

厚样品电子断层成像中的电子透过率非线性效应

曹猛, 李瀛台, 张海波, 王芳

(西安交通大学电子物理与器件教育部重点实验室, 710049, 西安)

摘要: 为提高透射电子显微术中厚样品电子断层成像的质量,研究了电子透过率与样品质量厚度之间的非线性关系对厚样品电子断层成像的影响.在微米量级厚样品电子透过率实测结果的基础上,通过计算机模拟生成系列投影像并进行了图像重构.模拟结果表明,电子透过率的非线性会在重构结果中产生伪结构,投影值偏离量随投影位置的变化率与伪结构相关.进一步评价了样品在不同倾斜角度范围时电子的非线性透过率对图像重构质量的影响,发现这种影响随样品倾斜角度增大而增强,并有可能降低图像重构的质量.

关键词: 断层成像;透射电子显微术;非线性效应;厚样品

中图分类号: TN16;O463 **文献标志码:** A **文章编号:** 0253-987X(2011)06-0050-05

The Nonlinear Effect of Electron Transmission in Electron Tomography for Thick Specimens

CAO Meng, LI Yingtai, ZHANG Haibo, WANG Fang

(Key Laboratory for Physical Electronics and Devices of the Ministry of Education,

Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: Nonlinear effects between electron transmission and mass thickness on the quality of electron tomography (ET) for thick specimens are studied to improve the quality of the ET for thick specimens in transmission electron microscopy. A series of projections are produced by simulation and then used to reconstruct images based on electron transmission through the microns-thick specimens. It is found from simulation that artifacts due to nonlinearity exist in the reconstruction result. The artifacts are relevant to the gradient deviation of projection with respect to the projection position. Moreover, effects of nonlinear electron transmission in different tilt angle ranges on reconstruction quality are investigated, and it is found that increasing tilt angle can enhance the effect of nonlinearity and reduce the quality of reconstructed images.

Keywords: tomography; transmission electron microscopy; nonlinear effect; thick specimen

基于透射电子显微镜(TEM)的电子断层成像术(ET)是目前被广泛应用于生物学、医学、材料科学、物理学和微电子学等领域的一个重要的微观结构三维检测手段^[1-4].近年来,对微米量级厚样品检测的需求日益增加,厚样品的三维结构表征正成为ET进一步应用的一个重要方向^[5-7].厚样品中透射电子的多次散射对ET有着重要的影响.一方面,电

子多次散射会导致TEM二维投影像变模糊^[8-9];另一方面,电子多次散射还会使得电子透过率性质变得复杂^[10].在薄样品中,透射电子以单次散射为主,电子透过率与样品质量厚度之间具有对数线性关系^[11],此时可认为明场工作模式下TEM二维投影像的灰度值与样品质量厚度也相应地具有对数线性关系,而当样品厚度增加,尤其是对于ET中样品倾

斜角度较大时,透射电子在样品中的多次散射增多.厚样品中电子的多次散射会使得电子透过率表现出复杂的非线性.由于电子透过率直接决定了电镜投影像的灰度值,因此透过率与等效厚度之间线性关系的偏离会导致使用电镜投影像的灰度值来计算样品质量厚度时产生偏差,从而进一步影响厚样品 ET 的重构质量.然而,对厚样品 ET 中电子透过率的非线性效应的研究目前尚未查到报道.

本文将研究厚样品 ET 中电子透过率与样品质量厚度之间的非线性效应.首先依据实验测得的高能电子透过率与样品质量厚度之间的非线性关系,通过计算机模拟得到一定结构的厚样品在不同倾斜角度下的投影像,然后利用这些投影像进行图像重构,分析电子非线性透过率对图像重构质量的影响及其成因.同时,还针对样品在不同倾斜角度下电子透过率非线性度强弱不同的现象,采用亮度和梯度评价方法研究了在不同倾斜角度范围时,电子非线性透过率对图像重构质量的影响.

1 研究方法

1.1 厚样品的电子非线性透过率

电子透过率可以通过测量 TEM 中的透射电流来获得. TEM 中的入射电子经样品原子散射后会呈现一定的角度分布.透射电子经物镜光阑过滤后,只有出射角度小于一定范围时才能被接收形成透射电流.用法拉第筒分别测量不同厚度样品对应的透射电子电流 I_t , 同时再测量无样品时的电子电流 I_0 , 电子透过率即为 I_t/I_0 . 本文的电子透过率数据来自于本课题组与大阪大学合作实验测量的高能电子透射不同厚度微米量级厚样品的透过率^[10]. 对厚度为微米量级的环氧树脂和 SiO_2 厚样品,实验测得的 2 MeV 高能电子透过率与样品等效厚度的关系如图 1 所示.可以看出,对于不同材料的样品,由于材料密度不同,相同等效厚度下电子透过率值有所不同,但透过率与等效厚度之间的关系却类似.当样品的等效厚度较小时,电子透过率的对数值与等效厚度之间具有很好的线性关系.图中还给出了用环氧树脂样品透过率的线性部分数据(对应等效厚度小于 $5\text{ }\mu\text{m}$)拟合得到的直线,其拟合系数达到了 0.99.当样品厚度增加时,这种线性关系开始产生偏离,且这种偏离随等效厚度增加而加剧.由于电子的透过率主要取决于电子在样品中的散射,因此对非晶样品而言,图 1 所给的结果能够反映透过率与样品厚度之间关系的普遍规律.

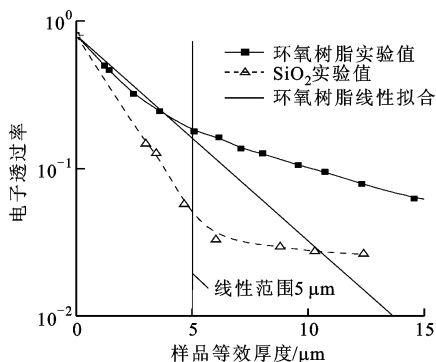


图 1 电子透过率与等效厚度之间的关系

1.2 电子断层成像的计算机模拟

本文采用计算机模拟的方法来研究电子非线性透过率对厚样品 ET 的影响.由于实际的三维重构结果可以通过许多二维切面的叠加得到,本文通过二维模型来进行研究.模拟使用的厚样品横截面如图 2 所示,它表示均匀板状厚样品中包含一个通孔.这一结构虽然简单,却是各类微纳器件中经常出现的一种典型结构^[12-13].模拟使用了环氧树脂电子透过率的实验值,首先计算出样品在不同倾斜角度下的等效厚度分布.为了减小因采样不足造成的信息损失的影响^[14],这里倾斜角度步长设定为 0.1° .同时,为了避免大倾斜角度信息损失锥的影响,本文计算了样品在 $\pm 90^\circ$ 倾斜角度范围内的情况.得到有效厚度后,再依据图 1 中环氧树脂电子透过率与等效厚度的实验值计算出相应的投影,最后利用这一系列投影采用滤波背投影算法进行图像重构,并分析电子非线性透过率对重构结果的影响.



图 2 模拟中使用的厚样品横截面图

2 结果与分析

2.1 重构结果中的伪结构

模拟所得到的重构结果如图 3 所示.为了区分出重构算法的影响,图 3a 给出了无电子非线性透过率影响时的重构结果,图 3b 给出了有电子非线性透过率影响时的重构结果.可以看出,由于倾斜角间隔足够密且充分考虑了大样品倾斜角度的影响,当没有非线性效应的影响时,图 3a 的重构结果准确地再现了样品的结构.受到电子非线性透过率的影响,图 3b 的重构结果中出现了一些伪结构,主要表现为:

在原来本应是均匀的区域出现了起伏,重构图像上表现为灰度的伪等值线;等值线在样品的边缘附近分布比较密集;另外,在样品中部通孔的边界处,也出现了异常的伪结构。



(a)无电子非线性透过率



(b)有电子非线性透过率

图3 电子非线性透过率对重构结果的影响

2.2 伪结构的成因分析

电子非线性透过率在ET重构结果中造成的伪结构,可以通过投影与重构结果之间的关系进行分析。根据断层成像的中心截面定理,由投影 $p(s, \theta)$ 可得到图像上点 (x, y) 处的重构灰度值

$$R(x, y) = \frac{1}{2\pi^2} \int_0^\pi \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{x \cos \theta + y \sin \theta} \frac{\partial p(s, \theta)}{\partial s} ds d\theta \quad (1)$$

式中: s 为点 (x, y) 的投影位置距原点的距离; θ 为样品倾斜角度。

如果投影值 $p(s, \theta)$ 与样品质量厚度严格成正比,则重构结果 $R(x, y)$ 就准确地表示了样品内部的质量密度信息,而当投影值因电子非线性透过率产生偏离时,重构结果中就会包含这种由偏离引起的伪结构。假设电子非线性透过率引起投影值的偏离为 $N(p)$,则根据式(1),这一偏离在重构结果中引入的伪结构强度分布为

$$A(x, y) = \frac{1}{2\pi^2} \int_0^\pi \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{1}{x \cos \theta + y \sin \theta} \cdot \frac{\partial N(p)}{\partial p} \frac{\partial p(s, \theta)}{\partial s} ds d\theta \quad (2)$$

将式(2)与式(1)相对比可以看出, $A(x, y)$ 与 $R(x, y)$ 的差别在于被积函数中用 $(\partial N/\partial p)(\partial p/\partial s)$ 替换了原来的 $(\partial p/\partial s)$,因而 $(\partial N/\partial p)$ 的性质决定了电子非线性透过率引起的伪结构的分布情况。在样品内部原本均匀的区域,相邻位置对应的等效厚度相差不大,因而透过率非线性效应引起的投影值偏离量较接近,这就意味着 $(\partial N/\partial p)$ 的值较小,伪结构较弱。因此,图3b中样品内部的伪等值线分布较稀

疏,而在靠近样品边缘和样品内部通孔的边界处,由于 $(\partial N/\partial p)$ 值较大,伪等值线分布比较密集。

2.3 样品倾斜角度范围的影响

由于ET中不同样品倾斜角度对应的等效厚度不同,其对应的电子非线性透过率的影响也不同。本文通过样品在不同倾斜角度范围内的投影所对应的图像重构质量,来说明不同样品倾斜角度范围内电子非线性透过率的影响。在成像质量的评价上,本文采用SSIM算法^[15]和GSSIM算法^[16]来计算重构结果与原图像之间的归一化亮度相似度和梯度相似度,并以此作为评价图像质量的依据。归一化相似度越高,表示两幅图像越接近。图像的亮度评价利用两幅图像亮度的平均值为基础来衡量两幅图像的相似度,它反映的是两幅图像在整体结构上的相似性。图像的梯度评价则通过比较两幅图像中的细节反差和纹理特征变化来计算相似性,它反映的是两幅图像在细节上的差异。

图4为图像重构质量的亮度评价与样品倾斜角度范围之间的关系。这里横坐标表示重构时使用的最大样品倾斜角度,最大样品倾斜角度 θ 表示样品倾斜角度范围为 $-\theta$ 到 θ 。为了方便比较,图中还给出了没有电子非线性透过率效应时的结果。可以看出,无论是否存在电子非线性透过率的影响,图像重构质量的亮度评价均随着样品倾斜角度范围的增加而增高。这是因为无论是否存在非线性,电子透过率与样品质量厚度之间都是单调关系,投影的整体分布不会因电子非线性透过率而发生变化,因而投影数目的增多总是有助于图像重构亮度质量的提高,但当存在电子非线性透过率的影响时,图像重构质量与无非线性影响的图像质量之间的差距越来越大,这意味着随着样品倾斜角度的增大,非线性会增强,所以亮度质量会下降得比较多。

图5为成像质量的梯度评价与样品倾斜角度范

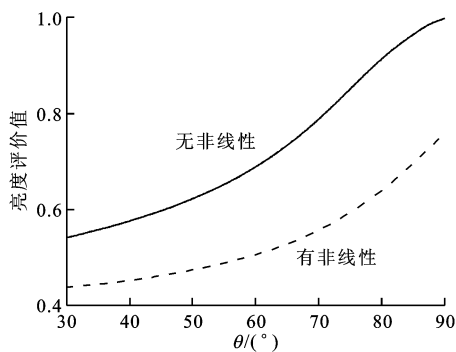


图4 有、无电子非线性透过率影响时图像重构质量的亮度评价与样品倾斜角度范围的关系

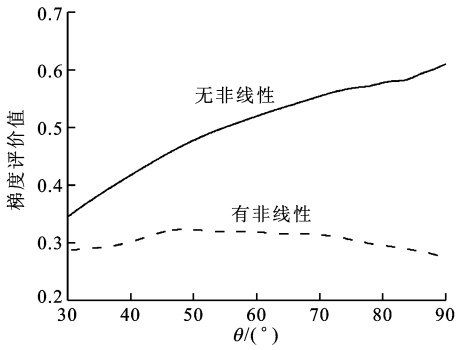


图 5 有、无电子非线性透过率影响时图像重构质量的梯度评价与样品倾斜角度范围的关系

围之间的关系. 在大的样品倾斜角度下, 由于电子非线性透过率的影响, 图像的细节信息损失严重. 同时, 通过前面的分析可知, 电子非线性透过率对样品中具有一定纹理特征的突变部位影响更大, 更容易导致重构的中细节纹理信息的损失和伪结构的增多. 因此, 在图中可以看到, 当样品倾斜角度范围超过一定的范围以后, 有非线性影响的图像重构的梯度评价随着样品倾斜角度范围的增加不升反降. 例如当样品倾斜角度范围超过 70° 时, 梯度评价随倾斜角度范围增大而出现明显的下降.

在一般情况下, 增大样品倾斜角度范围有助于提高图像重构质量, 而厚样品 ET 中大样品倾斜角度的投影对重构却存在正反两方面的作用. 一方面, 增大重构使用的样品倾斜角度范围可以减小信息损失锥, 有利于提高重构质量; 另一方面, 在大的倾斜角度下, 样品的有效厚度急剧增加, 透射电子在样品中的多次散射增多, 透过率的非线性也随之增强, 这就会导致重构结果中出现更多的由电子非线性透过率引起的伪结构, 并造成重构质量下降. 因此, 在厚样品 ET 中, 样品倾斜角度不宜取得过大.

3 结 论

本文探讨了厚样品 ET 中电子透过率与样品质量厚度之间的非线性效应, 并得到以下结论.

(1) 电子非线性透过率会导致图像重构结果中出现伪结构. 伪结构在样品边缘附近和特征结构边界处分布更加密集.

(2) 电子透过率非线性效应与其引起的投影像偏离量的变化率密切相关, 因而其在结构突变部位影响更大.

(3) 电子透过率非线性效应随样品倾斜角度增大而增强, 并可能降低图像重构质量, 在厚样品 ET

中, 样品倾斜角度不宜取得过大.

本文针对一个相对简单的结构, 通过计算机模拟研究了厚样品 ET 中电子非线性透过率的影响, 其结果对于进一步深入研究电子非线性透过率对厚样品 ET 的影响具有参考价值. 实际中的厚样品可能含有多种材料, 具有更加复杂的结构. 因为电子透过率非线性效应导致的伪结构在结构边缘处分布更加复杂密集, 所以在复杂结构和多种材料之间的边界处将会出现更多和更复杂的伪结构. 同时, 厚样品 ET 还会受到投影像模糊、记录介质的非线性^[17]等诸多其他因素的影响, 这些因素的综合作用使得厚样品 ET 的规律更加复杂. 我们在进一步的工作中将结合理论分析、计算机模拟和实验对相关内容进行系统的研究.

参考文献:

- [1] MIDGLEY P A, DUNIN-BORKOWSKI R E. Electron tomography and holography in materials science [J]. Nature Materials, 2009, 8(4): 271-280.
- [2] ANDERSSON B V, HERLAND A, MASICH S, et al. Imaging of the 3D nanostructure of a polymer solar cell by electron tomography [J]. Nano Letters, 2009, 9(2): 853-855.
- [3] YUAN Pei, ZHOU Xufeng, WANG Hongning, et al. Electron-tomography determination of the packing structure of macroporous ordered siliceous foams assembled from vesicles [J]. Small, 2009, 5(3): 377-382.
- [4] URBAN E, JACOB S, NEMETHOVA M, et al. Electron tomography reveals unbranched networks of actin filaments in lamellipodia [J]. Nature Cell Biology, 2010, 12(5): 429-436.
- [5] TAKAOKA A, HASEGAWA T, YOSHIDA K, et al. Microscopic tomography with ultra-HVEM and applications [J]. Ultramicroscopy, 2008, 108(3): 230-238.
- [6] KAMIOKA H, MURSHID S A, ISHIHARA Y, et al. A method for observing silver-stained osteocytes in situ in 3-μm sections using ultra-high voltage electron microscopy tomography [J]. Microscopy and Microanalysis, 2009, 15(5): 377-383.
- [7] AOYAMA K, TAKAGI T, HIRASE A, et al. STEM tomography for thick biological specimens [J]. Ultramicroscopy, 2008, 109(1): 70-80.
- [8] WANG Fang, ZHANG Haibo, CAO Meng, et al. Image quality of microns-thick specimens in the ultra-high voltage electron microscope [J]. Micron, 2010,

- 41(5): 490-497.
- [9] 杨超, 张海波, 鹰冈昭夫. 电子显微镜成像质量与样品倾斜角度关系的数值化评价 [J]. 西安交通大学学报, 2003, 37(10): 1063-1066.
YANG Chao, ZHANG Haibo, TAKAOKA A. Quantitative relationship between transmission electron microscopy image quality and specimen tilt angle [J]. Journal of Xi'an Jiaotong University, 2003, 37(10): 1063-1066.
- [10] ZHANG Haibo, WANG Fang, TAKAOKA A. Measurement of electron transmission through tilted thick specimens with an ultrahigh voltage electron microscope [J]. Journal of Electron Microscopy, 2007, 56(2): 51-55.
- [11] FULTZ B, HOWE J M. Transmission electron microscopy and diffractometry of materials [M]. 3rd ed. Berlin, Germany: Springer, 2008.
- [12] ZHANG Haibo, ZHANG Xiangliang, WANG Yong, et al. Tomography experiment of an integrated circuit specimen using 3 MeV electrons in the transmission electron microscope [J]. Review of Scientific Instruments, 2007, 78(1): 013071.1-013071.4.
- [13] CAO Meng, ZHANG Haibo, LI Chao, et al. Effect of sample structure on reconstruction quality in computed tomography [J]. Review of Scientific Instruments, 2009, 80(2): 026104.1-026104.3.
- [14] CAO Meng, ZHANG Haibo, LÜ Yong, et al. Formation and reduction of streak artefacts in electron tomography [J]. Journal of Microscopy, 2010, 239(1): 66-71.
- [15] WANG Zhou, BOVIK A C, SHEIKH H R, et al. Image quality assessment: from error visibility to structural similarity [J]. IEEE Transactions on Image Processing, 2004, 13(4): 600-612.
- [16] 杨春玲, 旷开智, 陈冠豪, 等. 基于梯度的结构相似度的图像质量评价方法 [J]. 华南理工大学学报, 2006, 34(9): 22-25.
YANG Chunling, KUANG Kaizhi, CHEN Guanhai, et al. Gradient based structural similarity for image quality assessment [J]. Journal of South China University of Technology, 2006, 34(9): 22-25.
- [17] 杨超, 张海波. 胶片非线性特性对电子断层摄影术成像质量的影响 [J]. 西安交通大学学报, 2005, 39(8): 832-835.
YANG Chao, ZHANG Haibo. Simulation study on effect of film nonlinearity on quality of electron tomography [J]. Journal of Xi'an Jiaotong University, 2005, 39(8): 832-835.

(编辑 刘杨)