

穿透式電鏡三維立體成像術

TEM 3D Imaging Techniques

鮑忠興

Jong-Shing Bow

TEM 除了具有優越的二維影像分辨率外，也有三維的成像能力，可進一步探索材料的三度空間顯微結構。TEM 立體影像顯微術屬於較簡單的三維立體成像術，可分析簡單的晶體缺陷結構，如差排、疊差，和一些具有特定晶面的析出物等。電子束體層攝影術則是較複雜的技術，包含影像攝取、調整、重建與具像化四步驟，此技術可分析包括半導體元件等複雜的顯微結構。

Besides high resolution for 2D images, TEM also offers 3D imaging ability which is able to explore 3D microstructure in the materials. TEM stereo microscopy can resolve simple crystal defect structure such as dislocations, stacking faults, and some precipitates with defined crystal planes; while TEM tomography is a more complicated technique, which including acquisition, alignment, reconstruction, and visualization for steps, being applied to explore more complicated microstructure including the architectures of semiconductor devices.

一、前言

穿透式電鏡 (transmission electron microscope, TEM) 除了具有超高的分辨率和解析度等特性外，大場深 (depth of field) 也是其特色之一。場深的定義如圖 1 所示，在正聚焦的情況下，沿光軸前後移動試片 $0.5 S$ 的距離，在此移動範圍內，成像面上影像清晰度的改變小於影像分辨率，也就是說，影像模糊的程度無法被察覺，則 S 定義為場深。一般 TEM 振幅對比影像的場深大於 200 奈米⁽¹⁾，而典型的 TEM 試片厚度小於 100 奈米，因此試片內的所有顯微結構組織，包含析出物、晶體缺陷等，不論在試片的上方或下方，都同時清晰的顯示於同一張影像中。這種大場深的優點是調整一種聚焦條件，就可以看清試片內的所有顯微結構；缺點則是無法

判別某些顯微組織在 z 方向的相對位置，和某些特殊顯微組織的立體幾何結構，例如：不規則析出物的立體形狀、奈米析出物的分布、晶體缺陷，以及半導體元件中銅導孔的各層薄膜結構等^(2,3)。隨著 TEM 技術的演進和 TEM 機台功能的增加，科學家和工程師探索立體顯微結構的需求也愈來愈強烈。

早期 TEM 立體成像術利用光學方法，先從兩個不同角度拍攝影像，再利用立體觀視鏡 (stereo viewer) 拉成三維立體影像，稱為 TEM 立體影像顯微術 (TEM stereo microscopy)⁽⁴⁾，屬於簡易的立體成像術，可用來分析簡單的晶體缺陷結構，如差排 (dislocations)、疊差 (stacking faults)，和一些具有特定晶面的析出物 (precipitates) 等。近代的 TEM 立體成像術則利用電腦精細控制試片臺 (specimen stage) 的傾轉，從多角度拍攝一系列的影像，再用

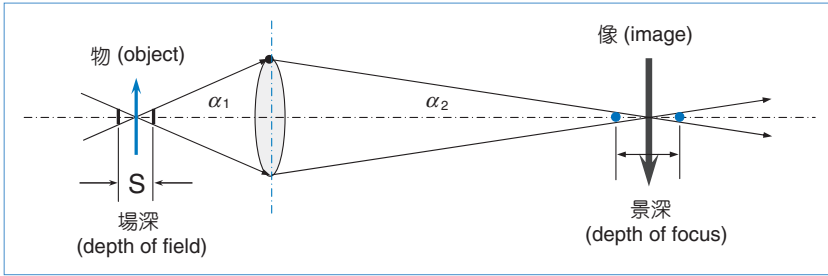


圖 1. TEM 光學系統中场深和景深的定義。

影像處理軟體重建成三維景物，雖然目前尚未臻完美，但是已經發展到實用階段，此技術稱為電子束體層攝影術 (electron tomography)⁽⁵⁾。

電子體層攝影術自 1997 年起應用於生醫科學⁽⁶⁾，隨後應用於材料科學。台灣自 2005 年後，學校和工業界開始引進此技術，應用於奈米材料分析與半導體元件中奈米級的缺陷，例如銅導孔 (via) 中的空孔 (voids) 分析。依其發展的順序，本文先介紹 TEM 立體成像術，再介紹電子束體層攝影術。

二、TEM 立體影像顯微術

這個傳統的 TEM 立體成像術和光學立體成像術相似，先從二個大於 10° 的角度拍攝待分析物，如圖 2 所示。再利用立體觀視鏡 (圖 3 列示二種常用的型式) 觀察此組影像，正常的眼睛在幾秒鐘的注視後，即可產生三維立體影像的視覺。高階的立體觀視鏡附設有兩道光束，可以指向特定的物體，從光束的移動距離和影像倍率，可以推算特定 z 方向的距離。此技術可以用來分析一些小析出物的相

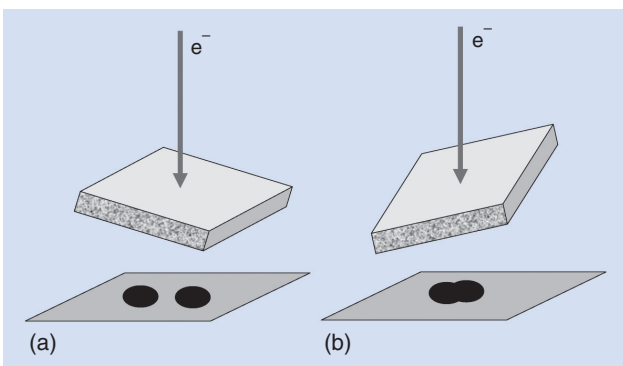


圖 2. TEM 立體影像顯微術示意圖。(a) 和 (b) 為一立體對偶 (stereo pairs)。

對位置和差排線的移動^(7,8)。

半導體元件基板差排深度分析是此類型立體影像技術的特例。半導體元件在剝除基板上的氧化層後，留下許多主動區的蝕刻圖案，在 (1 0 0) 型晶片上，這些圖案的邊緣沿 $\langle 1 1 0 \rangle$ 走向，利用這些圖案的邊界當參考線，分析平面型的 TEM 試片，可以分析主動區內差排的深度分布⁽⁹⁾，不用作難度較高的定點橫截面試片⁽¹⁰⁾。圖 4 示意圖解說此分析技術。首先將試片傾轉 (tilt) 至 $z = [1 0 0]$ 晶帶軸向，拍攝第一張影像，該影像的橫截面示意圖即為圖 4(a) 的情形，此時差排線中的點 p 和參考線 AB 的空間垂直距離為 L ， L 和 (1 0 0) 面的夾角為 θ ， H_1 為點 p 的深度， R_1 為 TEM 影像中點 p 和線 AB 的距離，彼此間的幾何關係為：

$$R_1 = L \cos \theta_1 \quad (1a)$$

$$H_1 = L \sin \theta_1 \quad (1b)$$

方程式中有三個未知數： L 、 H_1 、 θ_1 ，只有兩個方程式和一個已知數，不足以解出 L 、 H_1 、 θ_1 。先利用接近 $[0 1 1]$ 軸 (即線 AB) 順時針傾轉試片到 $g = \langle 0 2 2 \rangle$

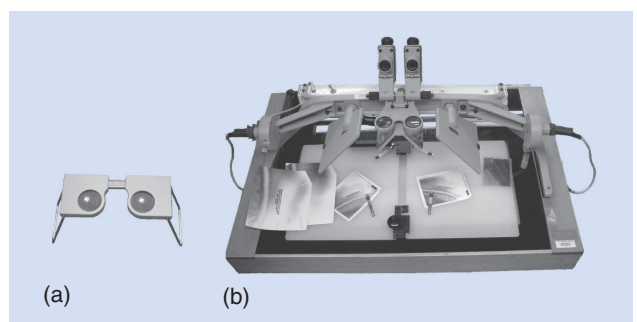
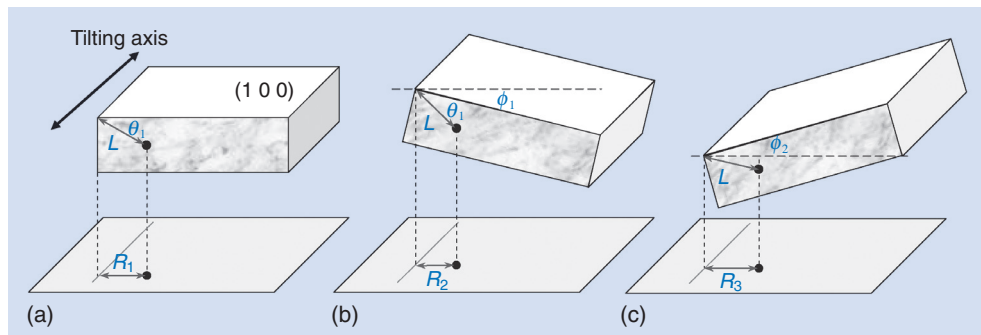


圖 3. 立體觀視鏡。(a) 簡易型；(b) 高階型，可測量立體對偶照片內待分析物 z 方向的距離。

圖 4. TEM 立體影像顯微術分析半導體基板內缺陷深度的示意圖。(a) $z = [1\ 0\ 0]$; (b) 順時針傾轉 ϕ_1 ; (c) 逆時針傾轉 ϕ_2 。



的雙束 (two beams) 繞射條件，拍攝第二張影像。若傾轉角度為 ϕ_1 ，則 TEM 影像中點 p 和線 AB 的距離變為 R_2 ：

$$R_2 = L \cos(\theta_1 + \phi_1) \quad (2)$$

再利用同一個傾轉軸逆時針傾轉試片約 $2\phi_1$ ，仍保持雙束繞射條件，拍攝第三張影像。假設實際上相對於第一張影像的傾轉角度為 ϕ_2 ，TEM 影像中點 p 和線 AB 的距離變為 R_3 ：

$$R_3 = L \cos(\theta_1 - \phi_2) \quad (3)$$

在 (2) 和 (3) 式中 R_2 、 R_3 、 ϕ_1 、 ϕ_2 都是已知數，可以計算得出 L 和 θ_1 ，再代入 (1b) 式中即可得出點 p 的深度 (H_1)。利用上述的程序，計算差排線中數個易辨認的轉折點，則整條差排線的深度分布便可得知。

和下節要討論的體層攝影術相比，立體影像顯微術操作上相對簡單許多，只需要二至三組的影像和繞射圖案，因此無法解析形狀複雜的微結構體，但是對於簡單的微結構體，例如：差排、雙晶、疊差，和規則的析出物等，卻是很實用的分析技術。立體成像術有二個重要的特點：(1) 繞射條件維持不變，所以待分析物不會有明暗反轉的問題；(2) TEM 無需添加任何硬體設備或介面軟體，只需人員訓練。

三、電子束體層攝影術

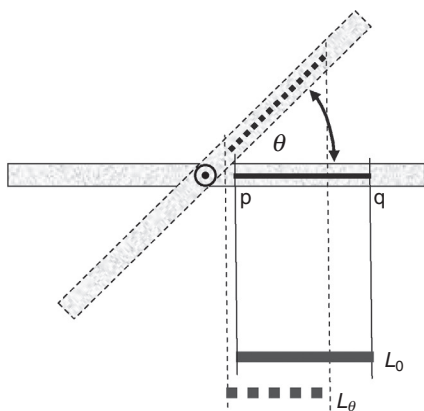
隨著電腦運算速度的增快和記憶容量的大幅增加，再加上伺服位移控制技術的進步，各國電鏡學

家陸續發展出 TEM 體層攝影術：將試片高角度傾轉，並逐一記錄各個角度的影像，再用電腦程式計算出最有可能的三維立體景物。整個 TEM 體層攝影術分析共分為四個階段：影像攝取 (acquisition)、調整 (alignment)、重建 (reconstruction) 與具像化 (visualization)，茲簡述如下。

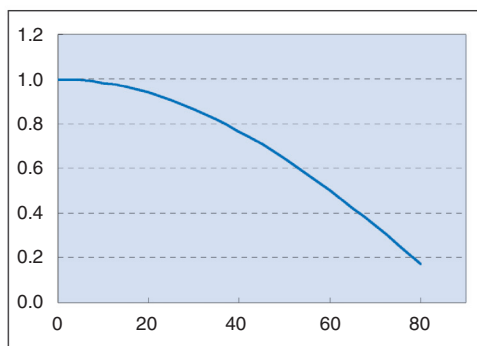
1. 影像攝取

先將試片放入體層攝影術專用的試片座 (specimen holder) 內，置入 TEM 內，做好共傾轉高度調整，並確認待分析物在高角度時不被試片其他部分或試片座擋住。設定傾轉參數、適當的影像過濾器 (filter)、自動聚焦調整...等等，即可啟動程式，自動傾轉試片，並攝取一組序列影像。典型的傾轉範圍從 -70° 至 $+70^\circ$ ，如果一度取一張影像，則一組影像有 141 張。低角度時，物體尺寸隨傾轉角變化的速率較緩慢；高角度時，每變化一度時物體尺寸的變化相對較大。如圖 5 所示， L_0 為試片在 0 度時，某垂直傾轉軸線段在影像中的長度， L_θ 為試片傾轉至 θ 度時，該線段在影像中的長度。圖 5(b) 顯示試片從 0 度傾轉至 40 度，線段只縮小 23.4%，但是傾轉至 60 度，線段只剩原來的 50.0%。為了節省資料收集和後續運算的時間，低角度時，可設定每 2 度攝取一張影像，高角度才一度拍攝一張。

試片傾轉的方式有兩種：第一種從零度開始，先傾轉至 -70° ，回到零度，再傾轉至 $+70^\circ$ ；另一種則是從 -70° 轉至 $+70^\circ$ 。由於高角度時，物體尺寸的變化較大，有時不易辨認，因此對於一般的試片，建議以第一種為主。由於試片臺齒輪機械精密度的問題，傾轉的動作必然同時引起試片平移，舊



(a)



(b)

圖 5.

試片內和傾轉軸垂直的物體，尺寸 (L) 隨傾轉角的變化示意圖。(a) 傾轉角 = 0° 時， $L = L_0$ ；傾轉角 = θ 時， $L = L_\theta$ 。(b) 物體尺寸隨傾轉角變化圖，橫軸為傾轉角 (θ)，縱軸為尺寸變化量 (L_θ / L_0)。

式 TEM 修正的方式是察覺移動多少，即手動反向修正多少；新一代的 TEM 則是先對一組試片臺和試片座搭配量測其傾轉時的平移量和聚焦條件的改變量，然後儲存此組數據於資料庫中，在後續的攝取影像程序中自動修正。

對於晶體試片而言，當試片和電子束的夾角改變時，意味著繞射條件也改變，物體上同一點在影像上的明暗度會跟著改變，如圖 6 所示。情形嚴重者，對比可能完全反轉，此改變將會使自動追蹤 (tracking) 功能失效，並在後續的調整運算中引起困擾。所以一般晶體試片宜用 STEM/HAADF 模式攝取影像，此時原子序對比 (atomic number contrast) 主宰影像的對比，影像明暗的改變隨傾轉角度變化的程度可忽略。在某些特殊的材料系統中，當顯微結構中有某一特徵物的質厚對比 (mass-

thickness contrast)⁽¹¹⁾ 效應遠大於繞射對比時，利用此特徵物做自動追蹤的參考標記，則晶體試片仍可用 TEM/BF 模式攝取影像。由於照射到試片整體電子劑量大小的緣故，TEM/BF 模式所需的攝影時間較短。不過局部對比的改變，在未來具像化階段著色時，仍有些技術上的困擾。

對於影像對比很差的材料，例如高分子和生物試片，通常加入適當濃度的奈米金粒來當作定位的標記，然後在最後的立體影像具像化階段中，再利用影像過濾技術將其掩去，不影響試片顯微結構的觀察。

2. 調整

理想上，試片的傾轉軸只有一個，如圖 7(a) 所示。但是實際上，由於齒輪精密度的問題，傾轉

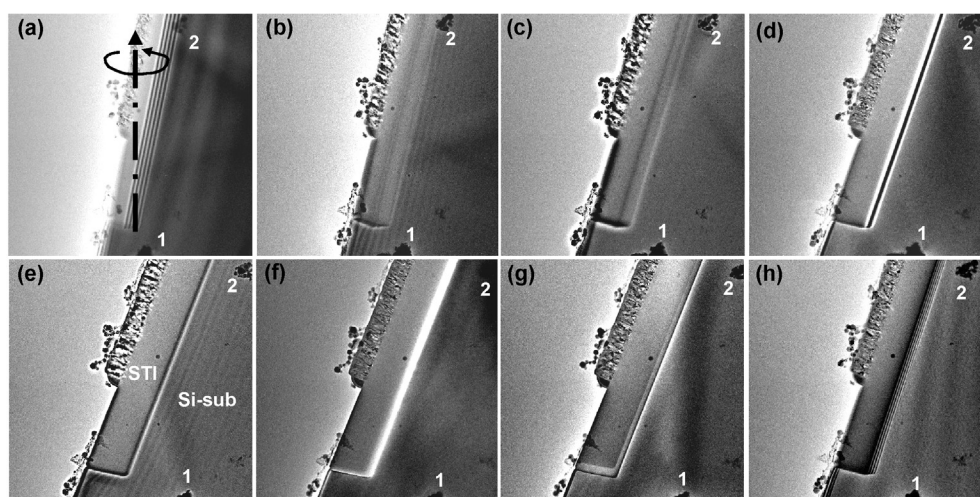


圖 6.

一系列的傾轉影像 (a) - (h)。(a) 中心線代表傾轉軸，彎曲箭頭指示 (a) - (h) 的傾轉方向；(e) 傾轉角接近 0° 的影像；各影像中標示「1」和「2」為試片中二個污點，用來做為標記。

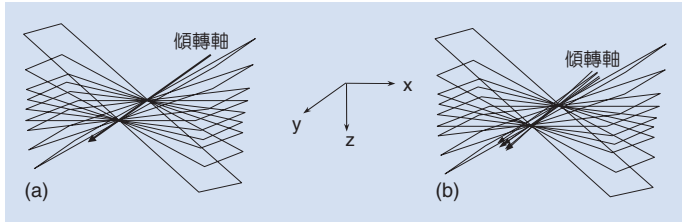


圖 7. 試片傾轉與傾轉軸。(a) 理想狀況，傾轉軸只有一個；(b) 實際狀況，傾轉軸有若干個。中間座標圖代表本文中影像系統所採用的座標軸。

過程中傾轉軸可能會變成一叢，如圖 7(b) 所示，甚至有小角度的偏移。試片上某一點的移動，除了傾轉所造成的弧形移動外，還有其他方向的抖動。調整的目的即在盡可能地將傾轉軸重新調整為一。

這階段中最重要的操作為設定適當的影像過濾器，適當地過濾影像中高頻與低頻的訊號，突顯適當大小特徵物的輪廓，以利於自動調整的運算。所謂高頻訊號指的是影像中間距很小的訊號，通常為雜訊，低頻訊號指的是影像中間距很大的訊號。影像過濾器的設定，因試片的不同會有很大的變異，目前尚無簡單的規則可循，操作者必須憑藉著經驗，試出最佳的條件。值得注意的是，有時候低角度影像的過濾條件和高角度影像的有所不同，所以設定影像過濾器時，低角度影像和高角度影像都要檢查。一旦一組適當的影像過濾器建立之後，程式就很容易自動調整整組影像。藉由某一明顯特徵點的晃動情形，操作者可以判斷自動調整的結果是否符合需求。如果此特徵點在傾轉時，上下晃動各不超過一個像素的位移，表示傾轉軸的調整結果良好。

目前用於調整影像偏移 (shift) 的技術主要有交叉關聯 (cross correlation) 和特徵物追蹤 (feature

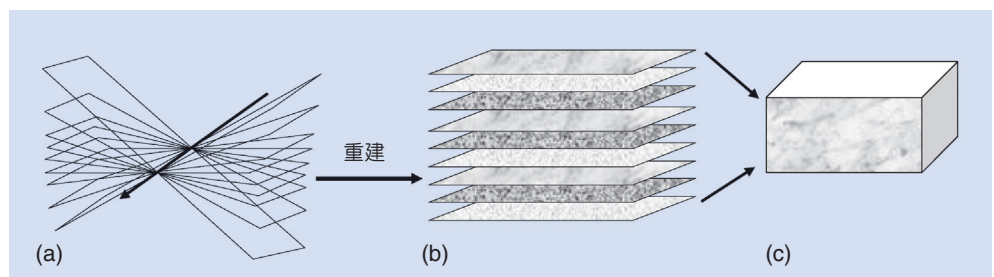
tracking) 兩種。交叉關聯是藉由比對兩張影像的傅立葉轉換圖案 (Fourier transfer patterns) 來找出兩張影像中試片相對的位移，大多數的試片使用這種方法做影像偏移調整。如果試片中有明顯的特徵物，而且此特徵物不會在試片傾轉過程中消失或突然變形，例如銳角或數個高對比的奈米金晶粒，則可以用特徵物追蹤法修正相鄰影像中主微結構的位移。

3. 重建

重建工作的主要內容如圖 8 所示，將一組已調整的傾轉序列影像，經由程式的運算後，轉換成一組平行的薄片，然後組合這些薄片成一立體磚塊 (slab)，一個近似待分析物的立體結構即存於此磚塊中。目前用於重建的技術主要有二種：WB (weighted back-projection) 和 SIRT (sequential iterative reconstruction technique)。WB 運算所需的時間短，但所得的三維物體和實際待分析物的相似度較差，主要應用於高訊雜比 (signal-to-noise ratio, SNR) 的影像；SIRT 運算次數超過 100 次以後，所得到的三維物體的相似度即相當接近⁽¹²⁾。如果直接使用 SIRT 法運算 100 次重建一組 141 張 2048×2048 像素影像，又沒有使用特殊的影像卡，以目前約 2.0 GB 運算速率的個人電腦，大概要花費數天的時間。利用局部選擇可縮小重建的體積，可以節省許多運算的時間，約可調降到 10 小時至二天，視選取體積和運算方法而定。如果搭配特殊專用的影像卡，運算時間可降至數分鐘。

在 TEM 體層攝影術的重建結構中，影像的分辨率 (resolution) 並非等方向性的。沿平行傾轉軸的方向，分辨率約等於原始影像的分辨率。也就是說，在 5 萬倍下用 TEM 明場 (bright filed, BF) 像攝取一系列影像，則平行傾轉軸的分辨率約為 2 奈

圖 8. 影像重建工作的流程。
(a) 一系列傾轉的影像；
(b) 一組堆疊的薄片；
(c) 一立體磚塊內含三維待分析物體。



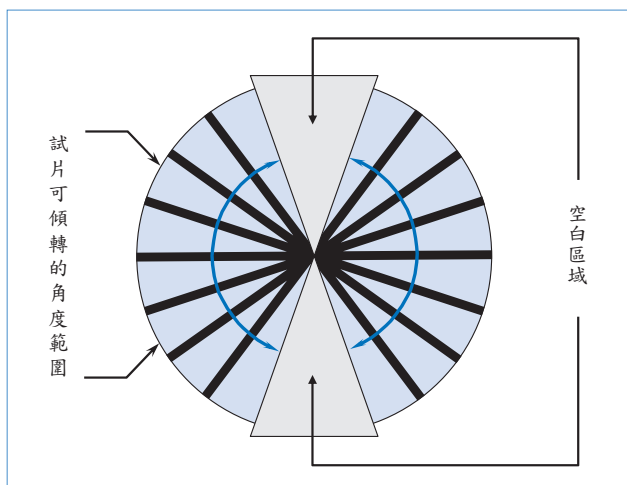


圖 9. TEM 中試片可傾轉角度範圍，受限於物鏡間隙與試片厚度變化，一般最大為 $\pm 70^\circ$ ，造成在傾轉空間中形成一空白區域。

米。如果以圖 7 的座標為基準，則此分辨率定義為 y 方向的分辨率，以 d_y 表示。 d_x 和 d_z 的分辨率可先用 Crowther 方程式⁽¹³⁾ 做初步估算：

$$d = pD/N \quad (4)$$

其中 D 為重建物體積的直徑， N 為用來重建的影像數目，即每次傾轉的角度愈小，獲得愈多的影像，可得到愈高的分辨率。此式假設試片可以 $\pm 90^\circ$ 傾轉。實際上，因為物鏡間隙 (gap of pole piece) 大小的限制，以及試片厚度在接近 90° 時迅速增加的限制，目前所能允許的最大傾轉角度只有 $\pm 70^\circ$ ，如圖 9 所示。這部分未加入重建運算的體積，使 z 方向的分辨率變差，藉由加入另一垂直方向的傾轉序列影像，或改變試片座和試片的幾何形狀，達到可 360° 傾轉⁽¹⁴⁾，目前一般 TEM 體層攝影術所得最佳分辨率為 1–2 奈米，使用一些特殊技術可下探至原子層級⁽¹⁵⁻¹⁷⁾。

4. 具像化

一旦三維物體建立後，即可利用適當的影像處理軟體做翻轉、放大、縮小、切片…等立體影像觀察，並製成動畫，適當地展示分析物的立體形貌，或缺陷的三維分布等特徵。也可以適當地著色，更

明顯的顯示特徵物，圖 10 為一半導體導孔結構的立體圖。這一階段的處理工作相當於電影的動畫特效工作，需要許多的經驗，才能製作一吸引人的動畫。

四、大收斂角 STEM 體層攝影術

本文一開始述及 TEM/STEM 的場深很大，所以試片從頂部到底部的顯微結構都清晰地成像於同一張影像上。此特性源自於照射試片的電子束收斂角很小，只有幾個毫徑度 (mrad)。有一些特殊設計的 STEM 可以將電子束的收斂角增大到 23 毫徑度⁽¹⁶⁾，使場深縮小到二層原子的範圍，這時不用傾轉試片，只要在掃描過程中逐步調整電子束的聚焦深度，即可分別得到不同原子層的清晰影像，類似光學共軛焦掃描 (confocal scanning) 的方法。再利用適當的影像處理，即可將這些平行的序列影像重建成一立體磚塊，甚至是原子級解析度的立體影像^(16,17)。此技術的細節目前尚有爭議，有的認為這麼大收斂角的電子束，沒有通道效應的問題⁽¹⁷⁾，有的認為為避免通道效應，需將試片偏離正晶帶軸 1.42° ⁽¹⁶⁾。

五、討論

結合 TEM 的透視能力、高影像分辨率和體層攝影術，可以更清楚地分析材料內部的真正顯微結

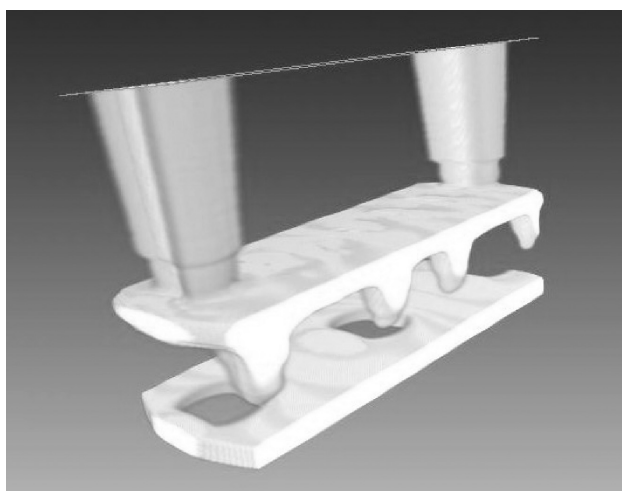


圖 10. 經適當調整顏色與旋轉的半導體導孔結構。

構，更進一步了解材料性質和材料顯微結構之間的關聯性。雖然 TEM 體層攝影術有這樣的優點，但是同時也存在一些問題，亟待進一步研究與改良。其中最大的問題為電子曝射 (exposure) 時間高於一般 TEM 技術數倍，因此輻射損傷 (radiation damage) 是一必須考慮的問題。如果材料在整個成像過程中，被高能電子轟擊而非晶質化，則實驗並無意義。不巧的是，許多熱門的奈米材料恰屬於此類材料。奈米材料分析的另一個問題是倍率低於 10 萬倍時，影像分辨率不足；高於 10 萬倍，則試片偏移和試片漂移 (drift) 相當嚴重。所以分析奈米材料的體層攝影術最好能夠保持試片不動，而且曝射時間要縮短。除了前述的大收斂角 STEM 體層攝影術外，一些特殊的高分辨 TEM 體層攝影術也正在研發中⁽¹⁵⁾。

六、結論

TEM 三維立體成像技術是近代新發展的 TEM 分析技術，將材料顯微結構分析從二維平面分析推進到三維立體空間，使材料研究者更進一步了解材料顯微結構和材料性質的關係。簡單的顯微結構可用 TEM 立體成像術分析，但是複雜的立體顯微結構則必須藉由電子體層攝影術的探索才能窺其全貌，目前電子體層攝影術的解析度已可達到奈米級，更高解析度的技術已經在研發中。

參考文獻

1. 鮑忠興, 劉思謙, 台中: 滄海書局, 37 (2008).
2. H. Stegmann, H. J. Engelmann, and E. Zschech, *Micro. Eng.*, **65**, 171 (2003).
3. E. Zschech, E. Langer, H. J. Engelmann, and K. Dittmar, *Mat. Sci. Semicon. Processing*, **5**, 457 (2003).
4. J. W. Edington, *Practical Electron Microscopy in Materials Science*, 1st ed. New York: Van Nostrand Remhold Company, 18 and 60 (1967).
5. Perspective, *Appl. Cata. A*, **160**, 71 (2004).
6. A. J. Koster et al., *J. Structural Biology*, **120**, 276 (1997).
7. G. Eggeler and A. Dlouhy, *Acta Mat.*, **45** (10), 4251 (1997).
8. Z. Wang et al., *Acta Mat.*, **52**, 1535 (2004).
9. J. S. Bow and S. Yu, *Proc. of 31th ISTFA*, 233 (2005).
10. G. Zimmermann, P. Riess, W. T. Chang, H. Tang, and H. Ou, *Proc. of 30th ISTFA*, 120 (2004).
11. D. B. Williams and C. B. Carter, *Transmission Electron Microscopy*, New York: Plenum Press, 353 (1996).
12. H. Friedrich, M. R. McCartney, and P. R. Buseck, *Ultramicroscopy*, **106**, 18 (2005).
13. *FEI Technical Note: Functional Description of TecnaiTM Tomography Software* (2003).
14. *Fischione Product Literature: Model 2050*.
15. *Private Discussion with Professor F. R. Chen*.
16. H. L. Xin, V. Intaraprasong, and D. A. Muller, *Appl. Phys. Lett.*, **92**, 13125 (2008).
17. K. van Benthem, et al., *Appl. Phys. Lett.*, **87**, 34104 (2005).

-
- 鮑忠興先生為美國亞利桑那州立大學材料工程博士，現任超泰科技有限公司技術顧問。
 - Jong-Shing Bow received his Ph.D. in science and engineering from Arizona State University, USA. He is currently the technique consultant of E. B. Tech. Co. Ltd.