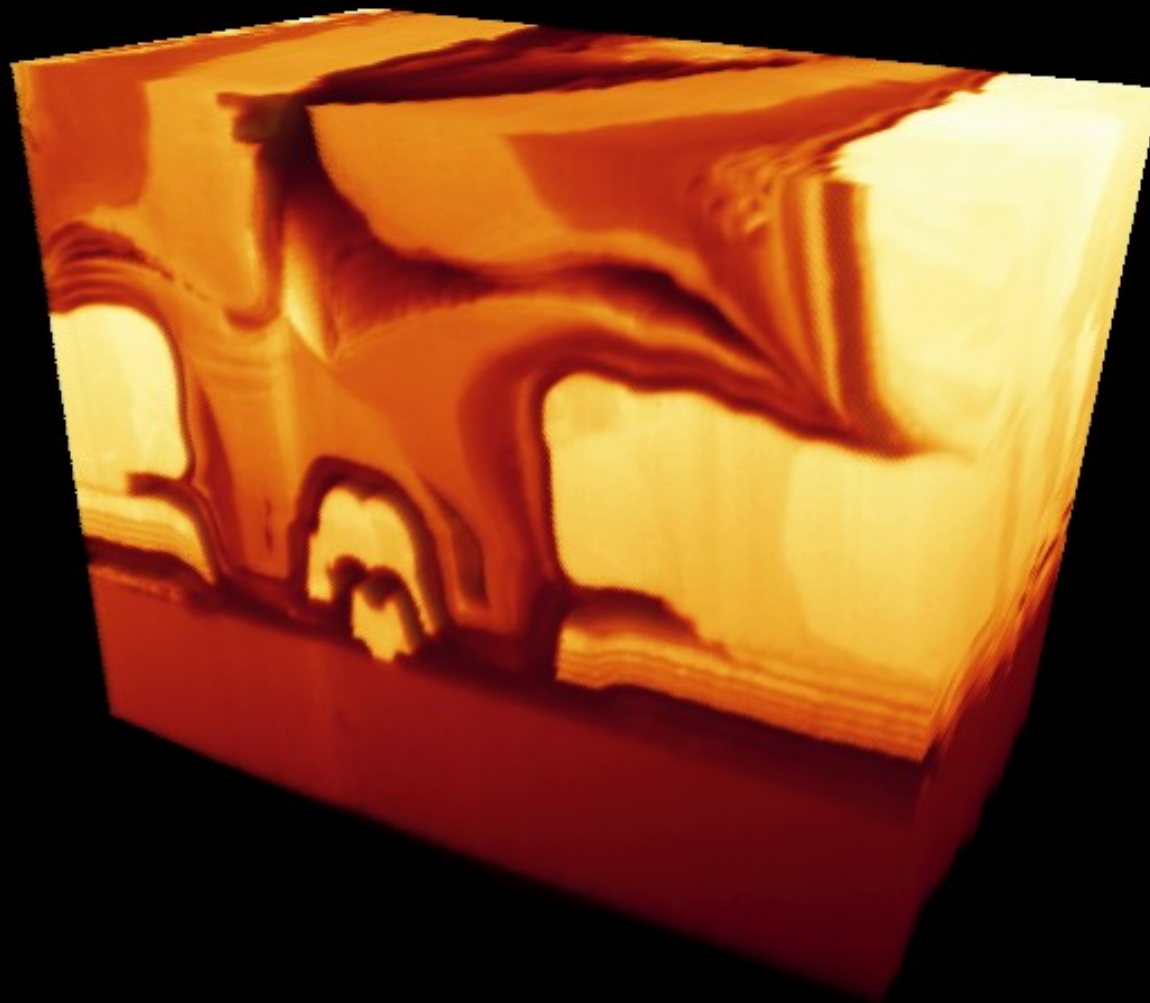
РЭМ изображение, полученное во вторичных электронах.

Изображение, полученное во вторичных ионах.

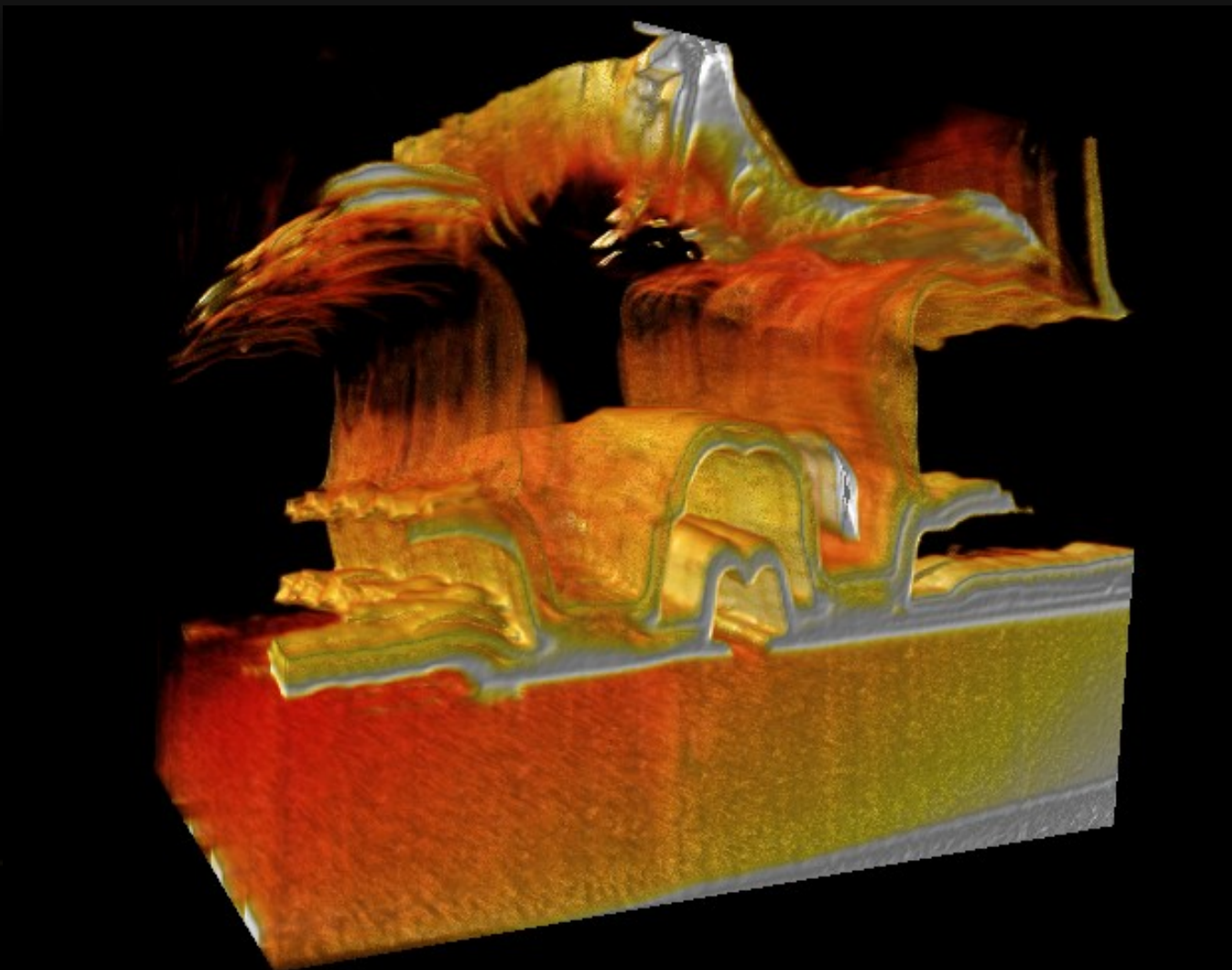
Обработка и фильтрация изображений: а – исходное изображение, б – изображение после применения регулировки яркости и контраста (*Adjust Brightness/Contrast*), медианного фильтра (*Median*) и фильтра усреднения (*Mean*) с улучшением контраста (*Enhance Contrast*), в, г – соответствующие псевдоцветовые изображения.



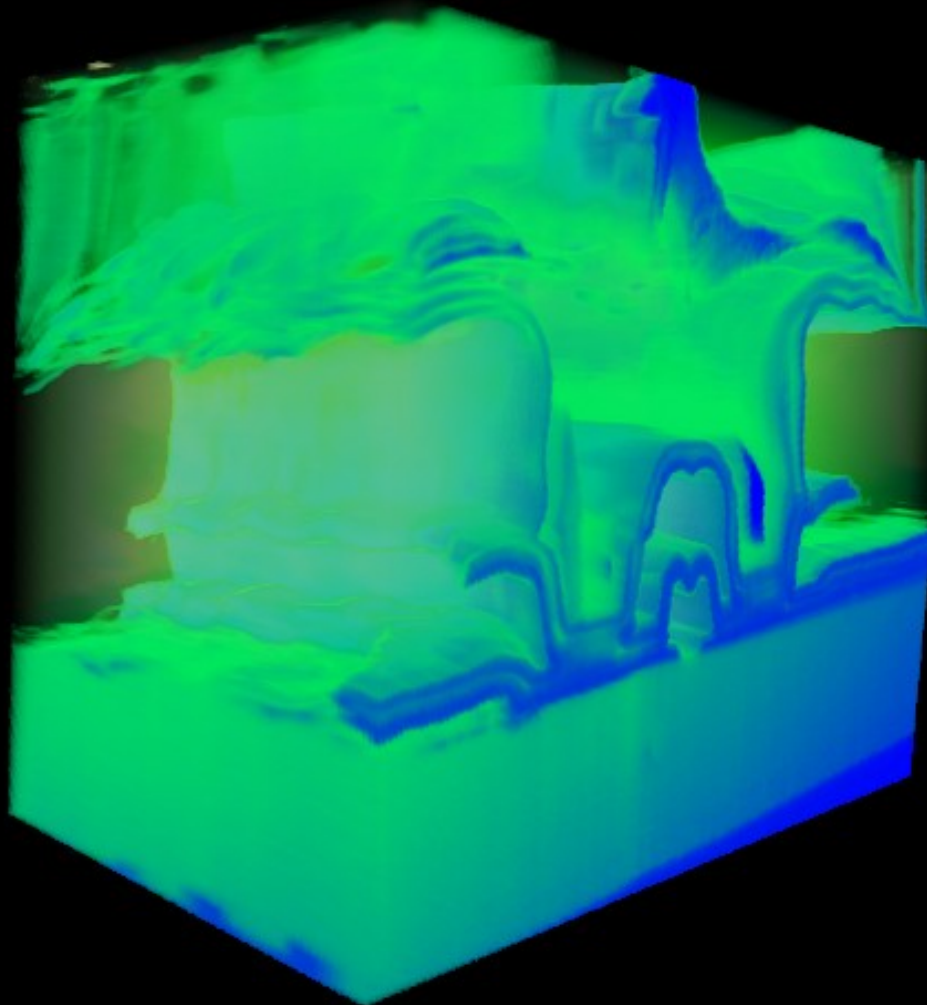
ОБЪЕМНАЯ ВИЗУАЛИЗАЦИЯ



ОБЪЕМНАЯ ВИЗУАЛИЗАЦИЯ С ПОДБОРОМ ПАРАМЕТРОВ ВИЗУАЛИЗАЦИИ



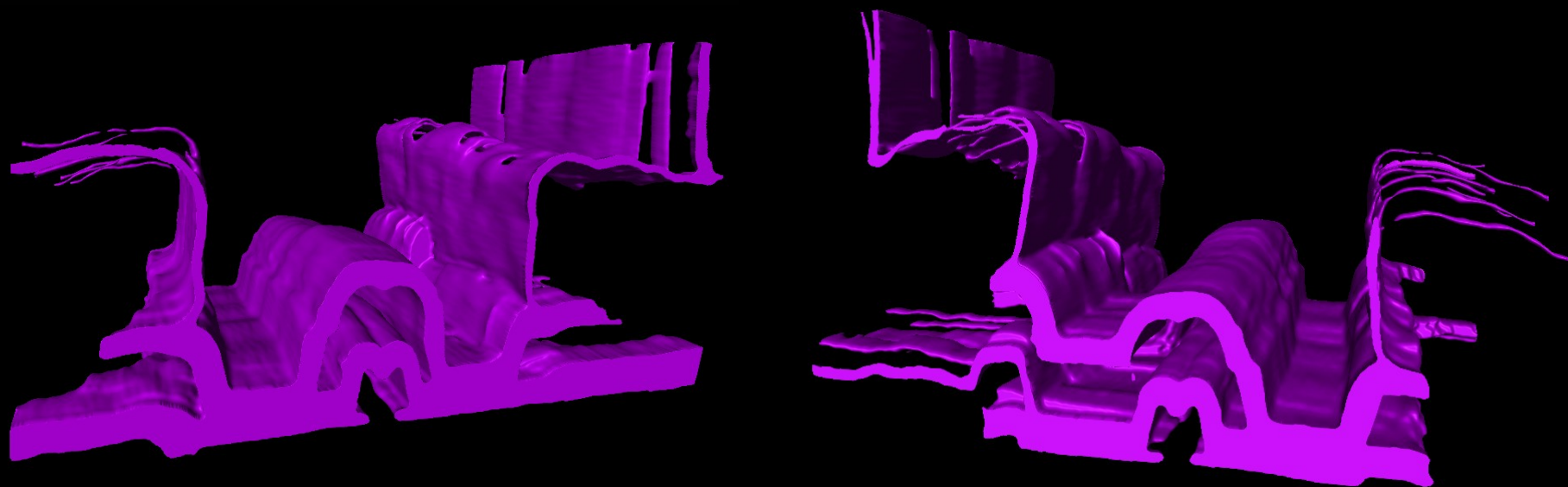
ОБЪЕМНАЯ ВИЗУАЛИЗАЦИЯ С ПОДБОРОМ ПАРАМЕТРОВ ВИЗУАЛИЗАЦИИ



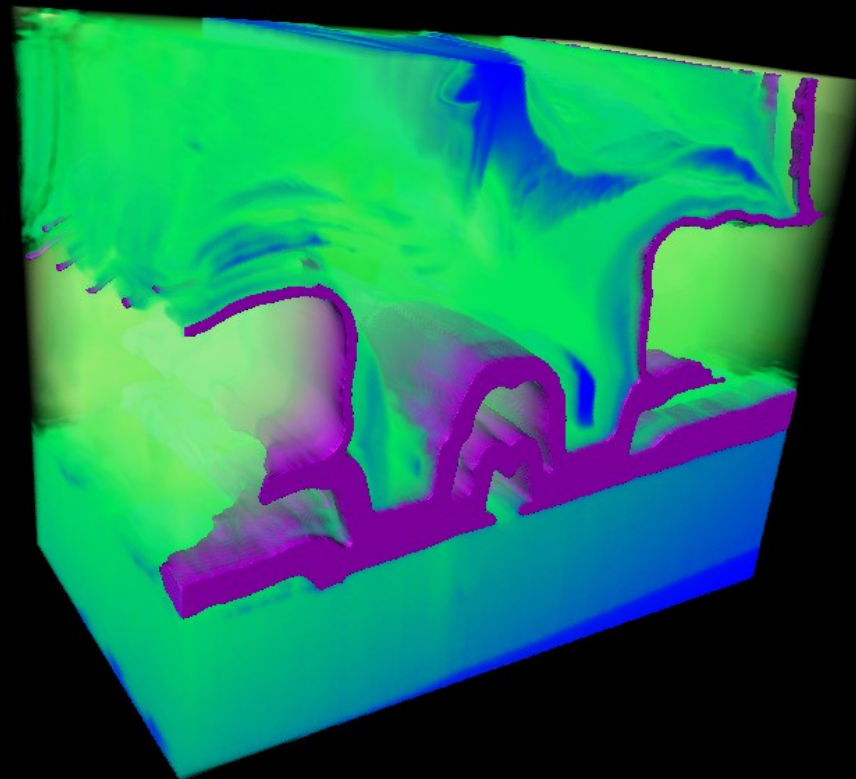
ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ ТРАНЗИСТОРА

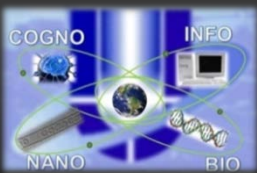


РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЭЛЕМЕНТОВ ТРАНЗИСТОРА

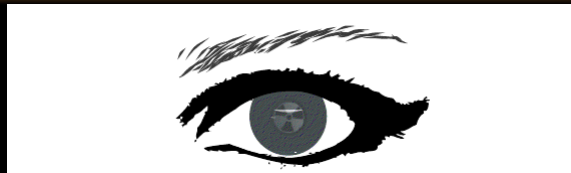


РЕКОНСТРУКЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЭЛЕМЕНТОВ ТРАНЗИСТОРА ВМЕСТЕ С ОБЪЕМНОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИЕЙ СРЕДЫ





- **Методы трехмерной электронной микроскопии**
- **Трехмерная реконструкция поверхности образца в РЭМ:**
 - Калибровка прибора и программы.
 - Исследование объектов микроэлектроники и новой техники.
Биокоррозия в образце после воздействия Pac. variety
- **Трехмерная растровая электронно-ионная микроскопия:**
 - Сверхпроводящие провода на основе Nb_3Sn
 - Транзистор
- **Томография в ПЭМ и ПРЭМ:**
 - Частицы палыгорскита
 - Бактериофаги



ЭЛЕКТРОННАЯ ТОМОГРАФИЯ ПЭМ И ПРЭМ

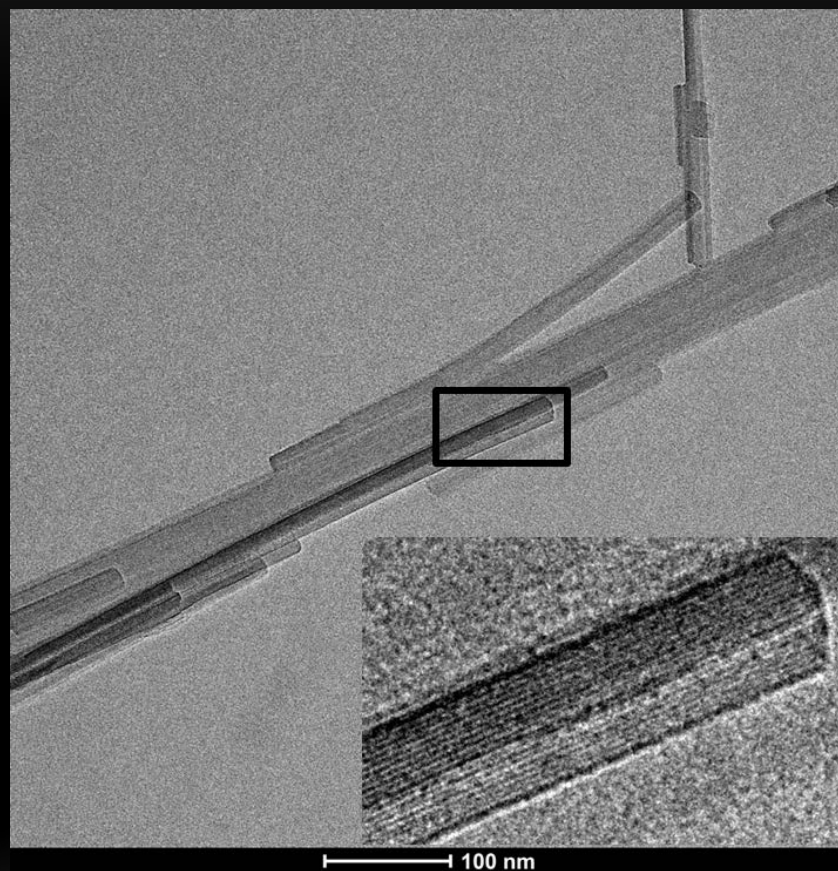


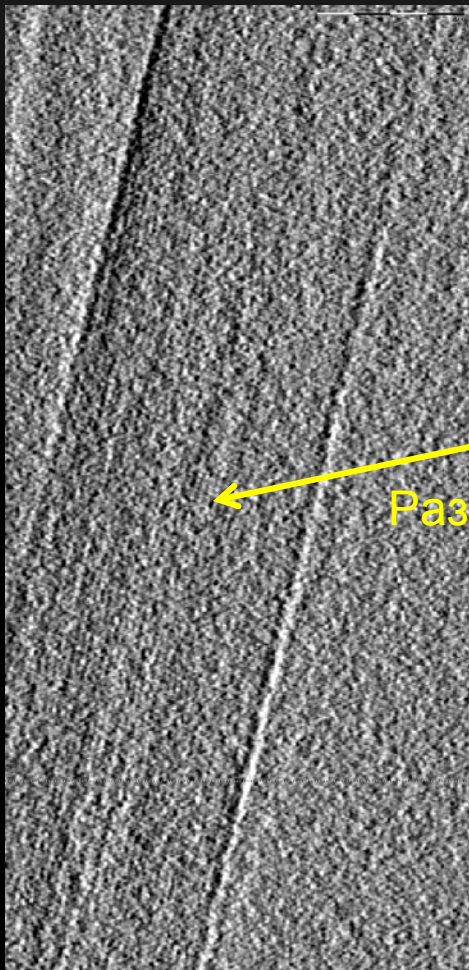
ΠΡΩΜ TITAN KRIOS

300 kV

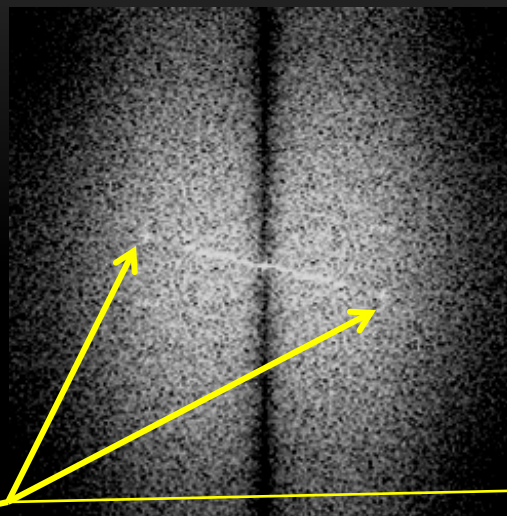


ЭЛЕКТРОННАЯ ТОМОГРАФИЯ ЧАСТИЦ ПАЛЫГОРСКИТА





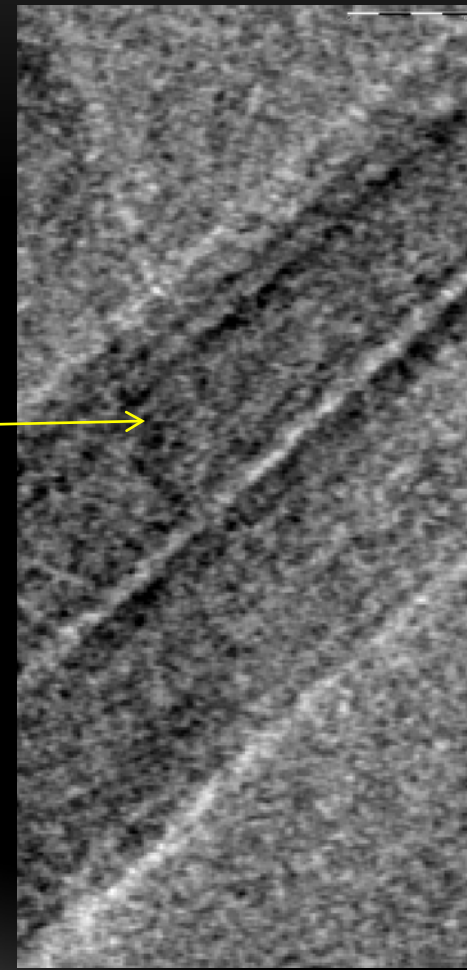
WBP реконструкция



Разрешение - 1,1 нм

Отсутствующий клин
(*Missing wedge*)

Реконструкция методом взвешенной обратной проекции (WBP) усиливает короткие частоты, которые позволяют увидеть контуры глины лучше. Для полного контрастного изображения итеративный метод реконструкции (SIRT) дает лучшие результаты.

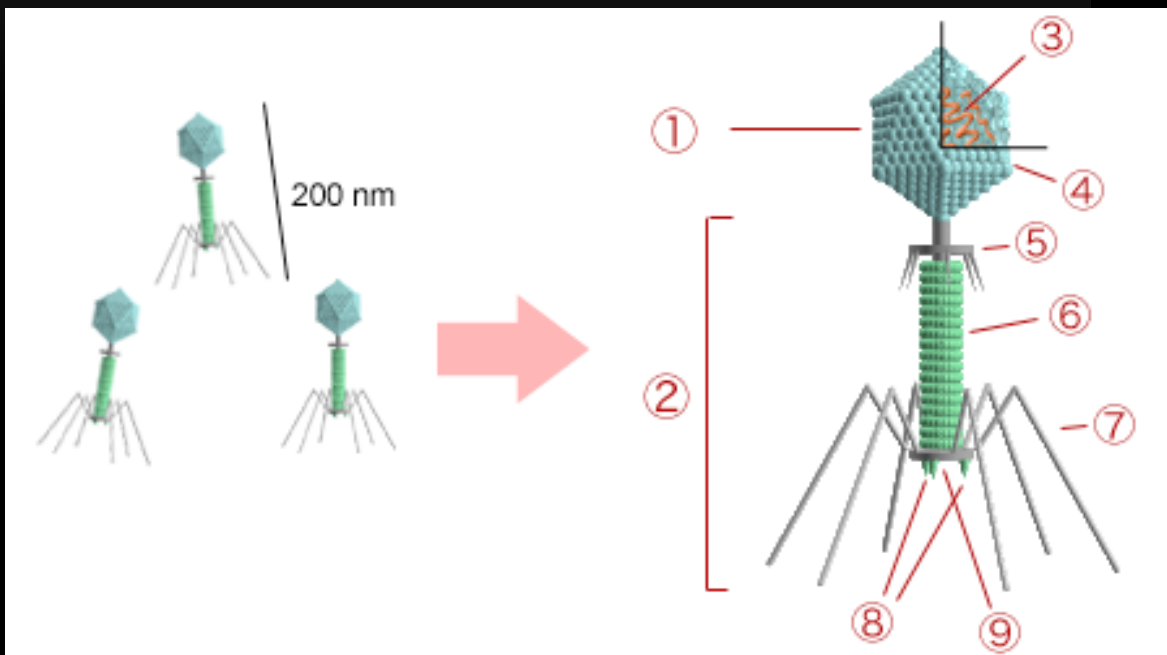


SIRT реконструкция

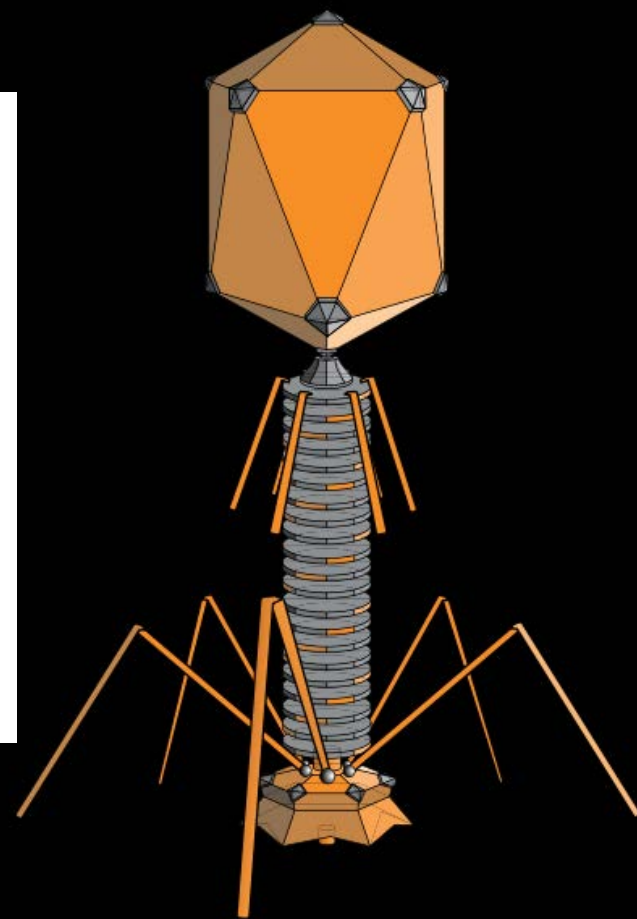
ОБЪЕМНАЯ ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ЧАСТИЦ ПАЛЫГОРСКИТА



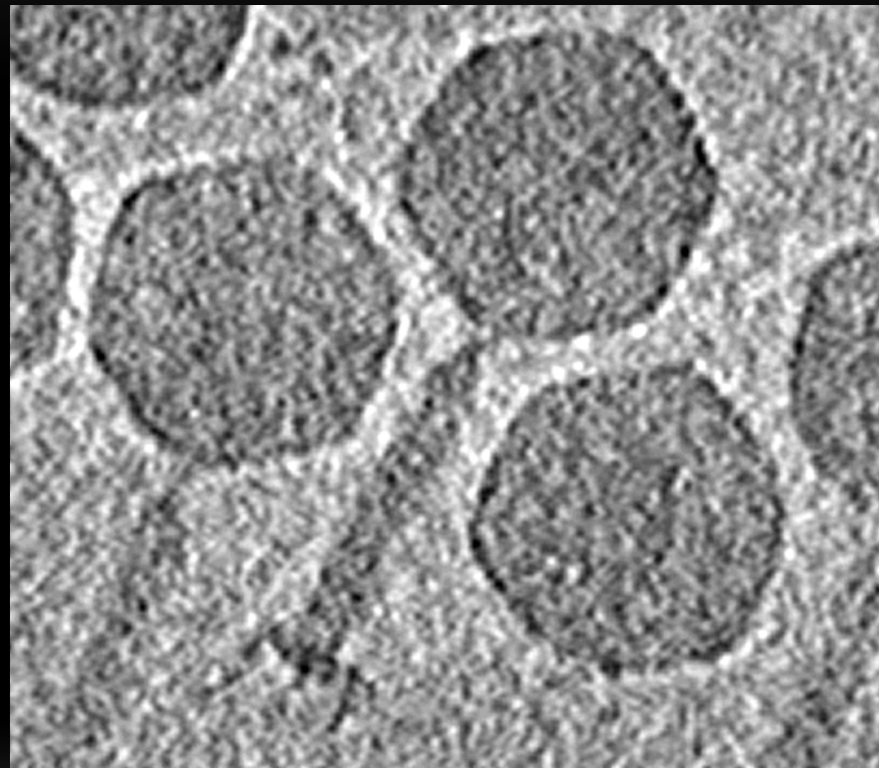
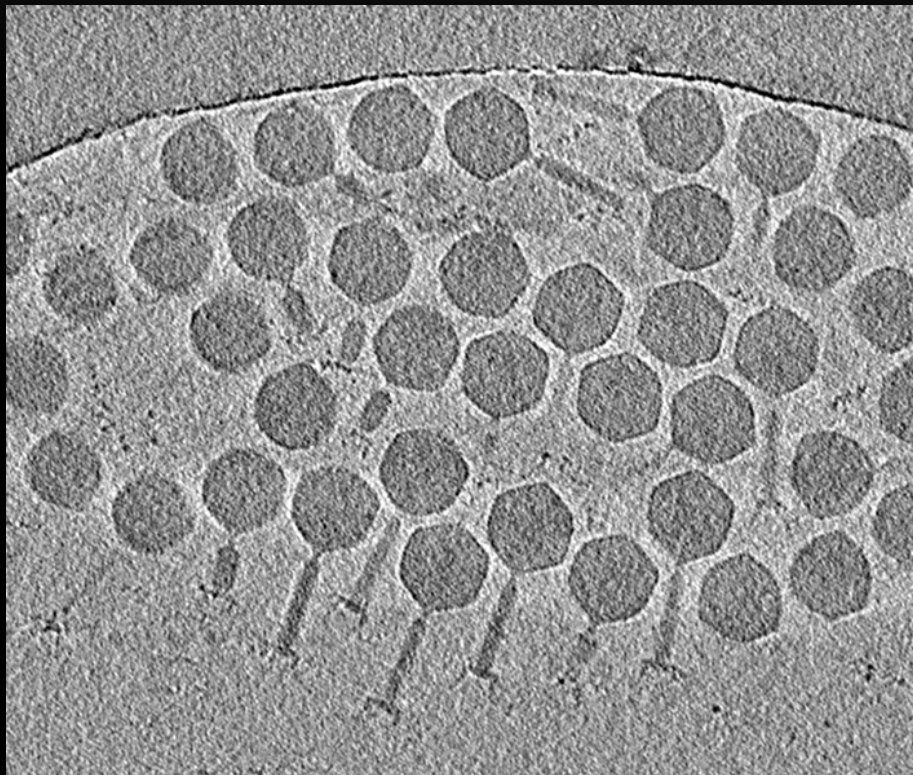
ЭЛЕКТРОННАЯ ТОМОГРАФИЯ БАКТЕРИОФАГОВ



1 — головка, 2 — хвост, 3 — нуклеиновая кислота, 4 — капсид, 5 — «воротничок», 6 — белковый чехол хвоста, 7 — фибриллы хвоста, 8 — шипы, 9 — базальная пластинка

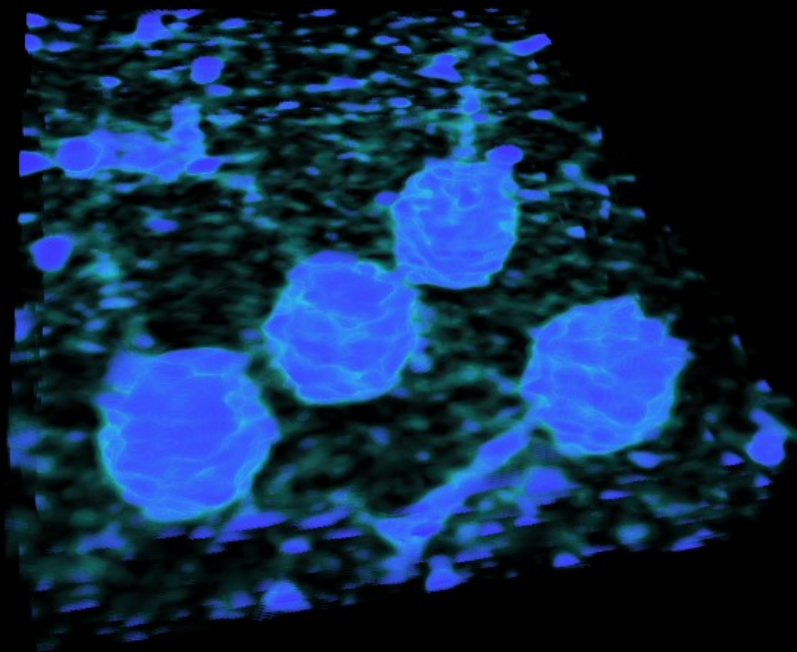
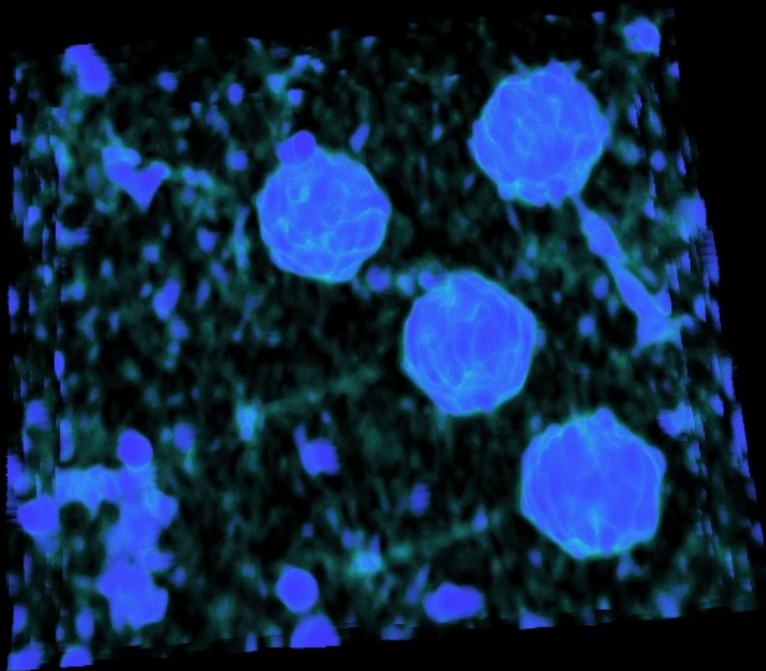


ИЗОБРАЖЕНИЯ БАКТЕРИОФАГОВ В ПЭМ



ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ БАКТЕРИОФАГОВ

ТРЕХМЕРНАЯ РЕКОНСТРУКЦИЯ БАКТЕРИОФАГОВ



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

- **Трехмерная реконструкция поверхностей образцов в РЭМ:**
 - Метод реконструкции опробован на образцах: калибровочная решетка TGZ3 и тестовый образец - решетки платиновых «кубов» и «цилиндров» (3×3) на кремниевой подложке. Произведено сопоставление с АСМ изображениями.
 - Реконструирована и исследована поверхность пленки на основе *AlGaN*.
 - Реконструирована и исследована поверхность скола ленты аморфного композитного сплава $Al_{85}Ni_9La_4Fe_2$.
 - Реконструирована и исследована поверхность ленты на основе сплава *Ni-W*.
 - Реконструирована и исследована поверхность образца биокоррозии после воздействия Рас. Variety.
- **Трехмерная растровая электронно-ионная микроскопия:**
 - Показано применение метода трехмерной растровой электронно-ионной микроскопии на примере исследования сверхпроводящих проводов на основе Nb_3Sn . Посредством визуализации и реконструкции поверхности волокон и их сердцевин выявлена трехмерная структура волокон (и, в частности, областей непрореагировавшего *Nb*) сверхпроводящих проводов на основе Nb_3Sn .
 - Произведена трехмерная реконструкция элементов транзистора.
- **Электронная томография ПЭМ/ПРЭМ:**
 - Методом электронной томографии реконструированы частицы палыгорскита.
 - Исследованы и реконструированы с помощью электронной томографии бактериофаги.

Спасибо за внимание!

ИСПОЛЬЗУЕМОЕ ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ

- *ImageJ 1.43u*
 - *Alicona MeX 5.1*
 - *Visage Imaging Amira 5.3.2*
 - *Visualization Sciences Group (VSG) Avizo® Fire 6.3.0*
-