

Politecnico di Milano

Scuola di Ingegneria Industriale e dell'Informazione

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Fisica



Ricostruzione 3D nanoscopica tramite microscopia elettronica a scansione

Relatore : Prof. Alberto Tagliaferri

Correlatori : Prof. Silvia Pietralunga, Prof. Maurizio Zani

Tesi di Laurea di:
Vittorio Sala
Matr. 801565

Anno Accademico 2013-2014

Ai miei nonni

1 - Ringraziamenti

Ringrazio il prof. Tagliaferri, relatore di questa tesi, che mi ha accolto nel progetto di sviluppo del Microscopio Elettronico Ultraveloce e mi ha condotto nel lavoro di tesi anche quando le difficoltà da superare sembravano sovraumane.

Ringrazio inoltre i correlatori Silvia Pietralunga e Maurizio Zani che mi hanno accompagnato nel percorso e dato consigli che si sono sempre rivelati utili e validi.

Ringrazio tutti coloro che in Dipartimento di Fisica e al Center of Nanoscience and Technology mi hanno aiutato e supportato durante l'esecuzione delle misure e la preparazione degli esperimenti. Ringrazio in particolare il prof. Zappettini dell'Istituto di Fisica del Plasma per aver fornito il campione di black silicon, il Dott. Luzio per le misure AFM sul black silicon, la prof. Monica Bollani dell'LNESS di Como per aver fornito i campioni denominati trincee e mesa, Guglielmo Facchi con cui ho collaborato durante questo lavoro e Giuseppe Romano per il suo supporto sul materiale elettrico ed elettronico.

Ringrazio gli amici che ho incontrato prima e durante questi anni di università. Mi mancheranno i pranzi al Piazzetta, le serate milanesi, le gite in montagna ma anche i pomeriggi di studio in casa dello studente. Grazie in particolare tutti coloro che hanno collaborato ai lavori di gruppo svolti durante gli anni di università.

In particolare ringrazio tutti coloro che hanno contribuito alla realizzazione del plastico ferroviario, anche solo rileggendo la relazione.

Ringrazio Giorgio Stagni per le bellissime foto di treni e per la precisione che adotta nel descrivere ogni dettaglio delle ferrovie.

Ringrazio tutti gli amici pendolari che hanno condiviso con me i viaggi in treno anche quando sembrava di non riuscire ad arrivare mai.

Ringrazio i miei genitori e la mia famiglia che, con il loro incrollabile sostegno morale ed economico, mi hanno supportato e sopportato fino a raggiungere questo traguardo.

Un ringraziamento speciale a mia sorella Gloria, per tutto quello che abbiamo diviso: per le risate, le litigate, i pianti e le gioie. Ora tocca a te.

Sommario

1 - Ringraziamenti	3
2 - Indici	7
2.1 – Indice delle figure	7
2.2 - Indice dei grafici	15
2.3 - Indice delle tabelle	16
2.4 - Indice delle equazioni	16
3 - Abstract	18
4 - Introduzione	19
4.1 – Struttura della tesi	21
5 - Caso scientifico	22
5.1 - Il black silicon	22
6 - Stato dell'arte	28
6.1 - Tecniche di caratterizzazione alla nanoscala	28
6.1.1 - Microscopia a Forza Atomica	28
6.1.2 - Microscopia a Scansione Tunnel	30
6.1.3 - Profilometria Ottica a Olografia Digitale	30
6.1.4 - Confronto	31
6.2 - Tecniche di ricostruzione tridimensionale da immagini SEM	32
6.2.1 - Stereoscopia SEM	33
6.2.2 - Fotogrammetria SEM	33
6.2.3 - Shape from Shading	36
6.2.4 - Tomografia	37
6.2.5 - Statigrafia	40
6.2.6 - FIB-SEM	40
7 - Strategie adottate	41
7.1 - Scelta della tecnica	41
7.2 - I campioni di riferimento	42
7.2.1 - Sfere di Stagno su Carbonio	43
7.2.2 - Mesa di Germanio su Silicio	44
7.2.3 - Trincee	48
7.2.4 - Punta AFM	50
7.3 - Il microscopio elettronico a scansione	51
7.3.1 - Fisica del processo di formazione delle immagini nel SEM	51
7.3.2 - I rivelatori di elettroni secondari	54
7.3.3 - L'immagine	55
7.3.4 - L'implementazione del microscopio SEM	56
7.3.5 - Analisi della codifica digitale delle immagini	57
7.3.6 - Posizione del rivelatore Everhart-Thornley nel Tescan Mira III	58
7.3.7 - Calibrazione del microscopio Tescan Mira III	59
7.3.8 - Risoluzione del microscopio Tescan Mira III	60
7.3.9 - Software per l'analisi delle mesh	63
7.4 - Ottimizzazione dei parametri per la stereoscopia	63
7.4.1 - Sistemi di riferimento	63
7.4.2 - Angolo di inclinazione	64
7.4.3 - Energia degli elettroni primari	68

7.4.4 - Magnificazione	70
7.4.5 - Distanza di lavoro e rivelatore	70
7.4.6 - Risoluzione ottenuta	71
8 - Il software Alicona Mex[®]	76
8.1 - Descrizione preliminare	76
8.1.1 - Una mappa densa	76
8.2 - Note sulle strategie di utilizzo	76
8.3 - Ricostruzioni delle sfere	77
8.3.1 - Un possibile artefatto	79
8.4 - Ricostruzioni delle mesa	80
8.4.1 - Energia 3 keV	81
8.4.2 - Energia 30 keV	83
8.4.3 - Difetti di planarità a 30 keV	85
8.4.4 - Confronto con la profilometria ottica	87
8.4.5 - Conclusioni e riassunto	89
8.5 - Ricostruzioni delle trincee	89
9 - Il software basato su SURF	95
9.1 - Principi teorici dell' algoritmo SURF	95
9.1.1 - Ricerca delle zone significative	95
9.1.2 - Invarianza del riconoscimento rispetto alla scala	96
9.1.3 - Invarianza della descrizione rispetto alla rotazione [12]	97
9.1.4 - Descrittori	97
9.2 - Implementazione: sfere a 3kX	98
9.2.1 - Ritaglio e allineamento immagini	99
9.2.2 - Identificazione delle feature principali nelle singole immagini	99
9.2.3 - Matching delle feature tra le due immagini	102
9.2.4 - Analisi delle corrispondenze	104
9.2.5 - Valutazione dei risultati	106
9.2.6 - Mappa sparsa	108
9.2.7 - Artefatti	108
9.3 - Test sui campioni	109
9.3.1 - Sfere	109
9.3.2 - Mesa	110
9.3.3 - Trincee	110
10 - Ricostruzione manuale delle trincee	110
11 - Analisi e discussione dei risultati	115
11.1 - Misura della risoluzione nel piano	115
11.1.1 - Introduzione teorica alla misura con SURF	115
11.1.2 - Risoluzione nel piano con SURF	117
11.1.3 - Risoluzione nel piano con Alicona	117
11.2 - Misura dell'altezza della mesa	120
11.2.1 - SURF	120
11.2.2 - Alicona	123
11.2.3 - Il profilometro olografico	125
11.2.4 - Le immagini in sezione	127
11.2.5 - Riepilogo dei risultati	128
11.3 - Errore di ricostruzione su una sfera	128
11.3.1 - Alicona	128
11.3.2 - SURF	130

11.4 - Precisione nell'individuazione di punti omologhi sulla punta AFM	133
11.4.1 - SURF	134
11.4.2 - Identificazione visuale	136
11.4.3 - Confronto	138
11.5 - La densità della mappa di spostamento	139
12 - Applicazione della ricostruzione stereoscopica al black silicon	139
12.1 - Misure di riferimento	139
12.1.1 - Viste in sezione	139
12.1.2 - Immagini Microscopia a Forza Atomica (AFM)	140
12.2 - Ricostruzioni tridimensionali da stereoscopia	141
12.2.1 - Alicona	141
12.2.2 - SURF	144
13 - Proposte di miglioramento e prospettive future	147
13.1 - Caratterizzazione della qualità delle immagini	148
13.1.1 - SmartJ	148
13.2 - Densificazione della mappa di spostamento	148
13.2.1 - Creazione di zone ad alto contrasto	148
13.2.2 - Energia del fascio primario	149
13.2.3 - Funzione di ricerca delle corrispondenze	149
13.3 - Microscopia ultraveloce	150
13.4 - Tomografia	150
13.4.1 - TomoJ	151
14 - Conclusioni	151
15 - Bibliografia	154

2 - Indici

Sono di seguito riportati nell'ordine:

- indice delle figure;
- indice dei grafici;
- indice delle tabelle;
- indice delle equazioni.

2.1 – Indice delle figure

Figura 1 — Immagine SEM di un campione di black silicon inclinato. La presenza di un difetto mette in evidenza le tipiche nanostrutture colonnari (sulla sinistra).....	19
Figura 2- Le travi, indicate come 'Ge bridge', sono sospese sopra il substrato in silicio indicato come 'Si etched'	20
Figura 4 - Un wafer di silicio riflette la luce visibile mentre un wafer black silicon la assorbe [28]	22
Figura 5 – Confronto tra black silicon ottenuto con tecnica RIE (a,c,e) e delle ali dell'insetto <i>Diplacodes bipunctata</i> (b,d,f). Le immagini a e b sono state acquisite con il microscopio elettronico a scansione a 15'000 magnificazioni. Il marker corrisponde a una distanza di 1 μm . Le immagini c e d sono una ricostruzione profilometrica mentre e ed f sono state ottenute tramite una tecnica di ricostruzione fotogrammetrica basata su immagini SEM [15]	24
Figura 6 – Schema del processo DRIE (a sinistra) e immagine SEM del black silicon che consente di ottenere [29] (a destra). Si notino le striature orizzontali sulle colonne ottenute tramite processo DRIE	25
Figura 7 – Schema delle reazioni chimiche che avvengono nel processo RIE [30]	26
Figura 8 – Immagine SEM in sezione di colonne di black silicon ottenute con tecnica RIE [28], a sinistra, e nanoconi, a destra, ottenuti con il processo DRIE [13]	27
Figura 9 – Valutazione manuale dei principali parametri geometrici delle nanostrutture che caratterizzano il black silicon su immagini SEM acquisite in sezione [13].....	27
Figura 10- Interazione punta campione in funzione della distanza. Liberamente ispirato da [22]..	28
Figura 11- A destra schema di funzionamento di un microscopio AFM [23]. A sinistra prima immagine con risoluzione atomica ottenuta dal microscopio AFM sulla ricostruzione 7x7 del silicio [4].....	29
Figura 12 -Sulla sinistra una punta AFM acuminata durante la scansione di un campione con delle sfere. A destra l'immagine topografica ottenuta. E' possibile notare come la parte inferiore delle sfere non sia stata ricostruita correttamente [5].	30
Figura 13 - Scansione AFM del medesimo campione della Figura 12 con una punta meno acuminata (sulla sinistra). L'immagine topografica ottenuta sottostima propone una ricostruzione errata della parte superiore delle sfere e sottostima la profondità del substrato [5].	30
Figura 14- Schema di funzionamento del profilometro olografico digitale.....	31
Figura 15 - Per esaltare le differenze le immagini stereoscopiche SEM le immagini vengono colorate in blu e rosso e sovrapposte. La rappresentazione è chiamata anaglifo.....	33
Figura 16 - A seguito di una inclinazione pari all'angolo α del campione il punto B trasla in B' e la sua proiezione C sull'immagine subisce lo spostamento di parallasse CC' [9].....	34
Figura 17 - Proiezione centrale e proiezione parallela di una piramide a gradini [31].....	36
Figura 18 - Immagine SEM sintetica di una sfera (a sinistra) e ricostruzione tridimensionale proposta da Nanoviewer (a destra) [1].....	36
Figura 19 - Acquisizione di immagini tomografiche a sinistra e ricostruzione tramite retroproiezione a destra	38
Figura 20– Ricostruzione tramite tomografia X di una goccia d'acqua su una porzione (a) di foglia di <i>Salvia Officinalis</i> . Vista assonometrica (b), piano di sezione (c) e vista in sezione (d). La	

dimensione del lato del voxel, elemento cubico di discretizzazione dello spazio, è di 6 μm . Tratto da [14].....	38
Figura 21 - Schema dell'apparato sperimentale per una misura di trasmissione in un microscopio SEM [36].....	39
Figura 22 – A sinistra una immagine SEM di nanofili di ZnO. Al centro e a destra due immagini scelte tra quelle acquisite in modalità STEM. Tratto da [17]	39
Figura 23– Proiezioni assonometriche dei nanofili ricostruiti. Tratto da [17].....	40
Figura 24 – Immagine del campione ‘Sfere di stagno su carbonio’ che mostra come sia abbondante la presenza di sfere di differenti diametri. Le sfere più grandi presentano corrugazioni superficiali.	43
Figura 25- Rappresentazione pittorica del gradiente di inclinazione della superficie di una sfera ...	43
Figura 26 – Vista generale di due diverse zone della mesa al microscopio ottico (a sinistra) e al SEM (a destra). Le misure sono state svolte sulle aree riquadrate.	44
Figura 27 – Ingrandimento della zona ‘stressori’ E’ possibile riconoscere le singole travi sospese su un substrato in silicio.	45
Figura 28 – Immagine in sezione della zona dello spigolo. L’angolo di inclinazione tra normale al campione e fascio incidente è 89° (destra). E’ possibile notare come le facce laterali presentino delle rientranze.	45
Figura 29- Fotografia del profilometro olografico digitale utilizzato [6]	46
Figura 30 – Immagine di intensità (a sinistra) e di altezza (a destra) acquisite tramite il profilometro con magnificazione 50 X della zona dello spigolo	46
Figura 31 – Proiezione assonometrica della zona dello spigolo ottenuta dai dati forniti dal profilometro olografico digitale	47
Figura 32 – Proiezione assonometrica della ricostruzione dell’area degli stressori ottenuta dai dati forniti dal profilometro olografico digitale. L’operazione di wrapping non si è conclusa correttamente e in alcune zone non è stata creata la mesh.	47
Figura 33 – A destra immagine delle trincee acquisita con fascio di elettroni parallelo alla normale al piano del campione. A sinistra immagine delle trincee acquisita in sezione con un angolo di inclinazione, tra il fascio elettronico e la normale al campione, pari a 75°	48
Figura 34 – La linea, perpendicolare alle trincee, sulla quale è stato valutato il profilo di intensità necessario per la misura delle dimensioni delle trincee. Lo spessore della linea è 500 pixel.....	49
Figura 35- Profilo di luminosità su una linea perpendicolare alle trincee.	49
Figura 36- A sinistra scansione AFM della superficie del campione 9028. L’andamento dell’elevazione in funzione della posizione sulla linea evidenziata in arancio riportato nel grafico a destra consente di misurare la profondità delle trincee.	50
Figura 37 – Immagine del campione ‘AFM tip’. E’ possibile notare il cantilever e la punta.	51
Figura 38 - Principali effetti e radiazioni emesse da un campione eccitato con un fascio di elettroni con energia dell'ordine dei keV. Il volume di campione eccitato dal fascio primario ha una forma a pera (sulla destra).	52
Figura 39 - Volume di emissione in funzione dell'inclinazione della superficie del campione.....	53
Figura 40 - Processi che porano all'emissione di elettroni secondari	54
Figura 41– Schema del rivelatore Everhart-Thornley dall’articolo originale [5]	54
Figura 42- Quantizzazione spaziale del triangolo nell’immagine di sinistra con pixel di diverse dimensioni [40]	55
Figura 43- Percorso raster seguito dal fascio di elettroni primari nel microscopio elettronico a scansione	56
Figura 44– Una immagine della camera a vuoto del microscopio Tescan Mira III acquisita tramite la telecamera interna con l’indicazione dei principali elementi. Il sistema di riferimento indicato è relativo al campione.	56
Figura 45 – A sinistra associazione dei livelli di grigio e a destra traduzione del file di numeri interi in una immagine.....	57

Figura 46– Una delle immagini utilizzate nelle ricostruzioni tridimensionali (a sinistra) e il corrispondente istogramma dei livelli di grigio	58
Figura 47– Immagine di un difetto sporgente acquisita con il rivelatore per elettroni secondari Everhart-Thornley. L'ellisse evidenzia l'ombra	58
Figura 48 – Immagini di test della dimensione dei pixel	59
Figura 49– Misura di un angolo di riferimento per verificare l'ortogonalità tra linee e colonne dell'immagine	60
Figura 50 – Profili di luminosità per la valutazione della risoluzione. Il grafico corrisponde alla linea gialla riportata nell'immagine sotto di esso.	61
Figura 51 - La convenzione per il sistema di riferimento adottata in tutte le immagini riportate in questo lavoro di tesi. L'asse di inclinazione è riportato in nero tratteggiato	64
Figura 52- Il sistema di riferimento del campione è una terna destrorsa. Asse x parallelo all'asse di inclinazione, in nero tratteggiato, e z perpendicolare al piano medio.....	64
Figura 53- Schema geometrico utile per comprendere come l'origine dello spostamento di parallasse sia legata all'inclinazione del campione	65
Figura 54– Confronto tra le immagini della mesa con energia del fascio primario pari a 3 keV (sinistra) e 30 keV (destra). Il poligono rosso racchiude la zona che cambia luminosità cambiando l'energia.	69
Figura 55- Rappresentazione pittorica dei fenomeni che portano alla formazione della striscia luminosa in immagini della mesa acquisite con fascio di elettroni primari ad alta energia. I percorsi rossi sono quelli seguiti dagli elettroni del fascio primario mentre quelli blu e gialli sono quelli seguiti dagli elettroni secondari	69
Figura 56 - Disegno geometrico che esplicita le relazioni tra campo di vista w , distanza di lavoro d e massimo angolo di deviazione del fascio α	70
Figura 57- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del primo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine di black silicon	71
Figura 58 - Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del secondo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine di black silicon	72
Figura 59 - Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del terzo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine di black silicon	72
Figura 60 - Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del terzo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine di black silicon	72
Figura 61- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del primo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine dello stressore.....	73
Figura 62- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del secondo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine dello stressore.....	73
Figura 63- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del terzo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine dello stressore.....	73
Figura 64- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del quarto profilo per la misura della risoluzione sull'immagine dello stressore.....	74
Figura 65- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del primo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine delle sfere	74
Figura 66- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del secondo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine delle sfere	74
Figura 67- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del terzo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine delle sfere	75
Figura 68 - Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del quarto profilo per la misura della risoluzione sull'immagine delle sfere	75
Figura 69 - Immagine SEM di una zona del campione delle sfere di Stagno su Carbonio acquisita con elettroni primari a 30 kV e magnificazione pari a 3 kX.....	77

Figura 70 - Ricostruzione tridimensionale della zona rappresentata in Figura 69 ottenuta tramite il software Alicona	77
Figura 71 - Immagine SEM di una zona del campione delle sfere di Stagno su Carbonio acquisita con elettroni primari a 30 kV e magnificazione pari a 12 kX.....	78
Figura 72- Ricostruzione tridimensionale della zona rappresentata in Figura 71 ottenuta tramite il software Alicona	78
Figura 73– Coppia di immagini stereo acquisite sul campione delle sfere stagno-carbonio. Le frecce evidenziano delle possibili corrispondenze errate scelte sui bordi della sfera.....	79
Figura 74– Spostamento della proiezione del bordo della sfera sull’immagine a seguito di inclinazione del campione di angoli opposti. Le frecce rossa e blu indicano il punto in cui il fascio è tangente al campione, è possibile notare come tale punto non rimanga più tangente a seguito della rotazione.....	79
Figura 75 - Zone occluse nella ricostruzione di una sfera. Le zone dove è possibile individuare correttamente punti omologhi sono evidenziate da una linea blu spessa.....	80
Figura 76 - Immagini della zona spigolo del campione acquisite con energia del fascio primario pari a 30 keV. L’angolo di rotazione da sinistra verso destra vale rispettivamente 0°, 90°, 180°, 270°e 315°	80
Figura 77- Immagini della zona spigolo del campione acquisite con energia del fascio primario pari a 3 keV. L’angolo di rotazione da sinistra verso destra vale rispettivamente 0°, 90°, 180°, 270°e 315°	80
Figura 78 – Proiezione assonometrica della ricostruzione ritenuta più attinente al modello reale....	81
Figura 79– A destra sovrapposizione della ricostruzione (0°,3keV) con il riferimento, dopo il riallineamento azimutale delle ricostruzioni. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	81
Figura 80– A destra sovrapposizione della ricostruzione (90°,3keV) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	82
Figura 81– A destra sovrapposizione della ricostruzione (180°,3keV) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	82
Figura 82– A destra sovrapposizione della ricostruzione (315°,3keV) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	82
Figura 83– A destra sovrapposizione della ricostruzione (0°,30keV) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	83
Figura 84– A destra sovrapposizione della ricostruzione (90°,30keV) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	83
Figura 85– A destra sovrapposizione della ricostruzione (180°,30keV) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	84
Figura 86 – A destra sovrapposizione della ricostruzione (270°,30keV) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	84
Figura 87– A destra sovrapposizione della ricostruzione (315°,30keV) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l’asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.	84
Figura 88- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (0°, 30 keV).....	85
Figura 89- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (90°, 30 keV).....	85
Figura 90- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (180°, 30 keV).....	85

Figura 91- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (270°, 30 keV).....	86
Figura 92- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (315°, 30 keV).....	86
Figura 93- Ricostruzione corretta evidenziata tramite linea spessa verde e ipotesi su ciò che viene ricostruito da Alicona in linea rossa spessa	86
Figura 94- La misura del difetto di planarità è pari allo spessore della mesa.....	87
Figura 95- Sovrapposizione della mesh ricostruita tramite stereoscopia (grigio) e la mesh ottenuta dai dati del profilometro (giallo).....	87
Figura 96- Mappa in falsi colori della differenza tra la migliore ricostruzione ottenuta con la stereoscopia e quella ottenuta con il profilometro sulla sinistra e immagine SEM della medesima area sulla destra. Negli ellissi l'area dove la differenza tra le ricostruzioni è massima.....	88
Figura 97 - Misura dell'altezza della zona rialzata del substrato del campione posta di fronte allo spigolo.....	88
Figura 98 – Immagini acquisite inclinando il campione attorno a un asse parallelo alle trincee di angoli opposti pari a 8°. La risoluzione, misurata con il metodo descritto in precedenza su tre profili, è 4,4 nm per l'immagine di destra e 4,0 nm sull'immagine di sinistra.....	90
Figura 99– Proiezione assonometrica della ricostruzione effettuata sulla base di immagini acquisite inclinando il campione attorno a un asse, in nero tratteggiato, parallelo alle trincee. Si noti il modello CAD, sovrapposto per aiutare il lettore nel riconoscere la forma nominale.....	90
Figura 100 – Mappa colori delle deviazioni della ricostruzione rispetto al riferimento. La linea tratteggiata rappresenta l'asse di inclinazione	91
Figura 101 – Immagini acquisite inclinando il campione attorno a un asse perpendicolare alle trincee. La risoluzione, misurata su tre profili come nell'altra coppia di immagini delle trincee, vale rispettivamente 4,9 nm e 5,0 nm sulle immagini di destra e di sinistra.	91
Figura 102 – Proiezione assonometrica della ricostruzione effettuata sulla base di immagini acquisite inclinando il campione attorno a un asse, in nero tratteggiato, perpendicolare alle trincee. Si noti il modello CAD, sovrapposto per aiutare il lettore nel riconoscimento della forma nominale	92
Figura 103 – Mappa colori delle deviazioni della ricostruzione rispetto al riferimento. La linea tratteggiata rappresenta l'asse di inclinazione	92
Figura 104 – Mappa colore delle deviazioni tra le due ricostruzioni precedentemente analizzate ...	93
Figura 105– Profilo dei livelli di luminosità, a sinistra, sulla linea gialla della porzione di immagine di destra tratta dalla Figura 98(sinistra)	93
Figura 106 – Visualizzazione dei livelli di grigio compresi tra 18,500 e 26,700 dell'immagine di destra della coppia con asse di inclinazione perpendicolare ai livelli delle trincee.....	94
Figura 107 – Da sinistra verso destra: discretizzazione della derivata seconda di una curva a campana gaussiana lungo y, versione approssimata della derivata seconda utilizzata in SURF nota come D ₂₂ (grigio vale 0, nero -1 e bianco +1), discretizzazione della derivata mista lungo x e lungo y di una gaussiana e approssimazione della medesima utilizzata da SURF nota come D ₁₂ (grigio vale 0, nero -1 e bianco +1) [12].....	96
Figura 108 – A sinistra dimensione delle matrici utilizzate di default da SURF in funzione della varianza della gaussiana filtrata (scale) suddivise per ottave. A destra confronto tra l'approssimazione di dimensione 9x9 e quella da 15x15. [26].....	96
Figura 109 – Zone significative individuate sull'immagine 'Girasoli'. Il raggio indica la dimensione delle zone. L'istogramma mostra la distribuzione delle zone in funzione della dimensione (scale) [26]......	97
Figura 110 – Zone significative individuate sull'immagine 'Graffiti' racchiuse in quadrati per identificare la direzione ad esse assegnata [12] e definizione dei primi coefficienti della trasformata di Haar [42]. Nel riquadro i coefficienti utilizzati nell'algoritmo SURF [12]......	97
Figura 111– Esempi di applicazioni dei descrittori. Essi assumono valori piccoli in caso di area di luminosità uniforme. In caso di variazioni di luminosità lungo l'asse orizzontale il confronto dei pixel della parte di destra e di sinistra indica una differenza e la somma assume valore elevato.	

Introdurre anche la somma dei moduli permette di distinguere una luminosità uniforme da una luminosità oscillante.	98
Figura 112 - Zone riconoscibili individuate sull'immagine acquisita con angolo di inclinazione pari a +6°. Il diametro dei cerchi è proporzionale alla dimensione delle zone	101
Figura 113 - Zone riconoscibili individuate sull'immagine acquisita con angolo di inclinazione pari a -6°. Il diametro dei cerchi è proporzionale alla dimensione delle zone	101
Figura 114 - Anaglifo delle immagini stereoscopiche. Le corrispondenze individuate sono indicate da linee gialle. Solo gli spostamenti perpendicolari all'asse di rotazione, in nero tratteggiato, possono essere considerati validi	104
Figura 115- Schema della geometria degli spostamenti di parallasse [11]. La proiezione sull'immagine di punti appartenenti al piano di riferimento non cambia. La proiezione di punti che trovano sopra o sotto il piano di riferimento è perpendicolare all'asse di rotazione.	105
Figura 116 – A sinistra scatter plot della nuvola di punti ottenuta, le coordinate sui diversi assi presentano scale diverse. A destra anaglifo con indicati gli spostamenti dei punti. Gli ellissi evidenziano le medesime regioni.	106
Figura 117 – Ricostruzione 3D ottenuta tramite lo script basato sull'algoritmo SURF	107
Figura 118 – Ricostruzione 3D ottenuta tramite il software Alicona Mex©	107
Figura 119 – Confronto della ricostruzione ottenuta tramite lo script basato sull'algoritmo SURF con la ricostruzione ottenuta tramite il software Alicona Mex©	108
Figura 120– Mappe di spostamento ottenute con SURF. Sono state individuate delle corrispondenze sui punti dei bordi ma sono state rimosse dai vincoli geometrici.	109
Figura 121 - Ricostruzione dello spigolo con SURF	110
Figura 122 - Corrispondenze individuate sulle trincee. Non rispettano il vincolo geometrico di spostamento perpendicolare all'asse di inclinazione in nero tratteggiato	110
Figura 123 – Immagine delle trincee acquisita con angolo di inclinazione pari a +8° e asse parallelo ai bordi (a sinistra) e corrispondente istogramma dei livelli (a destra).....	111
Figura 124 – Immagine delle trincee acquisita con angolo di inclinazione pari a +8° e asse parallelo ai bordi (a sinistra) dopo il taglio dei livelli e corrispondente istogramma (a destra)	112
Figura 125 – Le zone riconoscibili sull'immagini acquisita con angolo di inclinazione di +8°, a destra sulla mesa e a sinistra nelle trincee. E' inoltre disegnato il sistema di riferimento. L'asse z punta verso l'alto per ottenere una terna destrorsa.	112
Figura 126 - Punti riconoscibili con precisione individuati ad occhio sulla ricostruzione delle sfere	118
Figura 127 - Punti corrispondenti a quelli già individuati sulla ricostruzione mostrati in Figura 126. Per facilitare il riconoscimento delle corrispondenze i punti sono numerati.....	119
Figura 128 – Zone significative individuate sull'immagine di destra e di sinistra dello stressore. .	121
Figura 129 – Le corrispondenze individuate riportate come linee gialle sull'anaglifo dello stressore. Solo gli spostamenti perpendicolari all'asse di inclinazione, in nero tratteggiato, possono essere accettati. Gli spostamenti presenti nell'ellisse presentano intensità molto simili tra loro.	121
Figura 130 – Scatter plot della nuvola di punti ottenuta dalla ricostruzione dello stressore.	122
Figura 131 – Istogramma delle coordinate z della ricostruzione dello stressore.	122
Figura 132 - Proiezione assonometrica della ricostruzione dello stressore proposta da Alicona	123
Figura 133 – Proiezioni assonometriche della ricostruzione. A sinistra è evidenziata in blu l'area di campione dove non è presente la mesa utilizzata per il calcolo del piano ottimo. A destra, nei medesimi colori, l'area individuata sopra la mesa	124
Figura 134 – Interpolazione del piano superiore. Le zone al di sotto del piano sono di un colore più scuro. I parametri che descrivono il piano sono il 'centro' (3,4242 μm; 2,1327 μm; -0,2597 μm) e la normale (0,053; 0,005; 0,999). La deviazione standard degli scostamenti della ricostruzione rispetto al piano vale 0,101 μm.....	124
Figura 135 – Interpolazione del piano inferiore. Le zone al di sotto del piano sono di un colore più scuro. I parametri che descrivono il piano sono il 'centro' (2,1774 μm; 2,5677 μm; -1,0367 μm) e la	

normale (0,053; 0,005; 0,999). La deviazione standard degli scostamenti della ricostruzione rispetto al piano vale 0,036	125
Figura 136– Modello tridimensionale della zona degli stressori ottenuto tramite profilometria (a sinistra). Il rettangolo blu evidenzia la zona che è stata ricostruita tramite stereoscopia (a destra)	125
Figura 137 – Mappa delle deviazioni del piano che si adatta al meglio alla parte superiore della mesa.	126
Figura 138 – Mappa delle deviazioni del piano che si adatta al meglio alla zona del campione dove non è presente la mesa.	127
Figura 139 - Misura dell'altezza della mesa su immagini in sezione.....	127
Figura 140 – Proiezione assonometrica della ricostruzione della sfera scelta per il test. Piano xy sul substrato e asse z ad esso parallelo	129
Figura 141 – A sinistra immagine SEM del campione delle sfere di stagno su carbonio. A destra un ingrandimento della zona centrale, dove vi è zona circolare scura priva di sfere.....	129
Figura 142– Features individuate nell’immagine di sinistra (a sinistra) e di destra (a destra)	130
Figura 143 – Anaglifo delle immagini utilizzate allineate sul bordo alla sfera centrale. La mappa degli spostamenti è evidenziata dalle linee gialle. Si noti come gli spostamenti dei punti sulla sfera abbiano segno opposto rispetto agli spostamenti di punti nel piano.....	131
Figura 144– Ricostruzione tridimensionale ottenuta tramite l’algoritmo SURF implementato in Matlab	131
Figura 145 - Aree di base 1000 pixel e altezza 2000 pixel estratte dalle immagini del cantilever. E’ possibile riconoscere la presenza di difetti superficiali utili per la valutazione della mappa degli spostamenti.....	134
Figura 146 – Feature individuate sull’immagine del cantilever inclinato di +10° attorno a un asse verticale.....	135
Figura 147 – Feature individuate sull’immagine di cantilever inclinato di -10° attorno a un asse verticale.....	135
Figura 148 – Corrispondenze identificate, tutte le linee rappresentano corrispondenze errate eliminate perché indicano spostamenti non perpendicolari all’asse	135
Figura 149 – Le zone di sinistra individuate manualmente sull’immagine del cantilever inclinato con angolo di +10° e il sistema di riferimento adottato per la misura delle coordinate	136
Figura 150 – Immagini del campione di black silicon. L’inclinazione del campione tra la normale al campione e il fascio di elettroni primari è pari a 80°	139
Figura 151- Misura della larghezza a metà altezza delle nanostrutture da immagine SEM in sezione	140
Figura 152 – Proiezione assonometrica della misura AFM del campione di black silicon	140
Figura 153 – Ricostruzione AFM del campione di black silicon (a sinistra). Istogramma dei raggi dei cerchi equivalenti (a sinistra) delle nanostrutture evidenziate in rosso sulla ricostruzione.	141
Figura 154 – Proiezione assonometrica della ricostruzione del black silicon con Alicona	142
Figura 155- Deviazioni rispetto al piano medio per SURF (a destra) e per Alicona (a sinistra). La ricostruzione fornita da Alicona permette di riconoscere la forma delle singole nanostrutture.	142
Figura 156 - Ricostruzione 3D del black silicon ottenuta tramite il software Alicona da immagini acquisite con magnificazione 100 kX	143
Figura 157- Mappa in falsi colori delle deviazioni della ricostruzione 3D del black silicon dal piano medio.....	143
Figura 158- Vista in sezione della ricostruzione 3D del black silicon per la misura degli angoli di apertura dei nanoconi	144
Figura 159 – Corrispondenze individuate sull’anaglifo del black silicon. L’asse di rotazione è orizzontale e solo gli spostamenti verticali possono essere accettati. L’ellisse evidenzia la presenza di una contaminazione	145
Figura 160 - Nuvola di punti ricostruita dalla mappa degli spostamenti del black silicon tramite l'algoritmo SURF e riportata in Figura 160	146

Figura 161- Nuvola di punti ricostruita dal black silicon	146
Figura 162 - Mappa in falsi colori delle deviazioni della ricostruzione 3D del black silicon ottenuta con SURF rispetto al piano medio	147
Figura 163 - Immagine SEM del campione di oro su carbonio: è possibile riconoscere dettagli di meno di 10 nm di diametro	149
Figura 164- Schema di ricerca adattativa. Nell'immagine di sinistra vengono individuate solo le corrispondenze relative alle zone più facilmente riconoscibili. Nell'immagini di sinistra le zone precedentemente individuate con precisione fungono da riferimento e consentono di limitare l'area di ricerca di punti omologhi per particolari meno visibili	150

2.2 - Indice dei grafici

Grafico 1 – Andamento dei prezzi medi di vendita (Average Sales Prices) dei pannelli fotovoltaici dal 1992 al 2012 espressi in \$/Wp [31]. Wp è l'unità di misura della potenza erogata dal pannello in condizioni di soleggiamento ottimali.	23
Grafico 2 – Regime di erosione in funzione di alcuni parametri operativi del processo RIE [30]....	25
Grafico 3 – Dipendenza della riflettività (reflectance) e della velocità di erosione (etch rate) dalla composizione della miscela di gas (gas ratio) per campioni di black silicon ottenuti tramite il processo RIE [2].....	26
Grafico 4 - Zone di applicabilità delle tecniche di analisi alla nanoscala. La zona verde è quella analizzabile solo con il SEM. Tratto da [26]	32
Grafico 5 - Luminosità di una superficie piana è soggetta a errori accidentali(linea blu). Può inoltre essere presente un offset (linea rossa).....	41
Grafico 6 - Integrale delle curve rappresentate nel Grafico 5. Sono stati mantenuti i medesimi colori.	42
Grafico 7- Spettro risolto in energia degli elettroni riemessi dal campione [4] sulla sinistra e curva del cammino libero di un elettrone tra due urti anelastici nei metalli in funzione dell'energia [38].	52
Grafico 8 – Risoluzione misurata nelle immagini acquisite dal rivelatore in colonna e esterno in funzione della tensione di accelerazione del fascio di elettroni primari. La risoluzione migliora con buona approssimazione con l'inverso della radice della tensione di accelerazione.	61
Grafico 9 - Andamento della funzione sensibilità in funzione degli angoli di inclinazione del campione	67
Grafico 10 - Grafico della funzione sensibilità in funzione dell'angolo di inclinazione della prima immagine. La differenza tra l'angolo di inclinazione per la prima immagine e per la seconda è pari a 1 rad. Il massimo di sensibilità si ha per $\theta_1 = -0,5 \text{ rad}$	68
Grafico 11 – Numero di features individuate in funzione della soglia	100
Grafico 12 – Numero di corrispondenze individuate e numero di corrispondenze che rispettano i vincoli geometrici in funzione della soglia sul rapporto tra le distanze per la prima e la seconda tra le corrispondenze possibili. La soglia sulla distanza è fissata al 40%	102
Grafico 13 – Numero di corrispondenze individuate e numero di corrispondenze che rispettano i vincoli geometrici in funzione della soglia sulla distanza con soglia sul rapporto fissata a 0,7.....	103
Grafico 14 – Istogramma delle coordinate z misurati sui punti che non presentano spostamenti superiori a 4 pixel parallelamente all'asse di rotazione.	113
Grafico 15 - Distribuzione della differenza delle coordinate y per le corrispondenze individuate sulla ricostruzione delle sfere da immagini con magnificazione pari a 3 kX. Immagini allineate in modo che gli spostamenti paralleli all'asse di rotazione fossero nulli.....	116
Grafico 16 – Istogramma della coordinata z dei punti del piano del campione (a sinistra) e della mesa (a destra)	123
Grafico 17 – Proiezione sul piano xz della nuvola di punti calcolata tramite la stereoscopia e quella teorica nella condizione di sfera tangente	132
Grafico 18 – Proiezione sul piano xz della nuvola di punti calcolata tramite la stereoscopia e quella teorica nella condizione di sfera compenetrata nel piano	133
Grafico 19 - Andamento dell'errore in funzione della distanza dal centro della sfera. Errori molto elevati si rivelano nelle zone dove il gradiente è massimo	133
Grafico 20 - – Istogramma della frequenza assoluta dei valori della coordinata z per i punti sul piano superiore del cantilever.	136
Grafico 21 – Coordinate dei punti misurate nell'immagine di destra e di sinistra	137
Grafico 22 – Istogramma delle frequenze dei valori assunti dalla coordinata z per i punti sul piano superiore del cantilever.	138
Grafico 23 – Confronto tra le distribuzioni di coordinate z nel piano ottenute tramite ricostruzione manuale e tramite l'algoritmo SURF	138

2.3 - Indice delle tabelle

Tabella 1 - Errore nella valutazione di distanze sulle immagini.....	59
Tabella 2- Riassunto dei difetti individuati nelle ricostruzioni individuate. La faccina felice indica che nella ricostruzione il difetto indicato non è stato rilevato.	89
Tabella 3 - Differenza di elevazione, incertezza totale, incertezza sui singoli piani e numero di punti in funzione della soglia di spostamento parallelo all'asse di inclinazione	113
Tabella 4 - Risoluzione nel piano delle ricostruzioni effettuate con SURF.....	117
Tabella 5 - Confronto delle lunghezze dei segmenti delle piste cifrate individuate sull'immagine SEM e sulla ricostruzione 3D	119
Tabella 6 - Confronto tra gli angoli di segmenti consecutivi della pista cifrata sulla ricostruzione 3D e sull'immagine SEM	120
Tabella 7 - Misura dell'altezza della mesa dalla ricostruzione dello stressore eseguita SURF.....	123
Tabella 8 - Confronto delle misure dell'altezza della mesa e delle stime degli errori valutate da ricostruzioni 3D della zona dello stressore	128
Tabella 9 - Misure sul diametro equivalente delle nanostrutture presenti sulla superficie del campione di black silicon effettuate con diverse tecniche	144
Tabella 10 - Confronto delle misure dell'altezza della mesa e delle stime degli errori valutate da ricostruzioni 3D della zona dello stressore	152

2.4 - Indice delle equazioni

Equazione 1 - Intensità di elettroni secondari emessi in funzione dell'angolo di inclinazione della superficie del campione	53
Equazione 2 - Luminosità	57
Equazione 3 - Contrasto	57
Equazione 4- Forza elettromagnetica di Lorentz con campo magnetico perpendicolare alla velocità	62
Equazione 5 - Conservazione dell'energia	62
Equazione 6- Forza in funzione della tensione di accelerazione del fascio primario	62
Equazione 7 - Il principio della dinamica	62
Equazione 8- Relazione spazio-tempo nel moto rettilineo uniforme.....	62
Equazione 9 - Spostamento dovuto alla forza elettromagnetica	62
Equazione 10 - Distanza della proiezione della zona riconoscibile sull'immagine 1 dall'asse di inclinazione	65
Equazione 11- Distanza della proiezione della zona riconoscibile sull'immagine 2 dall'asse di inclinazione	65
Equazione 12 - Spostamento di parallasse	65
Equazione 13 - Raccoglimento a fattore comune in funzione delle coordinate p e q della zona significativa nel sistema di riferimento del campione	65
Equazione 14 -Elevazione in funzione dello spostamento di parallasse.....	65
Equazione 15 - Condizione per la quale la posizione sul piano medio non influenza lo spostamento di parallasse.....	66
Equazione 16 - Spostamento di parallasse in funzione dell'elevazione per angoli opposti	66
Equazione 17 - Elevazione in funzione dello spostamento di parallasse per angoli opposti	66
Equazione 18 - Sensibilità dello spostamento di parallasse a una variazione di elevazione per angoli qualsiasi.....	66
Equazione 19 – Punti stazionari del gradiente della sensibilità dello spostamento di parallasse a una variazione di elevazione per angoli qualsiasi.....	66
Equazione 20 - Matrice hessiana della sensibilità dello spostamento di parallasse a una variazione di elevazione per angoli qualsiasi	66
Equazione 21 - Relazione sugli angoli da imporre per minimizzare la presenza di zone occluse.....	67

Equazione 22- Errore di proiezione sulla punta AFM	71
Equazione 23- Errore di proiezione sulle sfere a 3 kX	71
Equazione 24 - Formula per il calcolo dei descrittori	98
Equazione 25 - Codice per il ritaglio e l'allineamento delle immagini	99
Equazione 26- Codice per la ricerca di zone significative	100
Equazione 27 - Codice per la ricerca delle corrispondenze tra punti omologhi	103
Equazione 28 - Legame tra elevazione,semiangolo,dimensione del pixel e spostamento di parallasse	105
Equazione 29 - Codice per il calcolo della nuvola di punti dalla mappa di spostamento.....	105
Equazione 30 - Taglio dei livelli.....	111
Equazione 31- Profondità trincee.....	113
Equazione 32- Equazione che legano gli spostamenti di parallasse alla coordinata del punto 3D..	115
Equazione 33 - Errore sulle coordinate del punto 3D	116
Equazione 34- Errore sulle coordinate del punto 3D approssimato.....	116
Equazione 35 - Deviazione standard degli scarti	117
Equazione 36 - Lunghezza segmento pista cifrata	119
Equazione 37- Angolo tra due segmenti consecutivi della pista cifrata	120
Equazione 38 – Altezza della mesa valutata sulla ricostruzione dello stressore proposta da Alicona	125
Equazione 39 - Altezza della mesa misurata sulle ricostruzioni profilometriche	127
Equazione 40 - Modello teorico della sfera	132
Equazione 41 - Variazione della coordinata z per spostamento di 1 pixel	137

3 - Abstract

Lo studio dei sistemi nanostrutturati richiede una tecnica che determini la forma delle strutture sulla scala nanometrica e valuti l'uniformità del processo produttivo su scale di centimetri. Un caso tipico è la ricerca sul "black silicon", il film di silicio cristallino per le applicazioni fotovoltaiche in cui l'assorbimento dello spettro solare è aumentato fino ad oltre il 90% dalla nanostrutturazione della superficie. Le microscopie a scansione di sonda consentono una misura diretta della topografia, con una risoluzione pari a 0,6 nm nel piano e 0,01 nm perpendicolarmente ad esso, apprezzando a volte anche i singoli atomi. Il campo di vista è limitato a una dimensione dell'ordine di 100 μm e vi sono limiti geometrici sulla forma delle cavità osservabili. Un promettente approccio alternativo, compatibile con strutture con alto rapporto di aspettazione, è la ricostruzione tridimensionale tramite stereomicroscopia elettronica a scansione. In questo lavoro sono state effettuate ricostruzioni della morfologia di campioni di riferimento a diversa scala dimensionale: una sfera da 20 μm di diametro, un altopiano alto 1,2 μm e trincee nanoscopiche profonde 40 nm. Il software commerciale Alicona Mex 6© si è rivelato in grado di fornire ricostruzioni dettagliate e pittoriche, ma non sempre accurate. Un software sviluppato dall'autore, grazie a filtri restrittivi, ha permesso, in alcuni casi, di rendere le ricostruzioni più aderenti alla geometria osservata direttamente a diverse angolazioni. L'errore finale è stato valutato 0,7 μm sulla sfera e 0,14 μm sull'altopiano. Un processo di ricostruzione manuale, applicato alle trincee, ha consentito di raggiungere il limite di risoluzione dovuto alle immagini: 3 nm sul piano medio del campione e 22 nm sull'elevazione. La tecnica, applicata al caso scientifico del black silicon ha fornito risultati paragonabili con le misure di microscopia a forza atomica. Le applicazioni possibili sono la determinazione della morfologia di nanostrutture oltre il limite di diffrazione della luce. La tecnica è compatibile anche con i recenti sviluppi della microscopia elettronica ultraveloce con risoluzione temporale inferiore al picosecondo.

4 - Introduzione

Lo studio dei sistemi nanostrutturati richiede una caratterizzazione morfologica [1] molto stringente che deve coprire in intervallo dimensionale che si estende dalla scala tipica delle strutture, qualche nanometro, fino alla scala macroscopica dei supporti, dell'ordine dei millimetri. Infatti le proprietà delle nanostrutture, siano esse costruite una ad una (approccio top-down) oppure auto-organizzate (approccio bottom-up), possono variare molto in funzione della posizione rispetto al supporto e all'apparato di produzione. Un caso tipico è la ricerca sul “black silicon” [2], il film di Si cristallino con applicazioni fotovoltaiche ed elettrochimiche in cui l'assorbimento dello spettro solare è aumentato fino ad oltre il 90% da una nanostrutturazione della superficie [3] simile a quella riportata in Figura 1. Infatti è contemporaneamente necessario ottimizzare la forma delle strutture sulla scala nanometrica e valutare l'uniformità del processo produttivo su scale di decine di millimetri.

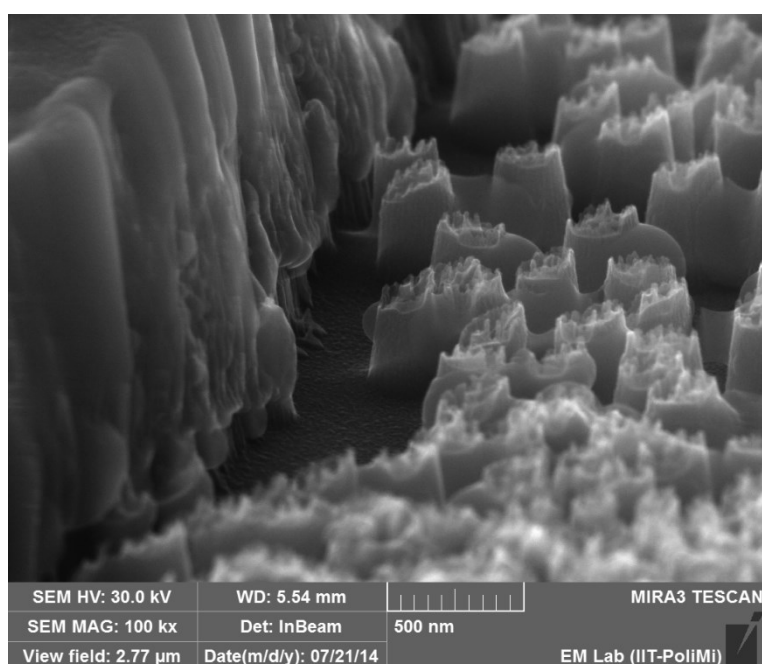


Figura 1 — Immagine SEM di un campione di black silicon inclinato. La presenza di un difetto mette in evidenza le tipiche nanostrutture colonnari (sulla sinistra).

Le microscopie a scansione di sonda consentono una misura diretta della topografia del campione. Una immagine della ricostruzione 7x7 del silicio è stata ottenuta con una risoluzione pari a 0,6 nm nel piano e 0,01 nm perpendicolarmente ad esso e consente di riconoscere i singoli atomi [4]. Il campo di vista è tuttavia limitato a una dimensione dell'ordine di 100 μ m e vi sono limiti sulle geometrie osservabili dati dalla forma geometrica della punta utilizzata [5]. La profilometria ottica consente di ottenere ricostruzioni 3D con una risoluzione sull'elevazione pari a 0,1 nm e laterale limitata dalla diffrazione della luce visibile. Il limite è pari a 300 nm nel caso di misure in olio [6]. La microscopia elettronica a scansione consente, facendo scorrere un fascio di elettroni collimato ad alta energia sul campione, di ottenere immagini con risoluzione nanometrica su campi di vista variabili dai μ m ai cm. In particolare la misura della corrente di elettroni riemessi dal campione di energia inferiore a 50 eV permette di osservare un contrasto dovuto alla morfologia del campione [7]. In questo lavoro di tesi si vuole ottenere una ricostruzione tridimensionale della topografia del campione da immagini SEM [8]. Una tecnica di interesse per la ricostruzione tridimensionale è la stereoscopia, che imita il metodo utilizzato dalla vista per la valutazione della distanza degli oggetti. Essa consente di ottenere una

mappa di elevazione misurando gli spostamenti di punti riconoscibili sulle immagini a seguito di una inclinazione del campione rispetto all'asse di osservazione [9]. In questo lavoro sono state effettuate ricostruzioni di test su campioni di riferimento a diversa scala dimensionale: sfere di stagno su carbonio di dimensioni comprese tra 30 μm e 5 nm, un altopiano alto 1,2 μm in silicio coperto da uno strato di 100 nm di germanio sporgente e nano trincee larghe 130 nm e profonde 40 nm. Lo scopo è analizzare le prestazioni del software commerciale Alicona Mex 6© [10], identificato come il più promettente in base alle caratteristiche del microscopio elettronico utilizzato. Si vuole inoltre sviluppare un software di ricostruzione 3D [11], basato su algoritmi robusti [12], allo scopo di avere libero accesso al processo di ricostruzione e valutarne l'approccio e la dipendenza dai parametri. Una volta ottenute le ricostruzioni 3D, si vuole determinarne la risoluzione nel piano e l'errore sulla stima dell'elevazione [13] tramite confronto con modelli ideali dei campioni scelti basati su sfere e piani. Si vorrebbe in particolare poter ricostruire strutture di dimensioni inferiori al limite di diffrazione della luce visibile, tra le quali la trave sospesa tra diverse zone dell'altopiano di larghezza inferiore a 300 nm rappresentata nella Figura 2 gentilmente fornita dalla prof. Monica Bollani del gruppo di Nanoscale Devices del Laboratory for Nanostructure Epitaxy and Spintronics on Silicon (LNESS) di Como.

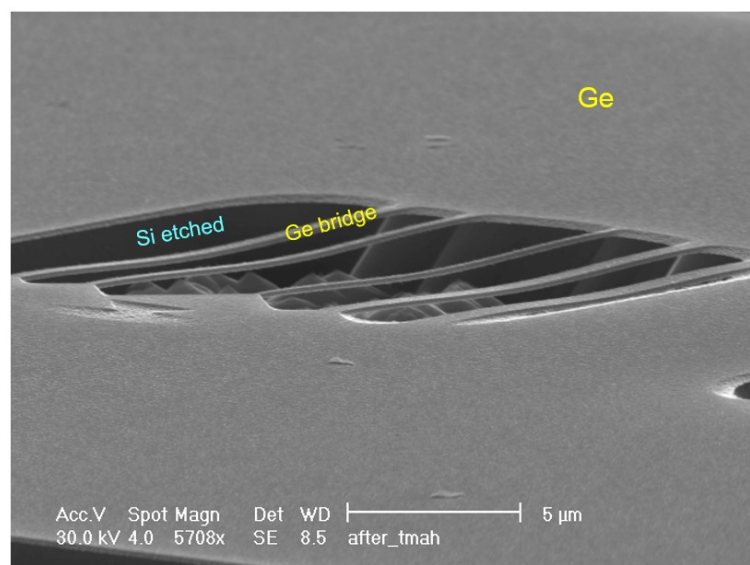


Figura 2- Le travi, indicate come 'Ge bridge', sono sospese sopra il substrato in silicio indicato come 'Si etched'

Il riconoscimento automatico delle strutture omologhe riprodotte in immagini bidimensionali acquisite con differente direzione di osservazione, oltre a permettere di ricostruire un elevato numero di dettagli [14], deve anche rendere possibile una verifica a posteriori e nei casi più critici un intervento diretto da parte dell'operatore. Il caso scientifico selezionato è il black silicon, che può essere caratterizzato sia tramite stereomicroscopia elettronica che tramite misure AFM [15]. Si vuole infine verificare se la tecnica analizzata sia compatibile con le immagini di microscopia elettronica acquisite con una risoluzione temporale di ps utilizzando tecniche di eccitazione e rivelazione in modalità pump and probe [16]. Un primo impulso laser di durata inferiore a 1 ps eccita il fenomeno ultraveloce mentre un secondo impulso elettronico di durata paragonabile a quello di eccitazione, ma opportunamente ritardato o anticipato, consente di osservarne gli effetti [17]. Il gruppo di Microscopie Elettroniche, dove ho svolto questo lavoro di tesi, sta attualmente sviluppando un microscopio

elettronico ultraveloce nell'ambito di una collaborazione tra il Dipartimento di Fisica del Politecnico di Milano e il Center of Nanoscience and Technology dell'Istituto Italiano di Tecnologia. Alcuni esempi di fenomeni ultraveloci che coinvolgono la forma del campione sono il trasporto di carica in materiali nanostrutturati [16] e l'oscillazione di dispositivi nano elettro meccanici anche detti NEMS [18] che potrebbero essere futuri ambiti di applicazione della stereomicroscopia. Nei NEMS la variazione di forma è il parametro di interesse [19]. La descrizione del trasporto di carica richiede una conoscenza della morfologia del campione in quanto è fortemente influenzato dalla presenza di elementi geometrici come vertici, spigoli o facce di poliedri. Essi definiscono il livello di quantizzazione e sono descritti da diversi modelli teorici: rispettivamente il punto, il filo e il pozzo quantico [16].

4.1 - Struttura della tesi

Il capitolo 5 introduce il caso scientifico del black silicon. Dopo averne presentato le caratteristiche e le applicazioni, viene mostrato come la forma delle nanostrutture sulla superficie dipenda dal metodo di fabbricazione e dai parametri di processo.

Il capitolo 6 presenta nella prima parte lo stato dell'arte delle tecniche di caratterizzazione alla nanoscala ossia le microscopie a scansione di sonda e la profilometria in confronto con la microscopia elettronica a scansione. Nella seconda parte vengono proposte alcune tecniche di ricostruzione 3D potenzialmente compatibili con le immagini SEM.

Il capitolo 7 illustra le strategie adottate. Viene innanzitutto motivata la scelta di utilizzare la stereoscopia. Successivamente vengono presentati i campioni di riferimento illustrandone l'utilità per la caratterizzazione della tecnica. Viene poi brevemente introdotta la fisica alla base del SEM elettronico e caratterizzato il microscopio utilizzato. Infine vengono commentati i parametri adottati per l'acquisizione delle immagini.

Il capitolo 8 presenta il software Alicona Mex 6[©] e una analisi qualitativa delle ricostruzioni che ha calcolato sui campioni di riferimento. Si evidenziano le zone delle ricostruzioni, in alcune condizioni, risultino imprecise o affette da artefatti avanzando delle ipotesi sulla possibili cause.

Il capitolo 9 presenta il software autocostruito. Una introduzione teorica illustra l'algoritmo Speeded Up Robust Feature. Successivamente vengono motivate le scelte effettuate commentando il codice e i parametri utilizzati. Infine si conclude analizzando il numero di corrispondenze individuate sui campioni di riferimento.

Il capitolo 10 presenta il metodo di ricostruzione manuale applicato alle trincee per raggiungere il limite ultimo di risoluzione.

Il capitolo 11 include delle elaborazioni teoriche sulle ricostruzioni. Si vuole determinare la risoluzione nel piano e l'errore di stima dell'elevazione per le ricostruzioni calcolate da Alicona e SURF.

Il capitolo 12 presenta e confronta le misure AFM e le ricostruzioni 3D sul black silicon.

Il capitolo 13 illustra le future prospettive di sviluppo della ricerca.

Il capitolo 14 riassume i principali risultati ottenuti.

5 - Caso scientifico

I casi scientifici analizzati sono quelli nei quali la morfologia superficiale alla nanoscala del campione determina le proprietà. In particolare le superfici ruvide presentano:

- una bassa riflettività utile ad esempio nel fotovoltaico [2];
- una bassa bagnabilità utile dove il metallo viene a contatto con dei liquidi [20];
- proprietà battericide [15].

Lo sviluppo delle tecniche di microscopia elettronica pone le basi per la realizzazione di veri e propri filmati con risoluzione temporale dei fs delle variazioni delle proprietà dei campioni nel tempo. In particolare la messa a punto di una tecnica di ricostruzione tridimensionale consente di studiare le variazioni di forma in seguito a sollecitazioni meccaniche [18], punto chiave dei Sistemi Micro e Nano Elettro Meccanici (MEMS e NEMS).

5.1 - Il black silicon

Il silicio cristallino è un materiale semiconduttore che viene commercializzato in wafer, ossia cilindri di spessore inferiore al millimetro e diametro di svariati pollici. Il silicio puro, a causa dell'elevato indice di rifrazione, presenta una discreta riflettività. Con la locuzione black silicon si indica un wafer di silicio non riflettente o addirittura nero.

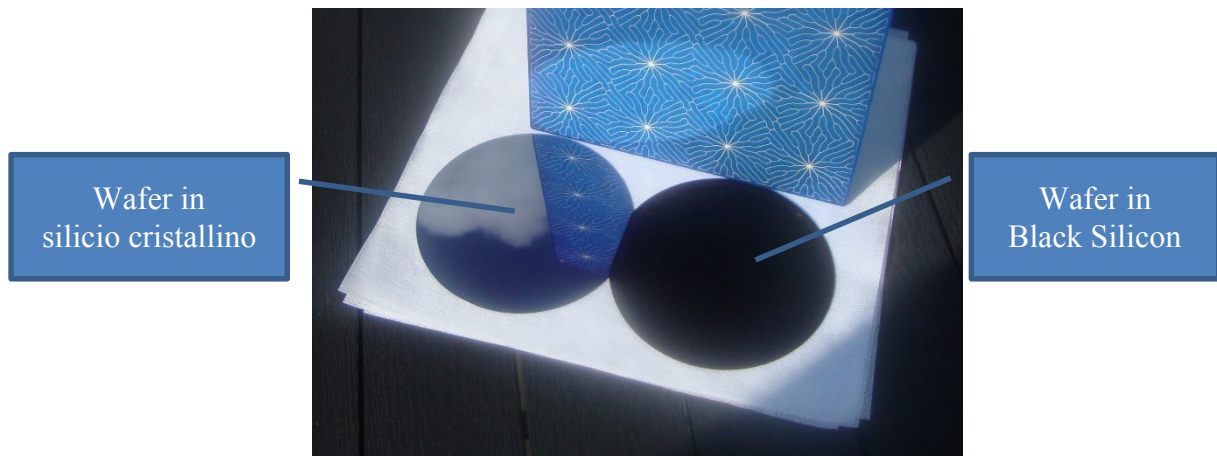


Figura 3 - Un wafer di silicio riflette la luce visibile mentre un wafer black silicon la assorbe [28]

L'assorbimento della luce da parte del black silicon è causato da una superficie particolarmente accidentata. Una spiegazione completa del fenomeno richiede l'analisi dei campi elettromagnetici, essendo la rugosità della superficie comparabile con la lunghezza d'onda. In una rappresentazione pittorica basata sull'ottica a raggi è possibile ipotizzare che la normale alla superficie sia, con grande probabilità, tale per cui la luce riflessa presenti una probabilità elevata di incontrare di nuovo il materiale. Il raggio di luce incidente viene quindi coinvolto in una catena di riflessioni multiple che massimizzano la quota assorbita [2]. Il black silicon, grazie alla riflettività ridotta, presenta applicazioni nel campo del fotovoltaico. In particolare è stato mostrato come sia possibile realizzare celle fotovoltaiche utilizzando un wafer di black silicon [2] con un processo molto simile a quanto utilizzato per il silicio cristallino. L'efficienza, valutata con uno spettro AM1.5 che corrisponde a un'altezza del sole sull'orizzonte di 42°, è risultata pari al 15% [2]. L'utilizzo di substrati black silicon consente di evitare la deposizione di strati antiriflesso consentendo una ulteriore diminuzione dei prezzi dei pannelli fotovoltaici sul mercato, in crollo da decine di anni grazie ai progressi tecnologici e all'economia di scala.

Figure 1: PV Module ASPs 1992-2012

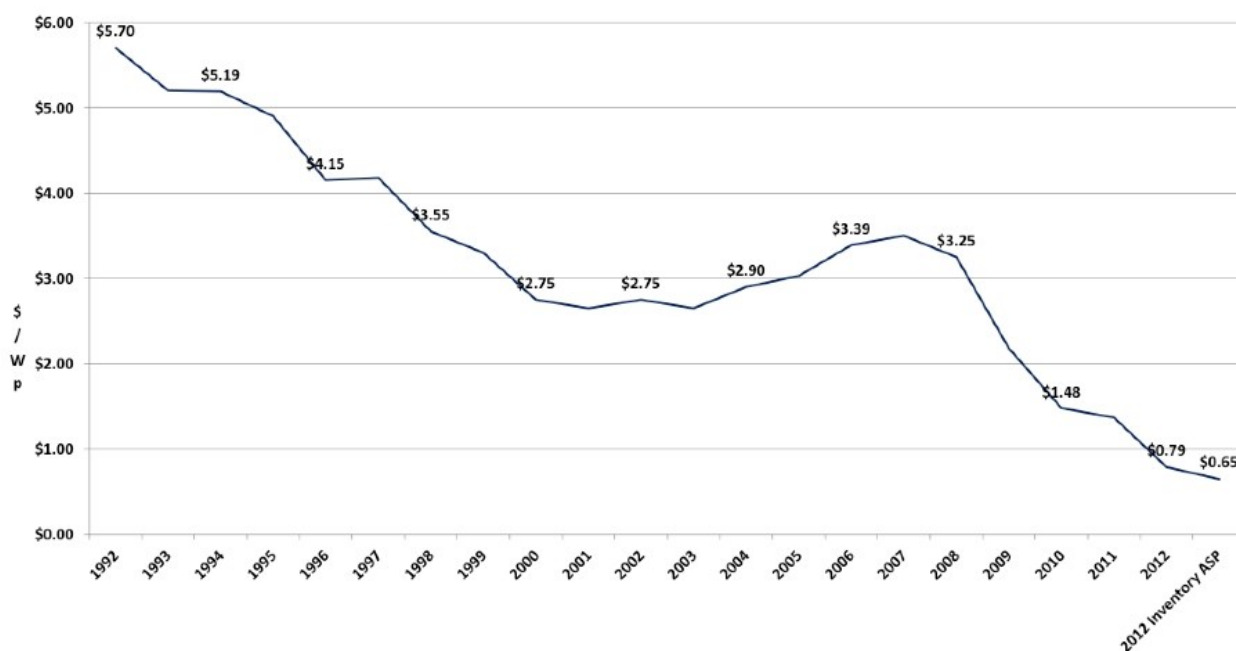


Grafico 1 – Andamento dei prezzi medi di vendita (Average Sales Prices) dei pannelli fotovoltaici dal 1992 al 2012 espressi in \$/Wp [31]. Wp è l'unità di misura della potenza erogata dal pannello in condizioni di soleggiamento ottimali.

Studi recenti hanno mostrato che il black silicon è anche un materiale battericida particolarmente efficace [15]. Le cellule batteriche che collidono con il black silicon vengono danneggiate dalle nanostrutture superficiali, che risultano troppo appuntite, e vengono eliminate ad un ritmo che può raggiungere le $450'000 \text{ cm}^{-2} \text{ min}^{-1}$. Nanostrutture paragonabili a quelle del black silicon sono state rinvenute sulle ali di alcuni insetti, con funzione battericida.

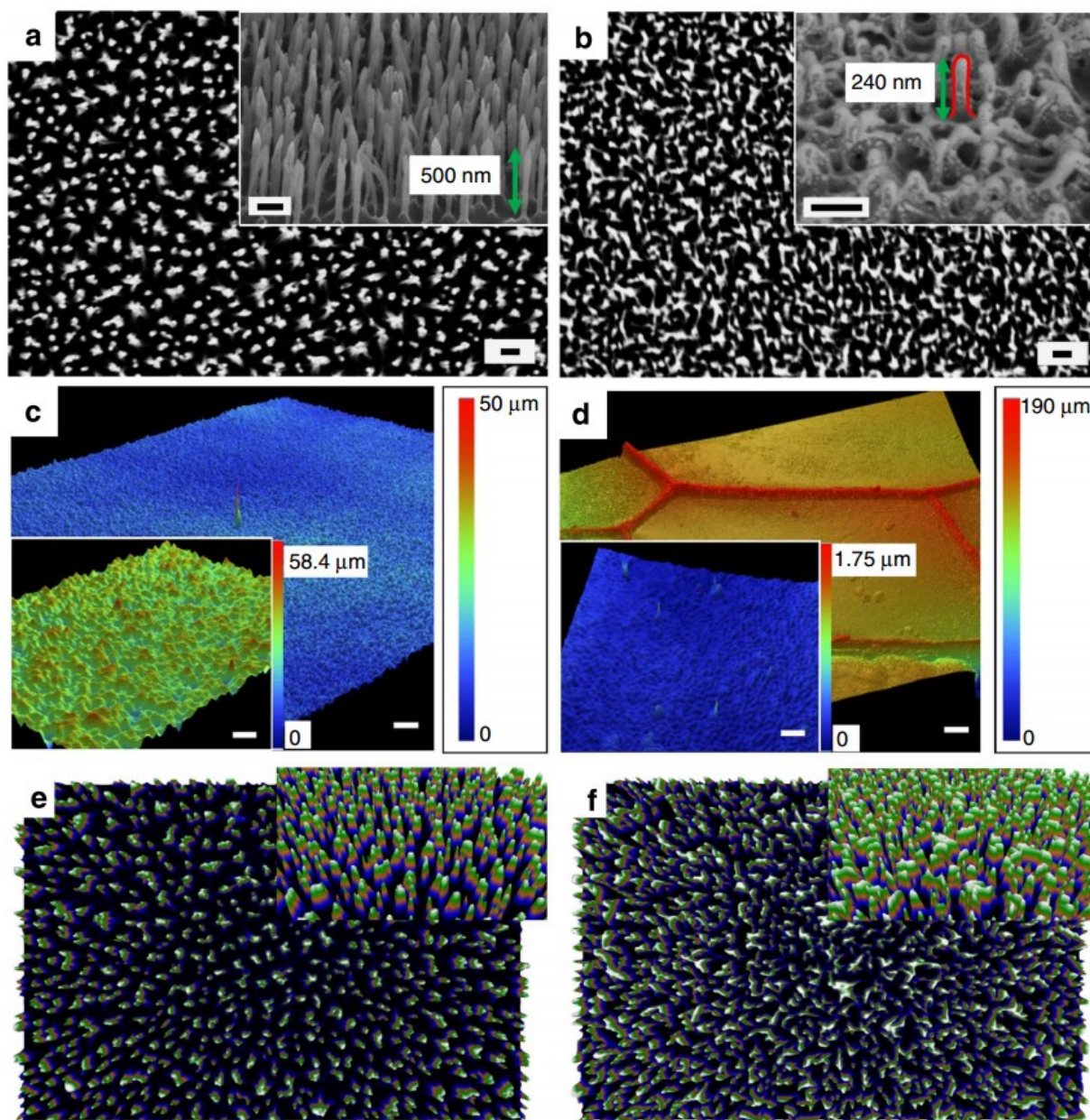


Figura 4 – Confronto tra black silicon ottenuto con tecnica RIE (a,c,e) e delle ali dell'insetto *Diptacodes bipunctata* (b,d,f). Le immagini a e b sono state acquisite con il microscopio elettronico a scansione a 15'000 magnificazioni. Il marker corrisponde a una distanza di 1 μm . Le immagini c e d sono una ricostruzione profilometrica mentre e ed f sono state ottenute tramite una tecnica di ricostruzione fotogrammetrica basata su immagini SEM [15]

Il black silicon ideale presenta strutture colonnari di altezza molto superiore rispetto al diametro. Esso può essere prodotto applicando opportuni trattamenti superficiali ai wafer di silicio cristallino. In particolare ai fini di questo lavoro risulta utile introdurre le tecniche basate sull'attacco chimico:

- reactive ion etching o RIE [3] [2];
- deep reactive ion etching o DRIE [1], [21].

Il metodo deep reactive ion etching consente di controllare le dimensioni delle singole nanostrutture e la loro posizione sul wafer. Esso richiede perciò un passaggio di litografia. In particolare è necessario nell'ordine:

1. depositare un materiale polimerico protettivo (resist) sul wafer di silicio;
2. rompere i legami chimici del polimero nelle zone corrispondenti alle sezioni di base delle colonne tramite radiazione UV (litografia);
3. sciogliere chimicamente solamente le zone danneggiate del polimero (etching selettivo);
4. procedere a un attacco direzionale delle zone di wafer rimaste scoperte;

5. passivare la superficie del semiconduttore;
6. procedere a un nuovo attacco direzionale del semiconduttore. Lo strato passivato verrà facilmente rimosso sul fondo ma non sulle pareti (figura 6a). L'attacco diventa ancora più direzionale e permette di rendere il foro più profondo (6b);
7. ritornare al passaggio 5 e ripetere fino a raggiungere la profondità desiderata.

I passaggi 4,5,6 e 7 costituiscono il processo Deep Reactive Ion Etching (DRIE), sviluppato da Bosch per l'erosione profonda di materiali semiconduttori.

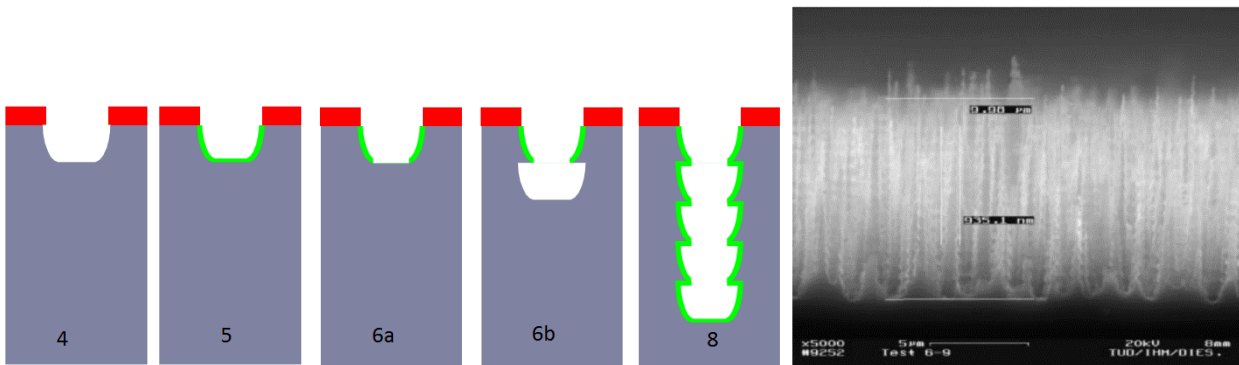


Figura 5 – Schema del processo DRIE (a sinistra) e immagine SEM del black silicon che consente di ottenere [29] (a destra). Si notino le striature orizzontali sulle colonne ottenute tramite processo DRIE

Il processo per ottenere il black silicon con tecnica convenzionale è quindi lungo e complesso. Si è tuttavia scoperto che è possibile ottenere strutture colonnari tramite un singolo passaggio di Reactive Ion Etching [3]. I parametri e le strategie che consentono di rendere l'attacco perpendicolare alla superficie vengono indicati come 'regime del black silicon'.

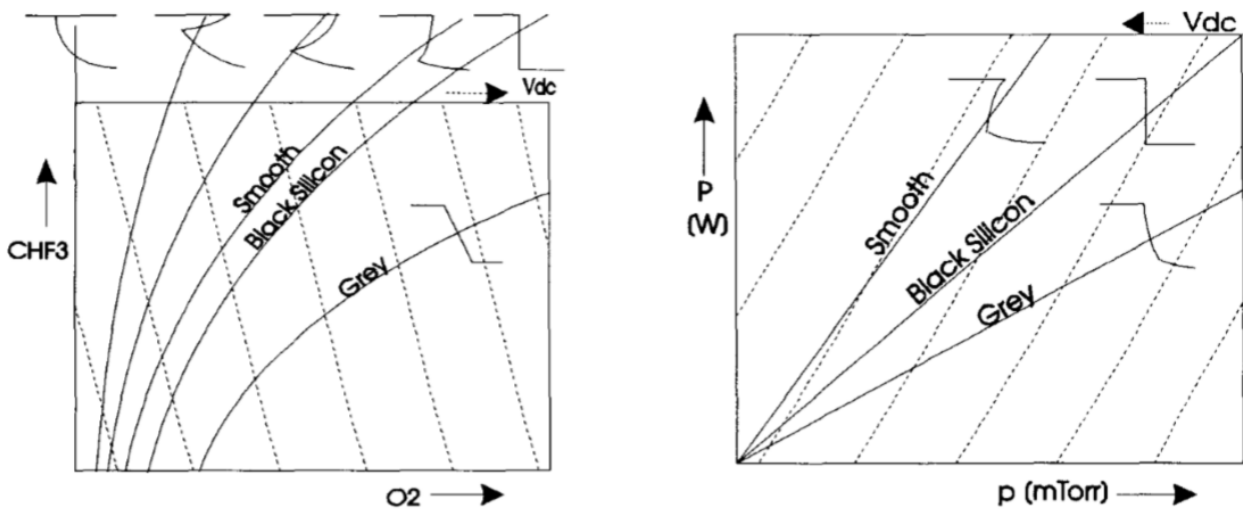


Grafico 2 – Regime di erosione in funzione di alcuni parametri operativi del processo RIE [30]

L'erosione RIE è un processo di ablazione da plasma che opera in una camera a basso vuoto. La miscela di gas utilizzati per la reazione nel regime del black silicon [3] [2] contiene esafluoruro di zolfo (SF_6), ossigeno (O_2) e trifluorometano (CHF_3). Ogni gas ha una specifica funzione nel processo e la riuscita dipende strettamente dai rapporti dei diversi gas nella miscela. Il gas viene sottoposto a un campo elettromagnetico a radiofrequenza di intensità sufficiente a ionizzare i gas e portare alla formazione di plasma. Gli ioni fluoro derivanti dalla dissociazione di SF_6 vengono accelerati verso il campione da una differenza di potenziale di poche centinaia di V e procedono all'attacco chimico del silicio. La reazione tra ioni fluoro e silicio porta alla formazione di molecole di tetrafluorosilano (SiF_4) volatili. La molecola di ossigeno viene dissociata in radicali che passivano la superficie di silicio lasciata esposta dall'attacco chimico. La passivazione porta alla deposizione sulla superficie

di fluorosilicati (SiO_xF_y). Essi possono essere tuttavia rimossi dagli ioni CF_x^+ derivanti dalla dissociazione di CHF_3 . L'ossigeno viene quindi incluso in composti volatili di formula chimica CO_xF_y e allontanato. Nel caso il trifluorometano non fosse disponibile lo strato passivante viene rimosso dagli ioni derivanti dalla dissociazione dell'esafluoruro. La differenza di potenziale tra il campione e il plasma tende ad accelerare gli ioni normalmente alla superficie rendendo l'attacco almeno in parte direzionale.

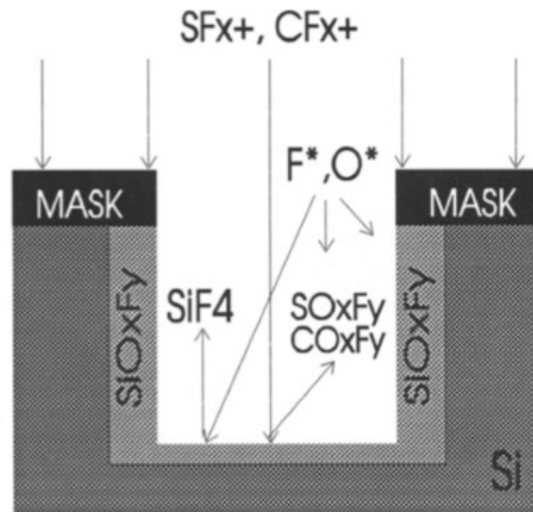


Figura 6 – Schema delle reazioni chimiche che avvengono nel processo RIE [30]

Non è tuttavia sufficiente per attaccare il campione normalmente alla superficie. E' quindi necessario individuare la corretta composizione della miscela di gas che consenta un equilibrio dinamico dello spessore dello strato passivante sulle pareti laterali.

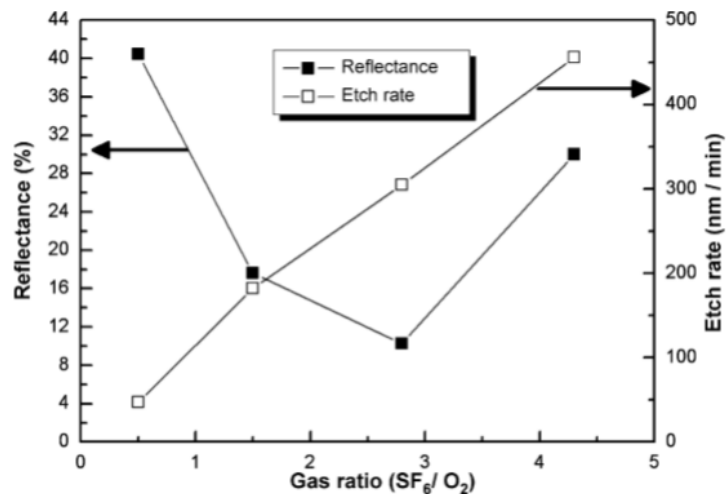


Grafico 3 – Dipendenza della riflettività (reflectance) e della velocità di erosione (etch rate) dalla composizione della miscela di gas (gas ratio) per campioni di black silicon ottenuti tramite il processo RIE [2]

E' inoltre possibile eliminare la necessità di ricorrere alla litografia per preservare alcune zone dall'attacco chimico. La tecnica prevede di ricoprire il wafer, prima dell'attacco, con uno strato di ossido. Esso verrà rimosso in modo fortemente anisotropo, anche grazie alla presenza di impurità e contaminazioni. In alcune zone lo strato di ossido si assottiglia mentre in altre lo spessore aumenta. L'attacco inizia solo dove l'ossido viene perforato. Tramite il processo RIE non è possibile controllare le proprietà delle singole colonne ma solo la distribuzione statistica.

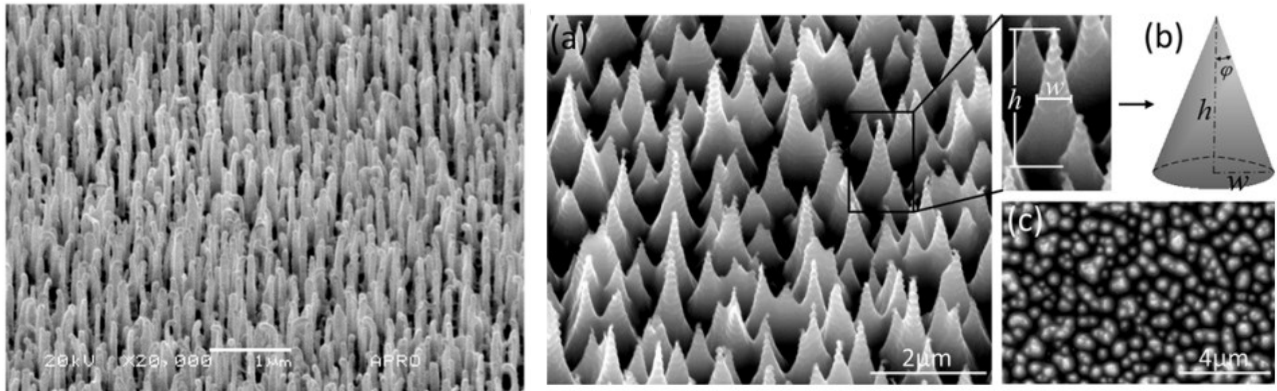


Figura 7 – Immagini SEM in sezione di colonne di black silicon ottenute con tecnica RIE [28], a sinistra, e nanoconi, a destra, ottenuti con il processo DRIE [13]

L'analisi della superficie del black silicon è quindi un caso scientifico di grande interesse. Per proporre una possibile soluzione è necessario sviluppare una tecnica di ricostruzione tridimensionale basata su immagini SEM che consenta di misurare alcuni dei parametri che caratterizzano le colonne [1].

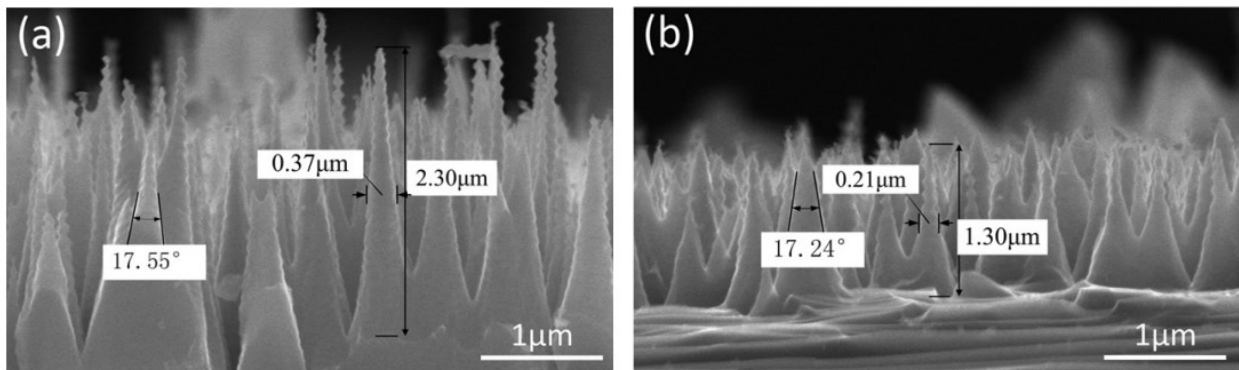


Figura 8 – Valutazione manuale dei principali parametri geometrici delle nanostrutture che caratterizzano il black silicon su immagini SEM acquisite in sezione [13].

I parametri significativi relativi alle nanostrutture sono:

- la densità superficiale [2] [1];
- l'altezza [2] [1];
- il diametro di base [2] [1];
- l'angolo di rastremazione [1] [3].

6 - Stato dell'arte

L'analisi dello stato ha consentito di acquisire informazione sulle tecniche di caratterizzazione della superficie dei campioni alla nanoscala. In particolare dopo un breve excursus sulle tecniche profilometriche ottiche e a scansione di sonda vengono proposti alcuni accenni sulla fisica della formazione dell'immagine nel microscopio elettronico a scansione (SEM). L'analisi mostra come il SEM permetta di ottenere esclusivamente immagini bidimensionali. Verranno quindi presentate alcuni metodi per ottenere ricostruzioni tridimensionali da immagini SEM [8] e STEM.

6.1 - Tecniche di caratterizzazione alla nanoscala

Nel seguito verranno presentate alcune tecniche di ricostruzione tridimensionale diretta di campioni. Sono tecniche ormai pienamente sviluppate e utilizzate comunemente nei laboratori di ricerca per l'analisi di vari campioni tra i quali semiconduttori, ossidi, dispositivi elettronici organici e campioni biologici.

6.1.1 - Microscopia a Forza Atomica

La microscopia a forza atomica permette di misurare l'interazione tra una punta acuminata e la superficie del campione. Trascurando le interazioni magnetostatiche ed elettrostatiche tra punta e campione la modellizzazione delle forze che agiscono tra la punta e il campione varia con la distanza:

- a distanze elevate (maggiori di 100 nm) non è presente nessuna interazione tra la punta e il campione;
- avvicinandosi al campione è possibile misurare una forza attrattiva di natura elettrostatica descrivibile come forza di Van der Waals;
- a distanze molto ridotte si ha la sovrapposizione tra gli orbitali degli atomi della punta e del campione che porta a una intensa forza repulsiva;

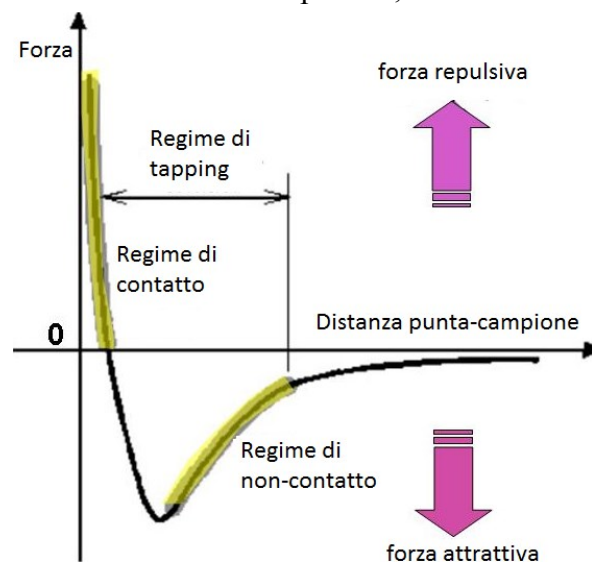


Figura 9- Interazione punta campione in funzione della distanza. Liberamente ispirato da [22]

L'intensità dell'interazione viene convertita in uno spostamento tramite una molla costituita da una mensola micrometrica. Una estremità è fissata a incastro mentre all'altra, libera di oscillare è fissata la punta. La punta può quindi salire, scendere o ruotare intorno all'asse della trave. La realizzazione di punte e travi a basso costo è stata resa possibile grazie allo sviluppo delle tecniche di lavorazione dei materiali semiconduttori messe a punto per la microelettronica e ha permesso una vasta diffusione della tecnica. All'estremità libera della trave, oltre alla punta è anche fissato uno specchio su cui

incide un raggio laser. Ogni interazione della punta con il campione provoca uno spostamento o una rotazione dello specchio che comporta un cambio di direzione del raggio riflesso. Esso incide su un fotodiodo a quattro quadranti, che consente di determinare con precisione il punto di massima intensità. Uno spostamento orizzontale sarà legato a una torsione della trave e a una forza orizzontale sulla punta mentre uno spostamento verticale è legato a una attrazione o repulsione tra punta e campione. L'utilizzo del laser consente di realizzare una leva ottica che amplifica il segnale di spostamento di migliaia di volte rendendolo così più facilmente misurabile. Tramite una opportuna calibrazione, che include anche la misura delle costanti elastiche della trave utilizzata per sforzi assiali e torsionali, e la geometria del sistema è possibile calcolare la variazione della forza che agisce sulla punta dalla misura del cambiamento di posizione del punto di massima intensità del fascio sul fotodiodo. La misura viene ripetuta più volte traslando il campione lungo un percorso raster per ottenere delle immagini topografiche. Il traslatore è generalmente basato su un cristallo piezoelettrico PZT per ottenere una precisione di posizionamento che permetta di raggiungere la risoluzione atomica. E' anche possibile misurare il gradiente della forza misurando la variazione della frequenza di risonanza della punta. Inoltre, la topografia del campione è il luogo dei punti che esercitano una forza o un gradiente di forza tra punta e campione costante. La misura si effettua in anello chiuso, mantenendo costante il segnale misurato traslando il campione lungo la coordinata z. L'entità della traslazione da effettuare per mantenere l'interazione punta campione costante da informazioni sulla topografia del campione. Il segnale viene acquisito lungo un percorso di scansione raster, per permettere la formazione di una immagine digitale dove la coordinata z è mostrata in falsi colori oppure una nuvola di punti 3D. L'analisi della ricostruzione 7x7 del silicio ha mostrato che la tecnica consente di raggiungere la risoluzione atomica (0,6 nm nel piano e 0,01 nm perpendicolarmente ad esso) [4].

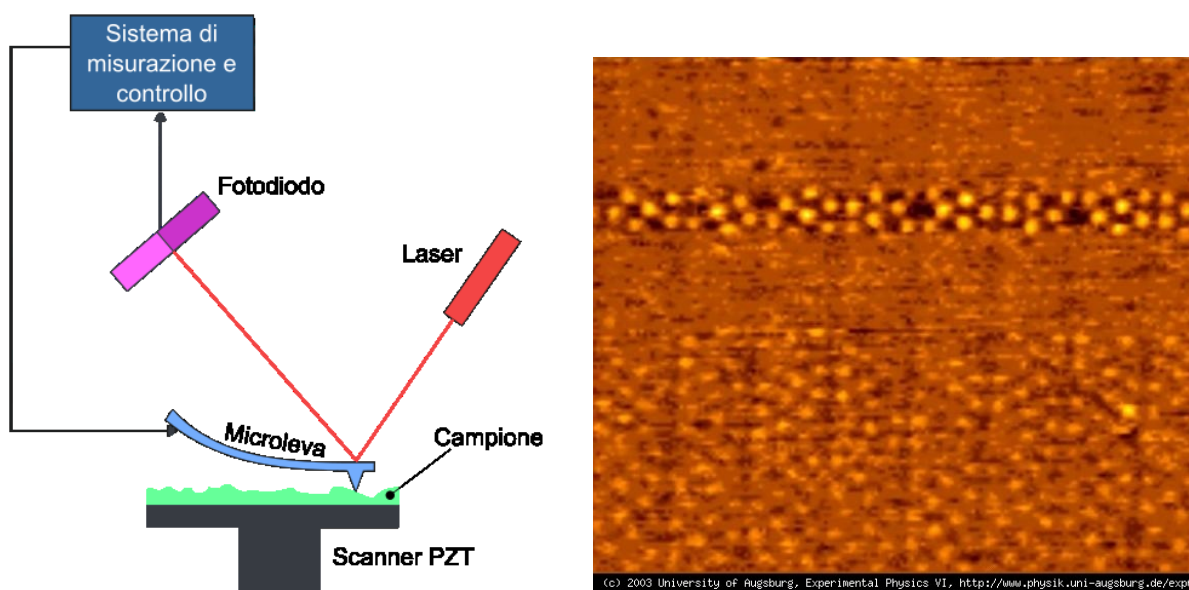


Figura 10- A destra schema di funzionamento di un microscopio AFM [23]. A sinistra prima immagine con risoluzione atomica ottenuta dal microscopio AFM sulla ricostruzione 7x7 del silicio [4]

Il limite di risoluzione è tuttavia fortemente dipendente dalla forma della punta, che è assimilabile a un cono, e del campione. In particolare le immagini di campioni con gradienti superiori all'angolo di apertura del cono possono presentare artefatti. Inoltre, strutture sospese nascondono tutto ciò che si trova sotto di loro.

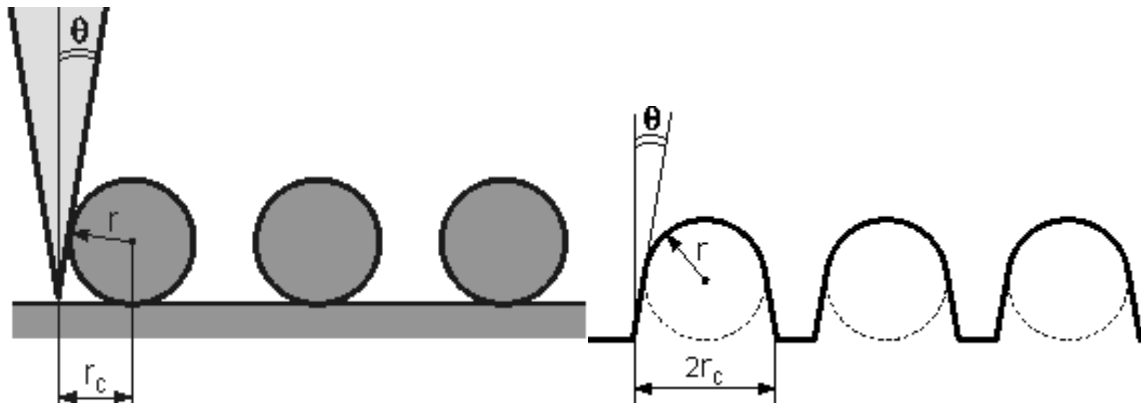


Figura 11 - Sulla sinistra una punta AFM acuminata durante la scansione di un campione con delle sfere. A destra l'immagine topografica ottenuta. E' possibile notare come la parte inferiore delle sfere non sia stata ricostruita correttamente [5].

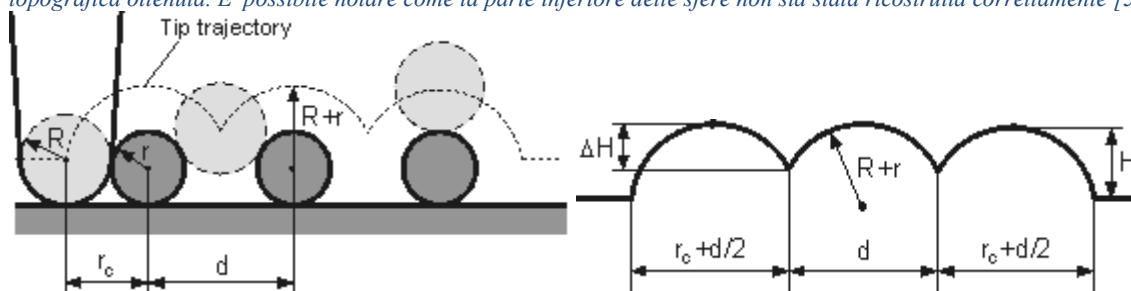


Figura 12 - Scansione AFM del medesimo campione della Figura 11 con una punta meno acuminata (sulla sinistra). L'immagine topografica ottenuta sottostima propone una ricostruzione errata della parte superiore delle sfere e sottostima la profondità del substrato [5].

La scansione AFM può essere effettuata anche su campioni non conduttivi, preferibilmente non in vuoto ma in aria o in liquido. Il campo di vista non superiore a $100 \mu\text{m}$ a causa del posizionatore piezoelettrico risulta la più forte limitazione rispetto al SEM che, grazie allo stage di posizionamento meccanico, può spaziare anche di $0,1 \text{ m}$. Inoltre i tempi di acquisizione sono dell'AFM sono mediamente maggiori rispetto al SEM su una area equivalente. Lo sviluppo della tecnologia sta tuttavia riducendo il divario. Ad oggi tuttavia non è ancora stato realizzato un microscopio AFM caratterizzato da risoluzione temporale che consenta di analizzare fenomeni ultraveloci.

6.1.2 - Microscopia a Scansione Tunnel

La microscopia a scansione tunnel (STM) permette di misurare le caratteristica I-V di un circuito elettrico costituito da una punta acuminata posta in prossimità di un campione conduttivo in condizioni di ultra alto vuoto. In questa configurazione una barriera di potenziale è presente tra la punta e il campione e la conduzione attraverso di essa avviene per effetto tunnel. La tecnica consente di ottenere informazioni sulla densità di stati locale del campione e consente di effettuare misure di topografia in quanto la corrente dipende in modo esponenziale dall'ampiezza della barriera. Come nella microscopia a forza atomica la punta viene mantenuta fissa e il campione viene mosso in modo da ottenere una immagine digitale. Questo comporta che i campi di vista siano molto simili. La tecnica consente di raggiungere la risoluzione atomica e osservare la ricostruzione 7×7 del silicio. In linea generale l'STM consente di ottenere immagini topografiche con risoluzione verticale migliore dell'AFM ma non consente di osservare dislivelli troppo grandi (superiori a 100 nm). La tecnica è inoltre compatibile con una modalità di misura ultraveloce in quanto la conduzione può essere indotta da impulsi terahertz [24]. Tuttavia, a causa della limitazione nella dinamica verticale, la tecnica non si adatta allo studio dei casi scientifici di nostro interesse e non è stata ulteriormente approfondita.

6.1.3 - Profilometria Ottica a Olografia Digitale

Il profilometro ottico DHM (Digital Holography Microscopy) è un interferometro di Michelson. Una sorgente di luce coerente, ad esempio un laser con lunghezza d'onda pari a 532 nm , viene diviso da

un beam splitter in un fascio di riferimento e uno di misura. Il fascio di misura viene espanso e inviato al campione. Il fascio può essere ora approssimato con un insieme di raggi paralleli che procedono in fase verso il campione. Quando incontrano la superficie essi vengono riflessi e raggiungono le ottiche di raccolta. La topografia influenza la lunghezza del percorso dei singoli raggi e crea delle differenze di fase in un piano perpendicolare alla direzione di propagazione del fascio. La fase è una funzione lineare del percorso che aumenta da 0 rad fino a 2π rad quando il raggio procede di una lunghezza d'onda. Giova tuttavia ricordare che la fase è 2π rad periodica, quindi non è in grado di tenere traccia di una differenza di percorso superiore a una lunghezza d'onda. Le ottiche del microscopio raccolgono la luce riflessa che tramite un nuovo specchio semiriflettente interferisce con il fascio di riferimento. Il risultato è un figura di interferenza chiamata ologramma. Esso viene registrato tramite un sensore digitale (ad esempio CCD) e elaborato numericamente per ottenere una mappa di intensità e di elevazione.

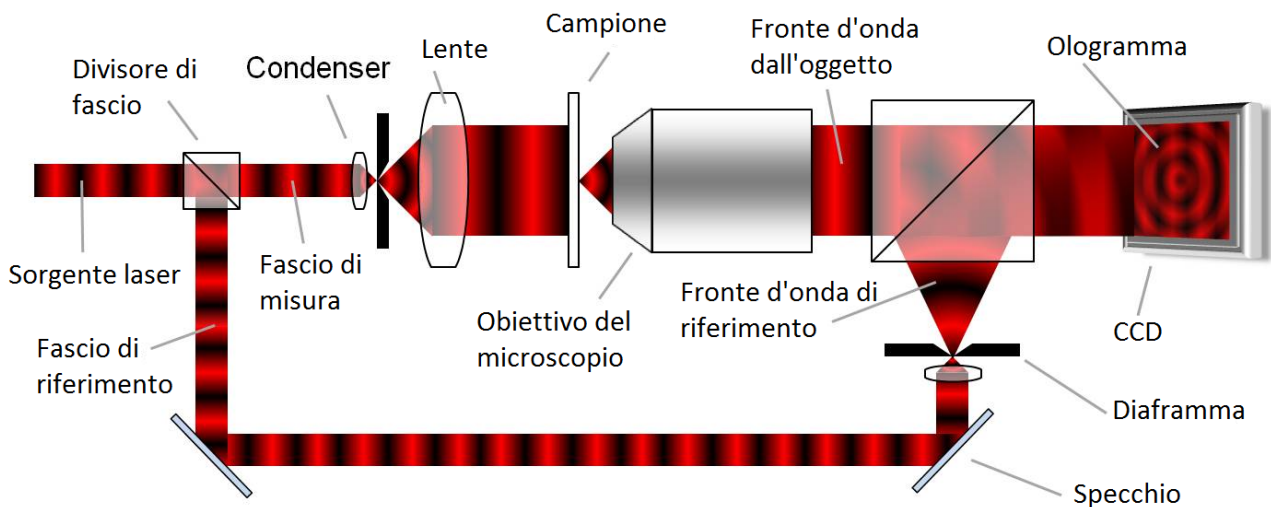


Figura 13- Schema di funzionamento del profilometro olografico digitale.

La periodicità della fase permette di misurare solo campioni che non presentino un salto di elevazione superiore a metà lunghezza d'onda. Il limite viene superato realizzando la misura con due lunghezze d'onda lievemente diverse. Sfruttando le misure effettuate tramite entrambe le lunghezze d'onda è quindi possibile estendere l'entità dei salti misurabili con luce visibile a $15 \mu\text{m}$ [6]. E' possibile misurare anche campioni più spessi purché i contorni che delimitano i salti di fase siano ben identificabili sull'immagine.

Il profilometro presenta applicazioni nello studio dei dispositivi MicroElettroMeccanici. In particolare, presentando una frequenza di acquisizione pari a 30 riquadri per secondo consente di studiare lente variazioni nel tempo. Ad esempio è possibile studiare le variazioni di forma dovute a variazioni di temperatura [25]. La risoluzione verticale è stata stimata in 27 nm. Il profilometro DHM permette anche l'analisi dinamica dei dispositivi MEMS. In particolare un segnale a radiofrequenza sinusoidale controlla l'oscillazione del dispositivo. La misura viene effettuata modulando la sorgente laser del profilometro, in sincronia con il segnale di controllo dell'oscillazione. Tramite questa tecnica è possibile ricostruire modelli tridimensionali di dispositivi MEMS oscillanti fino a una frequenza di 25 MHz [19].

6.1.4 - Confronto

Le tecniche fino ad ora presentate consentono di ottenere direttamente delle ricostruzioni tridimensionali dai campioni. Esse sono tuttavia soggette a delle limitazioni sull'intervallo di elevazione misurabile, sulla risoluzione e sul campo di vista riassunte nel Grafico 4 - Zone di applicabilità delle tecniche di analisi alla nanoscala.

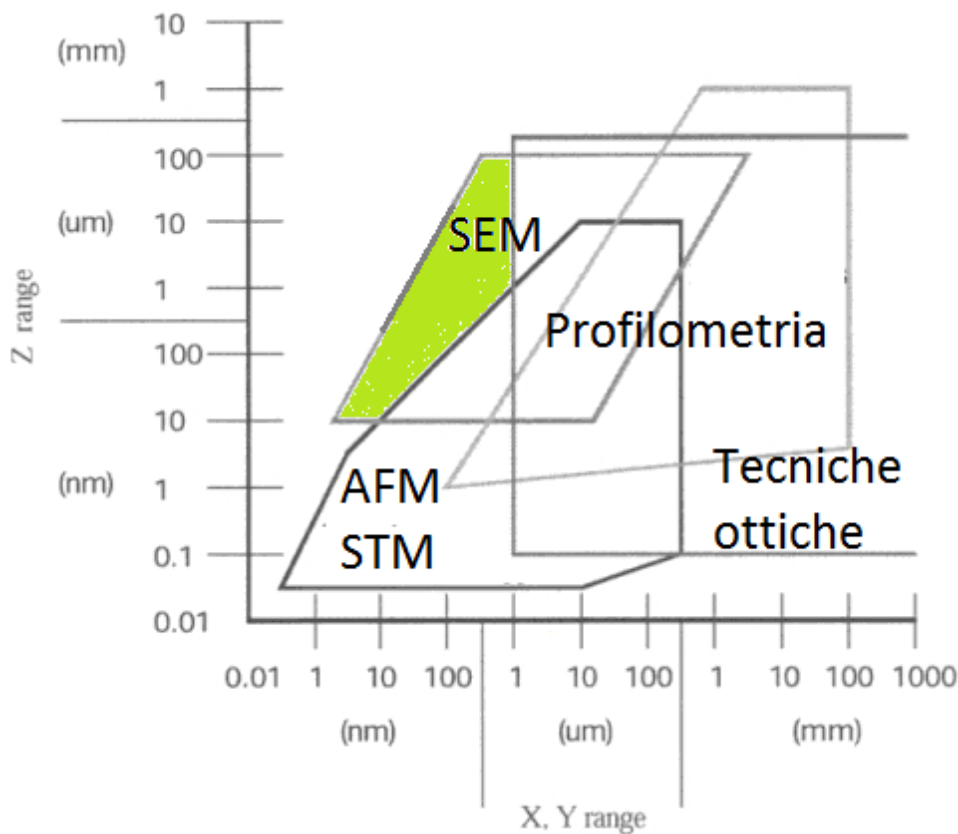


Grafico 4 - Zone di applicabilità delle tecniche di analisi alla nanoscala. La zona verde è quella analizzabile solo con il SEM. Tratto da [26]

La profilometria consente di misurare praticamente ogni elevazione, ma gli effetti diffrattivi le impediscono di risolvere dettagli inferiori a $1\ \mu\text{m}$. Il risultato è migliorabile svolgendo le misure in olio ma il limite si sposta solo fino a $300\ \text{nm}$ [6]. Medesimo limite vale per le tecniche ottiche in campo lontano. Le tecniche a scansione di sonda come AFM e STM consentono di raggiungere la risoluzione atomica ma presentano un campo di vista limitato a $100\ \mu\text{m}$. Inoltre la necessità di portare la punta a contatto con il campione impedisce di visualizzare nanostrutture alte e strette come mostrato in Figura 12. In particolare pilastri alti $10\ \mu\text{m}$ ma con diametro inferiore a $1\ \mu\text{m}$ possono essere studiati solo con il microscopio elettronico a scansione. I casi scientifici di interesse rientrano in questo range. E' quindi necessario approfondire in dettaglio i principi di funzionamento del SEM.

6.2 - Tecniche di ricostruzione tridimensionale da immagini SEM

Il microscopio elettronico a scansione fornisce immagini con risoluzione che può raggiungere $1\ \text{nm}$. Un fascio collimato di elettroni di energia regolabile tra $100\ \text{eV}$ e $30\ \text{keV}$ scandisce una area del campione a passi che possono variare dai micron alle centinaia di pm. Diversi fenomeni fisici, che verranno presentati in dettaglio in seguito, portano all'emissione di radiazioni dalla zona del campione colpita, e tra queste elettroni di bassa energia [7]. Un apposito rivelatore consente di misurare la corrente emessa [27] e convertirla in un numero binario. Esso viene poi associato a un livello di grigio e alla posizione del fascio sul campione. E' così possibile ottenere immagini in scala di grigi, con elevata risoluzione e profondità di campo, che presentano fenomeni come l'ombreggiatura e il chiaroscuro [7] presenti anche nelle immagini acquisite con tecniche ottiche. Per questa ragione possono apparire intelleggibili e facili da comprendere. La fisica dell'emissione, che verrà approfondita in seguito, mostra come le immagini, pur permettendo di ipotizzare la forma del campione, non siano un segnale di topografia [13]. Il problema della ricostruzione tridimensionale da

immagini SEM [13] è studiato dagli anni '70 del secolo scorso e numerose tecniche sono state sviluppate. Di seguito vengono brevemente presentate le tecniche più diffuse dando una prima valutazione di pregi e difetti.

6.2.1 - Stereoscopia SEM

La stereoscopia è l'implementazione della tecnica fotogrammetrica che richiede due immagini per ottenere la ricostruzione tridimensionale. Può essere implementata sia utilizzando immagini acquisite da telecamere ottiche [28] sia su immagini acquisite tramite il microscopio elettronico a scansione [11]. Tale tecnica è intuitivamente molto semplice da comprendere, perché alla base della vista. E' infatti possibile notare come, chiudendo un occhio alla volta, si vedano immagini diverse. In particolare le differenze si concentrano sugli oggetti più vicini mentre si attenuano per oggetti lontani.

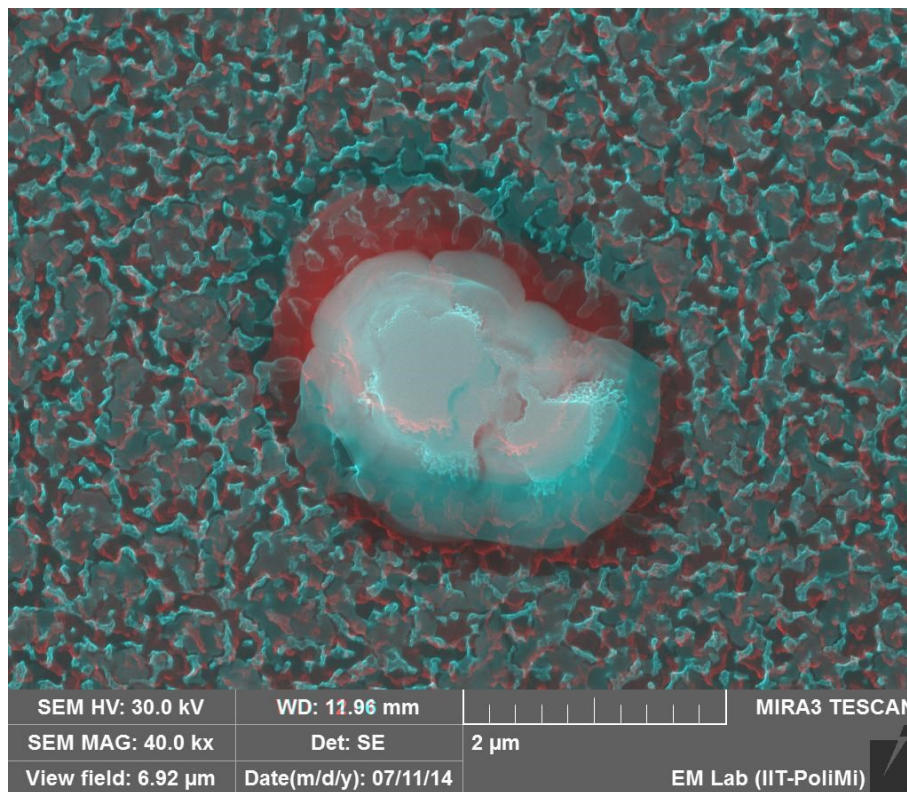


Figura 14 - Per esaltare le differenze le immagini stereoscopiche SEM le immagini vengono colorate in blu e rosso e sovrapposte. La rappresentazione è chiamata anaglifo.

Grazie all'analisi di queste differenze il cervello umano può ottenere informazioni sulla profondità e ricostruire un modello tridimensionale, anche solo qualitativo della scena osservata. L'analisi della letteratura per la stereoscopia ha permesso di acquisire informazioni sulla modalità di acquisizione delle immagini, sugli algoritmi di elaborazione e sulle possibili fonti di errore.

6.2.2 - Fotogrammetria SEM

La tecnica permette di ricostruire la forma tridimensionale del campione sfruttando le informazioni disponibili in gruppi di immagini acquisite variando l'incidenza del fascio elettronico sul campione. La variazione dell'angolo di incidenza porta a uno spostamento di parallasse di ogni pixel dell'immagine che è legato, dalla trigonometria, alla elevazione media della zona visibile nel pixel [11].

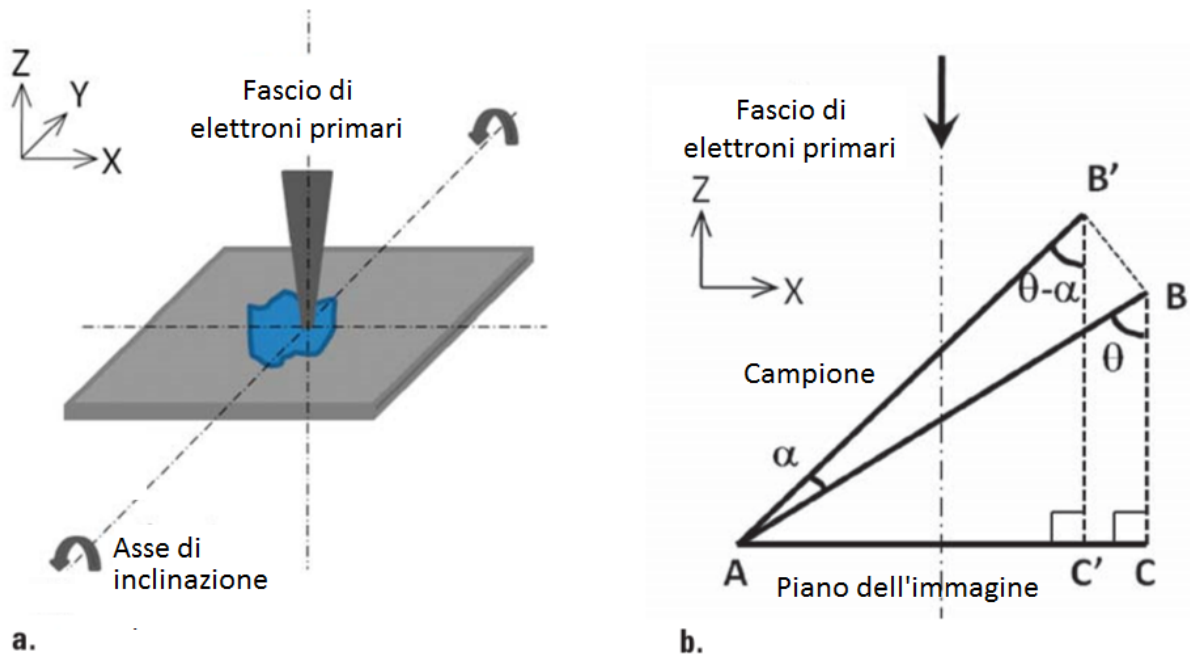


Figura 15 - A seguito di una inclinazione pari all'angolo α del campione il punto B trasla in B' e la sua proiezione C sull'immagine subisce lo spostamento di parallasse CC' [9]

La necessità di misurare lo spostamento di parallasse richiede che per ogni ricostruzione tridimensionale siano necessarie almeno due immagini. Se le immagini disponibili sono solo due la tecnica viene chiamata 'stereoscopia'. E' tuttavia possibile operare con più immagini per ottenere ricostruzioni più precise e più informazioni. La principale difficoltà della tecnica risulta quindi la misura dello spostamento di parallasse di ogni pixel dell'immagine, ossia nella creazione di una mappa di spostamento densa. E' necessario riconoscere nelle differenti immagini le coordinate dei punti associati alle medesime strutture sul campione detti omologhi. Bisogna tuttavia precisare che non tutti i punti presentano un omologo, alcuni potrebbero essere occlusi in alcune viste o non essere presenti per un cattivo allineamento delle immagini. L'approccio prevede inizialmente di riconoscere aree o bordi con caratteristiche simili. Per i bordi si inizierà dai più evidenti, creando così una mappa sparsa. Successivamente un maggiore livello di dettaglio permette di riconoscere anche caratteristiche meno evidenti per completare la mappa. Il riconoscimento di aree simili permette da subito di creare una mappa densa ma meno precisa [13]. La risoluzione massima ottenibile, che verrà discussa più in dettaglio nel seguito, è strettamente dipendente dalla presenza di caratteristiche evidenti e comunque inferiore alla risoluzione nel piano delle immagini. Considerando che questa tecnica non è distruttiva e richiede solamente l'acquisizione di immagini SEM è compatibile con il SEM ultraveloce e sarà investigata con maggiore dettaglio in seguito.

Acquisizione delle immagini

Le immagini devono mostrare i medesimi oggetti e devono presentare delle differenze. Nel caso di immagini ottiche è sufficiente spostare la telecamera mentre nel caso del microscopio elettronico sono possibili diverse alternative:

- traslazione del campione [9];
- utilizzo di un rivelatore di elettroni direzionale [9];
- inclinazione del fascio di elettroni incidente [29];
- inclinazione del campione [8] [9] [13] [11].

L'analisi della letteratura ha mostrato come la scelta più comune sia l'inclinazione del campione. La traslazione del campione e il rivelatore direzionale sono tecniche che comportano una bassa risoluzione. Si è scelto di non inclinare il fascio per minimizzare le aberrazioni.

Algoritmi di ricostruzione

La procedura di riconoscimento dei punti omologhi si presta ad essere automatizzata. Esistono numerosi software commerciali ad esempio Alicona Mex [14] e MountainsMap e liberi tra i quali StereoWorks che consentono di ottenere ricostruzioni 3D da immagini SEM. E' stato scelto Alicona anche in virtù della collaborazione esistente tra gli sviluppatori del software e Tescan, società costruttrice del microscopio elettronico utilizzato. Tutti i software elencati soffrono del difetto di non fornire all'utente informazioni sul processo di ricostruzione, tra le quali il numero di punti omologhi individuati e una stima dell'errore di ricostruzione. Ho quindi scelto di ricercare un algoritmo robusto che mi consentisse di implementare un software di ricostruzione. La scelta è ricaduta su SURF [12]. E' tuttavia possibile individuare le corrispondenze anche ad occhio, ricordando che l'evoluzione ha avuto molto più tempo dei matematici per affinare gli algoritmi di riconoscimento dei punti omologhi.

Parametri critici

In letteratura sono riportate delle indicazioni su quali intervalli adottare per i parametri più critici ai fini della ricostruzione nel caso di immagini acquisite inclinando il campione. In particolare il riconoscimento delle zone omologhe richiede una ottima qualità dell'immagine [13]. Si tratta di un parametro molto complesso da valutare: elementi cruciali sono la risoluzione, la minimizzazione delle aberrazioni e l'assenza di fenomeni di saturazione. Nel caso di rivelatore esterno la dimensione delle ombre può cambiare cambiando l'angolo di inclinazione, si tratta di una possibile causa di rilevazione errata delle zone omologhe. Infine, se l'energia degli elettroni primari è elevata, possono avvenire fenomeni di scattering che comportano una emissione di elettroni secondari in una zona più vasta rispetto alla superficie di incidenza del fascio. Questo porta a fenomeni di annebbiamento che riducono i contrasti. Per una corretta ricostruzione risultano inoltre critici i parametri geometrici del sistema campione-microscopio [13]:

- distanza di lavoro, ossia tra il terminale della colonna elettronica e il campione;
- magnificazione, strettamente legata alla dimensione dei pixel;
- precisione della scansione;
- angolo di inclinazione dello stage;
- eucentricità dello stage;

L'angolo di inclinazione dello stage, solitamente compreso tra 4° e 10° [13], deve garantire che gli spostamenti di parallasse siano elevati senza introdurre distorsioni. L'angolo è inoltre un parametro critico perchè permette di calcolare il coefficiente di proporzionalità tra spostamento e coordinata perpendicolare al piano. Una volta inclinato il campione lo stage dovrebbe traslare per riportare nella zona di lavoro la medesima area che si è osservata in precedenza. Questa proprietà è detta eucentricità. L'osservazione di una regione non identica alla precedente porta al non poter trovare punti omologhi in alcune aree per mancanza di ricopertura.

Critica risulta la precisione del percorso di scansione. Se il fascio si muove a zig-zag al posto che seguire una linea l'immagine ne risulterà danneggiata e con essa la possibilità di individuare punti omologhi. In particolare la precisione nell'indirizzare il fascio primario verso la zona desiderata è strettamente dipendente dalla magnificazione [13]. Per magnificazioni piccole (inferiori a 100 X) sono possibili errori di proiezione che è possibile correggere tramite una operazione di calibratura. E' tuttavia possibile assumere, per magnificazioni superiori ai 1000 X, che le distorsioni siano trascurabili e che il fascio primario si mantenga parallelo a se stesso durante il processo di scansione [30]. Questa proprietà viene indicata come proiezione parallela.

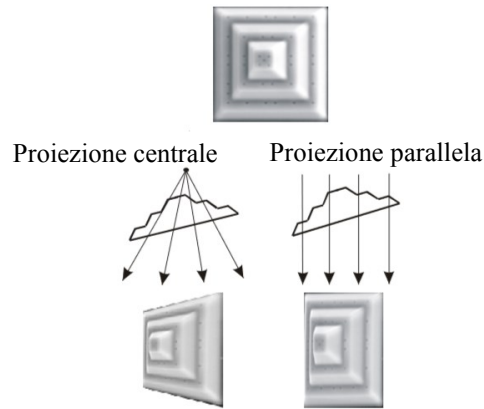
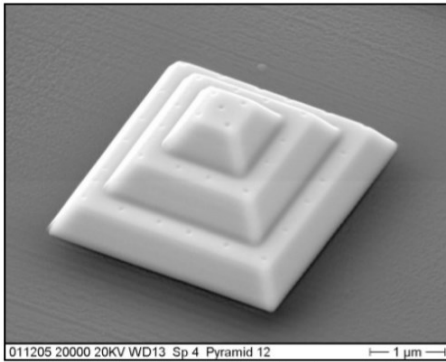


Figura 16 - Proiezione centrale e proiezione parallela di una piramide a gradini [31]

In caso di proiezione parallela la distanza tra il campione e la colonna elettronica non influenza lo spostamento di parallasse.

6.2.3 - Shape from Shading

La tecnica di ricostruzione della forma dalle variazioni di luminosità [32] consente di ottenere una ricostruzione tridimensionale del campione analizzando i chiaroscuri presenti sull'immagine [33]. La tecnica è stata applicata alla ricostruzione 3D di un campione di black silicon utilizzando un software sviluppato appositamente e non ancora disponibile a livello commerciale indicato con il nome di Nanoviewer [1].

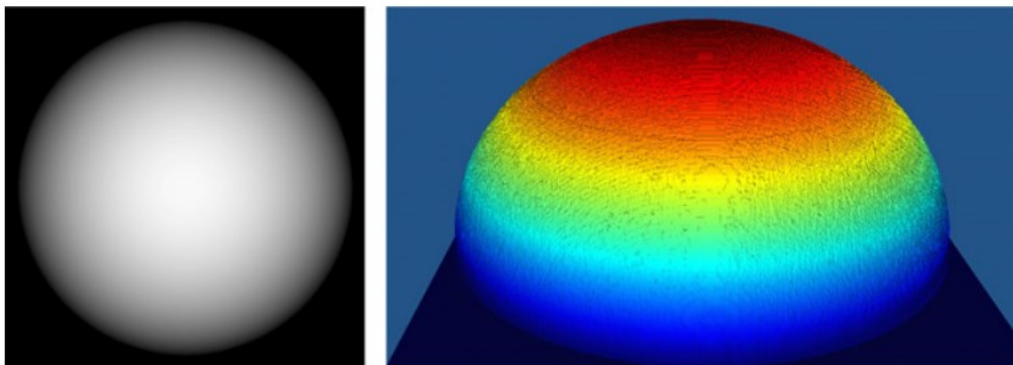


Figura 17 - Immagine SEM sintetica di una sfera (a sinistra) e ricostruzione tridimensionale proposta da Nanoviewer (a destra) [1]

La principale limitazione individuata nella ricostruzione del black silicon tramite shape from shading è il limite sulla pendenza della superficie che non può essere superiore a 88° [1]. E quindi possibile ricostruire coni ma non colonne.

Per comprendere meglio il problema è necessario analizzare le ipotesi e la matematica alla base della tecnica. Il chiaroscuro è spiegabile con il concetto di volume di emissione. Gli elettroni a bassa energia possono infatti propagarsi per meno di 10 nm nel campione. Il valore corretto dipende dal materiale e è indicato come Lunghezza efficace di attenuazione d'ora in poi EAL. L'emissione potrà avvenire solo da un volume valutabile conoscendo la sezione di incidenza e l'EAL. La sezione di incidenza aumenta all'aumentare della pendenza della superficie e questo comporta un maggior volume di emissione e una maggiore intensità. Come verrà esposto in seguito in problema è più complesso perché la luminosità è influenzata anche dalla tipologia di rivelatore utilizzato. La luminosità di ogni pixel è quindi correlata all'inclinazione della normale locale alla superficie del campione.

La shape from shading richiede una implementazione matematica molto complessa. Questo è dovuto all'indeterminazione del legame tra luminosità e direzione della normale. Infatti la normale al

campione è definita da due angoli, ad esempio azimut e altezza, mentre ogni pixel fornisce un singolo dato. Il problema viene superato includendo delle opportune ipotesi sulla superficie. In particolare esistono diversi approcci possibili [33]:

- la minimizzazione basata sui vincoli di continuità della superficie ricostruita. Una superficie di guess viene modificata, mantenendo la continuità, fino a che l'immagine SEM da essa generata, calcolata tramite un opportuno modello teorico, non sia sufficientemente simile a quella acquisita [32];
- la propagazione, dove il problema viene risolto linea per linea valutando solamente uno dei due angoli. Il modello tridimensionale si ottiene dalla giustapposizione delle ricostruzioni delle singole linee, opportunamente smussate [32];
- l'approccio locale, che approssima la superficie del campione in ogni punto con una porzione di sfera permettendo di valutare la direzione della normale alla superficie utilizzando le derivate della luminosità dell'immagine lungo direzioni perpendicolari;
- l'approccio lineare, dove si approssima la riflettività del campione a lineare e si ottiene una relazione tra luminosità e gradiente.

Si tratta in ogni caso di calcolare una integrazione sull'intera immagine comporta l'amplificazione di effetti dovuti al rumore di fondo. E' quindi stato proposto di integrare la stereoscopia e la shape from shading. La prima fornisce dei riferimenti certi mentre la seconda completa la ricostruzione nelle zone dove non è possibile individuare punti omologhi [8].

6.2.4 - Tomografia

La tomografia è una tecnica che consente di ricostruire un modello tridimensionale del coefficiente di assorbimento di una radiazione da parte di un campione. Essa nasce con lo scopo di permettere di misurare la profondità delle strutture visibili nelle immagini in trasmissione. In particolare nelle immagini acquisite in trasmissione viene rappresentata la misura del coefficiente di assorbimento mediata lungo la direzione dell'asse ottico. Da una singola immagine non è possibile valutare il coefficiente di assorbimento in più punti posti parallelamente all'asse ottico. Per ottenere questo risultato, noto come ricostruzione 3D, è quindi necessario acquisire più immagini con assi ottici lungo direzioni diverse. Solitamente questo viene effettuato muovendo relativamente il sistema di acquisizione costituito da sorgente e rivelatore rispetto al campione. Sebbene siano stati studiati molti percorsi di movimentazione per ottimizzare i tempi di acquisizione il caso più semplice da descrivere è quello in cui sia la sorgente che il rivelatore ruotano solidalmente intorno al campione. In tal caso è possibile separare il problema ricostruendo singolarmente i piani del campione perpendicolare all'asse di rotazione. Il caso considerato è semplice perché ogni colonna di pixel è parte di un diverso piano. Retroproiettando dalla colonna di pixel verso il campione è possibile tracciare sul piano un insieme di linee parallele distanziate tra loro di uno spazio pari alla dimensione del pixel come in Figura 18. Il numero complessivo di linee è pari al numero di pixel della colonna. Considerando anche una seconda immagine al primo reticolo di linee parallele se ne sovrappone un altro con le medesime caratteristiche ma lievemente ruotato. In questo modo si ottiene una struttura a rete. Ogni nodo della rete è descritto dai valori di assorbimento dei due pixel che generano le linee che in esso si incontrano.

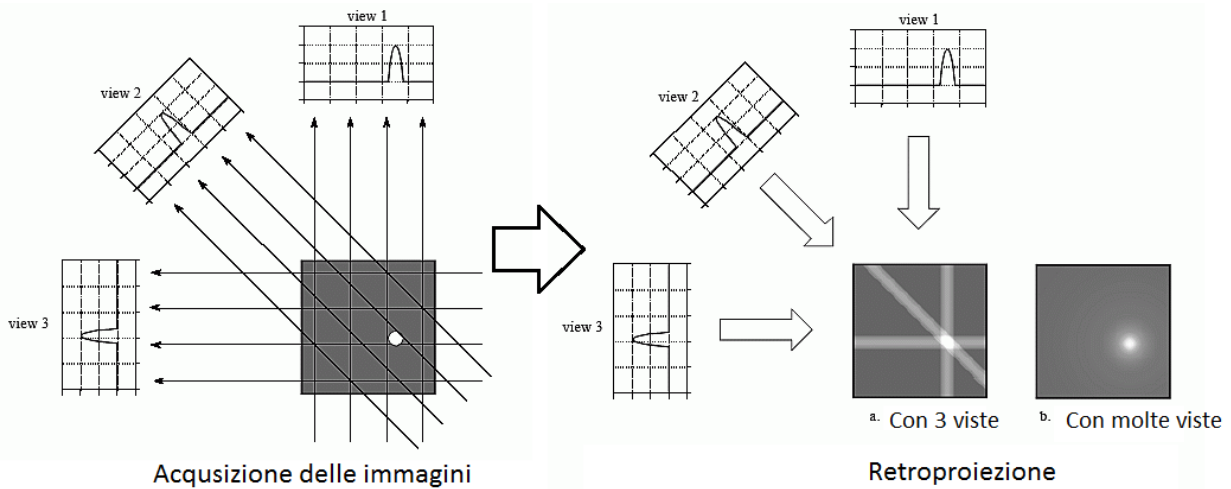


Figura 18 - Acquisizione di immagini tomografiche a sinistra e ricostruzione tramite retroproiezione a destra

Considerando altre immagini con asse ottico ancora più ruotato il reticolo diventa molto più complesso. E tuttavia possibile, tramite opportuni algoritmi, antitrasformare tutte le colonne di pixel relative al medesimo piano in una immagine in cui il coefficiente di assorbimento sia rappresentato in funzione delle coordinate geometriche. L'analisi, ripetuta su molti piani paralleli porta alla ricostruzione di un modello tridimensionale. Sebbene la tecnica sia stata sviluppata e ottimizzata principalmente per misure di assorbimento di raggi x per utilizzi in medicina ne sono state sviluppate diverse varianti per analisi di campioni biologici o di interesse ingegneristico. Nell'esempio proposto in Figura 19 una goccia di acqua posta su un substrato superidrofobico [34] è stata ricostruita con risoluzione micrometrica.

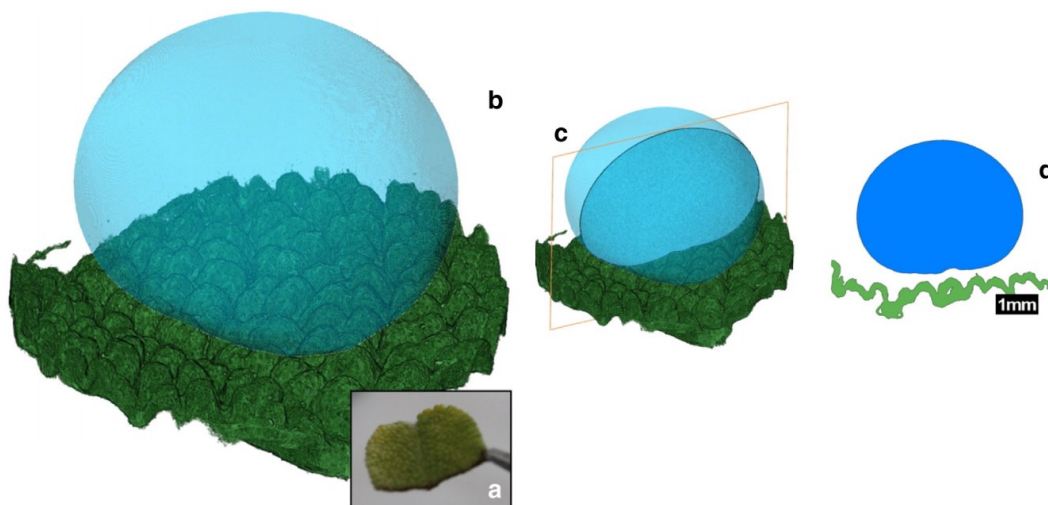


Figura 19– Ricostruzione tramite tomografia X di una goccia d'acqua su una porzione (a) di foglia di *Salvia Officinalis*. Vista assonometrica (b), piano di sezione (c) e vista in sezione (d). La dimensione del lato del voxel, elemento cubico di discretizzazione dello spazio, è di $6 \mu\text{m}$. Tratto da [14]

Per ridurre l'esposizione dei pazienti alle radiazioni sono state effettuate delle ricerche finalizzate alla messa a punto della tomografia basata su radiazione visibile. Tra i numerosi risultati di rilievo raggiunti vi è la misura del campo di velocità nella circolazione sanguigna di un organismo vivente trasparente [35]. La regione dello spettro visibile è tuttavia soggetta a un indice di rifrazione maggiore rispetto ai raggi X. Questo aumenta notevolmente l'influenza dello scattering elastico della radiazione da parte del campione. Si è resa necessaria la messa a punto di una nuova tecnica chiamata 'tomografia ottica di mezzi diffondenti' non più basata su tecniche di ricostruzione geometrica, la direzione lungo la quale viene misurato l'assorbimento è affetta da una incertezza tale da rendere la ricostruzione poco significativa, ma su misure risolte in tempo effettuate con la risoluzione del singolo

fotone. La risoluzione temporale consente di valutare la lunghezza del percorso ottenendo una informazione sulla profondità raggiunta nel tessuto. L'estensione della tecnica alla microscopia elettronica è da considerare ma non è certamente la via più immediata per lo studio delle oscillazioni di microstrutture.

Di particolare interesse per questo lavoro di tesi è la possibilità di adattare il microscopio elettronico a scansione per ottenere immagini in trasmissione con un funzionamento del tutto paragonabile al microscopio STEM (Microscopio Elettronico a Scansione in Trasmissione) [36] [37]. In particolare gli elettroni del fascio primario che attraversano il campione possono essere raccolti con il rivelatore solitamente utilizzato per gli elettroni backscattered, opportunamente ruotato e posizionato al di sotto del campione [36].

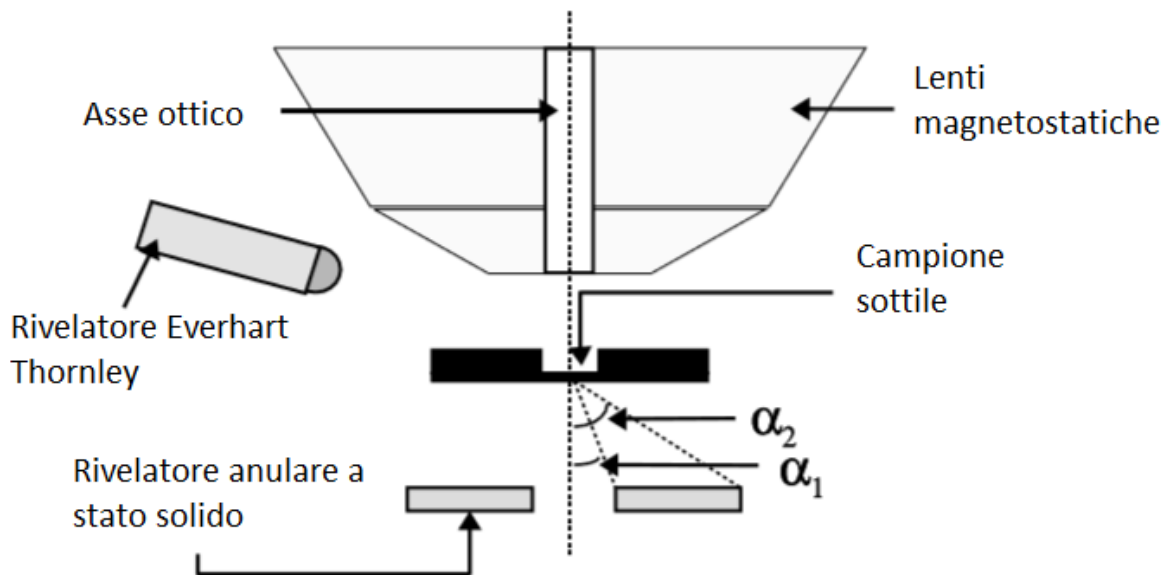


Figura 20 - Schema dell'apparato sperimentale per una misura di trasmissione in un microscopio SEM [36]

La tecnica consente di ricostruire solo campioni che possano essere attraversati dal fascio primario. Un esempio di applicazione è la ricostruzione di nanofili di Ossido di Zinco di diametro $176 \pm 15 \text{ nm}$ da 110 immagini acquisite con risoluzione angolare di 1° [37].

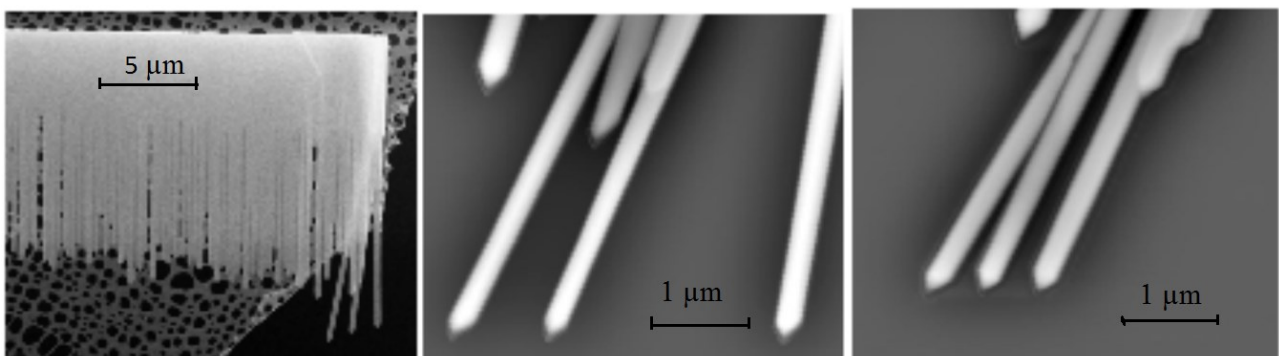


Figura 21 – A sinistra una immagine SEM di nanofili di ZnO. Al centro e a destra due immagini scelte tra quelle acquisite in modalità STEM. Tratto da [17]

La ricostruzione è stata effettuata utilizzando il plugin TomoJ del software ImageJ [37].

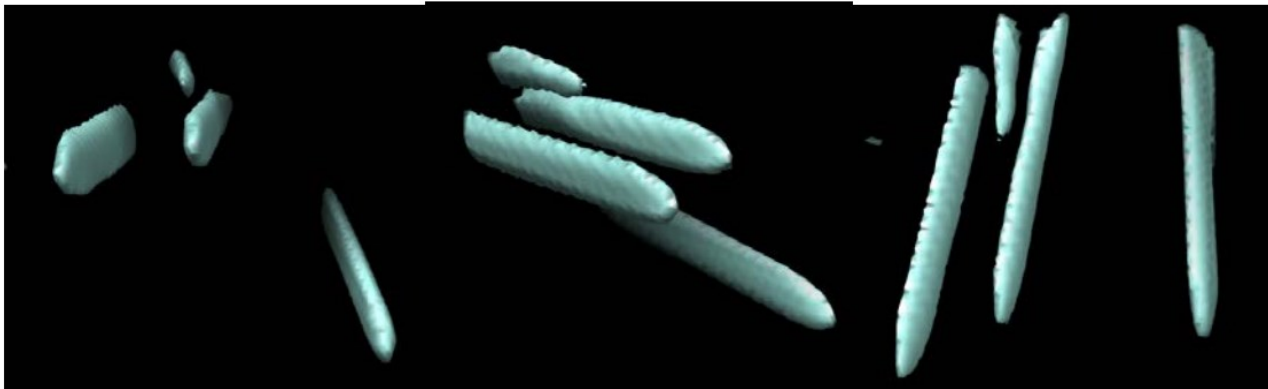


Figura 22– Proiezioni assonometriche dei nanofili ricostruiti. Tratto da [17]

6.2.5 - Stratigrafia

La stratigrafia è la prima versione della tomografia che consente di ottenere ricostruzioni tridimensionali tramite la giustapposizione di immagini di piani del campione a diversa profondità. Venne proposta negli anni '30 dal radiografo italiano Alessandro Vallebona, che comprese come muovendo opportunamente la sorgente di raggi X e il rilevatore sia possibile ridurre notevolmente la profondità di fuoco dell'immagine radiografica. In una immagine acquisita con profondità di fuoco molto ridotta solo oggetti molto vicini al piano focale sono distinguibili. Essendo possibile calcolare con esattezza il piano focale risultò possibile valutare per la prima volta la profondità delle strutture biologiche osservate. La stratigrafia oggi trova applicazione in microscopia ottica, dove è possibile ottenere una profondità di campo inferiore a $1\ \mu\text{m}$. Per cambiare la profondità delle strutture osservate è sufficiente cambiare il piano dell'oggetto muovendo il campione perpendicolarmente all'asse ottico. In ogni immagine acquisita sarà possibile riconoscere solamente le zone a fuoco, solitamente una sottile linea chiusa che rappresenta la vista in sezione del campione. Le coordinate tridimensionali dei punti saranno quindi date dalla posizione nel piano e della distanza del piano dell'oggetto dal sistema ottico del microscopio. Riunendo tutti i punti in una unica nuvola è possibile ottenere un modello tridimensionale del campione osservato. Il numero di livelli della terza coordinata è pari al numero di immagini da acquisire. Non è possibile applicare la tecnica in microscopia elettronica perché, a causa dei limitati angoli di divergenza del fascio, la profondità di campo minima ottenibile è maggiore di $10\ \text{nm}$.

6.2.6 - FIB-SEM

La tecnica utilizza delle viste in sezione del campione come la stratigrafia. La differenza è che nella tecnica Focused Ion Beam- Scanning Electron Microscope le viste in sezione vengono ottenute erodendo il campione tramite un fascio di ioni focalizzato (FIB). Ad ogni strato rimosso viene acquisita una immagine tramite il microscopio elettronico. L'immagine sarà quindi una vista in sezione del campione. Dalla vista in sezione è possibile estrarre il profilo del campione, a cui sarà assegnato uno spessore pari a quello dello strato rimosso. La ricostruzione diventa più aderente alla forma del campione quando viene ridotto lo spessore del singolo strato aumentando quindi il numero di strati rimossi. Bisogna però sottolineare che sia il profilo che lo spessore degli strati rimossi sono affetti da incertezza che determina il limite ultimo della tecnica. Il limite più importante e difficilmente superabile è la necessità di distruggere il campione. Questa tecnica fornisce quindi una sola ricostruzione per ogni campione osservato, quindi non permette di studiare l'evoluzione temporale dei fenomeni che coinvolgono il campione. Ad esempio non è possibile studiare le variazioni di forma di una nanostruttura oscillante.

7 - Strategie adottate

La strategia adottata in questo lavoro ha previsto nella prima fase la scelta della tecnica più adatta per ottenere ricostruzioni affidabili anche solo su porzioni dell'immagine.. Successivamente la ricerca ha seguito il percorso qui proposto:

- scelta di campioni adatti a effettuare dei test e determinazione della relativa forma geometrica con la massima accuratezza possibile sfruttando le tecniche disponibili;
- descrizione e caratterizzazione del microscopio a scansione Tescan Mira III;
- ricerca delle migliori condizioni di acquisizione delle immagini;
- test di un software commerciale di ricostruzione;
- implementazione di un algoritmo per avere accesso ai parametri della ricostruzione;

7.1 - Scelta della tecnica

La tecnica FIB-SEM é stata esclusa perché distruttiva. Non consente di studiare le variazioni delle proprietà dei campioni in quanto permette di ottenere una sola ricostruzione. Non è compatibile con lo studio dei dispositivi oscillanti ma potrebbe essere efficace sulle nanostrutture colonnari ad alto rapporto di aspettazione, come ad esempio il black silicon. La stratigrafia non è applicabile alla microscopia elettronica perché le ottiche elettromagnetiche accettano solo fasci con divergenza ridotta, solitamente inferiore a 10 mrad. Questo comporta una profondità di campo di oltre 10 nm che limita la risoluzione ottenibile nella misura dell'elevazione. Si è quindi scelto di non considerare la tecnica. L'implementazione della tomografia richiede la disponibilità di campioni sottili, trasparenti al fascio di elettroni primari. Il massimo spessore dei campioni osservabili è submicrometrico e ciò costituisce il vero limite della tecnica. L'implementazione è quindi rimandata a un prossimo futuro. Rimangono quindi la stereoscopia e la ricostruzione da variazioni di luminosità. La prima si basa sulla tecnica fotogrammetrica, dove l'errore è legato all'incertezza nella scelta dei punti omologhi. Si tratta quindi di errori accidentali legati a caratteristiche locali dell'immagine. Ogni coppia di punti omologhi consente di ricostruire un singolo punto 3D. Per misurare l'altezza di una nanostruttura ad esempio, è sufficiente che vi siano solo due strutture ben riconoscibili e visibili in entrambe le immagini: la prima sul piano superiore e la seconda su quello inferiore. La shape from shading si basa, in prima approssimazione, su un processo di integrazione della luminosità dell'immagine. Si consideri il Grafico 5 in cui viene rappresentata l'immagine lungo una linea nell'immagine SEM definita come asse x.

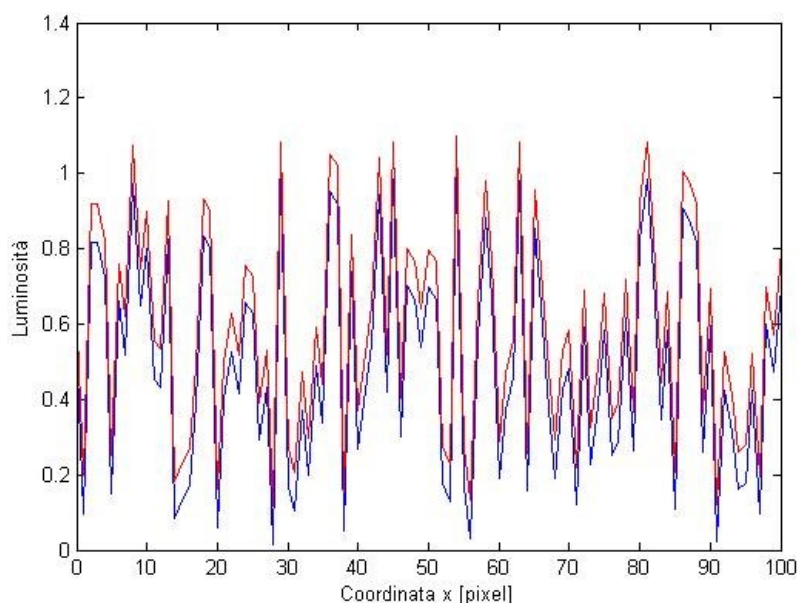


Grafico 5 - Luminosità di una superficie piana è soggetta a errori accidentali (linea blu). Può inoltre essere presente un offset (linea rossa)

La luminosità di una superficie piana è soggetta a rumore. Può essere presente un offset. Il processo di integrazione riduce l'effetto degli errori accidentali a media nulla ma amplifica l'effetto dell'offset come mostrato nel Grafico 6.

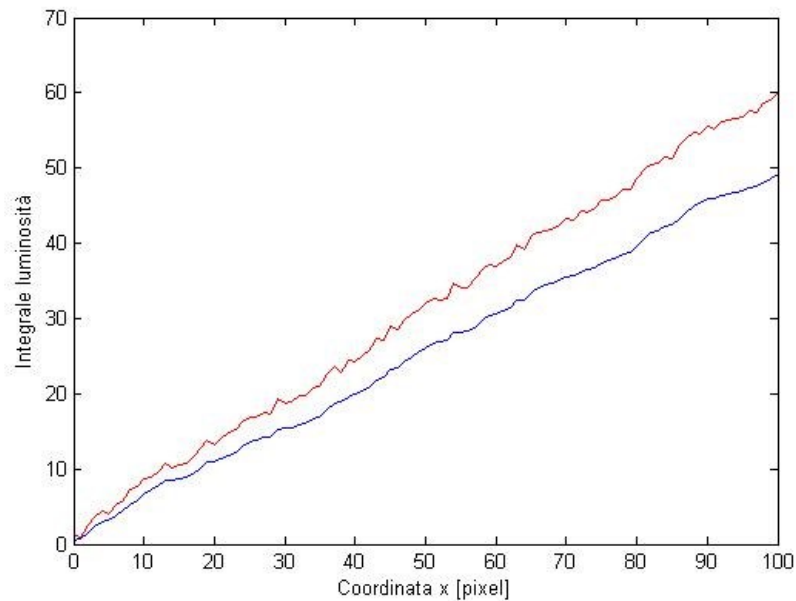


Grafico 6 - Integrale delle curve rappresentate nel Grafico 5. Sono stati mantenuti i medesimi colori.

L'esempio illustrato mostra come la shape from shading necessiti di riferimenti. Ad esempio è necessario conoscere il valore di luminosità di una superficie piana [32]. Una possibile soluzione prevede di basare la shape from shading su punti di riferimento calcolati tramite la stereoscopia [8]. In questo lavoro di tesi quindi si applica la stereoscopia alla ricerca di punti di riferimento rimandando l'applicazione della shape from shading al prossimo futuro.

Tra le possibili implementazioni della stereoscopia si sceglie quella che prevede di generare lo spostamento di parallasse inclinando il campione. Questo consente di evitare di inclinare il fascio, che può quindi rimanere parassiale alla colonna e garantire le massime prestazioni.

7.2 - I campioni di riferimento

Il campione ideale identificato per testare la tecnica di ricostruzione tridimensionale stereoscopica presenta le seguenti caratteristiche [13]:

- essere sufficientemente conduttivo da non determinare distorsioni nelle immagini SEM dovute a effetti di caricamento;
- presentare una modulazione di elevazione nell'intervallo di scale dimensionali studiate, da mm a nm;
- presenta gradini di varie altezze che permettano di testare la tecnica in diverse condizioni;
- poter essere caratterizzato con altre tecniche di profilometria per poter disporre di un riferimento a scopo di confronto;
- presentare un buon numero di caratteristiche identificabili nelle mappe 2D per la misura dello spostamento di parallasse e per la ricostruzione.

7.2.1 - Sfere di Stagno su Carbonio

Il campione è costituito da sfere di stagno depositate su un substrato di carbonio. E' quindi possibile ottenere un intenso contrasto nelle immagini SEM. La dimensione delle sfere è compresa tra 30 μm e 5 nm. Il nome commerciale è AGS1937 ed è stato acquistato da Agar Scientific. Il campione, grazie alle particelle di forma sferica consente di rendere più semplici le operazioni di allineamento della colonna e compensare l'astigmatismo.

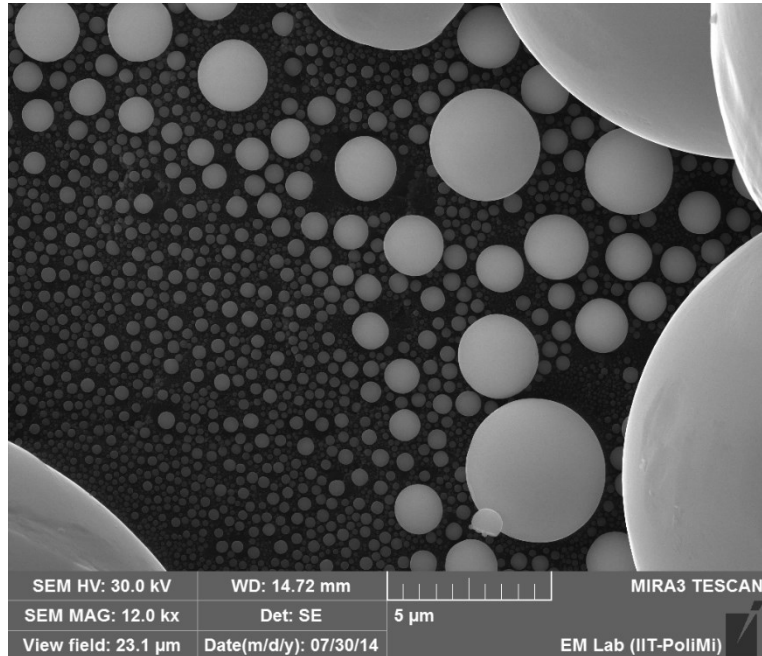


Figura 23 – Immagine del campione 'Sfere di stagno su carbonio' che mostra come sia abbondante la presenza di sfere di differenti diametri. Le sfere più grandi presentano corrugazioni superficiali.

Il campione è stato ritenuto utile per i test di stereoscopia. La simmetria delle sfere permette infatti di poter costruire un modello virtuale del campione conoscendo solamente il diametro, che è facilmente misurabile sulle immagini SEM. E' quindi possibile predisporre un modello tridimensionale di riferimento noto con grande accuratezza che è possibile confrontare con la ricostruzione. Inoltre il campione offre un buon numero di zone riconoscibili da utilizzare nella ricerca di punti omologhi. Le sfere più grandi presentano delle corrugazioni superficiali mentre il substrato è ricoperto da sfere più piccole che fungono da marker.

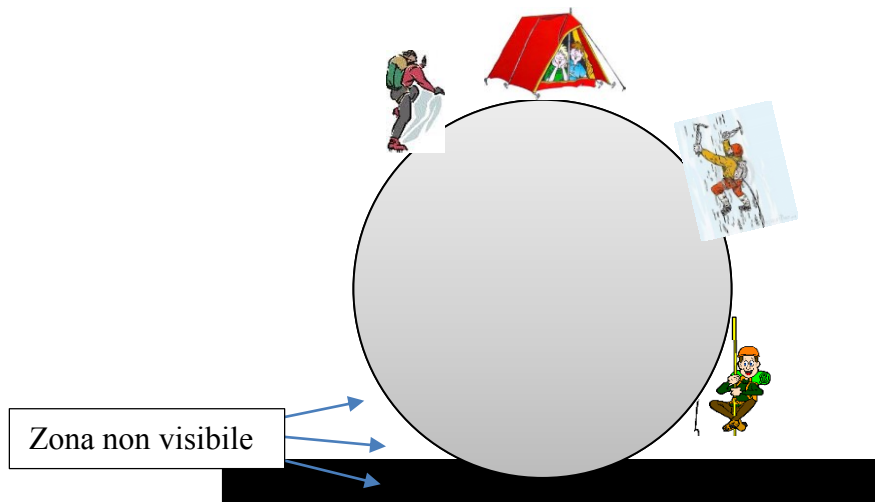


Figura 24- Rappresentazione pittorica del gradiente di inclinazione della superficie di una sfera

Le sfere presentano una notevole variazione del gradiente della superficie. Nella zona centrale si hanno variazioni morbide e su larga scala. All'aumentare del raggio la superficie diventa sempre più inclinata fino ai gradienti più elevati che si hanno nelle zone dei bordi. La sfera presenta anche una parte nascosta che non è visibile in immagini acquisite con inclinazione del campione di pochi gradi.

7.2.2 - Mesa di Germanio su Silicio

La mesa di Germanio su Silicio è il campione 9244-32 gentilmente fornito dalla prof. Monica Bollani del gruppo Nanoscale Devices del Laboratory for Epitaxial Nanostructures on Silicon and Spintronics di Como. Il campione è stato realizzato per studiare l'elasticità di travi autoportanti di sezione inferiore a $1 \mu\text{m}^2$ e luce $10 \mu\text{m}$ fissate alle estremità realizzate in leghe $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$. Tali travi sono dette 'stressori'. Le travi sono fissate a supporti approssimabili a parallelepipedi chiamati 'mesa' rappresentati in Figura 25. Le dimensioni della base, dell'ordine delle decine di μm , sono misurabili sulle immagini SEM.

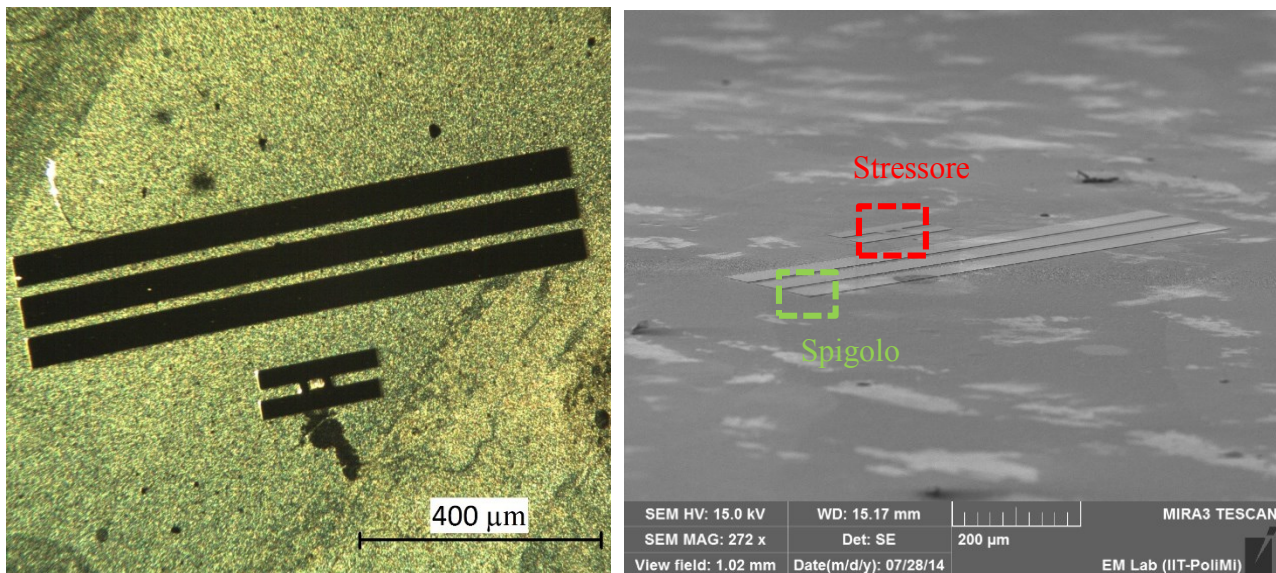


Figura 25 – Vista generale di due diverse zone della mesa al microscopio ottico (a sinistra) e al SEM (a destra). Le misure sono state svolte sulle aree riquadrate.

Le ricostruzioni sono state effettuate su due aree diverse del campione. La zona dello 'spigolo' è stata scelta perché presenta bordi molto evidenti. Le ricostruzioni effettuate nella zona denominata 'stressore' mirano a valutare la possibilità di studiare l'andamento di una struttura sospesa sottile paragonabile a quelle che si possono incontrare nei dispositivi MEMS.

Tutte le ricostruzioni effettuate hanno permesso di ottenere delle stime dell'altezza della mesa che sono state confrontate con quanto ottenuto da misure di profilometria olografica e dalle viste in sezione.

Facce laterali

E' necessario sottolineare che le travi, mostrate in Figura 26, sono state realizzate insieme ai supporti sul piano del campione e successivamente sospese rimuovendo il materiale al di sotto di esse.

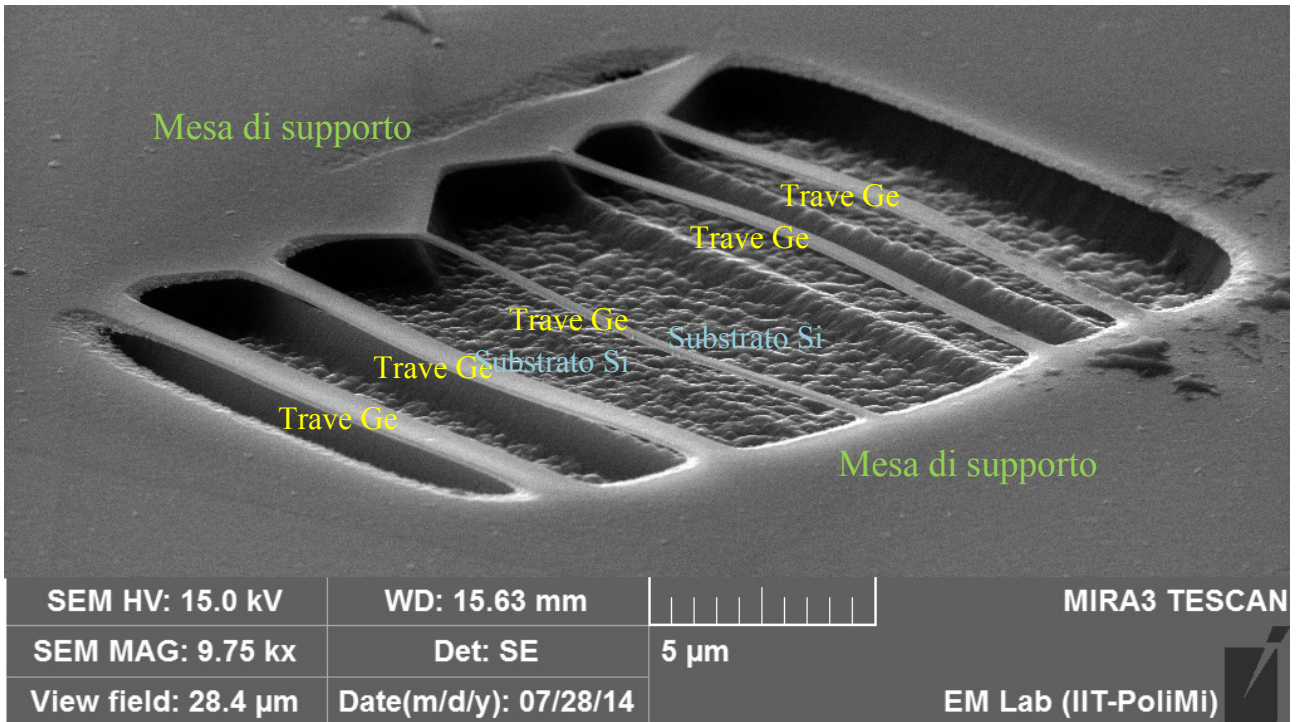


Figura 26 – Ingrandimento della zona 'stressori' E' possibile riconoscere le singole travi sospese su un substrato in silicio.

Come effetto collaterale si ha che anche le facce laterali dei supporti non sono verticali ma presentano delle rientranze come mostrato in Figura 27.

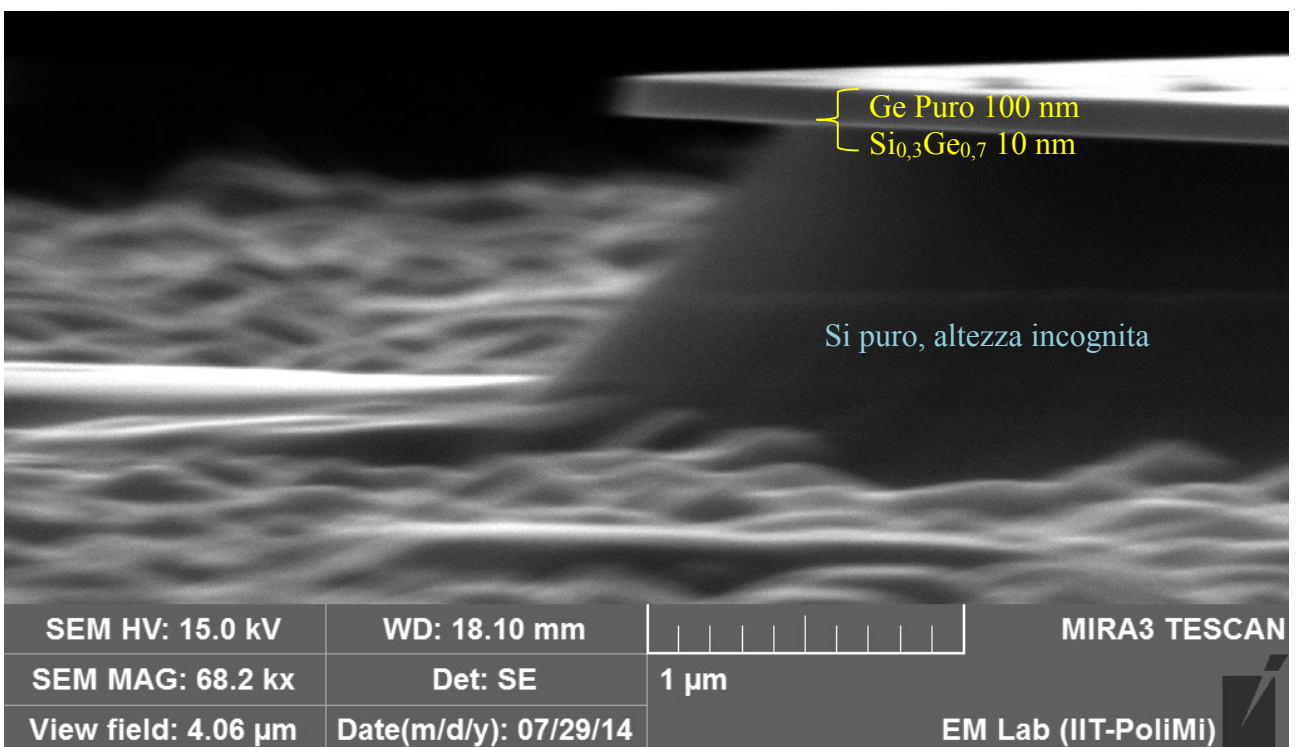


Figura 27 – Immagine in sezione della zona dello spigolo. L'angolo di inclinazione tra normale al campione e fascio incidente è 89° (destra). E' possibile notare come le facce laterali presentino delle rientranze.

L'immagine in sezione consente di osservare la parte superiore della mesa, anche se l'angolo di incidenza del fascio di elettroni primari è 89°. Questo mostra che la superficie è approssimabile con un piano.

Immagini profilometriche

Il profilometro utilizzato è il modello R2201 prodotto da Lyncée Tec di proprietà dell'Istituto Italiano di Tecnologia. Esso presenta una risoluzione verticale pari a 0.2 nm sia nella modalità a singola lunghezza d'onda che a doppia lunghezza d'onda.



Figura 28- Fotografia del profilometro olografico digitale utilizzato [6]

La risoluzione laterale migliore ottenibile è limitata dalla diffrazione ed è valutabile tramite il criterio di Rayleigh. Essa è pari a 300 nm supponendo di interporre olio tra la lente e il campione per raggiungere un'apertura numerica della lente pari a 1,4 [6]. La zona dello spigolo è stata misurata con il profilometro per determinare l'elevazione della mesa e fornire un termine di confronto alle ricostruzioni tridimensionali.

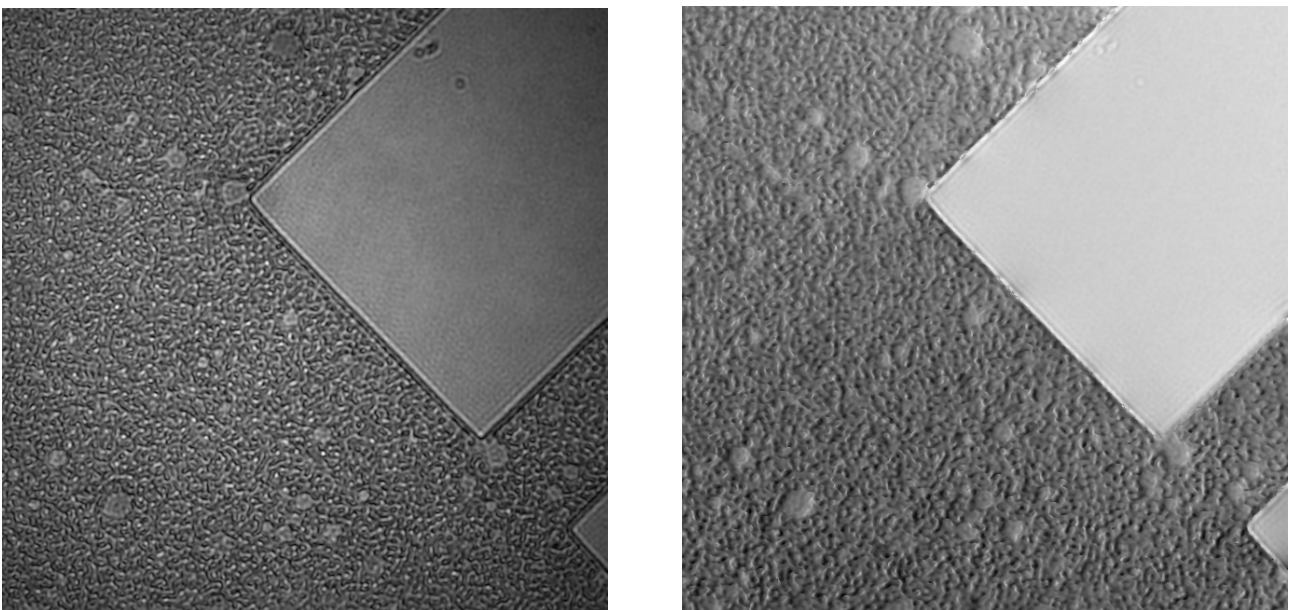


Figura 29 – Immagine di intensità (a sinistra) e di altezza (a destra) acquisite tramite il profilometro con magnificazione 50 X della zona dello spigolo

Dalle misurazioni effettuate con il profilometro è possibile valutare l'altezza della mesa con grande precisione. Allo scopo è stato scritto un algoritmo in Matlab per convertire l'immagine di elevazione in scala di grigi fornita dal profilometro in una nuvola di punti definiti dalle coordinate x,y e z.

Successivamente la nuvola è stata importata in Geomagic e si è proceduto all'operazione di wrapping che individua i primi vicini di ogni punto e crea una mesh, ossia una superficie approssimata da triangoli. Il risultato dell'operazione è mostrato in figura.

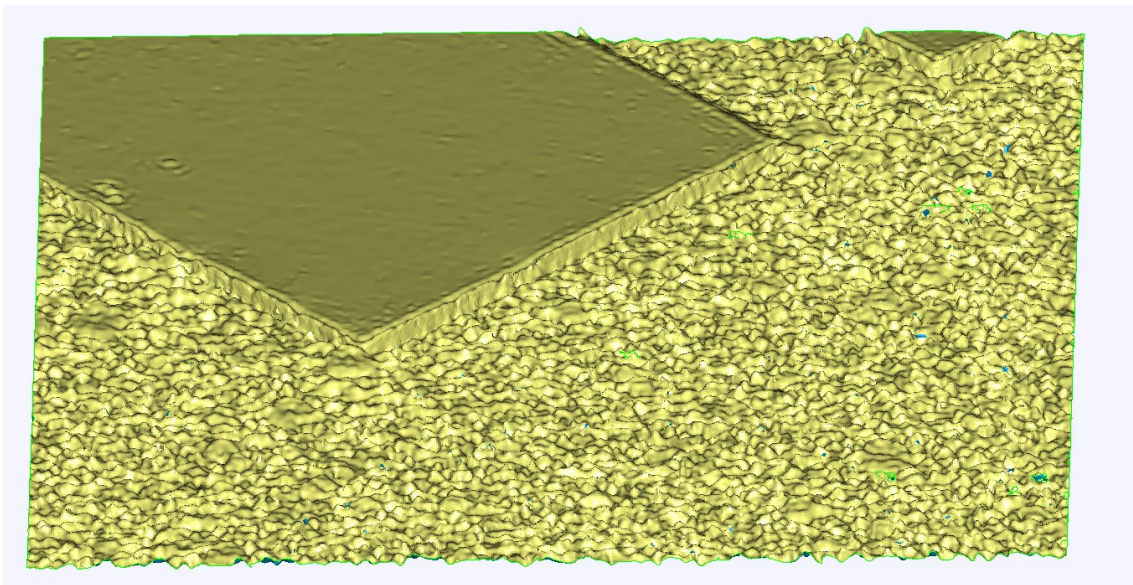


Figura 30 – Proiezione assonometrica della zona dello spigolo ottenuta dai dati forniti dal profilometro olografico digitale

Anche la ricostruzione profilometrica, fatta eccezione per il solco parallelo al bordo dovuto a effetti diffrattivi, mostra come la superficie superiore della mesa sia piana.

E' inoltre stata ricostruita l'area degli stressori. La proiezione assonometrica ottenuta è riportata di seguito.

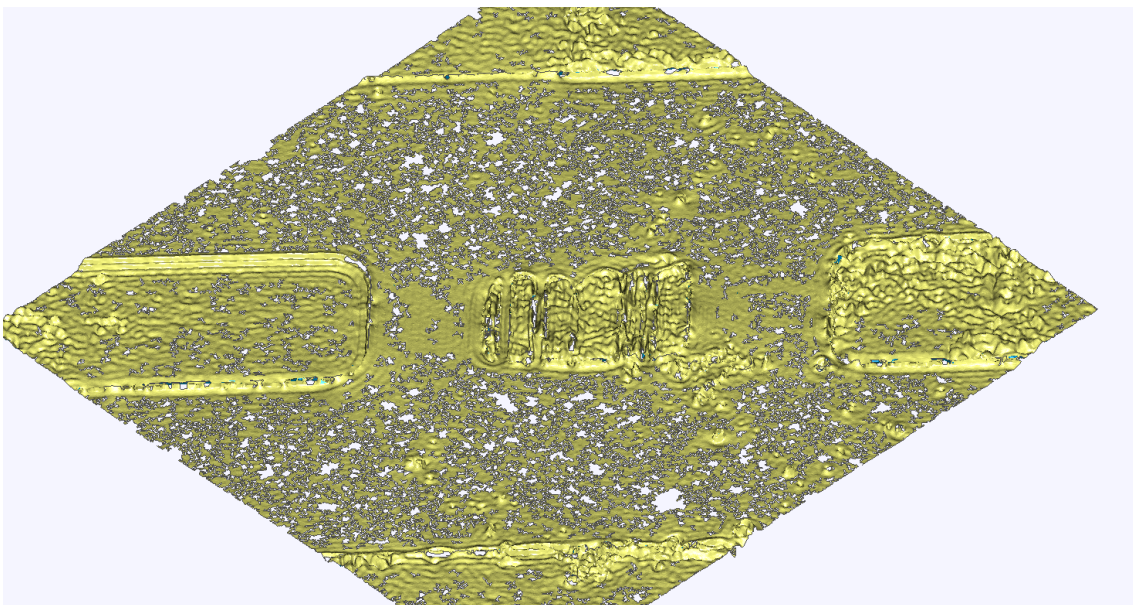


Figura 31 – Proiezione assonometrica della ricostruzione dell'area degli stressori ottenuta dai dati forniti dal profilometro olografico digitale. L'operazione di wrapping non si è conclusa correttamente e in alcune zone non è stata creata la mesh.

La limitata dimensione delle strutture ha portato a esaltare gli effetti di diffrazione. Gli stressori sono distinguibili ma non è possibile apprezzare la differente elevazione del substrato, probabilmente perché l'algoritmo di elaborazione dell'immagine è stato ingannato dalle frange luminose e scure dovute alla diffrazione. La ricostruzione è stata considerata come poco attendibile. Le immagini SEM presentano una risoluzione tanto superiore da permettere di apprezzare sia gli stressori che numerosi

difetti della superficie. Le ricostruzioni 3D da immagini SEM, che verranno proposte in seguito, permettono di ottenere una risoluzione maggiore.

7.2.3 - Trincee

Le ‘trincee’ sono gli spazi vuoti che separano delle strisce in lega $\text{Si}_{0,4}\text{Ge}_{0,6}$ ancorate a un substrato di silicio. Esse consentono di studiare l’effetto degli sforzi tensili che si generano durante il raffreddamento del campione a causa di diversi coefficienti di dilatazione termica. Il campione è il numero 9028, gentilmente fornito dalla prof. Monica Bollani del gruppo Nanoscale Devices del Laboratory for Epitaxial Nanostructures on Silicon and Spintronics di Como.

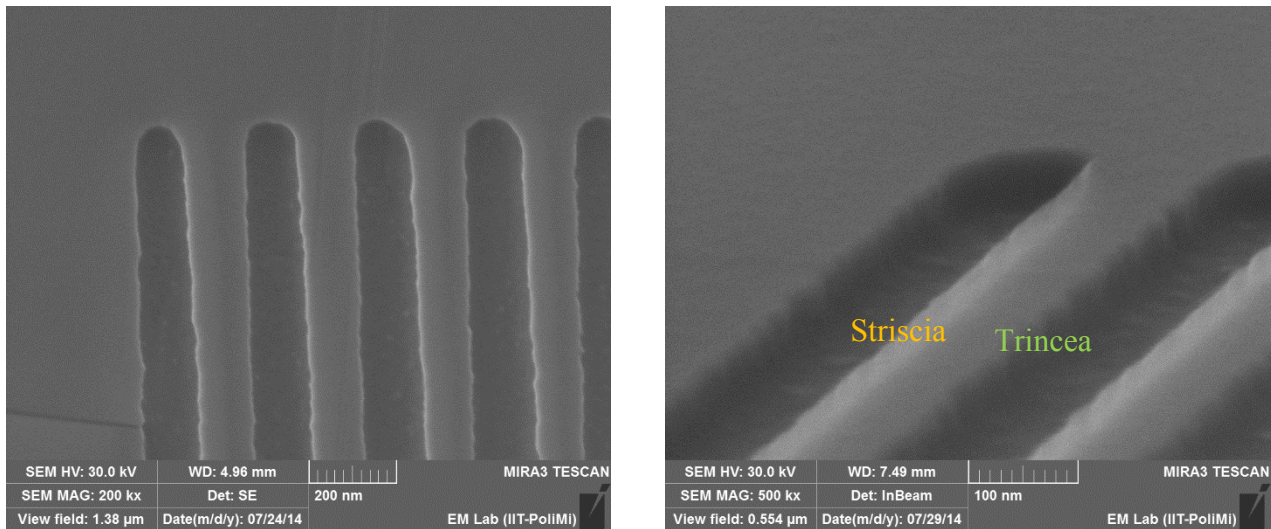


Figura 32 – A destra immagine delle trincee acquisita con fascio di elettroni parallelo alla normale al piano del campione. A sinistra immagine delle trincee acquisita in sezione con un angolo di inclinazione, tra il fascio elettronico e la normale al campione, pari a 75°.

Come è possibile apprezzare osservando le immagini l’individuazione di zone significative distinguibili dal rumore è molto complessa anche per l’occhio umano. Si tratta quindi di un caso di test estremamente impegnativo e ai limiti delle possibilità del microscopio SEM utilizzato, sia per la risoluzione elevata che richiede sia per la scarsa definizione dei contrasti minori.

Sono state effettuate alcune misure su immagini SEM per ottenere un modello virtuale delle trincee. In particolare sono di interesse la larghezza e la spaziatura.

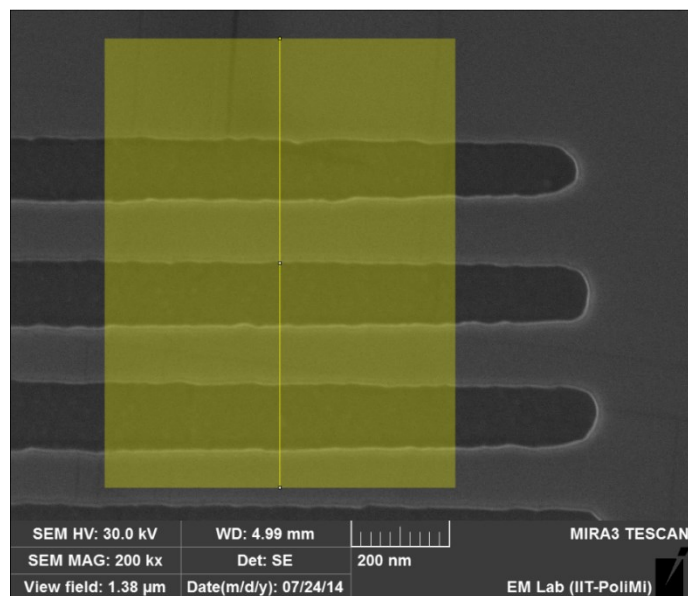


Figura 33 – La linea, perpendicolare alle trincee, sulla quale è stato valutato il profilo di intensità necessario per la misura delle dimensioni delle trincee. Lo spessore della linea è 500 pixel

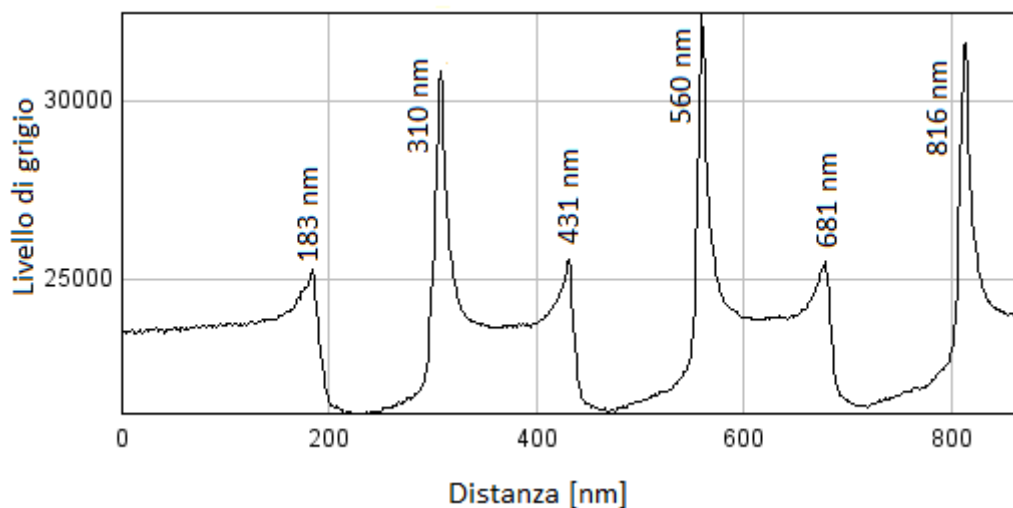


Figura 34- Profilo di luminosità su una linea perpendicolare alle trincee.

Dalle misure effettuate risulta che la larghezza delle trincee è mediamente 130 nm mentre la spaziatura è 121 nm.

Per misurare la profondità delle trincee è stata condotta una misura AFM di topografia.

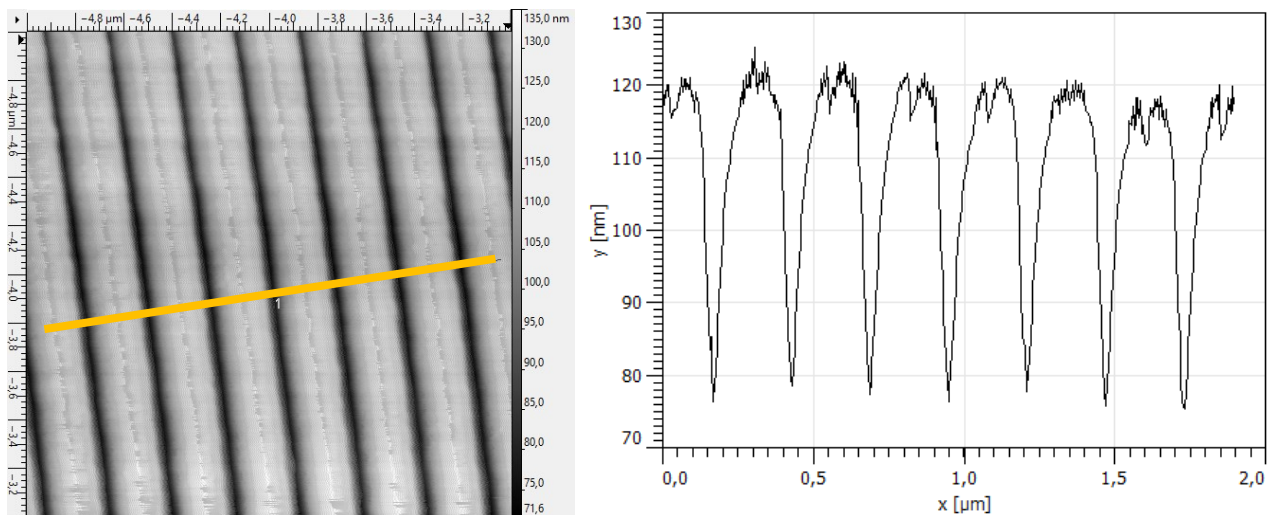


Figura 35- A sinistra scansione AFM della superficie del campione 9028. L'andamento dell'elevazione in funzione della posizione sulla linea evidenziata in arancio riportato nel grafico a destra consente di misurare la profondità delle trincee.

L'immagine AFM mostra delle trincee con sezione a V, in contraddizione con l'immagine in sezione riportata in Figura 32. Si tratta molto probabilmente dell'artefatto illustrato in Figura 12 dovuto alla misura di una cavità di larghezza paragonabile al diametro della punta. Si è comunque scelto di assumere la misura di profondità ottenuta, pari a 40 nm come valore di riferimento.

7.2.4 - Punta AFM

Il campione "punta AFM" (gentilmente fornito dal prof. Paolo Biagioni) è costituito da una punta per microscopio AFM, il cantilever e il supporto che consente di fissarla al microscopio. Il cantilever ha lo scopo di reggere la punta comportandosi in modo elastico. E' realizzato tramite una trave in nitruro di silicio parzialmente fissata a un supporto compatibile con il microscopio AFM. La sezione della trave è approssimabile con un trapezio isoscele di base maggiore pari a 60 μm, base minore pari a 48 μm e altezza pari a 3 μm. La lunghezza complessiva della trave è 1,5 mm di cui 0,5 mm a sbalzo. All'estremità la trave è rastremata e su di essa è fissata la punta, approssimabile con una piramide a base quadrata di lato 5 μm e altezza 10 μm.

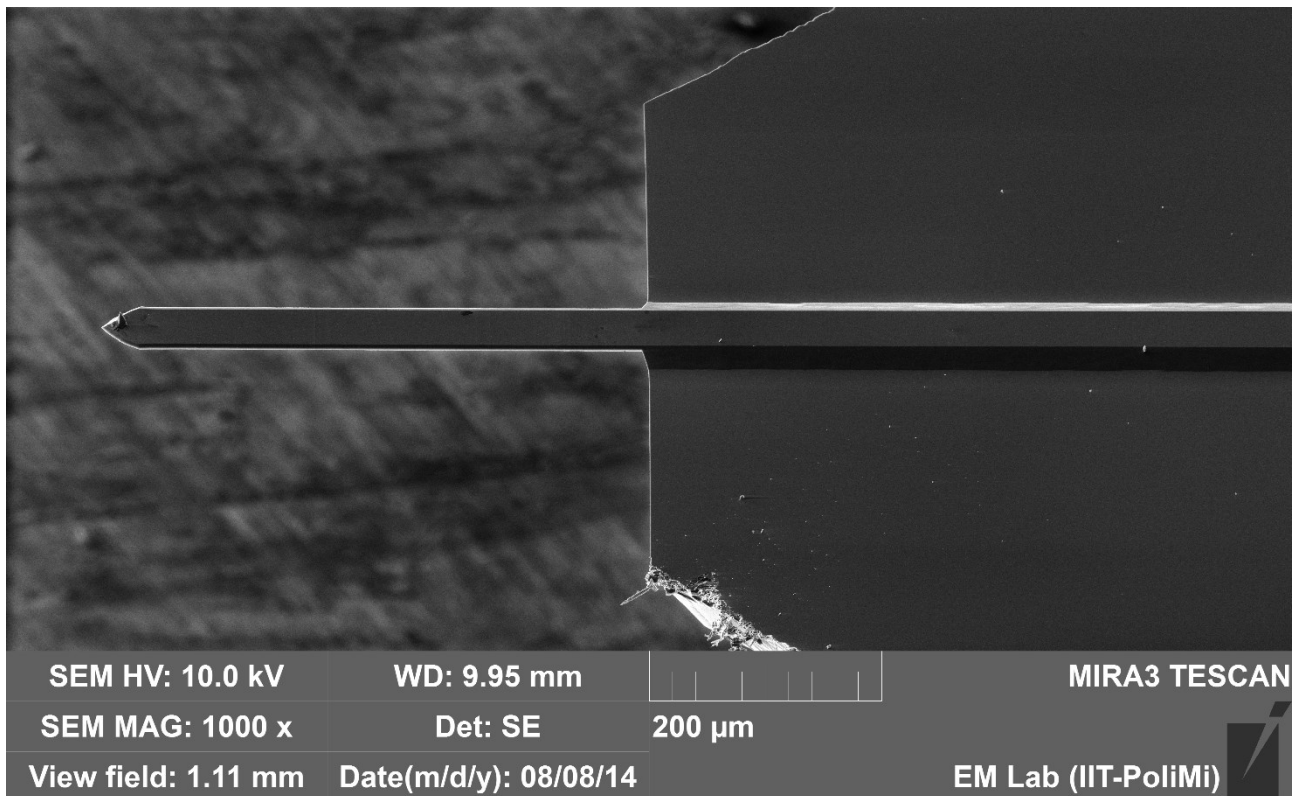


Figura 36 – Immagine del campione ‘AFM tip’. E’ possibile notare il cantilever e la punta.

Il campione ‘AFM tip’ non richiede ingrandimenti spinti. Il campione permette di testare i software di ricostruzione sia nella ricostruzione della punta che nella ricostruzione del piano superiore della trave. Ai fini del lavoro di tesi risulta particolarmente utile la ricostruzione del piano che, avendo una forma geometrica nota, rende possibile valutare l’errore dell’elevazione ricostruita.

7.3 - Il microscopio elettronico a scansione

Questo capitolo presenta nella prima parte la fisica di base del microscopio elettronico a scansione e nella seconda parte le attività di caratterizzazione preliminari effettuate sul microscopio Tescan Mira III, utilizzato per l’acquisizione delle immagini.

7.3.1 - Fisica del processo di formazione delle immagini nel SEM

Nel microscopio elettronico a scansione un fascio di elettroni di energia cinetica compresa, tipicamente, nell’intervallo ($E_{pE} = 0,3 \div 30keV$) incide sulla superficie di un campione. Esso dà origine a diversi processi fisici che portano all’emissione di elettroni e radiazione elettromagnetica.

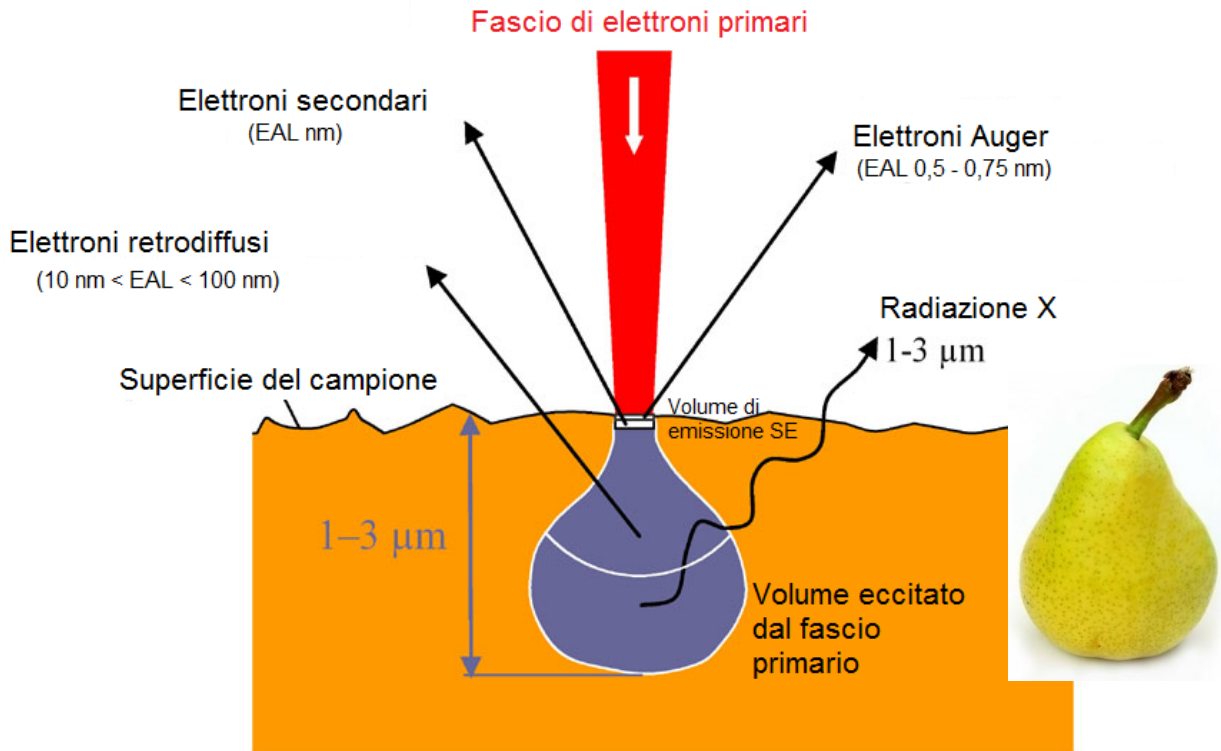


Figura 37 - Principali effetti e radiazioni emesse da un campione eccitato con un fascio di elettroni con energia dell'ordine dei keV. Il volume di campione eccitato dal fascio primario ha una forma a pera (sulla destra).

Il fascio di elettroni primari eccita un volume di campione approssimativamente a forma di pera. Dall'intero volume eccitato vengono emessi raggi X che possono propagarsi fino all'esterno. Gli elettroni emessi presentano una lunghezza di propagazione nel campione fortemente dipendente dall'energia. Essa è definita Effective Attenuation Length (EAL). Si tratta di un valore ridotto rispetto al libero cammino medio tra urti anelastici per tenere in considerazione l'effetto dei cambi di direzione dovuti agli urti elastici.

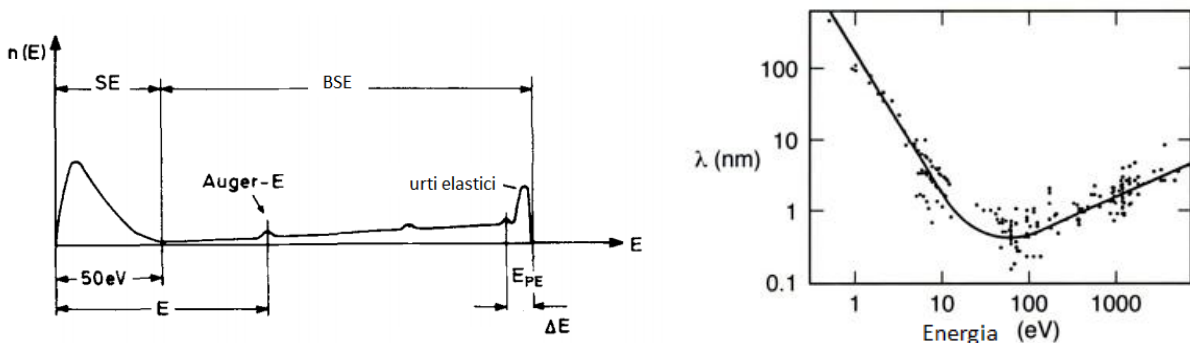


Grafico 7- Spettro risolto in energia degli elettroni riemessi dal campione [4] sulla sinistra e curva del cammino libero di un elettrone tra due urti anelastici nei metalli in funzione dell'energia [38].

In particolare nello spettro di energia degli elettroni emessi distinguiamo diverse zone. Può accadere che alcuni elettroni del fascio incidente urtino elasticamente nuclei atomici e vengano riemessi. Per questa ragione vengono chiamati retrodiffusi (backscattered - BSE). L'energia è paragonabile con quella degli elettroni primari e la lunghezza di propagazione nel campione è dell'ordine delle centinaia di nm. Considerando che la propagazione è isotropa questo significa che non è possibile utilizzarli per sondare aree ristrette. Una seconda possibilità è che vengano eccitati degli elettroni dei livelli profondi dando luogo a emissione radiativa o Auger. I picchi Auger, molto ben definiti in energia consentono una analisi chimica del campione. Gli elettroni Auger possono propagarsi nel campione solo per una distanza inferiore al libero cammino medio, un urto anelastico modificherebbe

la loro energia e renderebbe impossibile riconoscere il materiale. Essi risultano quindi molto sensibili alla superficie. Una terza possibilità è l'emissione di elettroni di energia inferiore a 50 eV chiamati secondari (SE) [7]. Gli elettroni SE hanno energia limitata, possono quindi percorrere solo pochi nm nel campione prima di venire termalizzati. Questo comporta che possano essere emessi solo gli elettroni secondari da un volume a forma di parallelepipedo con area di base l'area irradiata dal fascio primario e profondità pari alla EAL. La risoluzione è quindi determinata dalle dimensioni del fascio incidente e da quanto esso rimane stabile nel tempo di integrazione.

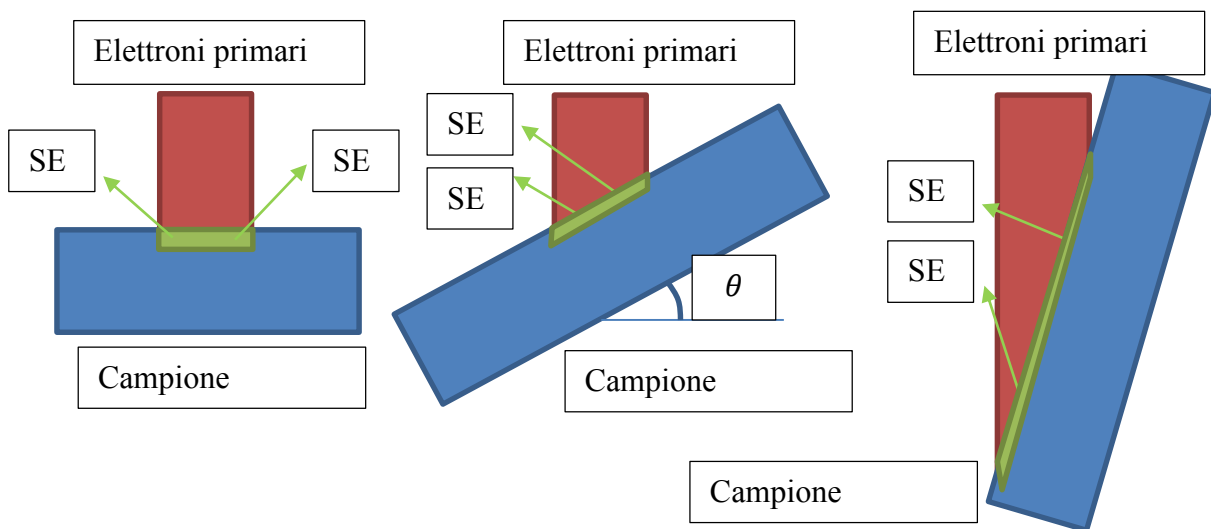


Figura 38 - Volume di emissione in funzione dell'inclinazione della superficie del campione

Il volume di emissione aumenta con l'aumentare della zona irradiata dal fascio primario di elettroni. Questo comporta una dipendenza dall'angolo di inclinazione della superficie del campione θ . La corrente di elettroni secondari emessi è proporzionale al volume di emissione. Si ha quindi:

Equazione 1 - Intensità di elettroni secondari emessi in funzione dell'angolo di inclinazione della superficie del campione

$$I_{SE} \propto \frac{1}{\cos \theta}$$

Gli elettroni retrodiffusi BSE hanno energia sufficiente per emettere elettroni secondari. Chiamiamo elettroni secondari del secondo tipo quelli generati da un elettrone retrodiffuso che non viene riemesso dalla superficie di incidenza del fascio primario. In Figura 39 BS2 emette SE2. Si tratta di un effetto indesiderato che riduce la risoluzione ed è accentuato da una elevata energia degli elettroni primari. Il fenomeno è a volte indicato come 'annebbiamento'. L'urto di un elettrone retrodiffuso con la camera porta a emissione di elettroni secondari del terzo tipo. Ad esempio BS1 porta all'emissione di SE3. Gli elettroni secondari del quarto tipo provengono dalla colonna elettronica.

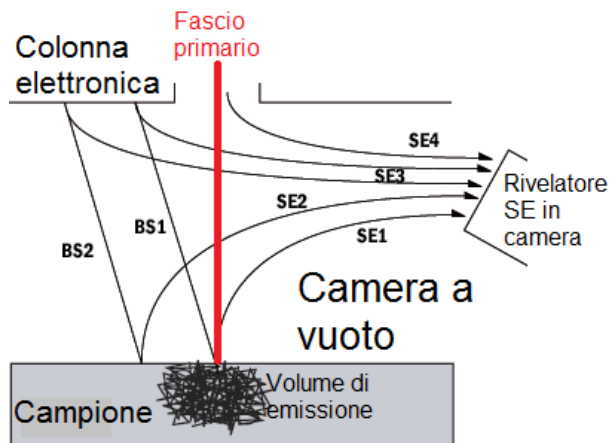


Figura 39 - Processi che portano all'emissione di elettroni secondari

7.3.2 - I rivelatori di elettroni secondari

Gli elettroni secondari, una volta emessi, vengono guidati da opportuni campi elettromagnetici e raccolti da un rivelatore. Gli elettroni secondari emessi vengono accelerati da un lieve campo elettrico verso un detector Everhart Thornley [27] posto in prossimità del campione nella camera da vuoto.

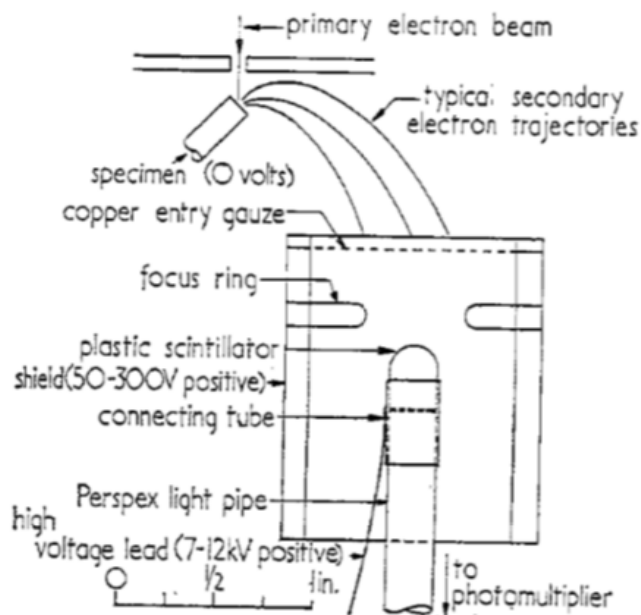


Figura 40- Schema del rivelatore Everhart-Thornley dall'articolo originale [5]

Gli elettroni emessi in direzione del rivelatore hanno la massima probabilità di essere rivelati, questa probabilità decresce con l'aumentare dell'angolo. Questo fenomeno concorre al chiaroscuro osservabile sulle immagini SEM.

Se il campione è molto vicino alla colonna il campo dell'ultima lente è sufficiente a raccogliere gli elettroni secondari. La corrente da essi generata può essere misurata da un rivelatore posto all'interno della colonna stessa. La probabilità di raccogliere un dato elettrone dipende dal rivelatore utilizzato determinando una differente intensità misurata. La letteratura mostra come la risoluzione, ossia la minima distanza tale per cui due punti-oggetto nell'immagine sono riconoscibili, sia migliore per il rivelatore in colonna. [39]

7.3.3 - L'immagine

Per formare una immagine è necessario stabilire una corrispondenza biunivoca tra posizione del fascio primario sul campione e pixel. Tale relazione è descritta dai seguenti parametri:

- la posizione relativa del campione rispetto alla colonna;
- posizione e orientazione del rettangolo che racchiude la zona di campione da osservare: dati due lati consecutivi definiscono rispettivamente le direzioni di riga e di colonna;
- la direzione delle colonne sul campione, solitamente perpendicolare alla precedente;
- il numero di pixel su una riga dell'immagine e la distanza tra di essi;
- il numero di pixel su una colonna dell'immagine e la distanza tra di essi;

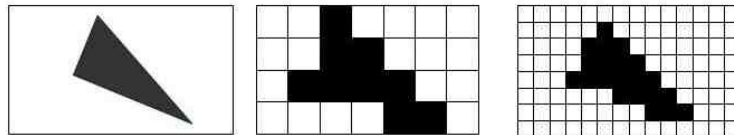


Figura 41- Quantizzazione spaziale del triangolo nell'immagine di sinistra con pixel di diverse dimensioni [40]

Una volta stabilita la corrispondenza tra aree del campione e pixel è possibile procedere alla misura ripetendo le operazioni di seguito elencate per ogni pixel:

1. il fascio di elettroni primari viene indirizzato nella posizione corrispondente al pixel;
2. viene misurata l'intensità di elettroni secondari o backscattered emessi integrando per un tempo prestabilito;
3. l'intensità misurata viene convertita in un valore numerico intero positivo tramite un convertitore analogico digitale;
4. il dato misurato viene associato al punto dell'immagine corrispondente alla posizione del fascio primario e rappresentato come livello di grigio.

Il processo di spostamento del fascio di elettroni primari viene chiamato scansione mentre il percorso seguito dal fascio, ottimizzato per minimizzare gli spostamenti, è detto raster. In particolare nel caso del microscopio elettronico a scansione tutte le righe vengono scandite nel medesimo verso. Il fascio si posiziona quindi nella posizione del primo pixel e una volta effettuata la misura trasla lungo la direzione delle righe con spostamenti pari alla dimensione del pixel fino a completare la prima riga. Successivamente si segue un percorso simile al ritorno del carrello nelle macchine da scrivere, noto anche come a capo. Il fascio torna quindi alla coordinata di riga del primo pixel incrementando la coordinata di colonna di un valore pari alla distanza tra due pixel adiacenti. La sequenza di incrementi viene ripetuta fino al raggiungimento dell'ultimo pixel dell'immagine. Il fascio si riposiziona quindi nella posizione iniziale per iniziare una nuova scansione.

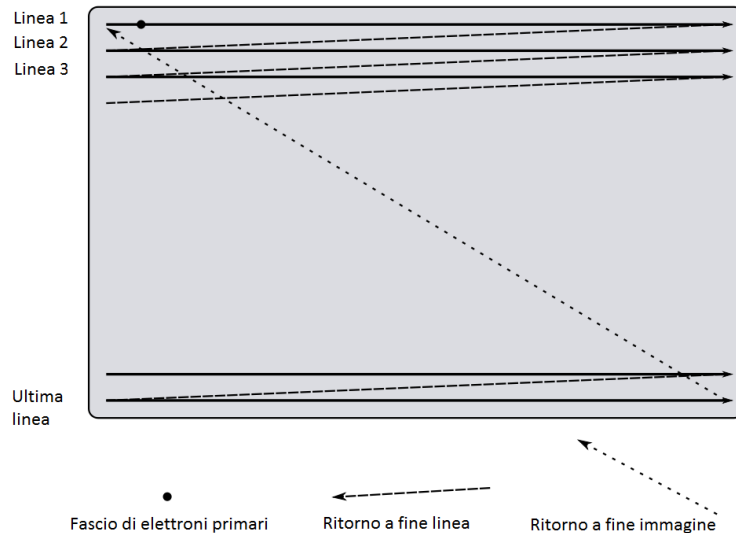


Figura 42- Percorso raster seguito dal fascio di elettroni primari nel microscopio elettronico a scansione

7.3.4 - L'implementazione del microscopio SEM

Il microscopio elettronico richiede una colonna che viene percorsa dal fascio di elettroni primari. Lungo la colonna sono presenti delle lenti elettromagnetiche che demagnificano il fascio, compensano le aberrazioni ed eseguono la scansione. Alle estremità sono poste la sorgente e il campione. Il campione può essere avvicinato e allontanato dalla colonna, variando così la distanza di lavoro. Essa influenza in modo diretto l'angolo di divergenza del fascio elettronico sul campione e quindi la profondità di fuoco [13]. Inoltre ad una distanza di lavoro maggiore comporta un tempo di percorrenza più grande tra la colonna e il campione incrementando la probabilità di deviazioni accidentali del fascio primario. A distanze di lavoro maggiori corrisponde una risoluzione inferiore. Il campione è montato su un portacampione che può essere traslato, ruotato attorno alla sua normale o inclinato per variare l'angolo di incidenza del fascio primario. In camera sono infine presenti i rivelatori esterni tra i quali cito l'Everhart-Thornley per gli elettroni secondari.

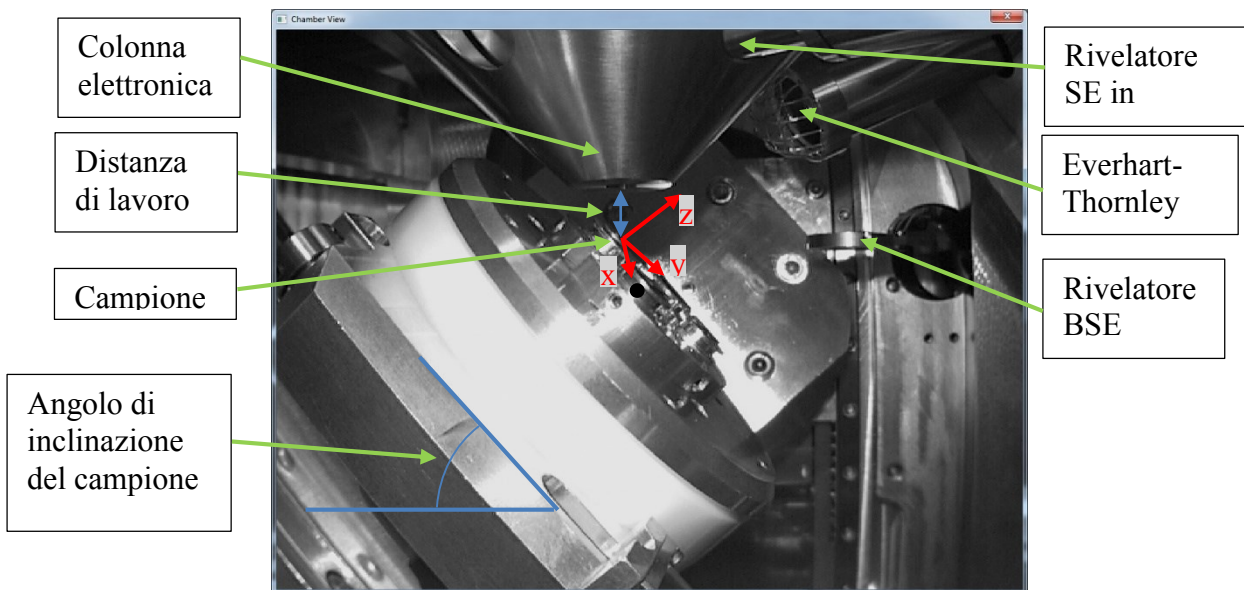


Figura 43- Una immagine della camera a vuoto del microscopio Tescan Mira III acquisita tramite la telecamera interna con l'indicazione dei principali elementi. Il sistema di riferimento indicato è relativo al campione.

7.3.5 - Analisi della codifica digitale delle immagini

La codifica digitale delle immagini prevede che i valori della luminosità di ogni pixel vengano espressi tramite numeri interi e codificati in forma binaria. Le informazioni racchiuse nell'immagine saranno quindi esprimibile tramite un vettore di numeri interi. Opportune convenzioni indicano a che coordinate nell'immagine corrisponde il primo numero della lista. In particolare solitamente il primo numero viene assegnato al pixel in alto a sinistra che avrà quindi coordinate(1,1). I successivi sono assegnati ai pixel alla sua destra fino al completamento della riga. Successivamente si procede nel medesimo verso sulla seconda riga. Una volta conclusa la seconda riga si procede con le successive fino all'esaurimento della lista di numeri interi. Ad ogni numero intero sarà poi associato un livello di grigio o di colore.

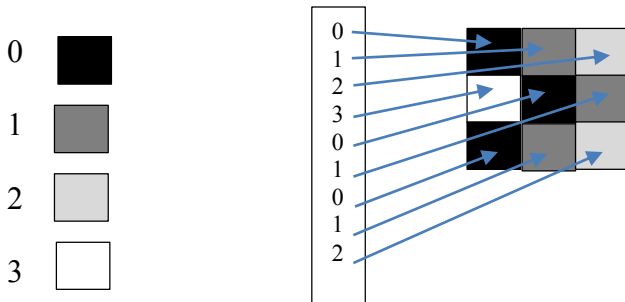


Figura 44 – A sinistra associazione dei livelli di grigio e a destra traduzione del file di numeri interi in una immagine

Il valore associato ad ogni pixel nell'immagine SEM è una misura della corrente di elettroni secondari al rivelatore. E' quindi necessario utilizzare al meglio la dinamica del convertitore analogico digitale, d'ora in poi ADC. In particolare il microscopio utilizzato per le misure è un Tescan Mira III, con convertitore a 16 bit. Il legame tra il numero intero fornito dall'ADC e la corrente di elettroni è detto curva di sensibilità. Essa presenta un andamento monotono crescente ma solo approssimativamente lineare. La curva di sensibilità può essere modificata variando i parametri di luminosità e contrasto del rivelatore. Dati due punti A e B sull'immagine si considerino le rispettive misure di corrente di elettroni secondari I_A e I_B . La luminosità (brightness) è il valore medio delle correnti:

Equazione 2 - Luminosità

$$\bar{I} = \frac{I_A + I_B}{2}$$

mentre il contrasto è definito come:

Equazione 3 - Contrasto

$$C = \frac{I_A - I_B}{I_A + I_B} = \frac{\Delta I}{2\bar{I}} [7].$$

Una verifica a posteriori della corretta regolazione dei parametri di luminosità e contrasto consiste nell'osservazione dell'utilizzo dei livelli di grigio.

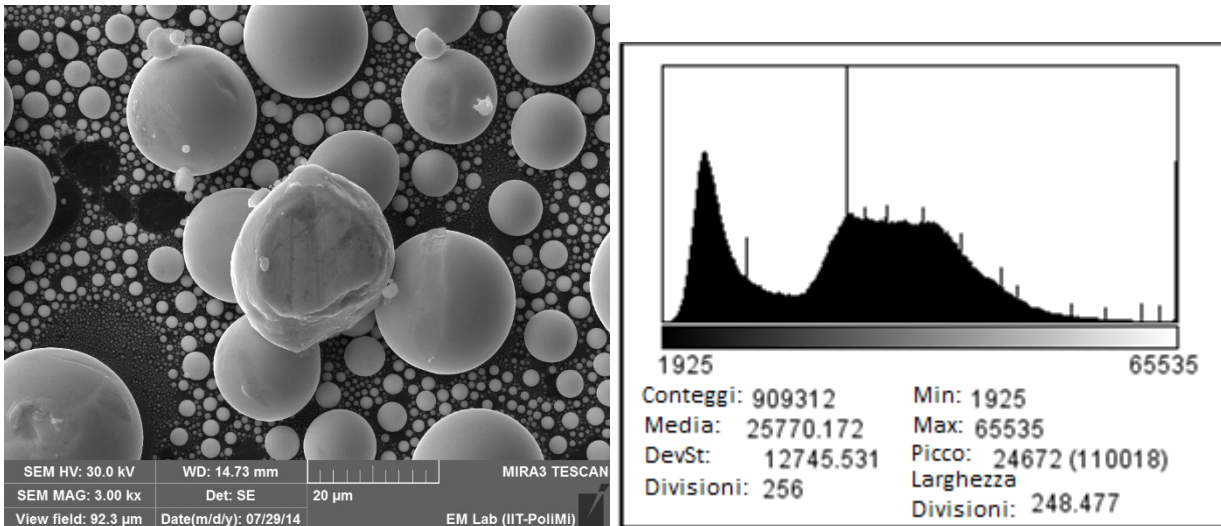


Figura 45– Una delle immagini utilizzate nelle ricostruzioni tridimensionali (a sinistra) e il corrispondente istogramma dei livelli di grigio

L'istogramma mostra come tutti i livelli siano occupati. Rimangono circa 9000 conteggi, corrispondenti a circa l'1%, sul livello del nero. Il livello di saturazione definito dai conteggi sul bianco e sul nero è ritenuto accettabile. Durante la fase di acquisizione delle immagini i parametri di luminosità e contrasto sono stati scelti in modo da sfruttare al meglio la dinamica dell'ADC.

7.3.6 - Posizione del rivelatore Everhart-Thornley nel Tescan Mira III

Il rivelatore esterno raccoglie con efficienza inferiore gli elettroni che sono emessi da zone non in visibilità. Questo fenomeno è noto come ombreggiatura ed è influenzato dalla posizione del rivelatore rispetto al campione. Si è quindi acquisita l'immagine di un difetto sporgente per determinare il verso dell'ombreggiatura e quindi la posizione del detector.

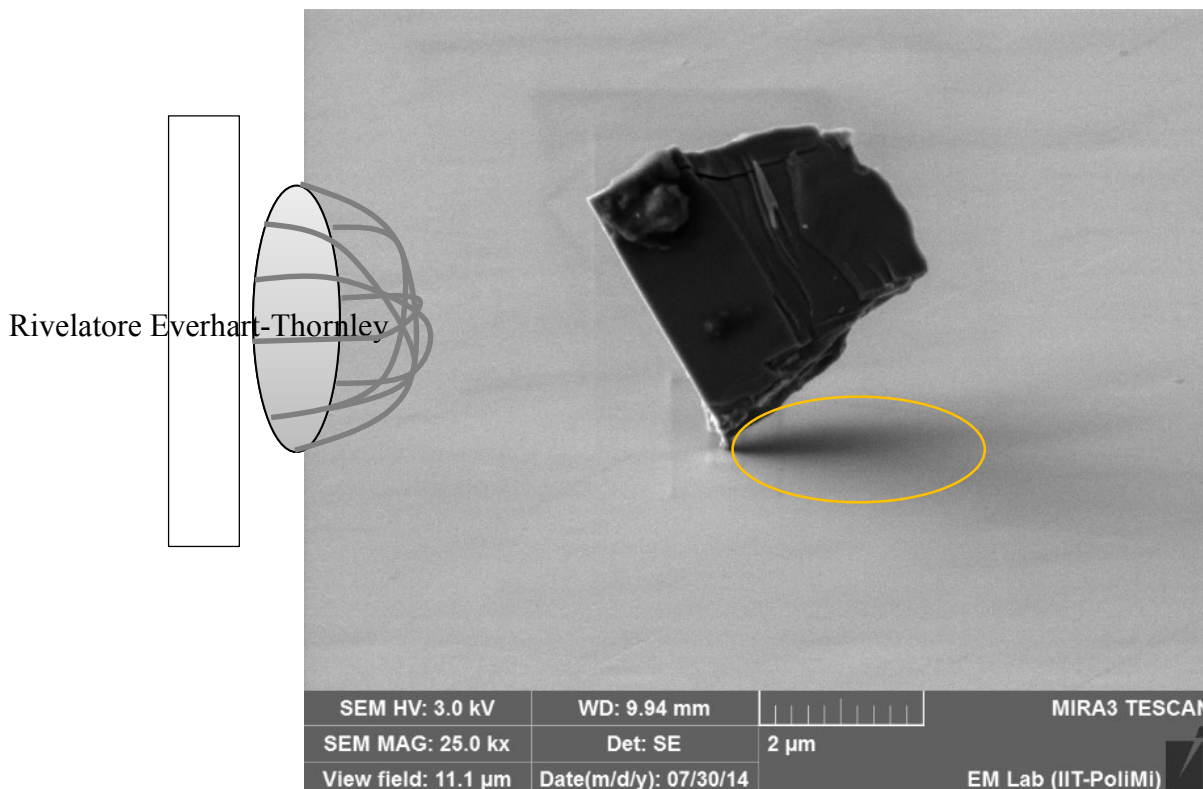


Figura 46– Immagine di un difetto sporgente acquisita con il rivelatore per elettroni secondari Everhart-Thornley. L'ellisse evidenzia l'ombra

L'ombra è nella parte destra dell'immagine perciò il rivelatore si trova sul lato sinistro. L'analisi vale in tutte le immagini, eccetto quelle della 'punta AFM', dove la direzione di scansione è stata modificata per ridurre i tempi di acquisizione delle immagini.

7.3.7 - Calibrazione del microscopio Tescan Mira III

Sono stati eseguiti alcuni test preliminari sul microscopio per valutare la necessità di procedere a una calibrazione. In particolare lo scopo dei test è verificare l'accuratezza del percorso di scansione. I test non sono stati effettuati in collaborazione con la ditta G Gambetti Kenologia S.r.l., (Via A. Volta n. 27 Binasco, MI) durante l'installazione del microscopio. Le misure sono state effettuate acquisendo immagini di campioni di riferimento calibrati. In particolare è stata testata la corrispondenza tra dimensione dei pixel dichiarata e reale e l'ortogonalità tra linee e colonne dell'immagine. La dimensione dei pixel è stata testata misurando dei campioni di dimensioni note.

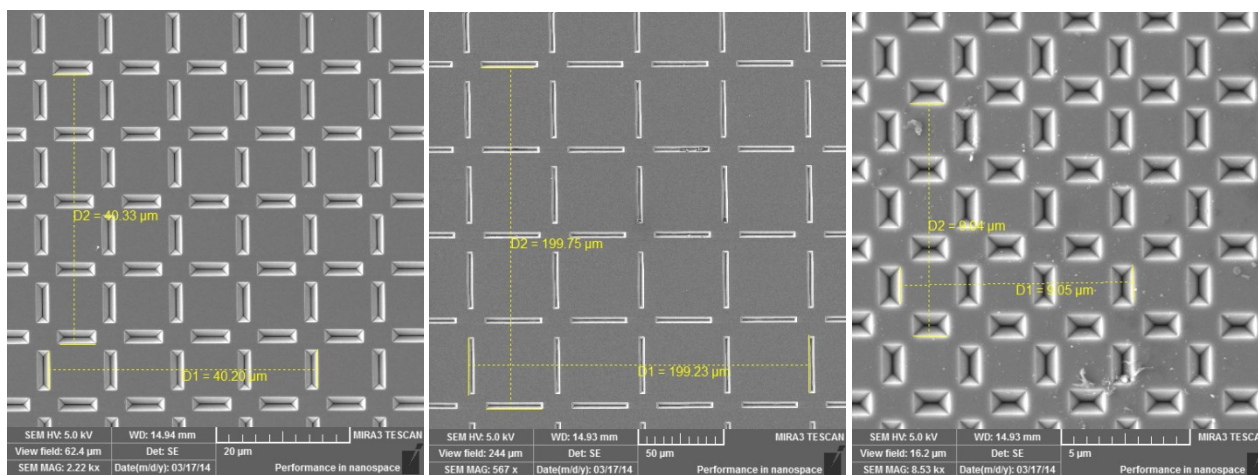


Figura 47 – Immagini di test della dimensione dei pixel

I valori misurati sono stati riportati in tabelle, sono stati confrontati con il valore di riferimento ed è stato valutato l'errore assoluto e relativo espresso in percentuale.

Tabella 1 - Errore nella valutazione di distanze sulle immagini

Dimensione orizzontale				
Quantità	Unità di misura	Dati		
Ingrandimento	kX	0,567	2,22	8,53
Misura	µm	199,23	40,2	9,05
Riferimento	µm	200,00	40	9
Errore	µm	0,77	-0,20	-0,05
Errore	%	0,4	-0,5	-0,6

Dimensione verticale				
Quantità	Unità di misura	Dati		
Ingrandimento	kX	0,567	2,22	8,53
Misura	µm	199,75	40,33	9,04
Riferimento	µm	200,00	40	9
Errore	µm	0,25	-0,33	-0,04
Errore	%	0,1	-0,8	-0,4

Dall'analisi della tabella si può notare come l'errore sia inferiore all'1% sia per misure parallele alle righe dell'immagini che parallele alle colonne anche per la magnificazione inferiore.

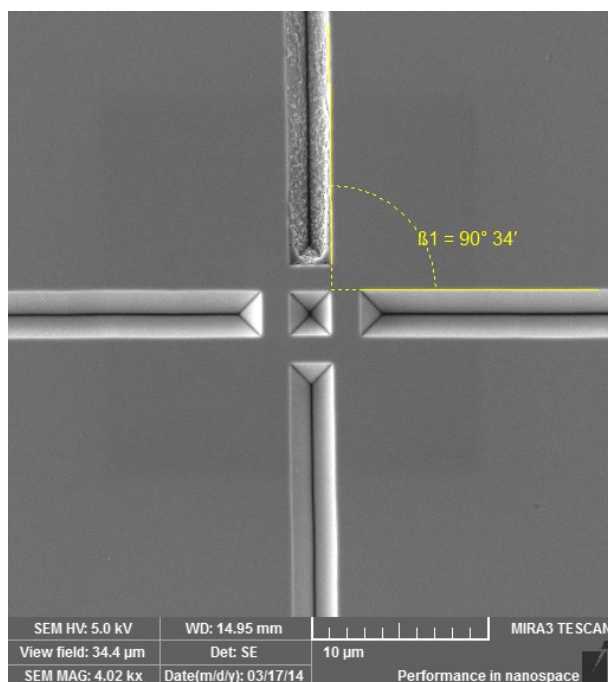


Figura 48– Misura di un angolo di riferimento per verificare l'ortogonalità tra linee e colonne dell'immagine

L'errore commesso nella misura di un angolo retto è pari a circa a mezzo grado. Ciò significa che anche la condizione di ortogonalità tra righe e colonne è rispettata con un errore inferiore all'1%.

7.3.8 - Risoluzione del microscopio Tescan Mira III

La risoluzione delle immagini è la minima distanza per cui due punti oggetto sono distinguibili nell'immagine. E' possibile stimare la risoluzione misurando la larghezza apparente sull'immagine di un gradino ripido. Una prima campagna di misurazioni ha permesso di caratterizzare la risoluzione del microscopio in funzione del rivelatore e dell'energia del fascio primario. Sono state acquisite immagini di campioni ad alto contrasto, ad esempio oro su carbonio, con differenti magnificazioni. Per ogni immagine sono stati individuati manualmente i tre profili più ripidi mediando su una larghezza di 10 pixel. E' stata quindi individuata, tramite un algoritmo di minimizzazione, la funzione errore che meglio approssima ogni profilo. La risoluzione è stata valutata come la distanza necessaria per passare dal 20 % all'80 % della variazione di luminosità causata dal bordo ripido. Di seguito sono riportati l'andamento della luminosità e la posizione dei tre profili valutati sull'immagine con risoluzione migliore.

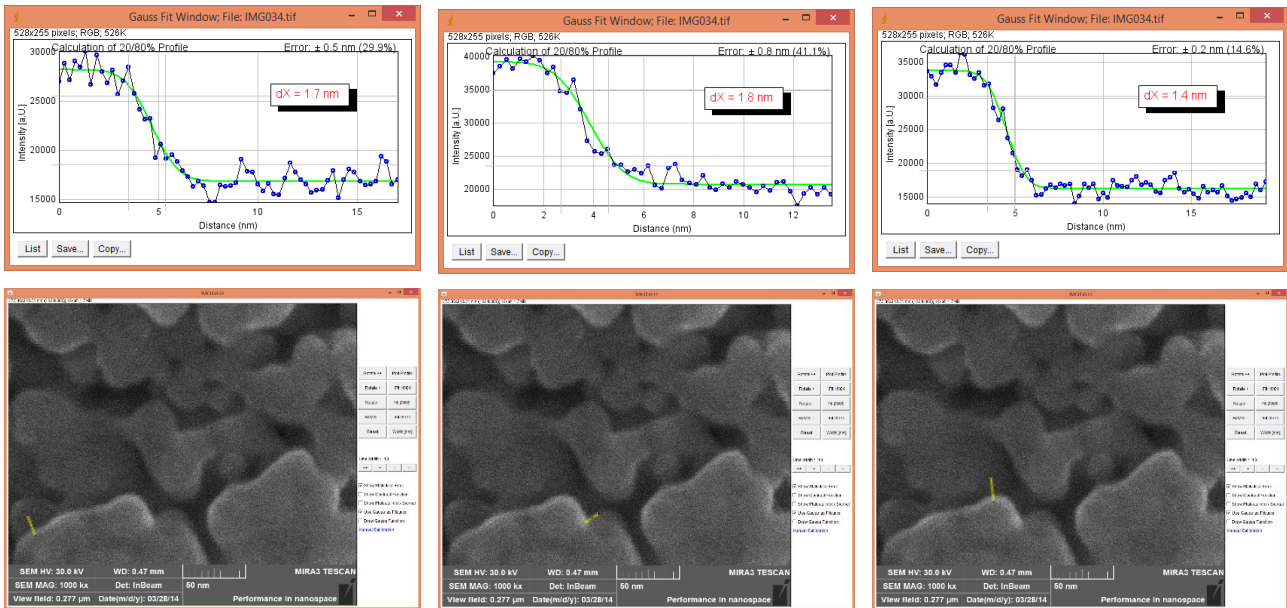


Figura 49 – Profili di luminosità per la valutazione della risoluzione. Il grafico corrisponde alla linea gialla riportata nell'immagine sotto di esso.

Le misure di risoluzione sono stati riportate in un grafico in funzione della tensione di accelerazione. I dati relativi al rivelatore in colonna sono stati fittati con una curva esponenziale che consente di evidenziare un legame tra la risoluzione e la tensione di accelerazione.

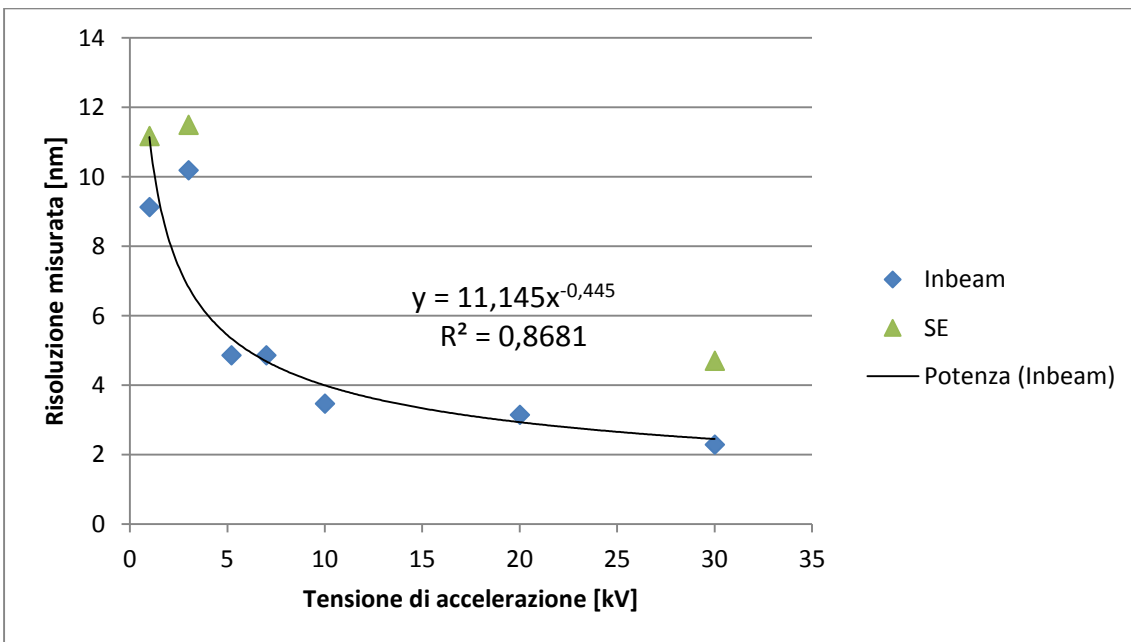


Grafico 8 – Risoluzione misurata nelle immagini acquisite dal rivelatore in colonna e esterno in funzione della tensione di accelerazione del fascio di elettroni primari. La risoluzione migliora con buona approssimazione con l'inverso della radice della tensione di accelerazione.

Il legame tra tensione di accelerazione e risoluzione è probabilmente dovuto a un disturbo che cambia la direzione di propagazione del fascio di elettroni primari in modo accidentale. Le principali cause di disturbi che possono ridurre la risoluzione nei microscopi elettronici sono di natura meccanica, elettrica o magnetica. Trascurando i disturbi meccanici che sono fortemente schermati dal tavolo antivibrante è possibile sviluppare un modello teorico dell'influenza dei disturbi elettromagnetici. Il modello sviluppato correla la dipendenza della risoluzione dall'energia degli elettroni del fascio primario alla causa del rumore.

Il disturbo devia l'elettrone mentre si sta propagando di moto rettilineo uniforme lungo la colonna. In caso di campo elettrico E, campo magnetico B e trascurando le correzioni relativistiche la forza deviante risulta:

Equazione 4- Forza elettromagnetica di Lorentz con campo magnetico perpendicolare alla velocità

$$|\vec{F}| = |e\vec{v} \times \vec{B} + e\vec{E}| = e|\vec{v} \times \vec{B}| + e|\vec{E}| = e|\vec{v}||\vec{B}| + e|\vec{E}|$$

D'ora in poi si considera solamente il modulo delle grandezze vettoriali. La velocità v dell'elettrone si può ricavare eguagliando l'energia cinetica che dipende dalla massa m con l'energia potenziale elettrica data dal prodotto tra la tensione di accelerazione V e la carica e :

Equazione 5 - Conservazione dell'energia

$$Ve = \frac{1}{2}mv^2 \rightarrow v = \sqrt{\frac{2Ve}{m}}$$

Sostituendo nella precedente risulta:

Equazione 6- Forza in funzione della tensione di accelerazione del fascio primario

$$F = e \sqrt{\frac{2Ve}{m}} B + eE$$

E' possibile valutare l'accelerazione sfruttando il secondo principio della dinamica:

Equazione 7 - Il principio della dinamica

$$a = \frac{F}{m} = \frac{e}{m} \sqrt{\frac{2Ve}{m}} B + \frac{e}{m} E$$

Il tempo di percorrenza della colonna di lunghezza l risulta pari a:

Equazione 8- Relazione spazio-tempo nel moto rettilineo uniforme

$$l = v\Delta t \rightarrow \Delta t = \frac{l}{v} = l \sqrt{\frac{m}{2Ve}}$$

Tramite le leggi del moto uniformemente accelerato è possibile trovare l'ampiezza della deviazione accidentale del fascio che limita la risoluzione:

Equazione 9 - Spostamento dovuto alla forza elettromagnetica

$$\begin{aligned} \Delta x &= \frac{1}{2} a (\Delta t)^2 = \frac{1}{2} \left(\frac{e}{m} \sqrt{\frac{2Ve}{m}} B + \frac{e}{m} E \right) \frac{ml^2}{2Ve} = \frac{1}{2} \frac{e}{m} \sqrt{\frac{2Ve}{m}} B \frac{ml^2}{2Ve} + \frac{1}{2} \frac{e}{m} E \frac{ml^2}{2Ve} \\ &= \sqrt{\frac{e}{2Vm}} B \frac{l^2}{2} + E \frac{l^2}{4V} = \sqrt{\frac{1}{V}} B \left(\sqrt{\frac{e}{2m}} \frac{l^2}{2} \right) + \frac{E}{V} \left(\frac{l^2}{4} \right) \end{aligned}$$

La dipendenza identificata dalle misure di risoluzione dall'inverso della radice quadrata dell'energia cinetica (ovvero della tensione di accelerazione) sembra dunque indicare una causa del rumore di natura magnetica. Il modello mostra inoltre come la risoluzione peggiori con il quadrato del percorso degli elettroni. E' quindi auspicabile portare il campione il più vicino possibile alla fine della colonna elettronica, minimizzando così la distanza di lavoro.

7.3.9 - Software per l'analisi delle mesh

L'analisi delle ricostruzioni 3D effettuate è stata effettuata con Geomagic Studio®, un software commerciale utile nell'analisi di nuvole di punti e superfici approssimate da triangoli. Si tratta di uno strumento ottimizzato per la gestione di modelli di grandi dimensioni, composti da milioni di triangoli. Tra le funzionalità di interesse per questo lavoro di tesi vi è il wrap ossia un algoritmo che consente di trovare la miglior superficie che approssima una nuvola di punti. Essa viene approssimata con dei triangoli che presentano i vertici nei punti della nuvola. L'approssimazione di una superficie con triangoli è nota come mesh.

Una volta calcolata una mesh vi è una funzionalità che permette di individuare i parametri di forme geometriche che la descrivano al meglio tra le quali piani, sfere, cilindri e coni.

Generalmente diverse mesh, anche relative alla medesima zona, presentano sistemi di riferimento diversi. Il software mette a disposizione delle funzionalità di allineamento sia grossolano che fine che muovono i sistemi di riferimento tra di loro fino a minimizzare gli scarti.

Infine la funzionalità 3D compare consente di ottenere mappe colori delle differenze tra due mesh. Non è definito un asse preferenziale e la distanza viene valutata ricercando per ogni punto della mesh in fase di test il più vicino sul riferimento. Viene inoltre calcolata la deviazione standard delle distanze.

La versione utilizzata è Geomagic Studio® 10 (SR1) del 03/04/2008. Giova ricordare che esistono alternative open-source a Geomagic Studio® tra le quali vale la pena citare Meshlab. Si è tuttavia preferito utilizzare un software commerciale in quanto alcuni test preliminari hanno mostrato che la funzionalità di allineamento del software commerciale ha consentito di ottenere risultati migliori.

7.4 - Ottimizzazione dei parametri per la stereoscopia

Vengono in seguito proposte le considerazioni effettuate per l'ottimizzazione dei parametri relativi all'acquisizione delle coppie di immagini stereoscopiche. Viene anche proposta una misura di risoluzione sulle immagini acquisite.

7.4.1 - Sistemi di riferimento

Tutte le immagini, eccetto dove specificato, sono riportate in una orientazione nella quale l'asse di inclinazione orizzontale risulta orizzontale rispetto alla pagina. Il sistema di riferimento ha origine nel punto superiore sinistro. L'asse x è orizzontale e punta verso destra. L'asse y è verticale e punta verso il basso.

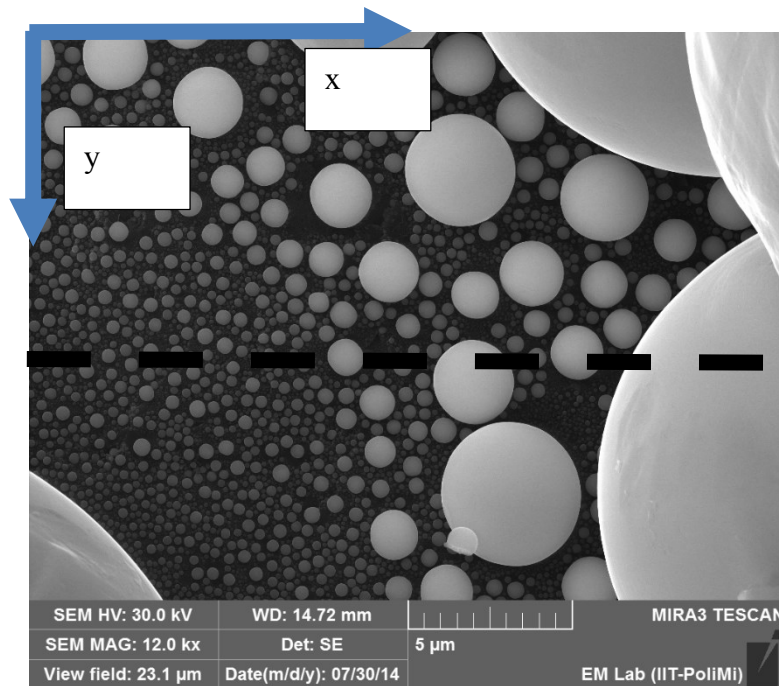


Figura 50 - La convenzione per il sistema di riferimento adottata in tutte le immagini riportate in questo lavoro di tesi. L'asse di inclinazione è riportato in nero tratteggiato

Il sistema di riferimento del campione prevede asse x parallelo all'asse di inclinazione, asse y nel piano medio del campione perpendicolare a x e asse z perpendicolare al piano medio del campione.

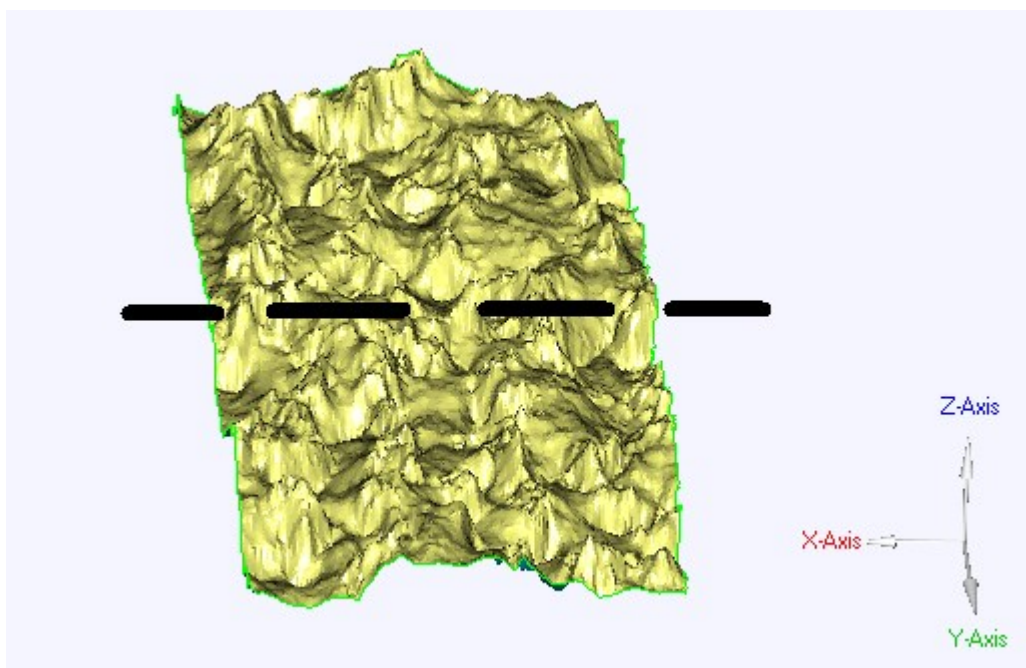


Figura 51- Il sistema di riferimento del campione è una terna destrorsa. Asse x parallelo all'asse di inclinazione, in nero tratteggiato, e z perpendicolare al piano medio

7.4.2 - Angolo di inclinazione

Dopo alcuni test preliminari si è scelto di generare lo spostamento di parallasse ruotando il campione. La scelta presenta il vantaggio di mantenere il fascio quanto più possibile centrato minimizzando le aberrazioni. Inoltre la movimentazione del campione consente di mantenere l'ottimizzazione della colonna. La seconda scelta effettuata riguarda gli angoli di inclinazione nel campione delle due immagini. Si consideri l'angolo formato tra il piano medio del campione e il piano normale al fascio

di elettroni primari. Nel caso più generale possibile sarà $-90^\circ < \theta_1 < 90^\circ$ per la prima immagine e $-90^\circ < \theta_2 < 90^\circ$ per la seconda. Si ipotizzi inoltre che l'asse di rotazione passi per il piano medio del campione e su di esso si trovi il punto O. In Figura 52 è mostrata schematicamente la proiezione, parallela all'asse di rotazione e passante per O, della superficie del campione. Nella prima posizione (rotazione di θ_1 in blu) il punto da ricostruire sia A_1 e la sua proiezione nel piano medio sia H_1 , nella seconda (rotazione di θ_2 in rosso) siano rispettivamente A_2 e H_2 . Siano infine K_1 e K_2 le proiezioni sull'immagine di A_1 e A_2 .

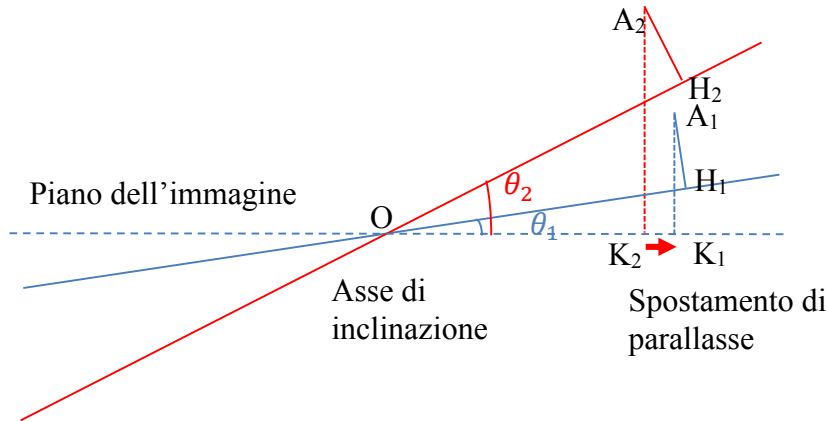


Figura 52- Schema geometrico utile per comprendere come l'origine dello spostamento di parallasse sia legata all'inclinazione del campione

Lo spostamento di parallasse si può valutare come la distanza tra le proiezioni dei punti A_1 e A_2 sull'immagine.

Equazione 10 - Distanza della proiezione della zona riconoscibile sull'immagine 1 dall'asse di inclinazione

$$OK_1 = OH_1 \cos(\theta_1) - H_1 A_1 \sin(\theta_1)$$

Equazione 11 - Distanza della proiezione della zona riconoscibile sull'immagine 2 dall'asse di inclinazione

$$OK_2 = OH_2 \cos(\theta_2) - H_2 A_2 \sin(\theta_2)$$

Equazione 12 - Spostamento di parallasse

$$\Delta = OK_1 - OK_2 = OH_1 \cos(\theta_1) - H_1 A_1 \sin(\theta_1) - OH_2 \cos(\theta_2) + H_2 A_2 \sin(\theta_2)$$

Il sistema di riferimento del campione prevede:

- Asse x parallelo all'asse di

Sostituendo $OH_1 = OH_2 = p$ e che $H_1 A_1 = H_2 A_2 = q$ si può riscrivere:

Equazione 13 - Raccoglimento a fattor comune in funzione delle coordinate p e q della zona significativa nel sistema di riferimento del campione

$$\begin{aligned} \Delta &= p \cos(\theta_1) - q \sin(\theta_1) - p \cos(\theta_2) + q \sin(\theta_2) \\ &= p[\cos(\theta_1) - \cos(\theta_2)] - q[\sin(\theta_1) - \sin(\theta_2)] \end{aligned}$$

Il valore incognito è l'elevazione q , in quanto la distanza dall'asse di rotazione p si può misurare anche in una immagine in cui il campione non sia inclinato. In prima approssimazione $\cos(\theta_1) \approx 1$ e $\cos(\theta_2) \approx 1$. E' quindi possibile esprimere q in funzione di Δ . [9]

Equazione 14 - Elevazione in funzione dello spostamento di parallasse

$$q = - \frac{\Delta}{\sin(\theta_1) - \sin(\theta_2)}$$

Questo mostra che lo spostamento di parallasse è grande tanto più θ_1 sarà diverso da θ_2 . Inoltre si può azzerare algebricamente il coefficiente di p . Risulta:

Equazione 15 - Condizione per la quale la posizione sul piano medio non influenza lo spostamento di parallasse

$$\begin{aligned}\cos(\theta_1) - \cos(\theta_2) &= 0 \\ \cos(\theta_1) &= \cos(\theta_2) \\ \theta_1 &= \pm\theta_2\end{aligned}$$

Escludendo il caso di angoli uguali dove non si ha alcuno spostamento di parallasse rimane il caso di angoli opposti. Sostituendo nell'espressione dello spostamento si ottiene:

Equazione 16 - Spostamento di parallasse in funzione dell'elevazione per angoli opposti

$$\Delta = -q[\text{sen}(\theta_1) - \text{sen}(-\theta_1)] = -q[\text{sen}(\theta_1) + \text{sen}(\theta_1)] = -2q \text{sen}(\theta_1)$$

Nel caso di angoli uguali e opposti si trova una soluzione esatta riportata di seguito [11]:

Equazione 17 - Elevazione in funzione dello spostamento di parallasse per angoli opposti

$$q = -\frac{\Delta}{2\text{sen}(\theta_1)}$$

La scelta di angoli opposti è confermata dall'analisi della sensibilità dello spostamento al variare della quota.

Equazione 18 - Sensibilità dello spostamento di parallasse a una variazione di elevazione per angoli qualsiasi

$$\frac{\partial \Delta}{\partial q} = -\text{sen}(\theta_1) + \text{sen}(\theta_2) = f(\theta_1, \theta_2)$$

Volendo trovare il massimo della sensibilità è necessario valutare la matrice hessiana nei punti dove si annulla il gradiente, nella zona limitata dalle condizioni di esistenza:

Equazione 19 - Punti stazionari del gradiente della sensibilità dello spostamento di parallasse a una variazione di elevazione per angoli qualsiasi

$$\begin{aligned}\nabla \left(\frac{\partial \Delta}{\partial q} \right) &= (-\cos(\theta_1), \cos(\theta_2)) = (0,0) \\ \begin{cases} -\cos(\theta_1) = 0 \\ \cos(\theta_2) = 0 \end{cases} &\Rightarrow \begin{cases} -\cos(\theta_1) = 0 \\ \cos(\theta_2) = 0 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} \theta_1 = \pm \frac{\pi}{2} \\ \theta_2 = \pm \frac{\pi}{2} \end{cases}\end{aligned}$$

Equazione 20 - Matrice hessiana della sensibilità dello spostamento di parallasse a una variazione di elevazione per angoli qualsiasi

$$H = \begin{bmatrix} \frac{\partial^2 f}{\partial \theta_1^2} & \frac{\partial^2 f}{\partial \theta_1 \partial \theta_2} \\ \frac{\partial^2 f}{\partial \theta_2 \partial \theta_1} & \frac{\partial^2 f}{\partial \theta_2^2} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \text{sen}(\theta_1) & 0 \\ 0 & -\text{sen}(\theta_2) \end{bmatrix}$$

Il punto $(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$ ha l'hessiano $H = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & -1 \end{bmatrix}$ quindi $\begin{cases} \det H = -1 < 0 \\ H_{11} = 1 > 0 \end{cases}$ e risulta di sella.

Il punto $(-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$ ha l'hessiano $H = \begin{bmatrix} -1 & 0 \\ 0 & -1 \end{bmatrix}$ quindi $\begin{cases} \det H = 1 > 0 \\ H_{11} = -1 < 0 \end{cases}$ e risulta massimo relativo.

In particolare $\frac{\partial \Delta}{\partial q}(-\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}) = 2$

Il punto $(\frac{\pi}{2}, -\frac{\pi}{2})$ ha l'hessiano $H = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 1 \end{bmatrix}$ quindi $\begin{cases} \det H = 1 > 0 \\ H_{11} = 1 > 0 \end{cases}$ e risulta minimo relativo. In

particolare $\frac{\partial \Delta}{\partial q}(\frac{\pi}{2}, -\frac{\pi}{2}) = -2$

Il punto $(-\frac{\pi}{2}, -\frac{\pi}{2})$ ha l'hessiano $H = \begin{bmatrix} -1 & 0 \\ 0 & 1 \end{bmatrix}$ quindi $\begin{cases} \det H = -1 < 0 \\ H_{11} = 1 > 0 \end{cases}$ e risulta sella.
L'analisi è confermata dall'osservazione del grafico della funzione.

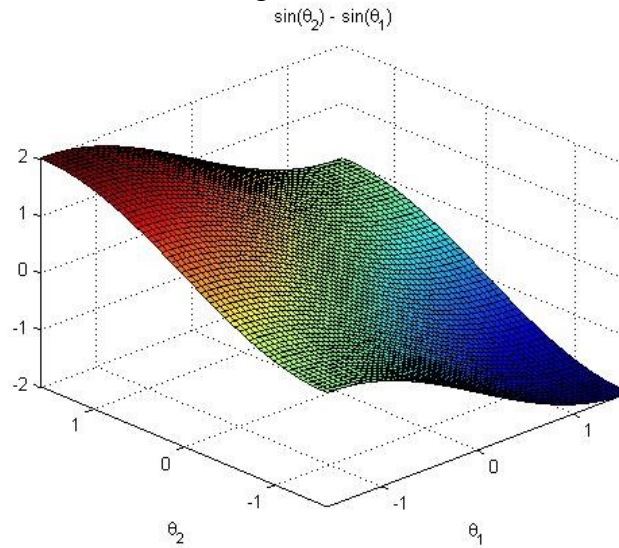


Grafico 9 - Andamento della funzione sensibilità in funzione degli angoli di inclinazione del campione

L'analisi analitica indica che il caso ottimo prevede di acquisire immagini con angoli di 90° rispetto all'orizzontale dette 'in sezione'. Non è possibile operare nelle condizioni indicate perché solo le zone con sporgenza maggiore risulterebbero visibili. E' quindi necessario imporre una condizione sulla differenza degli angoli.

Equazione 21 - Relazione sugli angoli da imporre per minimizzare la presenza di zone occluse

$$2\Delta\theta = \theta_2 - \theta_1$$

Sostituendo nell'espressione della sensibilità si ottiene.

$$\begin{aligned} \frac{\partial \Delta}{\partial q} &= -\text{sen}(\theta_1) + \text{sen}(\theta_1 + 2\Delta\theta) = -\text{sen}(\theta_1) + \text{sen}(\theta_1) \cos(2\Delta\theta) + \cos(\theta_1) \text{sen}(2\Delta\theta) \\ &= f(\theta_1) \end{aligned}$$

La posizione dei punti stazionari si calcola annullando la derivata prima

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial \theta_1} \left(\frac{\partial \Delta}{\partial q} \right) &= 0 \\ -\cos(\theta_1) + \cos(\theta_1) \cos(2\Delta\theta) - \text{sen}(\theta_1) \text{sen}(2\Delta\theta) &= 0 \\ \cos(\theta_1) [-1 + \cos(2\Delta\theta)] - \text{sen}(\theta_1) \text{sen}(2\Delta\theta) &= 0 \\ \tan(\theta_1) &= \frac{-1 + \cos(2\Delta\theta)}{\text{sen}(2\Delta\theta)} = \frac{-1 + \cos^2(\Delta\theta) - \text{sen}^2(\Delta\theta)}{2\text{sen}(\Delta\theta)\cos(\Delta\theta)} = \frac{-1 + \cos^2(\Delta\theta) - \text{sen}^2(\Delta\theta)}{2\text{sen}(\Delta\theta)\cos(\Delta\theta)} = \\ \tan(\theta_1) &= \frac{-\cos^2(\Delta\theta) - \text{sen}^2(\Delta\theta) + \cos^2(\Delta\theta) - \text{sen}^2(\Delta\theta)}{2\text{sen}(\Delta\theta)\cos(\Delta\theta)} = \frac{-2\text{sen}^2(\Delta\theta)}{2\text{sen}(\Delta\theta)\cos(\Delta\theta)} = -\tan(\Delta\theta) \end{aligned}$$

Nel limite delle condizioni esistenza risulta quindi $\theta_1 = -\Delta\theta$ e $\theta_2 = \theta_1 + 2\Delta\theta = \theta_1 - 2\theta_1 = -\theta_1$
Per valutare la natura del punto stazionario è necessario calcolare la derivata seconda:

$$\begin{aligned} \frac{\partial^2}{\partial \theta_1^2} \left(\frac{\partial \Delta}{\partial q} \right) &= \text{sen}(\theta_1) - \text{sen}(\theta_1) \cos(2\Delta\theta) - \cos(\theta_1) \text{sen}(2\Delta\theta) = \\ &= \text{sen}(\theta_1) - \text{sen}(\theta_1) \cos(-2\theta_1) - \cos(\theta_1) \text{sen}(-2\theta_1) = \\ &= \text{sen}(\theta_1) - \text{sen}(\theta_1) \cos(2\theta_1) + \cos(\theta_1) \text{sen}(2\theta_1) = \\ &= \text{sen}(\theta_1) - \text{sen}(\theta_1) \cos^2(\theta_1) + \text{sen}(\theta_1) \text{sen}^2(\theta_1) + 2 \text{sen}(\theta_1) \cos^2(\theta_1) = \\ &= \text{sen}(\theta_1) + \text{sen}(\theta_1) \text{sen}^2(\theta_1) + \text{sen}(\theta_1) \cos^2(\theta_1) = 2\text{sen}(\theta_1) \end{aligned}$$

Il punto è un massimo relativo se $\theta_1 < 0$ e minimo relativo se $\theta_1 > 0$. La funzione nel massimo vale:

$$\frac{\partial \Delta}{\partial q} = -\text{sen}(\theta_1) + \text{sen}(-\theta_1) = -2\text{sen}(\theta_1) > 0$$

La funzione nel minimo vale:

$$\frac{\partial \Delta}{\partial q} = -\text{sen}(\theta_1) + \text{sen}(-\theta_1) = -2\text{sen}(\theta_1) < 0$$

Il massimo e il minimo corrispondono ad acquisire le immagini in ordine inverso.

E' stato realizzato un grafico della funzione sensibilità per $\Delta\theta = 0,1 \text{ rad} = 5,7^\circ$

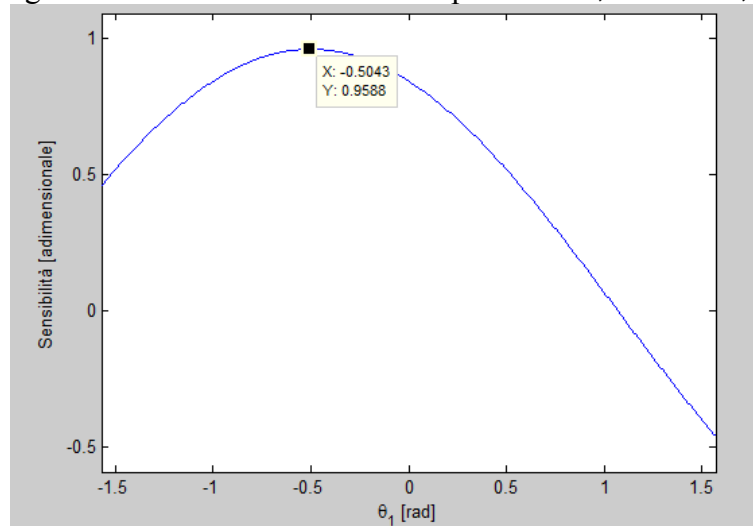


Grafico 10 - Grafico della funzione sensibilità in funzione dell'angolo di inclinazione della prima immagine. La differenza tra l'angolo di inclinazione per la prima immagine e per la seconda è pari a 1 rad. Il massimo di sensibilità si ha per $\theta_1 = -0,5 \text{ rad}$

L'analisi analitica conferma quindi come la scelta di angoli opposti permetta di ottenere il massimo della sensibilità. La scelta effettuata è stata di acquisire tutte le immagini con angoli di inclinazione del campione opposti. Per quanto riguarda gli angoli i valori scelti variano tra 4° e 10° [13]. Non è stata effettuata una scelta univoca iniziale ma si è preferito ottimizzare il parametro per i singoli casi. I semiangoli di inclinazione scelti sono:

- Sfere: 6° ;
- Mesa stressore: 6° ;
- Mesa spigolo: 6° ;
- Trincee: 8° ;
- Punta AFM: 10° ;
- Black silicon: 6° .

7.4.3 - Energia degli elettroni primari

Come mostrato in precedenza l'energia degli elettroni primari influenza la risoluzione e la sensibilità alla superficie. Entrambe le proprietà sono necessarie per ottenere delle buone ricostruzioni ma sono in contrasto: la risoluzione aumenta con l'energia mentre la sensibilità alla superficie diminuisce. Le analisi effettuate sulla mesa mostrano come sia più importante la sensibilità alla superficie, smentendo così le supposizioni iniziali. Le scelte effettuate sono state:

- Sfere: 30 keV;
- Mesa stressore: 30 keV;
- Mesa spigolo: 3 keV e 30 keV;
- Trincee: 30 keV;
- Punta AFM: 10 keV;
- Black silicon 30 keV.

Ai fini di questo lavoro di tesi si è rivelato particolarmente significativo il confronto tra le immagini acquisite con elettroni primari a 30 keV e 3 keV sulla mesa. Per il confronto si osservi la Figura 53.

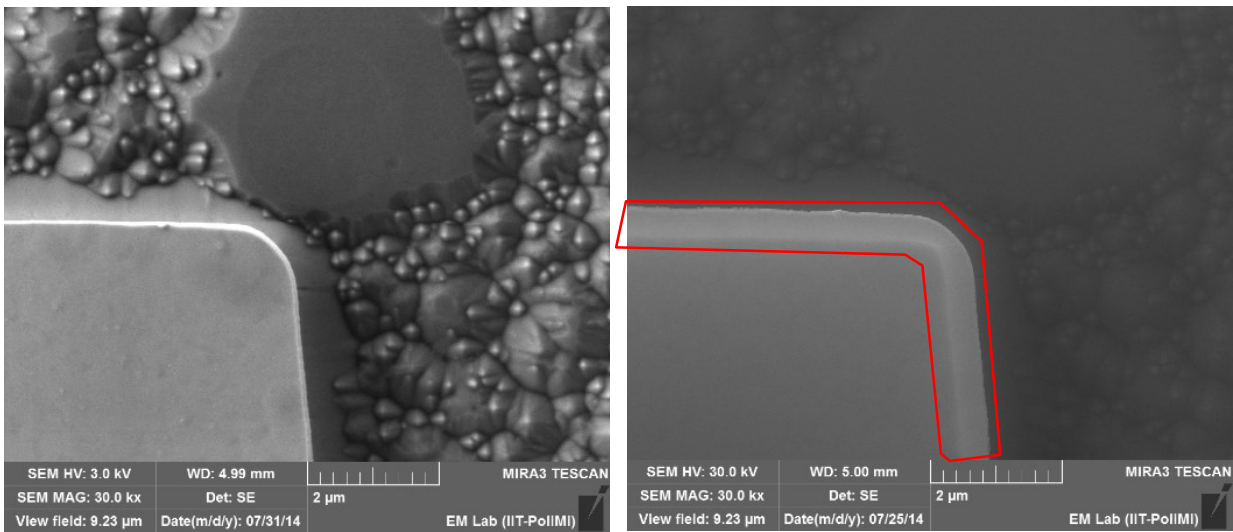


Figura 53– Confronto tra le immagini della mesa con energia del fascio primario pari a 3 keV (sinistra) e 30 keV (destra). Il poligono rosso racchiude la zona che cambia luminosità cambiando l’energia.

Il confronto proposto in Figura 53 mostra come l’immagine di sinistra, acquisita con energia inferiore, presenti dettagli molto più visibili rispetto all’immagine di destra che appare annebbiata. Questo fenomeno è naturalmente spiegabile con riferimento al processo di formazione delle immagini nel SEM. Ad alta energia gli elettroni primari si propagano nel campione oltre la zona di incidenza. Se raggiungono la superficie portano all’emissione di elettroni secondari di tipo 2 che rendono l’immagine più confusa. L’immagine acquisita con elettroni ad alta energia, oltre a essere annebbiata, mostra una striscia più chiara in prossimità della mesa. Se la causa della striscia fosse morfologica, ad esempio uno smusso, la striscia sarebbe visibile anche a energie inferiori. Inoltre le immagini in sezione escludono la presenza di smussi. L’ipotesi che viene proposta nell’ambito di questo lavoro di tesi è che il fascio di elettroni primari riesca ad attraversare lo strato di copertura della mesa spesso 100 nm. In particolare le immagini in sezione mostrano come la copertura della mesa sia a sbalzo. L’emissione può quindi avvenire sia dal piano superiore che da quello inferiore della mesa. E’ inoltre possibile che il fascio prosegua fino a incontrare il silicio determinando una ulteriore emissione. I fenomeni sono schematizzati in Figura 54.

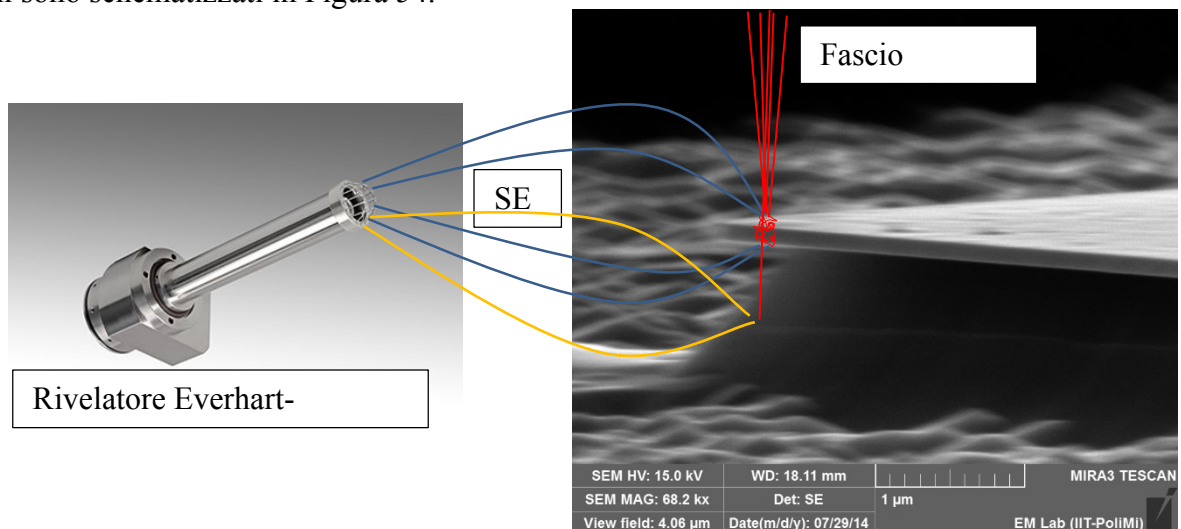


Figura 54- Rappresentazione pittorica dei fenomeni che portano alla formazione della striscia luminosa in immagini della mesa acquisite con fascio di elettroni primari ad alta energia. I percorsi rossi sono quelli seguiti dagli elettroni del fascio primario mentre quelli blu e gialli sono quelli seguiti dagli elettroni secondari

7.4.4 - Magnificazione

La magnificazione è stata scelta tramite un processo ricorsivo di ottimizzazione. Considerando che i tempi di acquisizione pongono dei limiti sul numero di pixel, in linea di principio il problema si pone in questi termini:

- bassa magnificazione: molte zone riconoscibili ma definite con scarsa precisione;
- alta magnificazione: poche zone riconoscibili ma ben definite.

In letteratura viene consigliato di operare nell'intervallo tra 1 kX e 30 kX [13]. In questo lavoro sono state ottenute buone ricostruzioni anche a magnificazioni superiori. In particolare è necessario garantire che, dopo aver inclinato il campione, l'area inquadrata sia la medesima. Il microscopio utilizzato dispone di uno stage di movimentazione eucentrico, ossia che si preoccupa di questa incombenza. Sopra i 10 kX è necessario intervenire manualmente. La procedura di cambio dell'inclinazione diventa quindi più laboriosa. E' innanzitutto necessario identificare la zona osservata tramite riferimenti riconoscibili a diverse magnificazioni. Quando è necessario cambiare l'inclinazione si riduce la magnificazione a 10 kX e si inclina il campione sfruttando l'eucentricità. Successivamente si aumenta man mano la magnificazione sfruttando i riferimenti per effettuare le dovute correzioni. Sopra i 100 kX la risoluzione dei motori di posizionamento diventa insufficiente ed è necessario traslare il fascio di elettroni primari.

I valori di magnificazione utilizzati sono:

- Sfere: 3kX, 12 kX e 80 kX;
- Mesa stressore: 50 kX;
- Mesa spigolo: 30 kX;
- Trincee: 200 kX;
- Punta AFM: 1 kX, 2kX, 4 kX e 8 kX;
- Black silicon 40 kX e 100 kX.

Sebbene siano state effettuate alcune considerazioni sull'influenza della magnificazione sulle ricostruzioni, soprattutto nel caso delle sfere, una analisi dettagliata è una prospettiva di sviluppo futura.

7.4.5 - Distanza di lavoro e rivelatore

La distanza di lavoro scelta per l'acquisizione delle immagini è compresa tra 5 mm e 15 mm. Si tratta di una precauzione adottata per poter movimentare e inclinare i campioni in sicurezza all'interno della camera. Questa scelta ha comportato delle penalizzazioni in termini di risoluzione delle immagini che saranno presentate in seguito. Inoltre non è stato possibile utilizzare il detector in colonna perché è ottimizzato per distanze di lavoro comprese tra 0 e 5 mm [39]. Ridurre la distanza di lavoro consentirà certamente di migliorare la qualità delle ricostruzioni 3D in futuro.

La distanza di lavoro consente di valutare l'errore commesso con l'approssimazione di proiezione parallela illustrata in Figura 16.

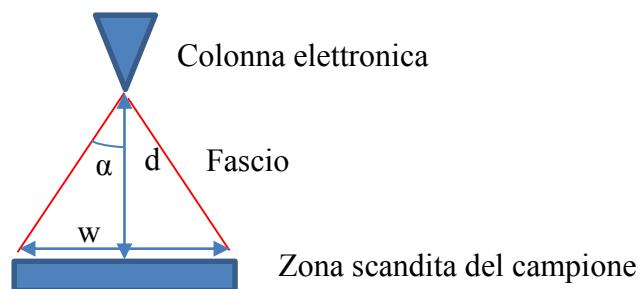


Figura 55 - Disegno geometrico che esplicita le relazioni tra campo di vista w , distanza di lavoro d e massimo angolo di deviazione del fascio α

Il caso più critico è per le immagini a bassa magnificazione a distanza di lavoro ridotta. Nelle immagini delle punta AFM a 1 kX si ha un campo di vista w pari a 1 mm e una distanza di lavoro d pari a 10 mm. L'inclinazione del fascio α risulta quindi:

Equazione 22- Errore di proiezione sulla punta AFM

$$\alpha = \tan^{-1} \frac{w}{2d} = \tan^{-1} \frac{1\text{mm}}{2 \cdot 10\text{mm}} = \tan^{-1} \frac{1}{20} = 2,8^\circ$$

L'errore commesso nell'approssimazione di proiezione parallela non è trascurabile. Il campione è quindi stato utilizzato solo per valutare la precisione nell'individuazione di punti omologhi. Il peggior caso tra le ricostruzioni effettuate sono le sfere a 3 kX per le quali $d=14,73$ mm e $w=92,3$ μm . Si ottiene quindi:

Equazione 23- Errore di proiezione sulle sfere a 3 kX

$$\alpha = \tan^{-1} \frac{w}{2d} = \tan^{-1} \frac{92,3\mu\text{m}}{2 \cdot 14,73\text{mm}} = \tan^{-1} 0,003 = 0,2^\circ$$

L'errore risulta quindi trascurabile.

7.4.6 - Risoluzione ottenuta

La misura della risoluzione è stata effettuata anche sulle immagini utilizzate nelle ricostruzioni. La misura è stata effettuata su 4 profili per ogni immagine. I risultati ottenuti sono:

- Black silicon a 40'000 magnificazioni: 7,7 nm; 6,3 nm; 6,9 nm e 7,2 nm con media pari a 7,0 nm.
- Stressore a 50'000 magnificazioni: 5,5 nm; 3,8 nm; 3,2 nm e 11,7 nm con media pari a 6,6 nm.
- Sfere a 3'000 magnificazioni: 83,8 nm; 87,0 nm; 82,3 nm e 92,0 nm con media pari a 86,3 nm.

L'analisi della risoluzione nel caso delle sfere a 3'000 magnificazioni è conservativa in quanto la variazione di luminosità dovuta al bordo ripido avviene in solo un pixel. Questo non rende possibile fittare la funzione errore con la precisione necessaria a determinare correttamente la larghezza dello scalino. Per quanto riguarda il black silicon e la zona degli stressori la risoluzione è inferiore ai 4,7 nm misurati in fase di caratterizzazione del microscopio a causa della maggior distanza di lavoro.

I profili di linea e la posizione sulle immagini sono riportati da Figura 56 a Figura 67.

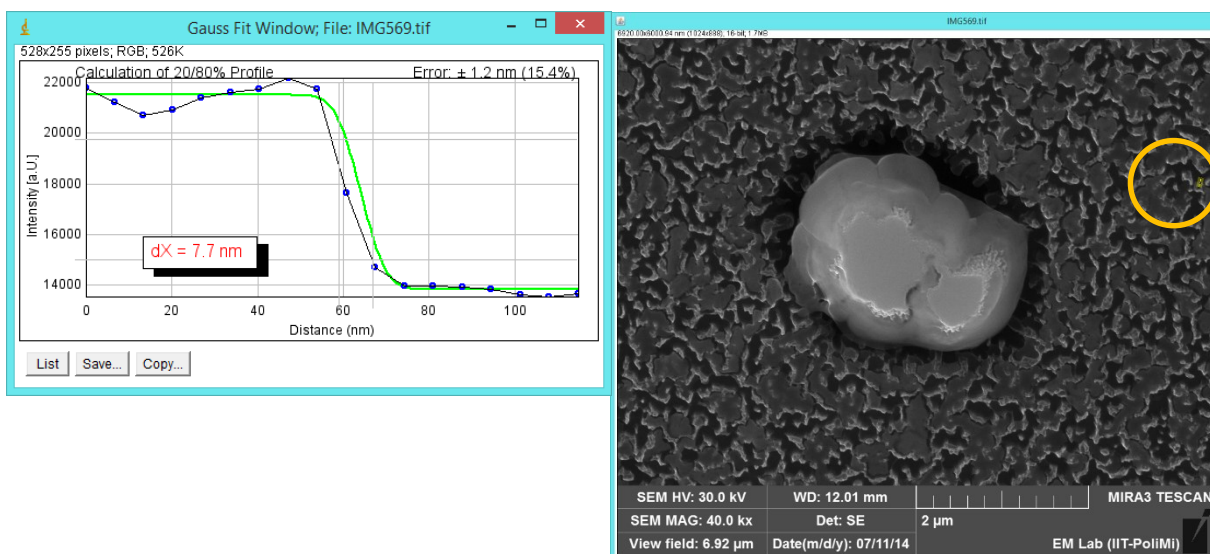


Figura 56- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del primo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine di black silicon

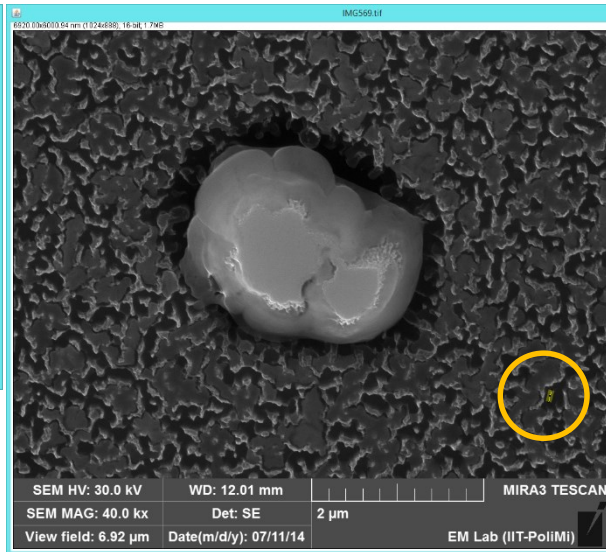
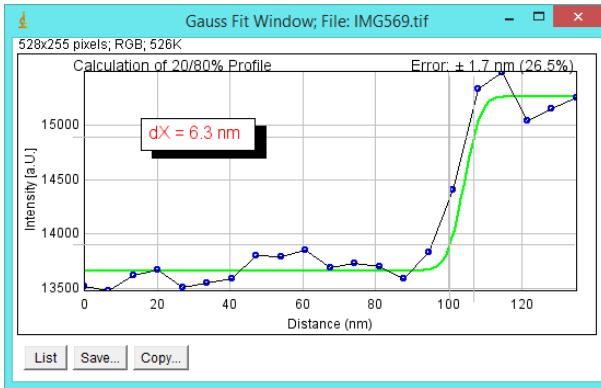


Figura 57 - Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del secondo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine di black silicon

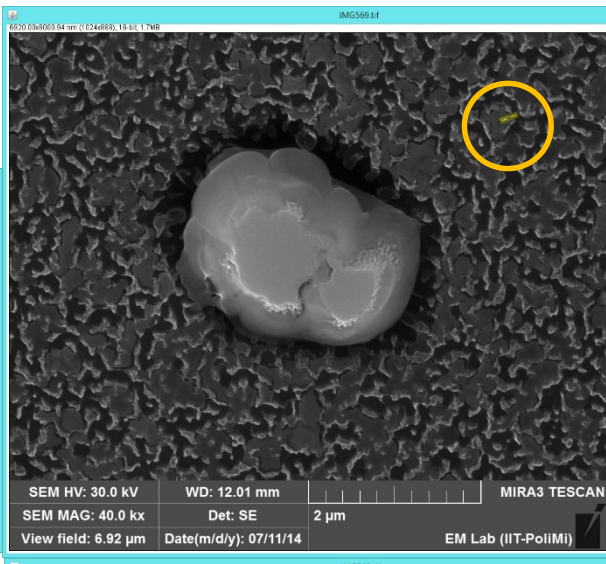
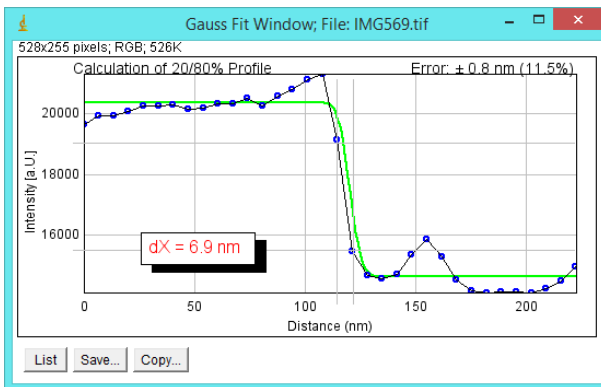


Figura 58 - Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del terzo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine di black silicon

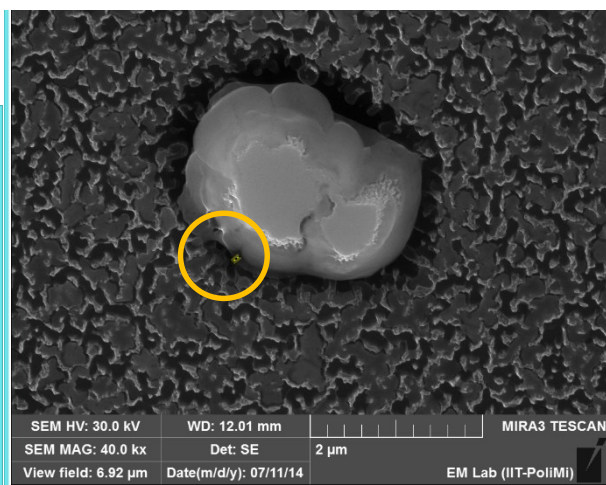
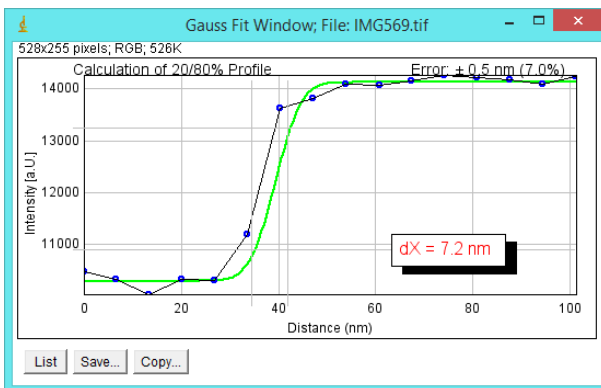


Figura 59 - Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del terzo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine di black silicon

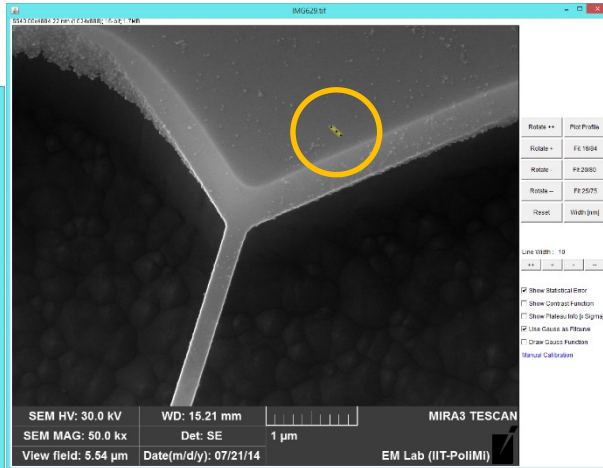
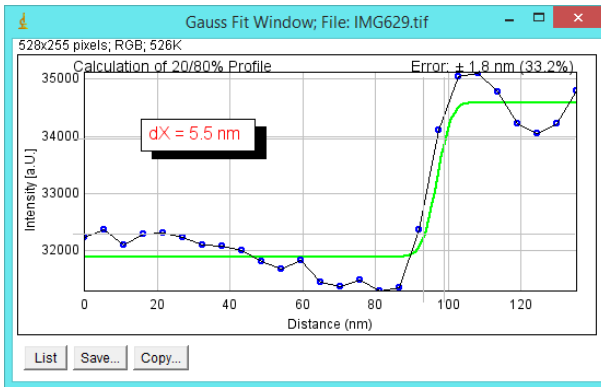


Figura 60- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del primo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine dello stressore

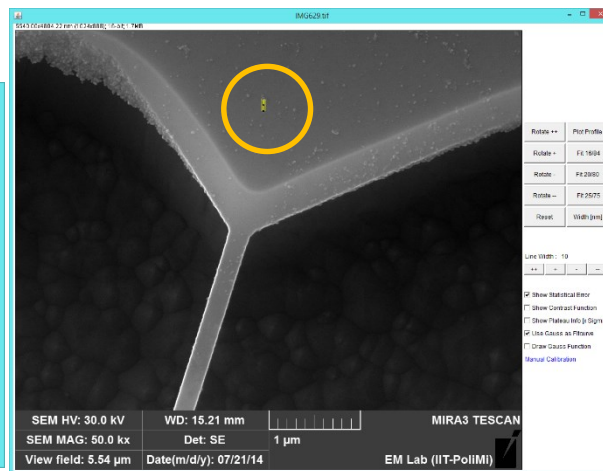
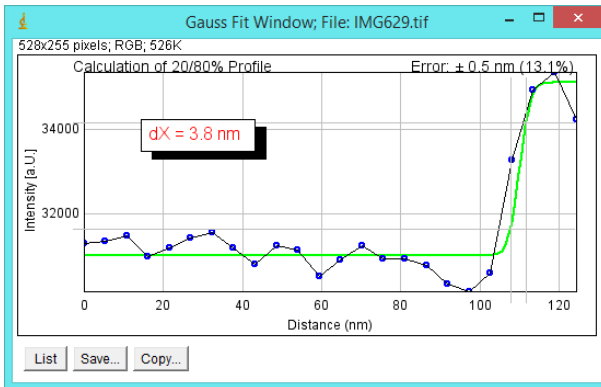


Figura 61- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del secondo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine dello stressore

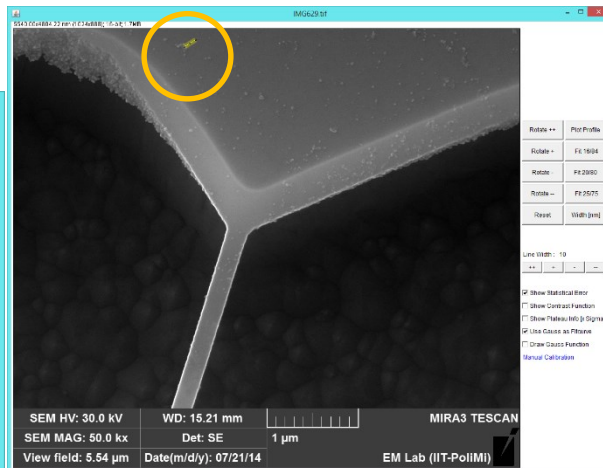
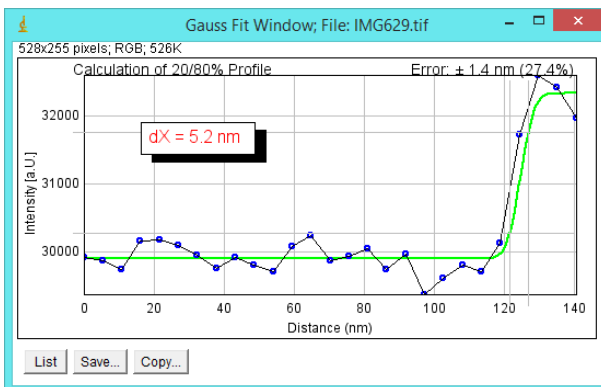


Figura 62- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del terzo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine dello stressore

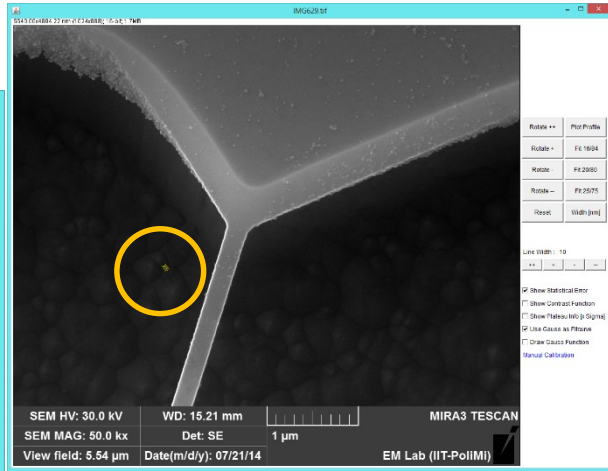
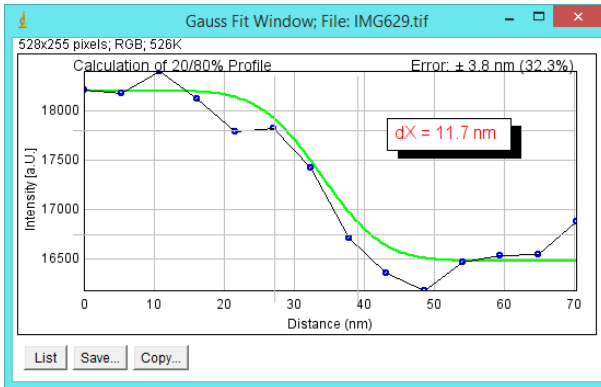


Figura 63- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del quarto profilo per la misura della risoluzione sull'immagine dello stressore

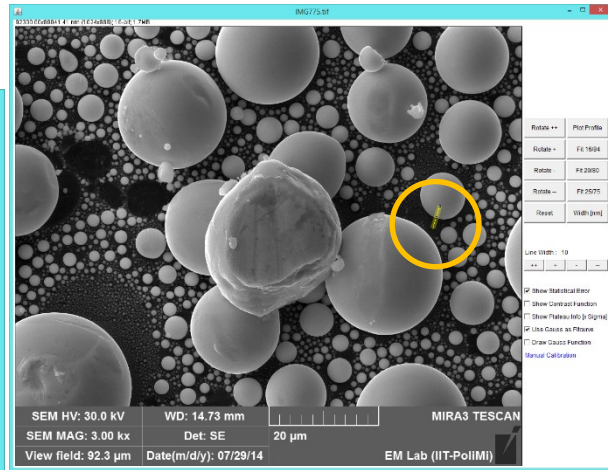
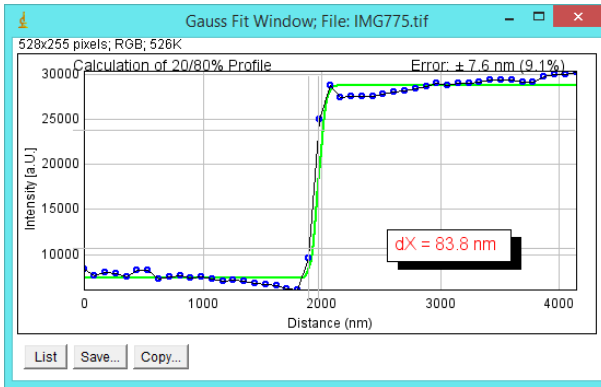


Figura 64- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del primo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine delle sfere

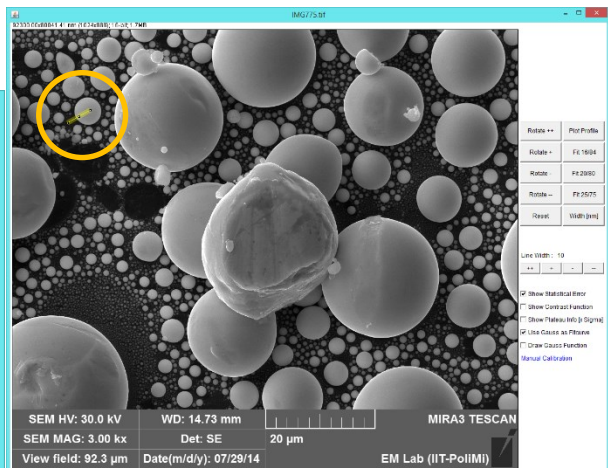
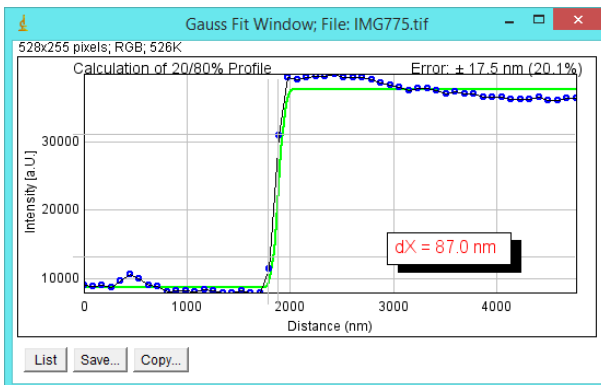


Figura 65- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del secondo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine delle sfere

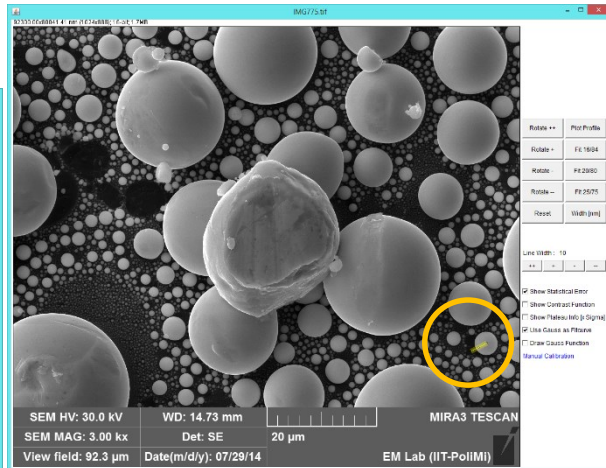
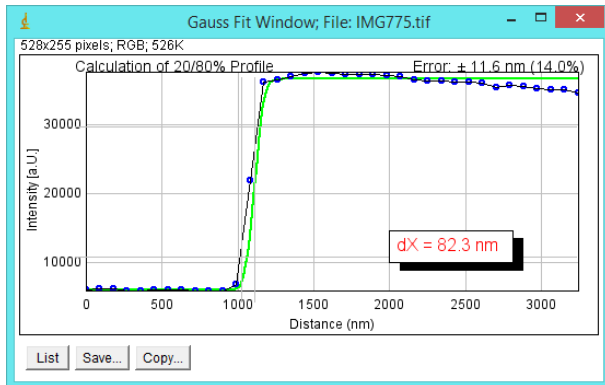


Figura 66- Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del terzo profilo per la misura della risoluzione sull'immagine delle sfere

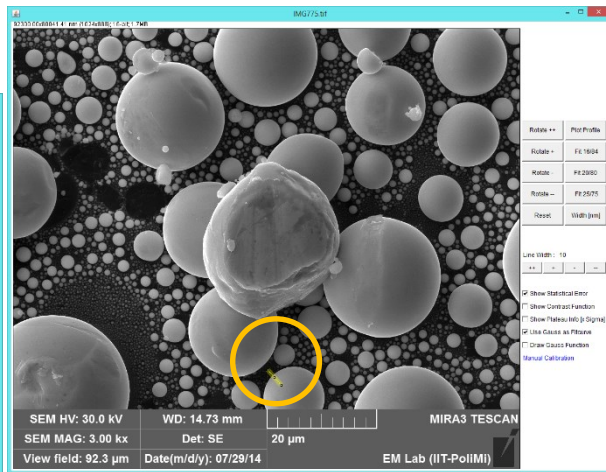
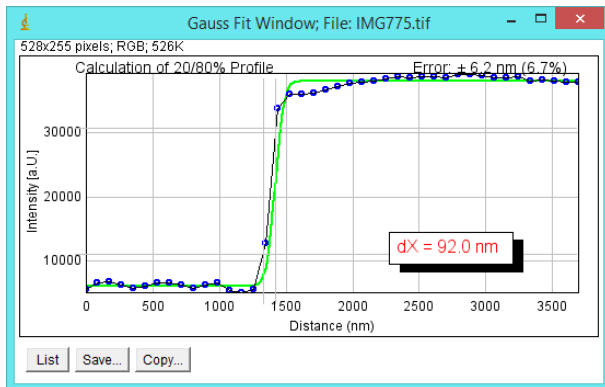


Figura 67 - Grafico (a destra) e posizione nell'immagine (a sinistra) del quarto profilo per la misura della risoluzione sull'immagine delle sfere

8 - Il software Alicona Mex ®

Il software è stato scelto in quanto, da una analisi preliminare, è risultato il più promettente.

8.1 - Descrizione preliminare

E' un software che, sfruttando le tecniche stereoscopiche, permette di calcolare ricostruzioni tridimensionali sia nella modalità a due immagini che a tre immagini [14]. Le informazioni richieste sono per ognuna delle immagini fornite:

- l'angolo di inclinazione del campione Figura 15;
- la dimensione di un pixel;
- la distanza tra il campione e la lente del microscopio (distanza di lavoro WD) Figura 43.

La modalità a tre immagini consente di ricostruire correttamente anche nel caso in cui gli angoli di inclinazione siano affetti da forte incertezza [14]. Questo può avvenire nel caso in cui lo stage sia azionato manualmente, tuttavia il microscopio utilizzato presenta uno stage motorizzato che permette di considerare trascurabile l'incertezza sull'angolo di inclinazione. Il software permette di ricostruire delle sfere purché siano ricoperte da contaminazioni ben identificabili [41]. L'algoritmo di ricerca dei punti omologhi è di proprietà degli autori e non è stato reso noto. Le informazioni disponibili sembrano indicare che effettui una cross-correlazione di aree, assegnando inoltre un valore di merito alle correlazioni individuate [10]. Una funzionalità aggiuntiva del software prevede l'allineamento automatico di differenti ricostruzioni [41]. Questo consente di ottenere un modello 3D a tutto tondo del campione. Tuttavia si è preferito non approfondire ulteriormente questa funzionalità, già implementata in software dedicati all'elaborazione delle ricostruzioni 3D quali Geomagic Studio 10 e MeshLab. Il prezzo del software è 10'000 €.

8.1.1 - Una mappa densa

Il software Alicona riesce a ricostruire una mappa di spostamento densa. Risulta quindi possibile valutare le coordinate tridimensionali di un numero di punti pari al numero di pixel delle immagini. Anche grazie alla sovrapposizione dell'immagine SEM le ricostruzioni così ottenute hanno grande impatto visivo. Molto probabilmente Alicona esegue una ricerca adattativa definendo una prima ricostruzione basata sui contrasti più significativi che può essere poi rifinita considerando zone omologhe caratterizzate da contrasto minore. La scelta di fornire una mappa densa porta a dover fornire delle ipotesi di ricostruzione anche dove non sono disponibili dati sufficienti come lungo i gradini ripidi o sopra sfere senza difetti riconoscibili.

8.2 - Note sulle strategie di utilizzo

Il software Alicona richiede due o tre immagini stereoscopiche con asse di inclinazione verticale. Gli unici parametri che l'utente può regolare controllano l'allineamento delle immagini e l'area di interesse. Il processo di ricostruzione è totalmente oscuro all'utente che non può regolare alcun parametro. Inoltre il software non fornisce alcuna stima dell'eventuale errore di ricostruzione. L'unica informazione che viene fornita all'utente è un messaggio di warning che appare nel caso di insuccesso della procedura di ricostruzione.

Si è quindi deciso di organizzare dei test per valutarne il funzionamento in diverse condizioni operative su diversi campioni. In particolare è stata testata la ricostruzione di campioni con elevazioni caratteristiche diverse:

- le sfere di stagno su carbonio (decine di micrometri);
- la mesa in silicio germanio (micrometri);

- le trincee (decine di nanometri).

8.3 - Ricostruzioni delle sfere

Le ricostruzioni sul campione delle sfere sono state effettuate con diversi ingrandimenti (3,00 kX e 12,00 kX) . L'energia del fascio primario è pari a 30 kV . In questo paragrafo si vuole proporre solo una analisi qualitativa.

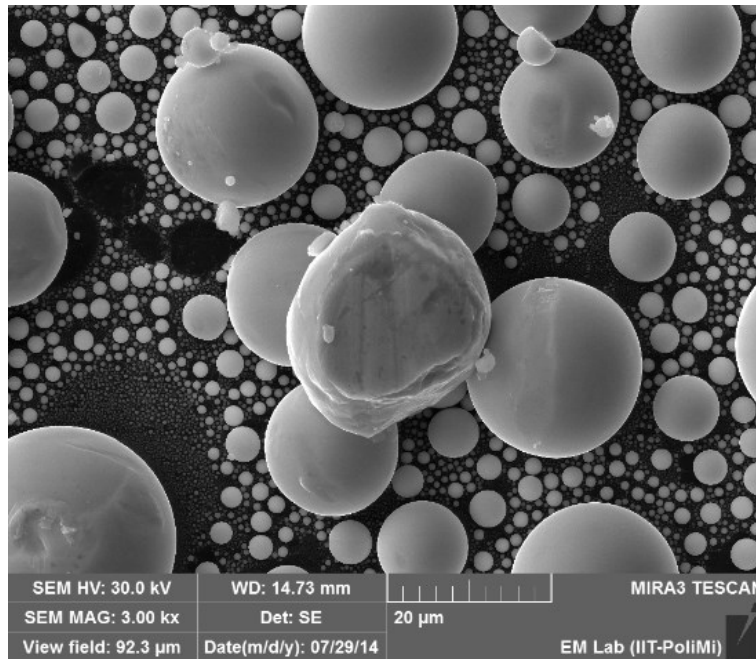


Figura 68 - Immagine SEM di una zona del campione delle sfere di Stagno su Carbonio acquisita con elettroni primari a 30 kV e magnificazione pari a 3 kX

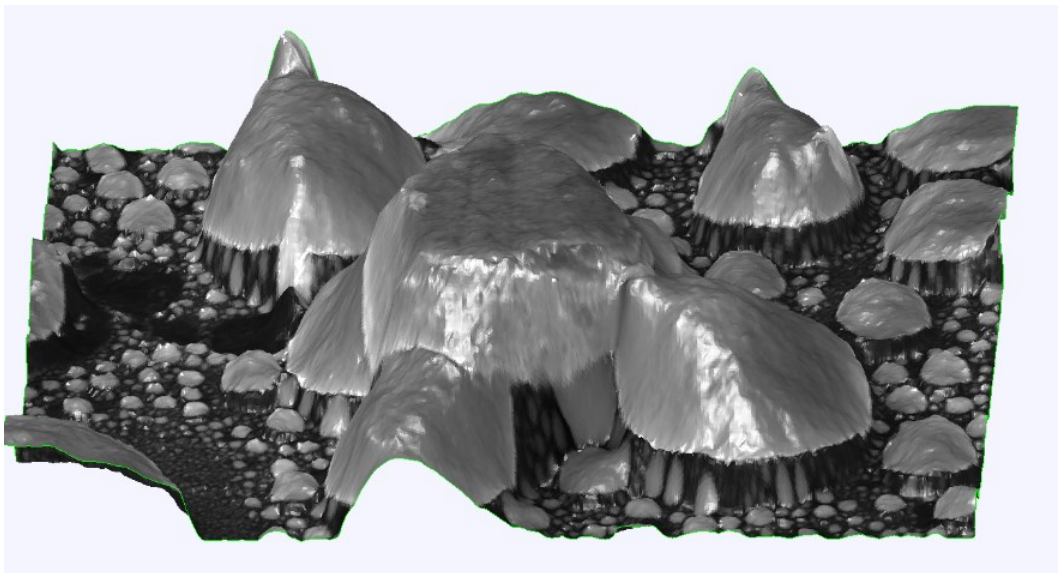


Figura 69 - Ricostruzione tridimensionale della zona rappresentata in Figura 68 ottenuta tramite il software Alicona

La ricostruzione è stata effettuata solamente sulle sfere più grandi. Alcune delle sfere più piccole non presentano una forma sferica. Per indagare ulteriormente questa difformità è stata effettuata una ricostruzione di una zona più limitata con ingrandimento maggiore.

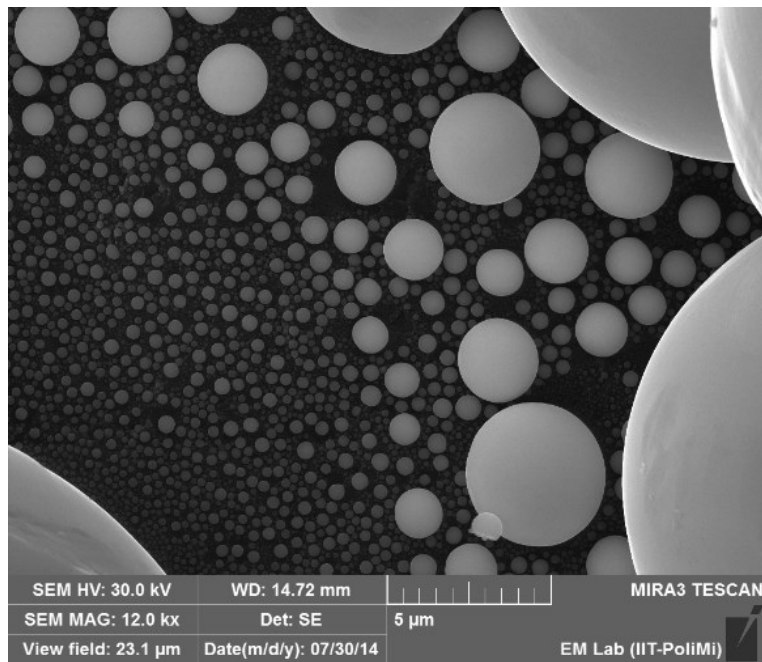


Figura 70 - Immagine SEM di una zona del campione delle sfere di Stagno su Carbonio acquisita con elettroni primari a 30 kV e magnificazione pari a 12 kX

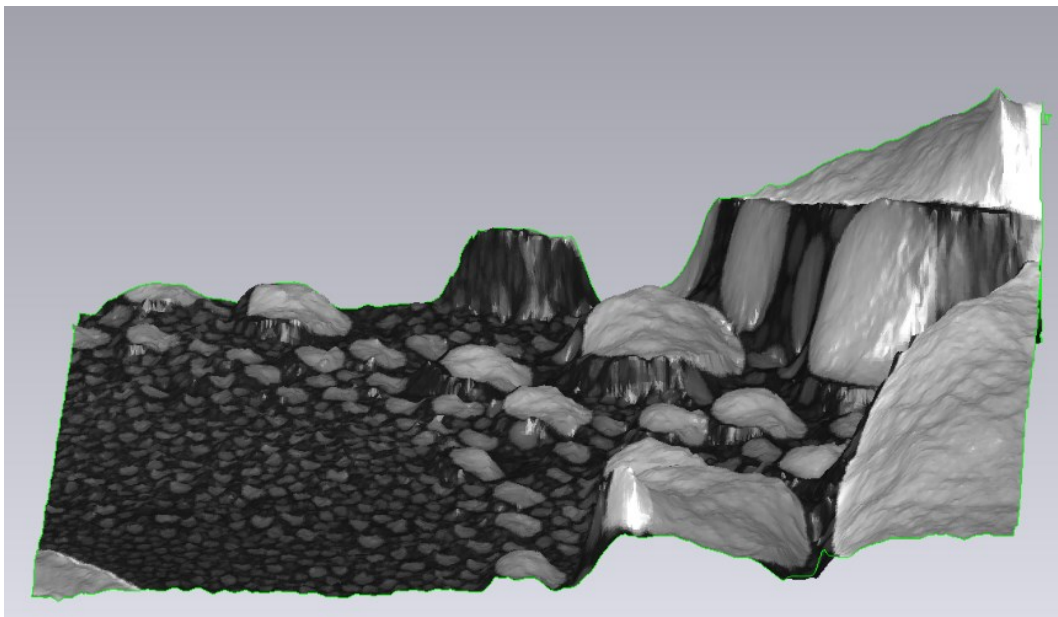


Figura 71- Ricostruzione tridimensionale della zona rappresentata in Figura 70 ottenuta tramite il software Alicona

Anche la ricostruzione sull'immagine a 12 kX ha evidenziato correttamente la presenza delle sfere più grandi. Questo indica che il software Alicona riesce a riconoscere dei punti omologhi sui bordi delle sfere. E' tuttavia verosimile che la scelta di considerare i bordi come zone utili per la ricerca di punti omologhi porti alla creazione di artefatti, evidenziati dalla presenza di uno spigolo irrealmente presente ai bordi delle sfere. Il problema sarà discusso in seguito. La superficie superiore risulta, anche solo ad una analisi qualitativa, non sferica. Come ipotesi di tentativo si può pensare che le sfere di stagno non presentino un numero sufficiente di corrugazioni superficiali che contribuiscono alla creazione di una mappa di spostamento. In letteratura è stato proposto di compensare la carenza di punti omologhi applicando congiuntamente le tecniche di stereoscopia e shape from shading. Tuttavia l'errore nella ricostruzione della superficie delle sfere sembra indicare che il software Alicona non segua questo approccio.

Non si è ritenuto necessario procedere nella sequenza di test con ingrandimenti superiori. Si è scelto di procedere con un test quantitativo per verificare la corretta ricostruzione di una delle sfere.

8.3.1 - Un possibile artefatto

Nella ricostruzione delle sfere è possibile che il bordo della sfera venga riconosciuto come una zona significativa. Ad esempio si considerino le seguenti immagini acquisite con angoli opposti di modulo 6° di una singola sfera ingrandita. Sono proposte alcune possibili scelte di punti omologhi sui bordi della sfera.

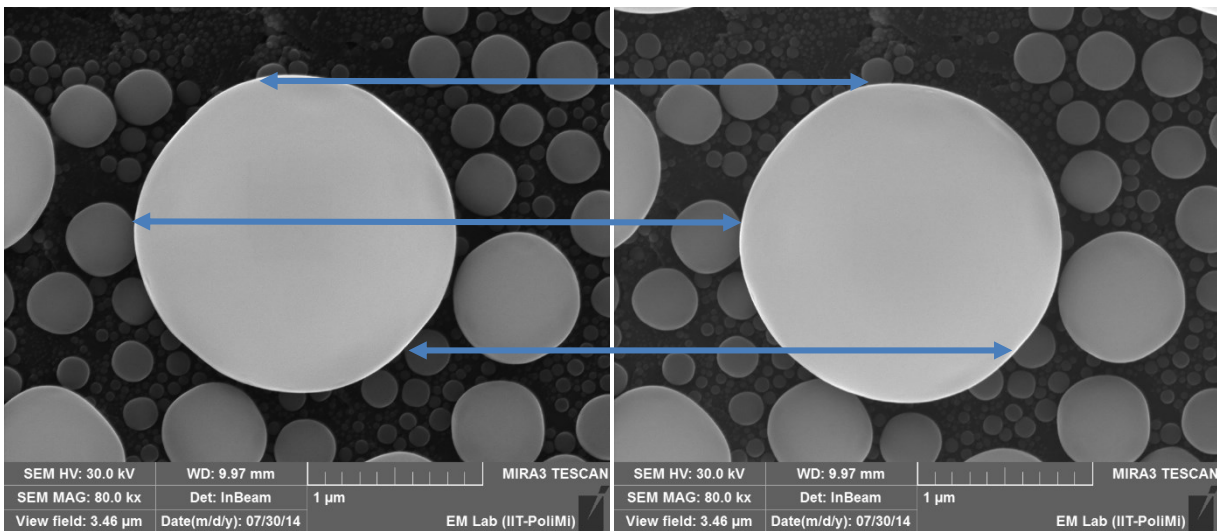


Figura 72– Coppia di immagini stereo acquisite sul campione delle sfere stagno-carbonio. Le frecce evidenziano delle possibili corrispondenze errate scelte sui bordi della sfera

Le corrispondenze individuate nelle immagini precedenti sono errate perché un punto della superficie della sfera non rimane tangente al fascio di elettroni a seguito di una rotazione della stessa. Per comprendere l'effetto dell'artefatto sulla ricostruzione si consideri il disegno seguente:

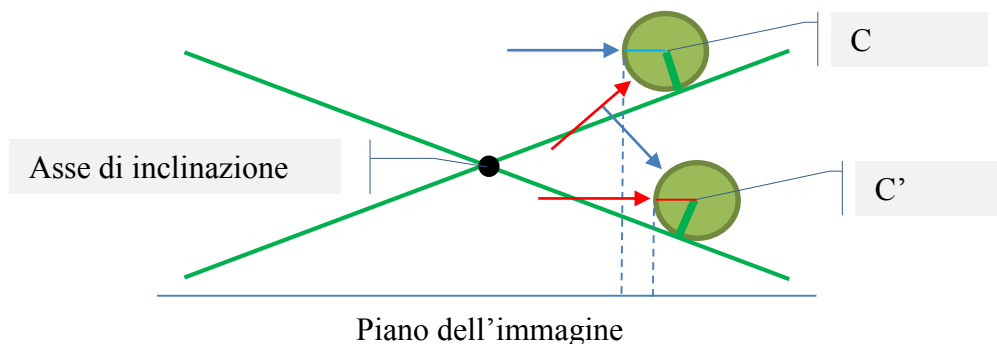


Figura 73– Spostamento della proiezione del bordo della sfera sull'immagine a seguito di inclinazione del campione di angoli opposti. Le frecce rossa e blu indicano il punto in cui il fascio è tangente al campione, è possibile notare come tale punto non rimanga più tangente a seguito della rotazione

Dal disegno si può notare come i bordi della sfera tangenti al fascio incidente nelle due immagini siano traslati rispetto al centro di un vettore di intensità pari al raggio della sfera e direzione parallela al piano dell'immagine. Essendo lo spostamento identico in entrambe le inclinazioni del campione nel calcolo della mappa di spostamento si elide. L'artefatto porta a individuare punti sul bordo della sfera con elevazione pari a quella del centro. Tale risultato non è accettabile in quanto i punti non sono

omologhi. Nel caso rappresentato in **Errore**. **L'origine riferimento non è stata trovata**. la corrispondenza più lontana dal centro che sia possibile individuare è quella indicata dalle frecce blu. Non è possibile ricostruire tutta la sfera fino al bordo ma ci si ferma a una latitudine pari al semiangolo di inclinazione del campione θ .

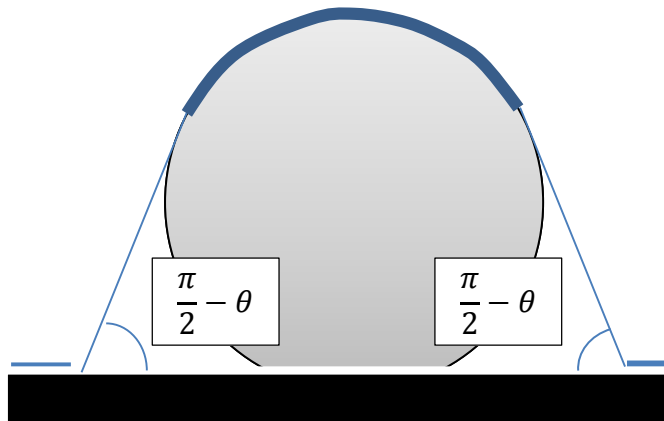


Figura 74 - Zone occluse nella ricostruzione di una sfera. Le zone dove è possibile individuare correttamente punti omologhi sono evidenziate da una linea blu spessa

8.4 - Ricostruzioni delle mesa

La zona della mesa denominata spigolo è stata oggetto di una campagna di test di ricostruzione. Lo scopo è analizzare l'influenza dell'orientazione del campione e dell'energia cinetica degli elettroni primari sulla ricostruzione. I due parametri testati sono:

- angolo di rotazione azimutale del campione (0° , 90° , 180° , 270° , 315°);
- l'energia degli elettroni del fascio primario (30 kV e 3 kV).

La distanza di lavoro scelta utilizzata è 5 mm, per aver la possibilità di inclinare il campione in sicurezza. Le immagini sono state acquisite con il rivelatore di elettroni secondari esterno. Sono state individuate 5 orientazioni del campione nelle quali sono state acquisite le immagini qui riportate.

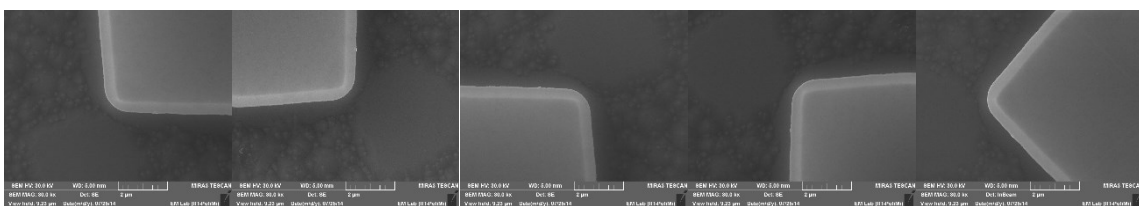


Figura 75 - Immagini della zona spigolo del campione acquisite con energia del fascio primario pari a 30 keV. L'angolo di rotazione da sinistra verso destra vale rispettivamente 0° , 90° , 180° , 270° e 315°

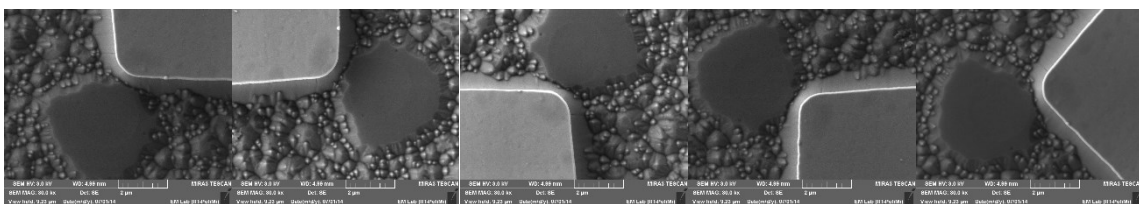


Figura 76- Immagini della zona spigolo del campione acquisite con energia del fascio primario pari a 3 keV. L'angolo di rotazione da sinistra verso destra vale rispettivamente 0° , 90° , 180° , 270° e 315° .

Le immagini acquisite con energia del fascio primario pari a 3 keV consentono di individuare un maggior numero di dettagli.

Tra le ricostruzioni effettuate quella ritenuta visualmente migliore deriva dalle immagini acquisite con energia del fascio primario pari a 3 keV e un angolo di rotazione del campione pari a 270° . Si è quindi scelto di utilizzarla come riferimento.

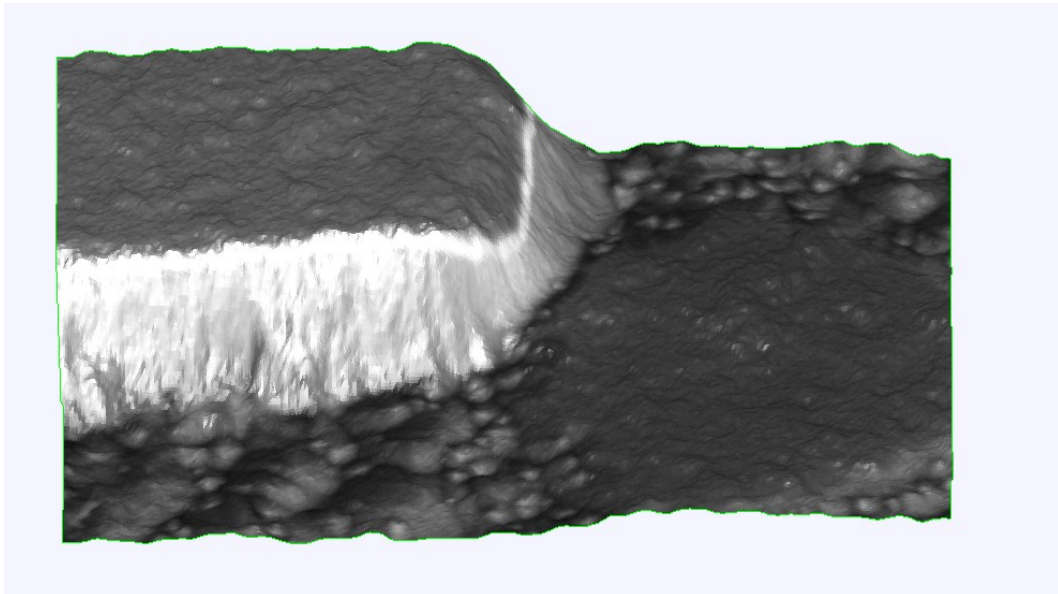


Figura 77 – Proiezione assonometrica della ricostruzione ritenuta più attinente al modello reale

8.4.1 - Energia 3 keV

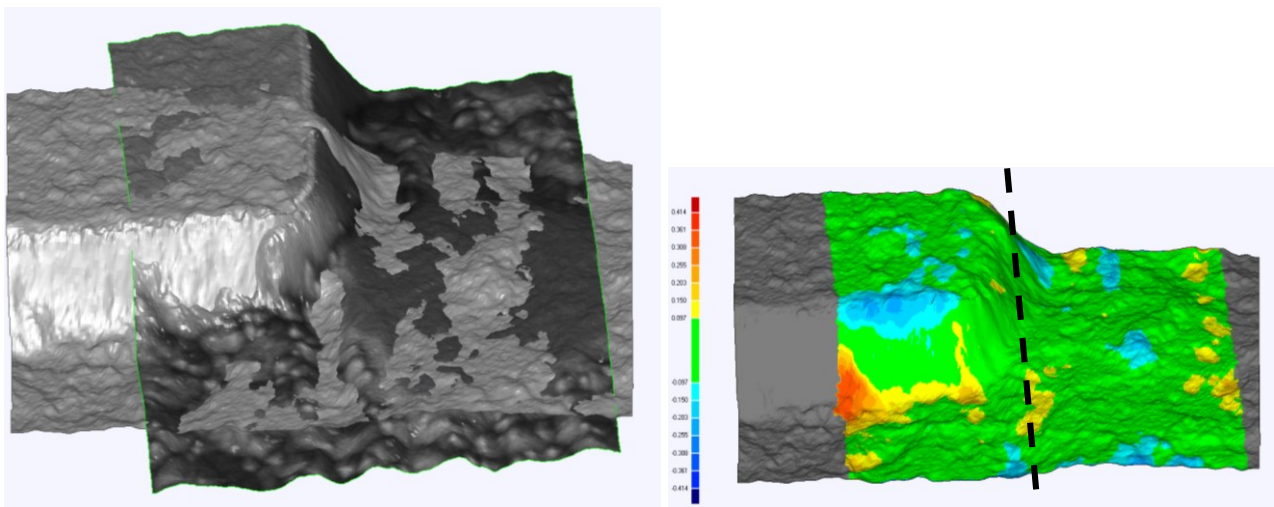


Figura 78– A destra sovrapposizione della ricostruzione ($0^\circ, 3\text{keV}$) con il riferimento, dopo il riallineamento azimutale delle ricostruzioni. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard degli scarti tra le ricostruzioni risulta pari a 79 nm. Le maggiori differenze si evidenziano nella zona del bordo della mesa perpendicolare all'asse di rotazione. Il bordo della mesa è facilmente riconoscibile ma, essendo perpendicolare all'asse di rotazione, non può essere sfruttato per la valutazione dello spostamento di parallasse.

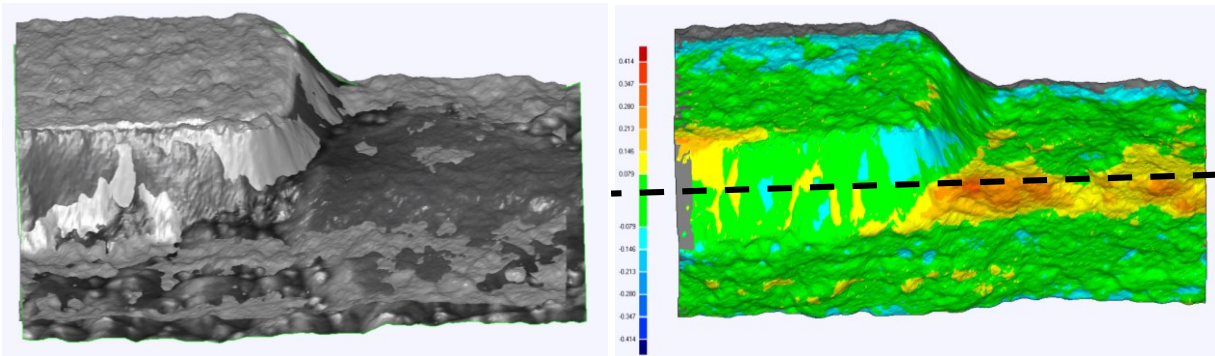


Figura 79– A destra sovrapposizione della ricostruzione ($90^\circ, 3\text{keV}$) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard degli scarti tra le ricostruzioni risulta pari a 79 nm, come nel caso precedente. Le maggiori differenze si evidenziano sul campione nella zona che subisce l'ombreggiatura da parte della mesa.

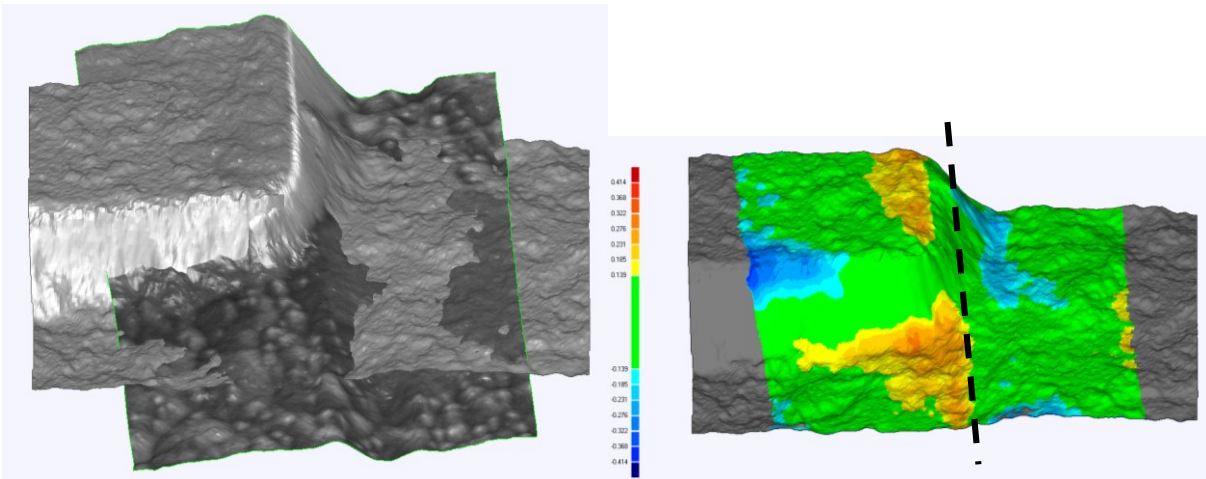


Figura 80– A destra sovrapposizione della ricostruzione ($180^\circ, 3\text{keV}$) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard degli scarti tra le ricostruzioni risulta pari a 139 nm. Le maggiori differenze sono presenti lungo il bordo perpendicolare all'asse di rotazione e nella zona ombreggiata. A differenza dei casi precedenti anche il bordo parallelo all'asse di rotazione nella ricostruzione risulta smussato, soprattutto nella zona più distante dallo spigolo verticale. E' possibile ipotizzare che in questo caso non sia la ricostruzione ad essere imprecisa ma il riferimento, dove il bordo in questione è perpendicolare all'asse di rotazione.

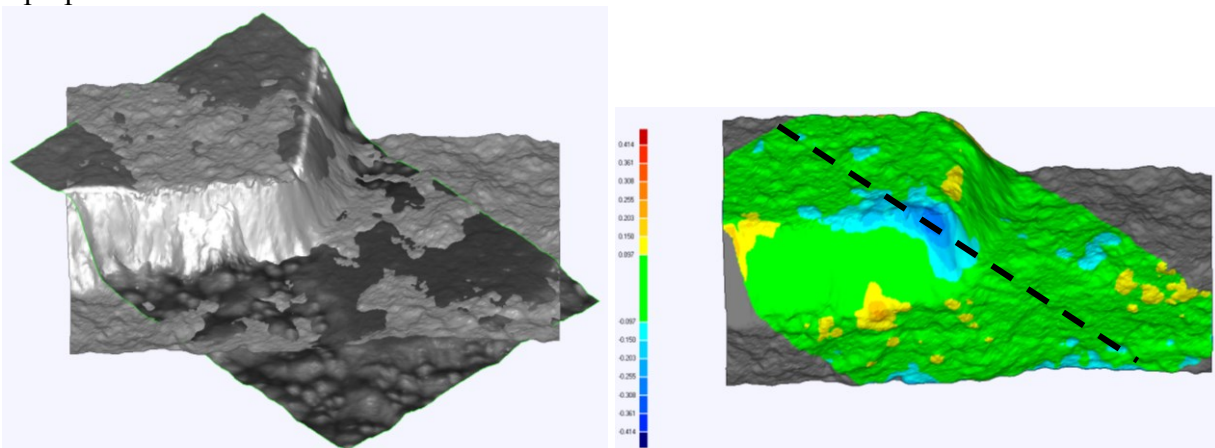


Figura 81– A destra sovrapposizione della ricostruzione ($315^\circ, 3\text{keV}$) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard degli scarti tra le ricostruzioni risulta pari a 97 nm. Le differenze principali si notano nella zona dello spigolo.

8.4.2 - Energia 30 keV

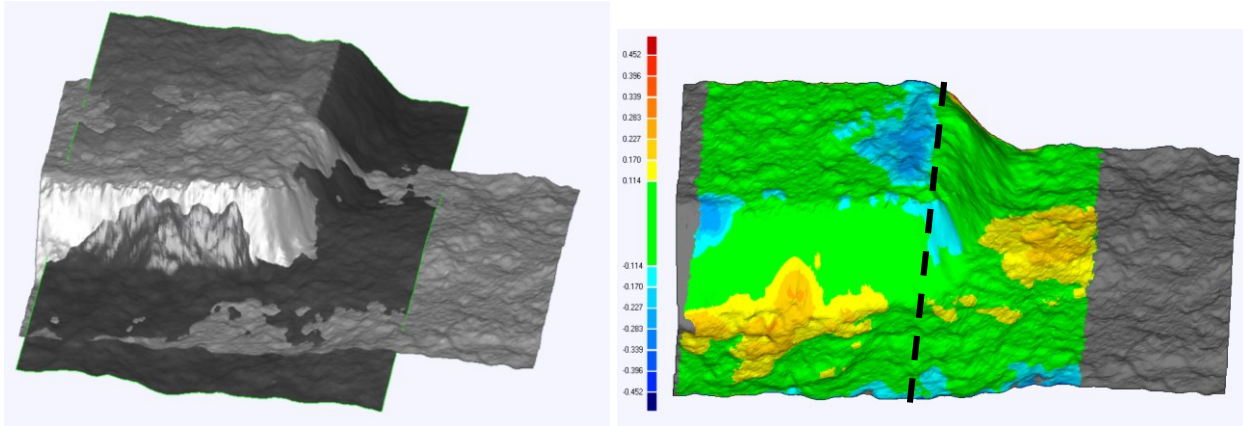


Figura 82– A destra sovrapposizione della ricostruzione ($0^\circ, 30\text{keV}$) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard tra le ricostruzioni vale 114 nm. Differenze si trovano sul piano superiore della mesa, sul bordo perpendicolare all'asse di inclinazione e sul piano del campione.

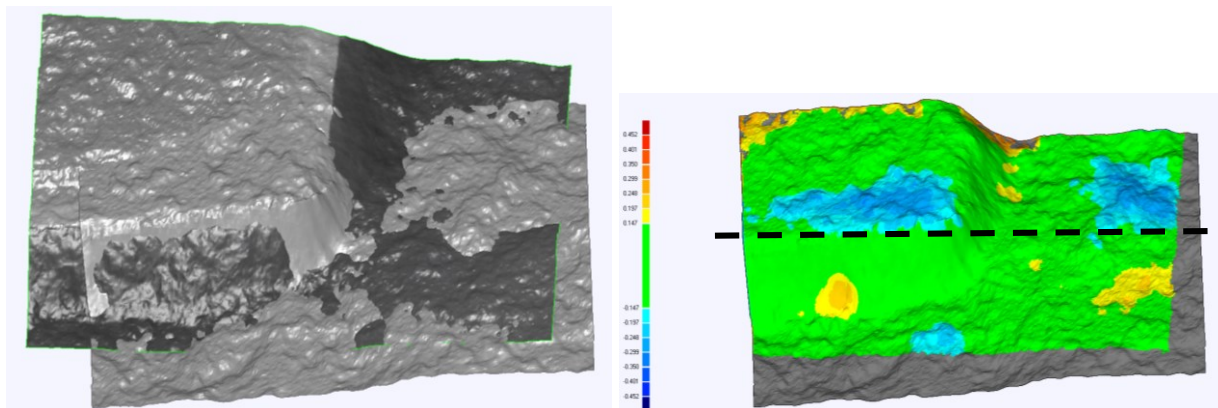


Figura 83– A destra sovrapposizione della ricostruzione ($90^\circ, 30\text{keV}$) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard tra le ricostruzioni vale 147 nm. Anche in questa ricostruzione si nota il difetto di non planarità della superficie superiore della mesa. Le altre differenze sono nella zona soggetta a ombreggiatura.

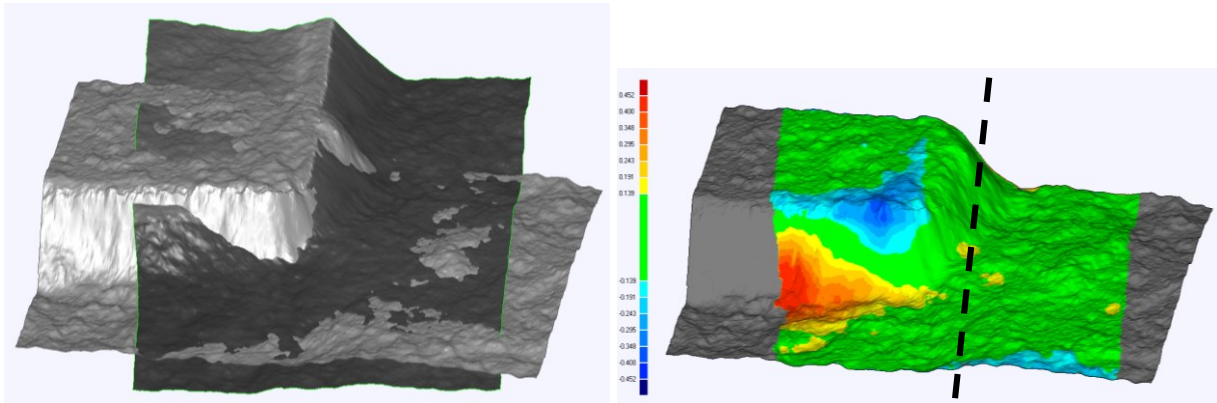


Figura 84– A destra sovrapposizione della ricostruzione ($180^{\circ}, 30\text{keV}$) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard tra le ricostruzioni vale 139 nm. Le maggiori differenze si concentrano, come già visto lungo il bordo perpendicolare all'asse di rotazione che risulta più smussato. E' inoltre presente una differenza sul bordo parallelo all'asse di rotazione.

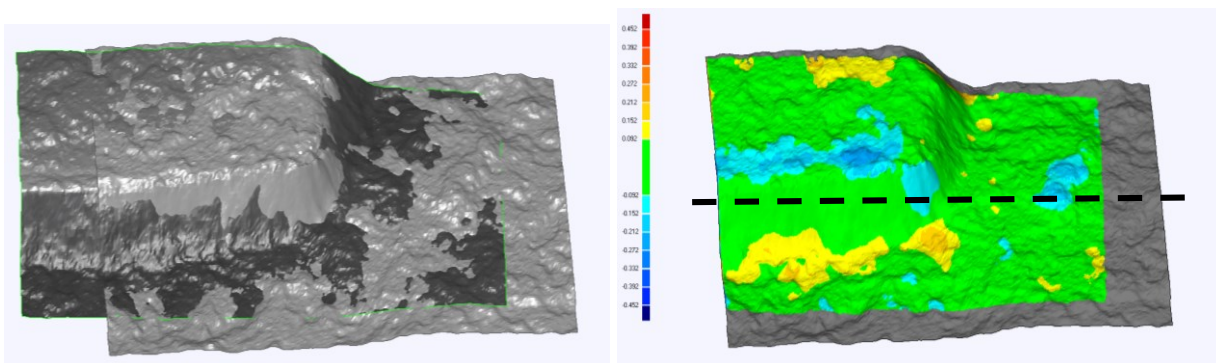


Figura 85 – A destra sovrapposizione della ricostruzione ($270^{\circ}, 30\text{keV}$) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard tra le ricostruzioni è pari a 92 nm. Le maggiori differenze si concentrano sul bordo parallelo all'asse di rotazione che è più smussato.

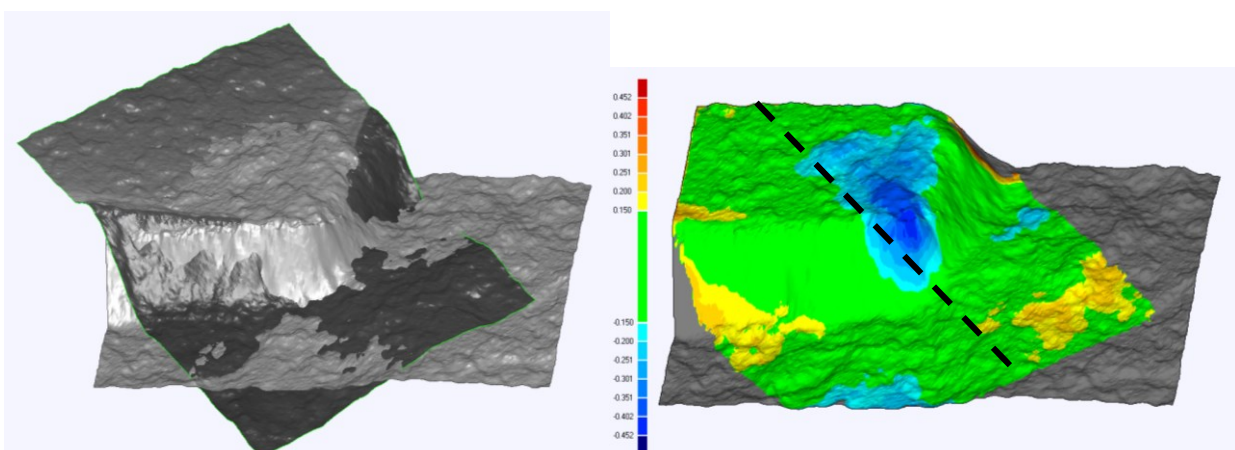


Figura 86– A destra sovrapposizione della ricostruzione ($315^{\circ}, 30\text{keV}$) con il riferimento. A sinistra mappa colori delle deviazioni. La linea nera tratteggiata indica l'asse di inclinazione del campione della ricostruzione di test.

La deviazione standard tra le ricostruzioni vale 150 nm. Come nella ricostruzione da immagini acquisite con energia del fascio primario a 3 keV con angolo di rotazione del campione pari a 315° le maggiori differenze sono nella zona dello spigolo.

8.4.3 - Difetti di planarità a 30 keV

Giova ricordare come le immagini in sezione, riportate in Figura 27, mostrano come la superficie superiore della mesa sia piana. Questo collide con le ricostruzioni effettuate a partire da immagini a 30 keV dove la mesa superiore non è piana. In particolare le maggiori deviazioni avvengono lungo i bordi della mesa come mostrato nelle immagini seguenti.

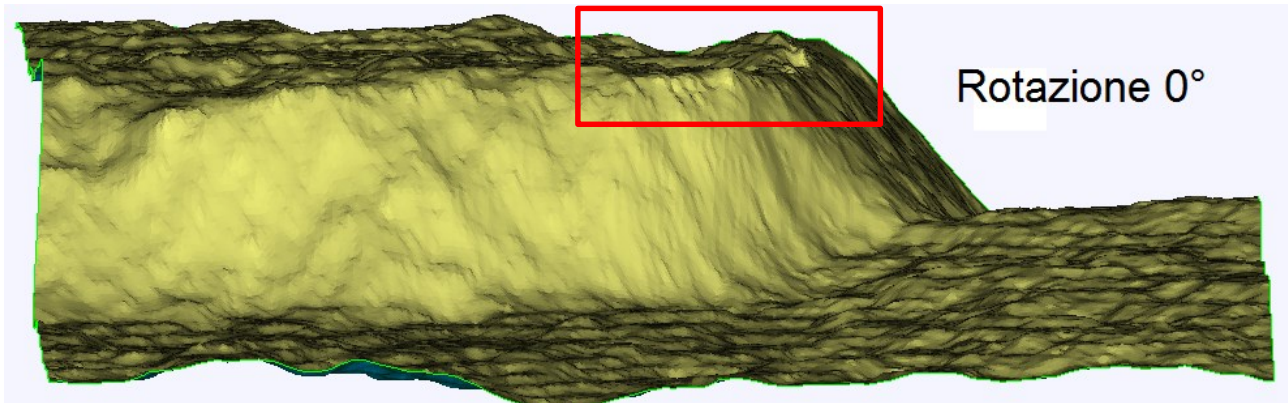


Figura 87- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (0°, 30 keV)

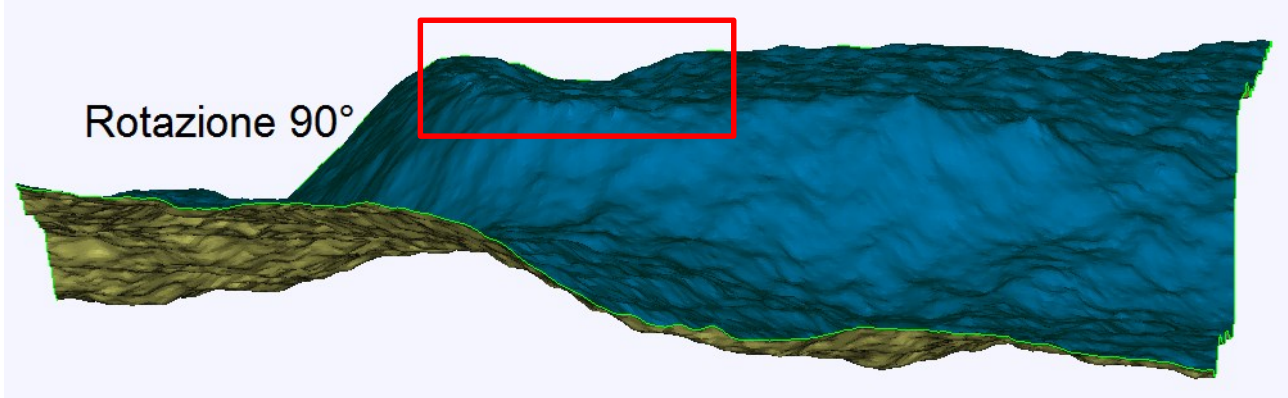


Figura 88- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (90°, 30 keV)

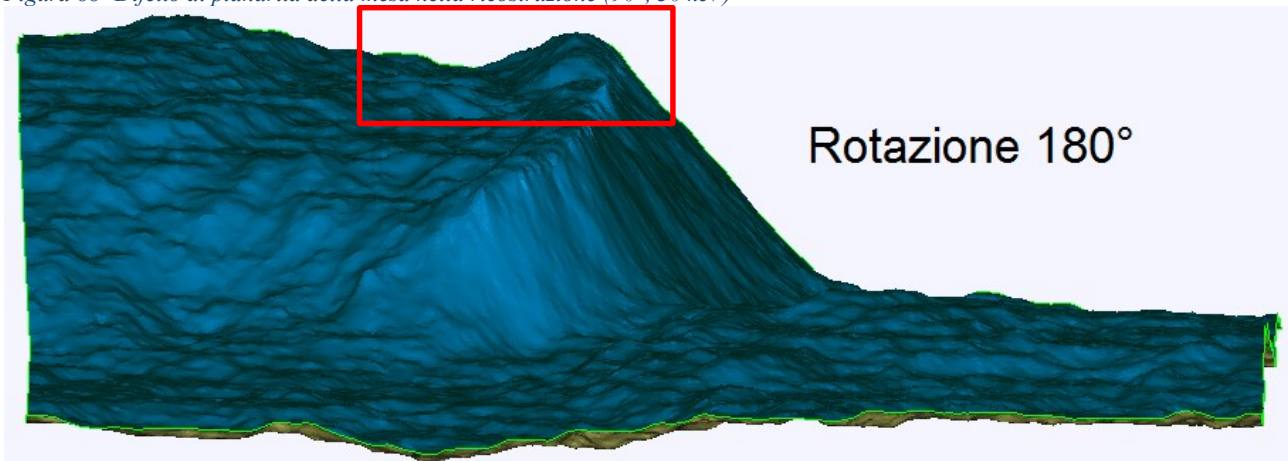
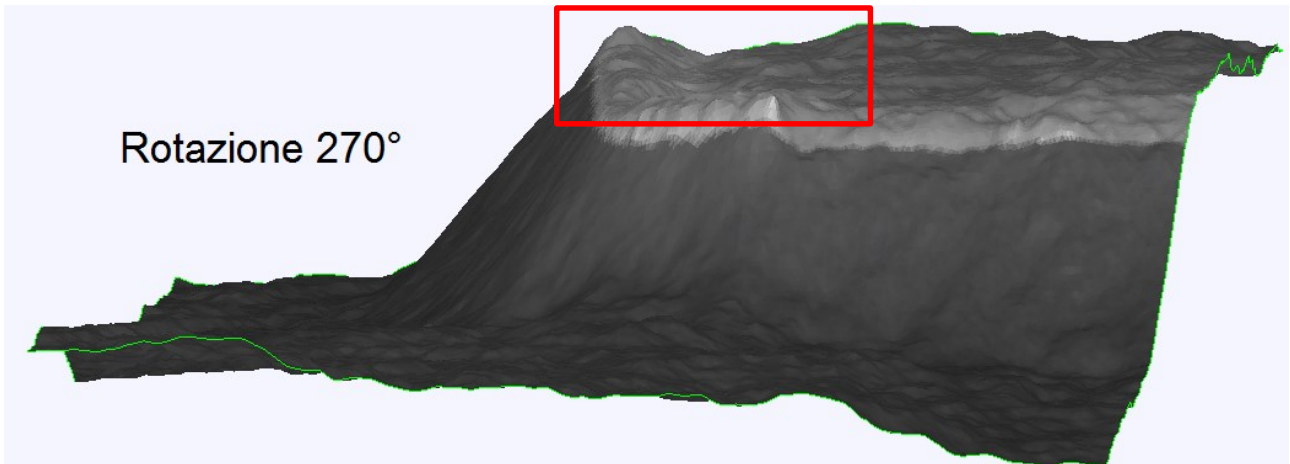
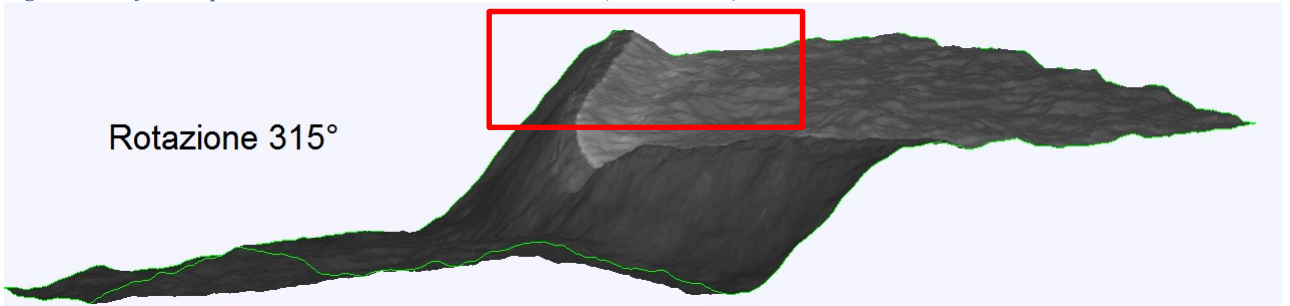


Figura 89- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (180°, 30 keV)



Rotazione 270°

Figura 90- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (270°, 30 keV)



Rotazione 315°

Figura 91- Difetto di planarità della mesa nella ricostruzione (315°, 30 keV)

In tutte le ricostruzioni ottenute da immagini a 30 keV la mesa presenta un difetto di planarità lungo il bordo. L'artefatto non è presente nelle ricostruzioni basate su immagini acquisite con energia del fascio primario pari a 3 keV.

Il software Alicona viene probabilmente ingannato dalla striscia luminosa presente intorno ai bordi della mesa nelle immagini acquisite con energia degli elettroni primari pari a 30 keV. La causa della striscia sono schematizzate in Figura 54. Osservando una sezione della mesa è possibile ipotizzare come la striscia luminosa causi l'errore di ricostruzione.

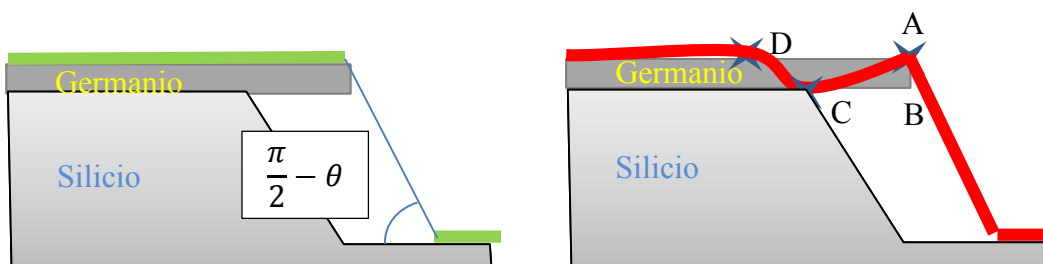


Figura 92- Ricostruzione corretta evidenziata tramite linea spessa verde e ipotesi su ciò che viene ricostruito da Alicona in linea rossa spessa

Una possibile ipotesi di spiegazione della forma delle ricostruzioni ottenute è che:

- il punto A, spigolo superiore della mesa sia ricostruito correttamente;
- il punto D, rappresentativo di difetti sulla mesa sia ricostruito correttamente;
- la striscia luminosa ai bordi della mesa sia dovuta a BC;
- B sia ignorato in quanto vicino ad A;
- il bordo interno della striscia porti a ricostruire la posizione di C.

L'ipotesi è parzialmente confermata dall'osservazione della forma dei profili delle ricostruzioni nelle immagini comprese tra Figura 87 e Figura 91. Il punto C si trova a una profondità pari allo spessore della mesa ossia 100 nm. Le misure sulle ricostruzioni confermano questo ipotesi.

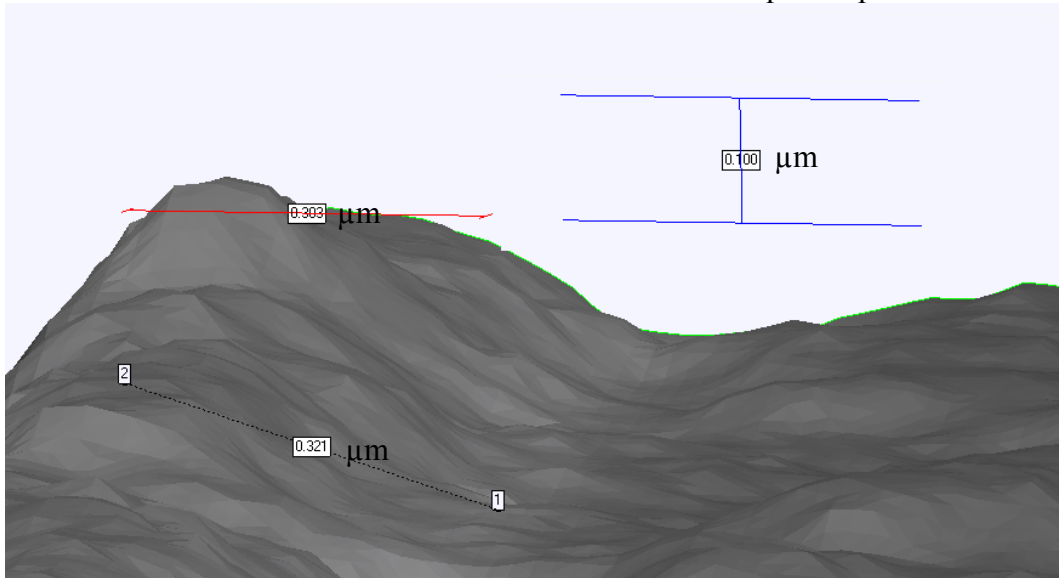


Figura 93- La misura del difetto di planarità è pari allo spessore della mesa

8.4.4 - Confronto con la profilometria ottica

La ricostruzione migliore ottenuta sullo spigolo della mesa è stata sovrapposta al modello tridimensionale basato sui dati forniti dal profilometro.

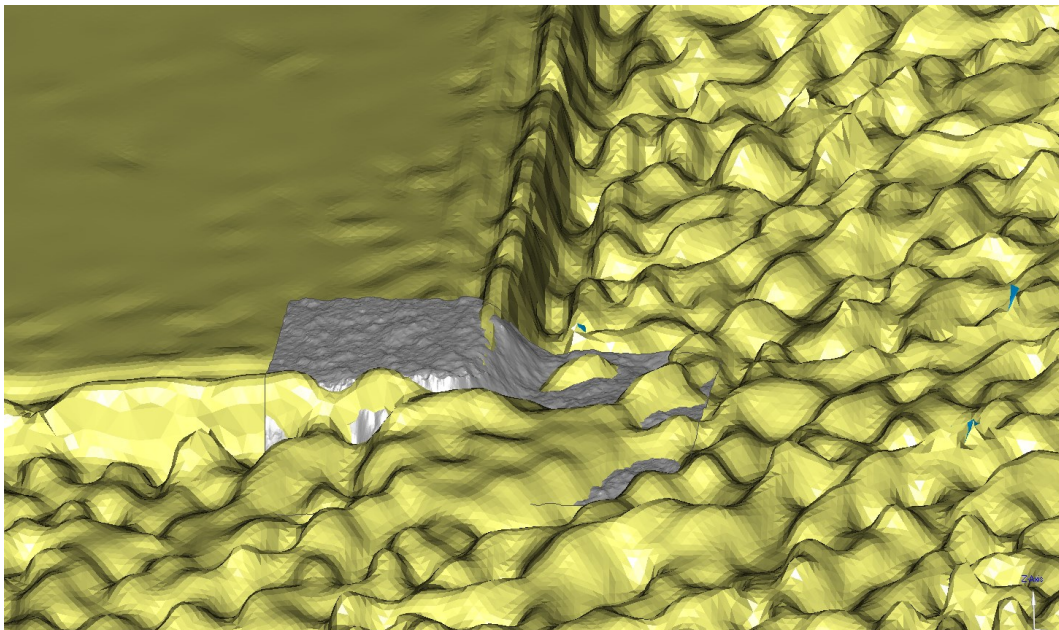


Figura 94- Sovrapposizione della mesh ricostruita tramite stereoscopia (grigio) e la mesh ottenuta dai dati del profilometro (giallo)

La ricostruzione profilometrica presenta un campo di vista nettamente superiore alla ricostruzione stereoscopica. La stereoscopia, tuttavia presenta una risoluzione nettamente superiore. La miglior risoluzione della stereoscopia permette di evitare di incorrere negli effetti di diffrazione che è possibile apprezzare in prossimità dei bordi della mesa.

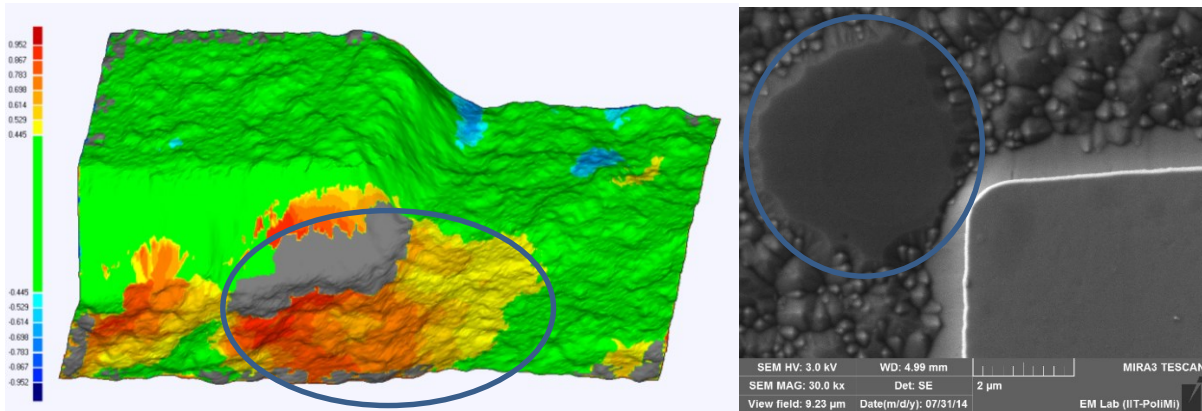


Figura 95– Mappa in falsi colori della differenza tra la migliore ricostruzione ottenuta con la stereoscopia e quella ottenuta con il profilometro sulla sinistra e immagine SEM della medesima area sulla destra. Negli ellissi l'area dove la differenza tra le ricostruzioni è massima.

La deviazione standard degli scarti tra le ricostruzioni risulta 455 nm. Le maggiori differenze sono dovute a una diversa valutazione della rugosità delle zone del campione dove non è presente la mesa. In particolare l'area di forma tondeggiante alla base dello spigolo, evidenziata da un ellisse blu in Figura 95, è quella che presenta le maggiori differenze nella ricostruzione. Una immagine SEM in sezione riportata in Figura 96, mostra l'area come rialzata rispetto al silicio circostante di meno di 300 nm. La profilometria la pone più di 600 nm oltre la ricostruzione stereoscopica, dove è già rialzata. Si può concludere quindi che la risoluzione nella misura dell'elevazione si riduca notevolmente in prossimità di spigoli che causano effetti diffrattivi.

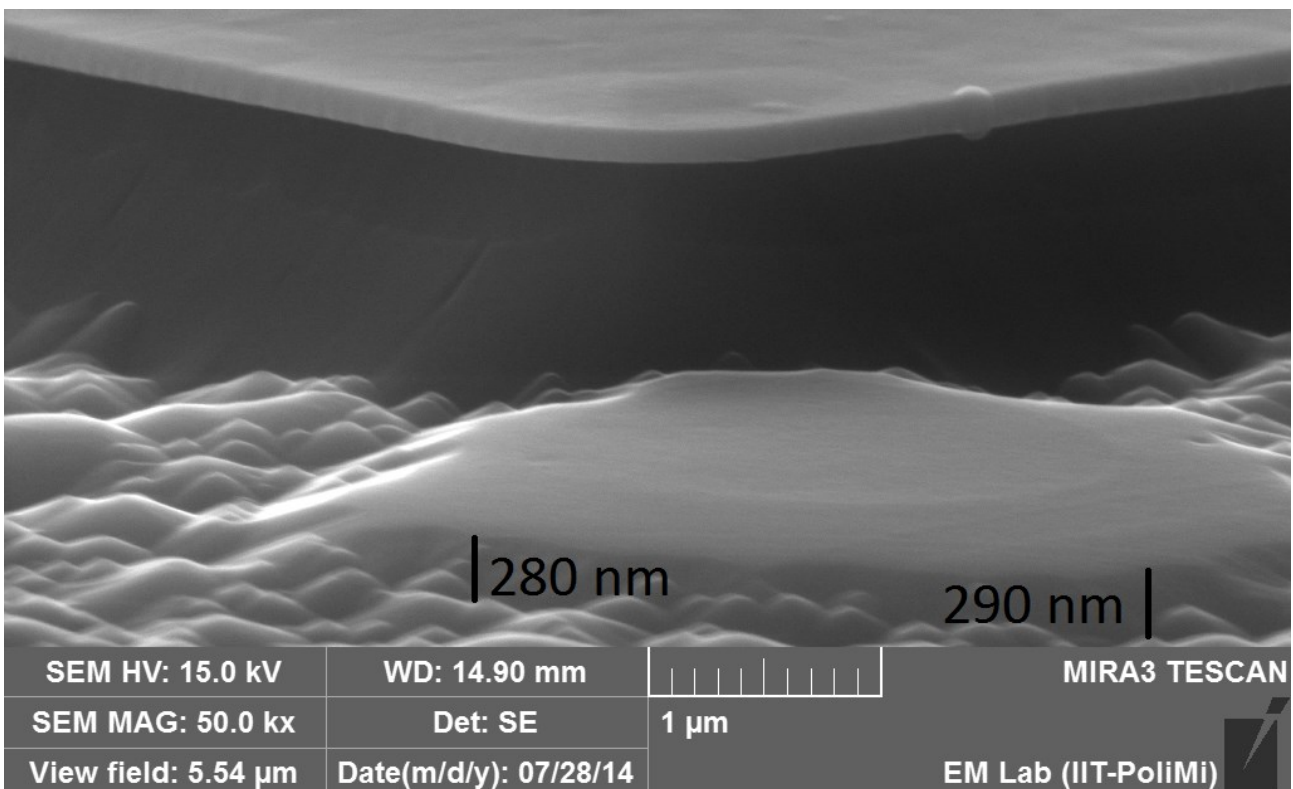


Figura 96 - Misura dell'altezza della zona rialzata del substrato del campione posta di fronte allo spigolo

8.4.5 - Conclusioni e riassunto

I difetti individuati sulle ricostruzioni delle mesa sono stati riassunti in una tabella.

Tabella 2- Riassunto dei difetti individuati nelle ricostruzioni individuate. La faccina felice indica che nella ricostruzione il difetto indicato non è stato rilevato.

Energia elettroni primari 3 keV						
Angolo	°	0	90	180	270	315
Difetto piano						
Difetto ombreggiatura					Rif	
Difetto spigoli perpendicolari all'asse					Rif	
Dev. St.	nm	79	79	139	Rif	97
Energia elettroni primari 30 keV						
Angolo	°	0	90	180	270	315
Difetto piano						
Difetto ombreggiatura						
Difetto spigoli perpendicolari all'asse						
Dev. St.	nm	114	147	139	92	150

Come già evidenziato tutte le immagini a 30 keV sono affette da errore nella ricostruzione della mesa. L'ombreggiatura è più importante nelle ricostruzioni da immagini acquisite con energia degli elettroni primari pari a 3 keV in quanto affligge la (90°, 3keV) e la (180°, 3 keV) e la (90°, 30 keV) ma non la (180°, 30 keV). Causa di errori in tutte le ricostruzioni è la perpendicolarità dei bordi più evidenti rispetto all'asse di inclinazione che è stato rilevato in tutte le immagini eccetto quella a 90°. E' tuttavia possibile che in quella immagine il bordo perpendicolare all'asse di rotazione fosse il medesimo del riferimento e quindi sia stato soggetto al medesimo errore di ricostruzione.

8.5 - Ricostruzioni delle trincee

Le immagini delle trenches sono state acquisite a 30 kV per massimizzare la risoluzione. Sono state acquisite due sequenze di immagini (inclinazione dello stage di 8°, 0° e -8°) con differente asse di rotazione:

- Asse di rotazione parallelo alle trenches;
- Asse di rotazione perpendicolare alle trenches.

Considerando solo le immagini con tilt di 8° e -8° sono state calcolate due ricostruzioni della superficie che vengono presentate nel seguito. Entrambe le ricostruzioni sono state confrontate con un disegno CAD della forma nominale del campione.

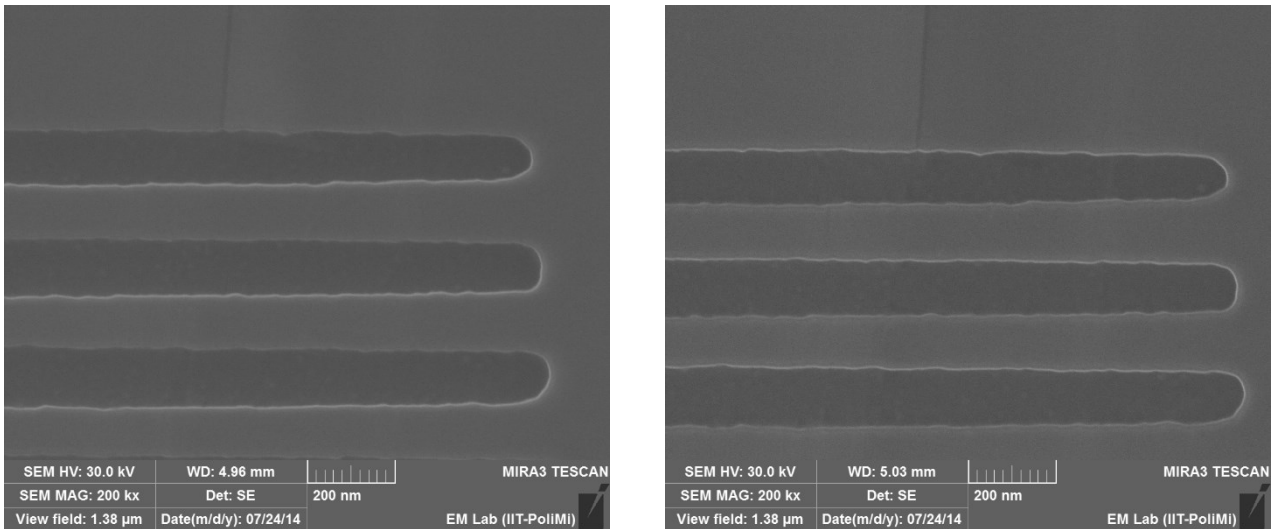


Figura 97 – Immagini acquisite inclinando il campione attorno a un asse parallelo alle trincee di angoli opposti pari a 8° . La risoluzione, misurata con il metodo descritto in precedenza su tre profili, è 4,4 nm per l'immagine di destra e 4,0 nm sull'immagine di sinistra

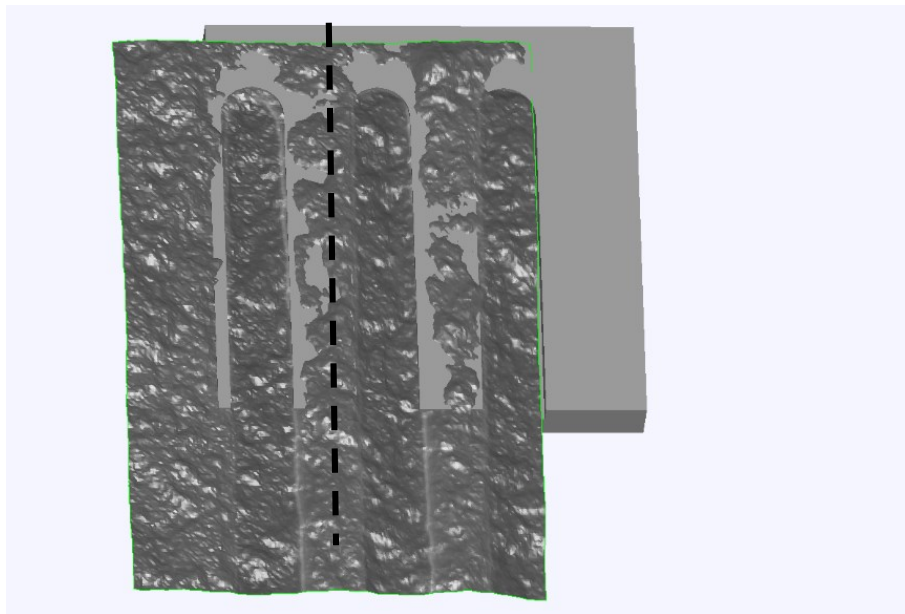


Figura 98– Proiezione assometrica della ricostruzione effettuata sulla base di immagini acquisite inclinando il campione attorno a un asse, in nero tratteggiato, parallelo alle trincee. Si noti il modello CAD, sovrapposto per aiutare il lettore nel riconoscere la forma nominale.

Le strutture ricostruite risultano riconoscibili solo grazie alla sovrapposizione dell'immagine SEM.

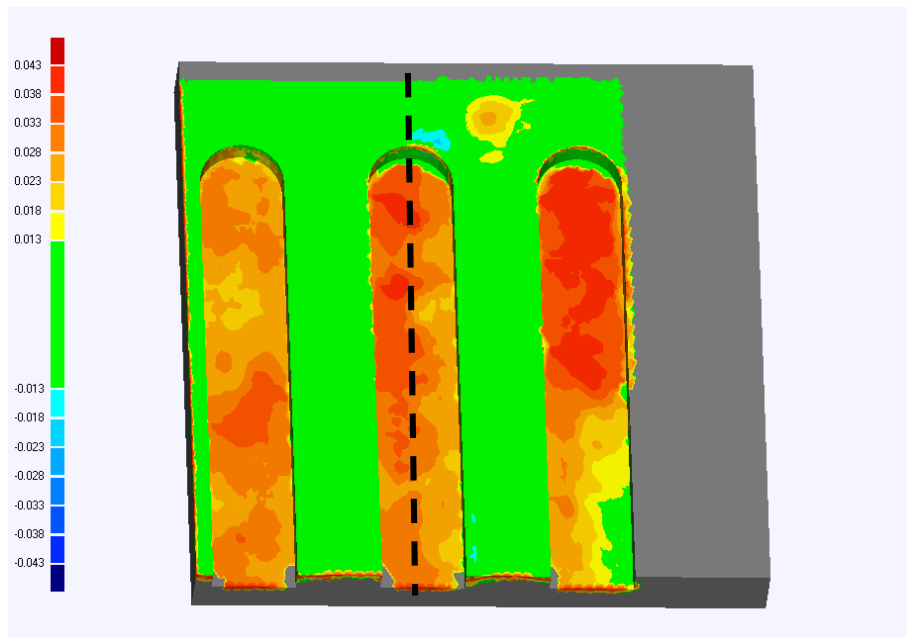


Figura 99 – Mappa colori delle deviazioni della ricostruzione rispetto al riferimento. La linea tratteggiata rappresenta l'asse di inclinazione

La deviazione standard è pari a 13 nm, circa un terzo della profondità nominale delle trincee. La zona non scavata presenta deviazioni inferiori alla deviazione standard ed è rappresentata in colore verde. La profondità delle trincee è stata sottostimata e in alcune zone (di colore rosso, dove lo scostamento è pari alla profondità nominale) non sono nemmeno state ricostruite.

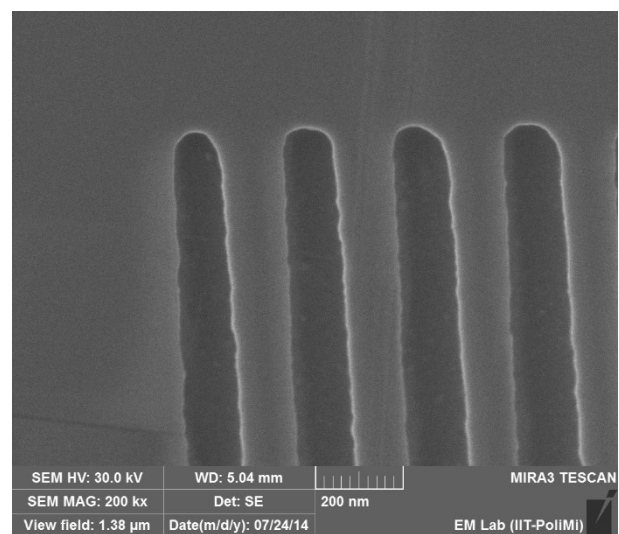
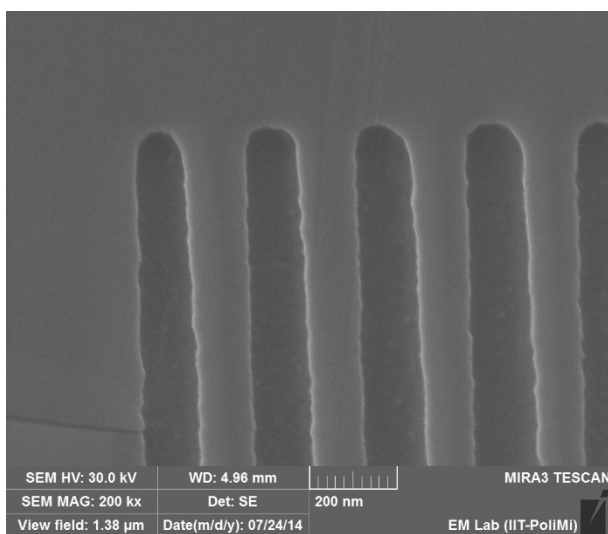


Figura 100 – Immagini acquisite inclinando il campione attorno a un asse perpendicolare alle trincee. La risoluzione, misurata su tre profili come nell'altra coppia di immagini delle trincee, vale rispettivamente 4,9 nm e 5,0 nm sulle immagini di destra e di sinistra.

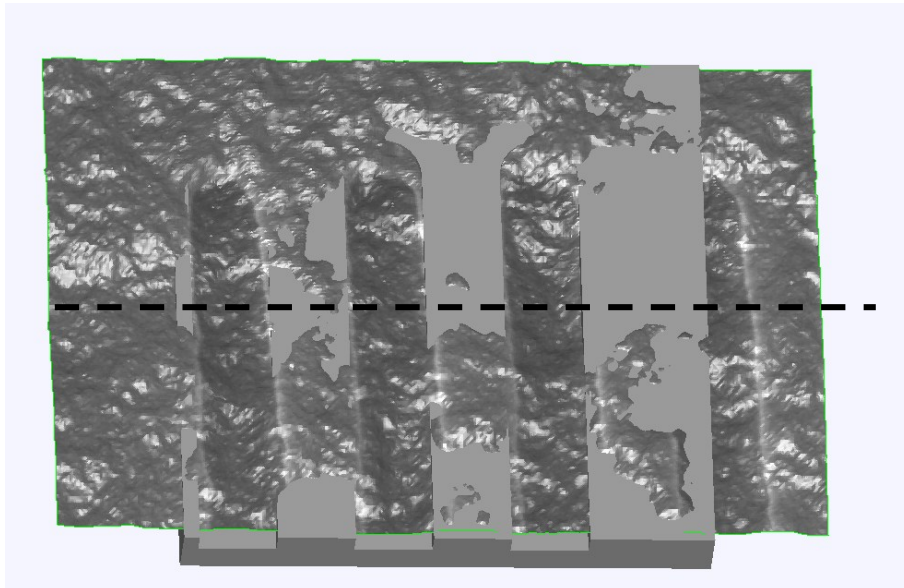


Figura 101 – Proiezione assonometrica della ricostruzione effettuata sulla base di immagini acquisite inclinando il campione attorno a un asse, in nero tratteggiato, perpendicolare alle trincee. Si noti il modello CAD, sovrapposto per aiutare il lettore nel riconoscimento della forma nominale

Le strutture ricostruite risultano parzialmente riconoscibili. E' tuttavia possibile apprezzare come, anche in questo secondo test la profondità delle trincee sia stata sottostimata.

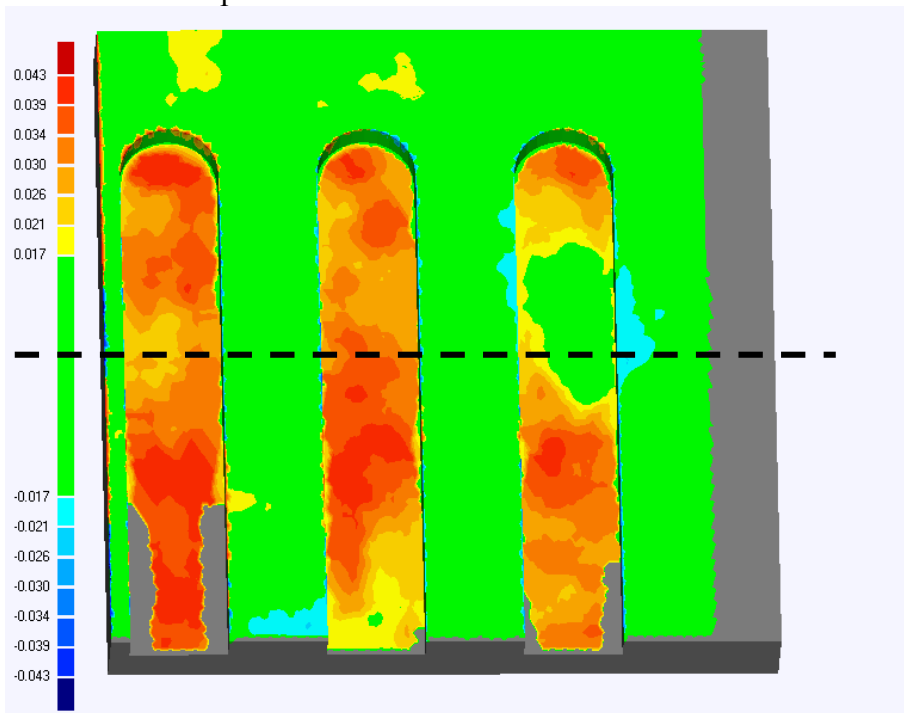


Figura 102 – Mappa colori delle deviazioni della ricostruzione rispetto al riferimento. La linea tratteggiata rappresenta l'asse di inclinazione

La deviazione standard è pari a 17 nm, superiore rispetto a caso precedente. Questo è un risultato atteso dovuto in parte alla risoluzione lievemente peggiore delle immagini sia alla orientazione sfavorevole dell'asse di rotazione. Infatti i bordi delle trincee sono i contrasti più facilmente apprezzabili ma risultano maggiormente utili per la ricostruzione se paralleli all'asse di inclinazione, essendo il loro spostamento di parallasse e massimo. Come nella precedente, anche in questa ricostruzione vi sono ampie zone dove non è possibile apprezzare le trincee (di colore rosso), poste soprattutto in una regione posta a breve distanza dall'asse di inclinazione.

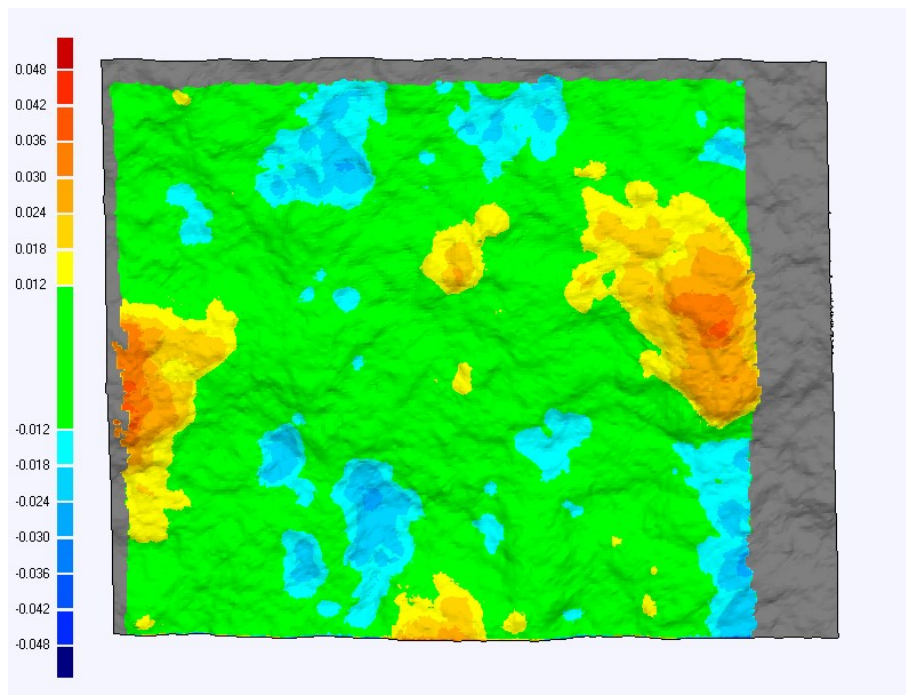


Figura 103 – Mappa colore delle deviazioni tra le due ricostruzioni precedentemente analizzate

Il confronto diretto tra le due ricostruzioni indica la presenza di oscillazioni comparabili con la profondità delle trenches. La deviazione standard risulta di 0,12 nm, leggermente inferiore ai confronti delle ricostruzioni con il caso nominale. Ricostruzioni molto simili tra loro ma diverse dal caso nominale potrebbero suggerire la presenza di errori sistematici che non sono stati ridotti cambiando l'asse di inclinazione. Il fattore limitante per le ricostruzioni delle trincee è da considerarsi la qualità delle immagini acquisite, che non presentano zone con un contrasto significativamente più forte del rumore da permettere l'individuazione di punti omologhi. E' tuttavia possibile individuare delle lievi variazioni di luminosità. Essi sono stati messi in evidenza tramite un profilo dei livelli di luminosità.

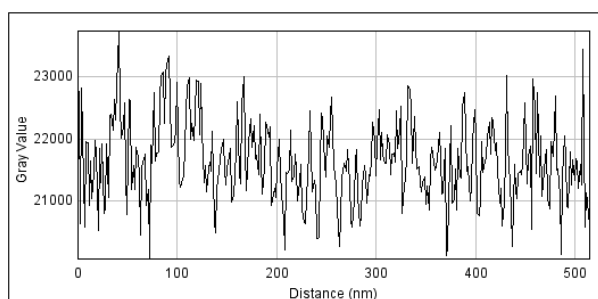
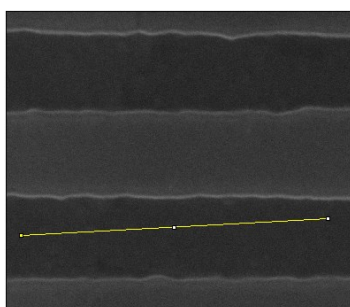


Figura 104– Profilo dei livelli di luminosità, a sinistra, sulla linea gialla della porzione di immagine di destra tratta dalla Figura 97(sinistra)

L'istogramma mostra come le variazioni di luminosità spazino da 20'000 a 24'000. Per mettere in evidenza tutti gli eventuali contrasti si sono ristretti i livelli dell'immagine alla sola porzione utile.

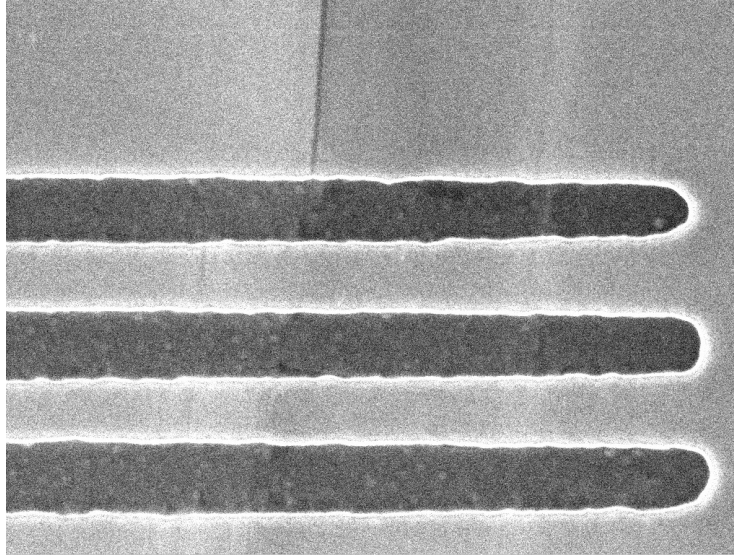


Figura 105 – Visualizzazione dei livelli di grigio compresi tra 18,500 e 26,700 dell'immagine di destra della coppia con asse di inclinazione perpendicolare ai livelli delle trincee.

Sebbene le immagini presentino una risoluzione pari o migliore di 5 nm e sembra possibile evidenziare delle zone riconoscibili non è stato possibile ottenere una ricostruzione migliore rispetto a quanto già mostrato. Il campione è stato ritenuto incompatibile con le tecniche di ricostruzione stereoscopiche anche dal servizio tecnico del software Alicona. Il miglioramento di questa ricostruzione è certamente uno degli obiettivi da perseguire in futuro. Allo stato attuale l'elevazione di 40 nm è da considerarsi del medesimo ordine di grandezza del limite di risoluzione del sistema di misura utilizzato.

9 - Il software basato su SURF

La necessità di analizzare in dettaglio il processo di ricostruzione ha mostrato come i dati forniti da Alicona fossero insufficienti. Si è quindi deciso di implementare un software di ricostruzione basato su algoritmi non proprietari. Il software è stato implementato come script Matlab release 2013 in modo da poter utilizzare gli algoritmi già implementati nel Computer Vision Toolbox. Volendo puntare a ricostruzioni quanto più possibili corrette sono stati scelti i metodi e gli algoritmi che in letteratura erano presentati come i più robusti [12]. Il software implementato si propone di ottenere nuvole di punti da coppie di immagini stereo SEM acquisite inclinando il campione con angoli opposti. In letteratura il caso proposto è affrontato separando le fasi di riconoscimento delle zone più significative e ricerca delle corrispondenze [11].

9.1 - Principi teorici dell'algoritmo SURF

L'algoritmo Speeded Up Robust Feature è un rilevatore e descrittore di zone riconoscibili in immagini digitali di diversa scala. La descrizione deve permettere il riconoscimento anche a seguito di una rotazione dell'immagine. [12]. Lo scopo è l'individuazione di punti omologhi in più immagini. Il riconoscimento avviene in due fasi. Nella prima vengono individuate delle zone riconoscibili in entrambe le immagini, nella seconda si cercano le corrispondenze. La prima fase include l'individuazione di zone significative, ad esempio aree di colore uniforme, spigoli o intersezioni a T. Questi devono essere riconosciuti in modo ripetibile, ossia anche in immagini acquisite in condizioni diverse. Successivamente per ogni zona significativa è calcolato un descrittore, ossia un vettore di parametri. Questi sono pensati in modo da individuare la zona di riferimento in modo univoco. Infine, valutando la distanza tra descrittori di zone appartenenti a due immagini diverse, è possibile associare le zone individuate in diverse immagini e ottenere una lista di punti omologhi. L'algoritmo SURF è alla base del software che è stato implementato in questo lavoro di tesi per ottenere delle ricostruzioni quanto più possibile affidabili da immagini SEM. E' quindi utile analizzarne in dettaglio il funzionamento.

9.1.1 - Ricerca delle zone significative

Le variazioni brusche di luminosità ΔL vengono quantificate calcolando il determinante di una matrice ottenuta moltiplicando l'hessiano di una funzione a due variabili gaussiana $H(x, y, \sigma)$ con l'immagine I [12].

$$\Delta L(x, y) = \det\left(H(g(x, y, \sigma) * I(x, y))\right) = \det \begin{bmatrix} \frac{\partial^2 g}{\partial x^2} * I & \frac{\partial g}{\partial x \partial y} * I \\ \frac{\partial g}{\partial y \partial x} * I & \frac{\partial^2 g}{\partial y^2} * I \end{bmatrix} \sim \det \begin{bmatrix} \sum D_{11} I & \sum D_{12} I \\ \sum D_{21} I & \sum D_{22} I \end{bmatrix}$$

L'algoritmo si basa sull'approssimazione della derivata seconda di una funzione a due variabili gaussiana con le funzioni a scalino D . Il risultato dell'approssimazione è esprimibile in una matrice in scala di grigi di dimensione 9×9 valutata con una gaussiana di varianza 1,2. Questa dimensione corrisponde al minimo che permette di approssimare la derivata seconda della gaussiana e permette di individuare i dettagli più fini. L'approssimazione consente inoltre di trasformare la convoluzione in una differenza pesata dei pixel rappresentati nelle aree bianche rispetto a quelli delle aree nere in Figura 106. I tempi di calcolo sono quindi molto ridotti.

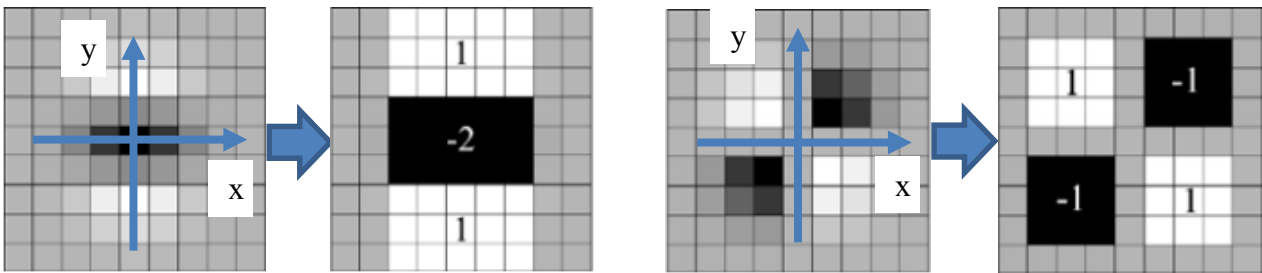


Figura 106 – Da sinistra verso destra: discretizzazione della derivata seconda di una curva a campana gaussiana lungo y , versione approssimata della derivata seconda utilizzata in SURF nota come D_{22} (grigio vale 0, nero -1 e bianco +1), discretizzazione della derivata mista lungo x e lungo y di una gaussiana e approssimazione della medesima utilizzata da SURF nota come D_{12} (grigio vale 0, nero -1 e bianco +1) [12]

La gaussiana viene poi traslata sull'immagine e sovrapposta a tutti i pixel dell'immagine, eccetto le 4 linee più vicine ai bordi a causa della dimensione della matrice D . E' così possibile ottenere un valore ΔL che dipende dalle coordinate x e y . Se il valore $\Delta L(x, y)$ supera la soglia di rilevazione la zona individuata viene indicata come significativa. Vengono quindi eseguite delle ulteriori caratterizzazioni.

9.1.2 - Invarianza del riconoscimento rispetto alla scala

E' possibile operare con matrici di dimensione maggiore. Il passo di aumento raddoppia ad ogni ottava: 6 per la prima, 12 per la seconda e 24 per la terza. Una matrice più grande corrisponde all'approssimazione di una gaussiana con varianza maggiore, ad esempio una matrice 27×27 ha una dimensione lineare triple della matrice base e rappresenta una gaussiana con varianza tripla, pari a $3 \cdot 6$.

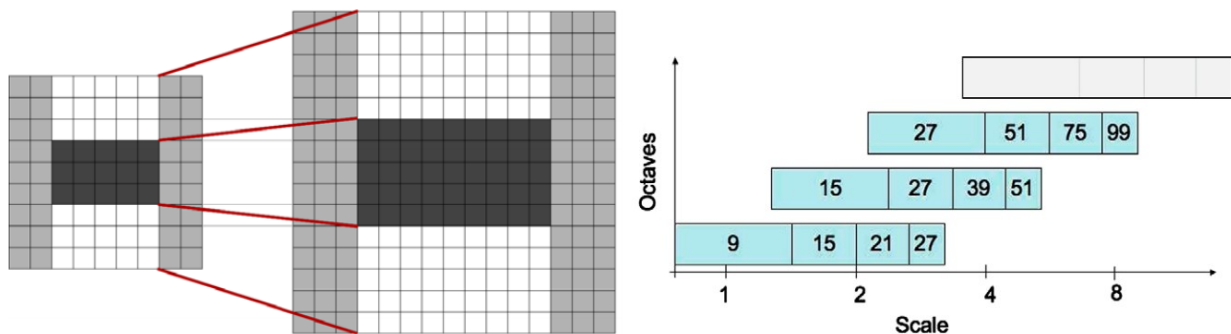


Figura 107 – A sinistra dimensione delle matrici utilizzate di default da SURF in funzione della varianza della gaussiana filtrata (scale) suddivise per ottave. A destra confronto tra l'approssimazione di dimensione 9×9 e quella da 15×15 . [26]

Utilizzando filtri di dimensione diversa è possibile individuare zone significative con scale diverse. Le lunghezze dei lati, espressi in pixel, delle matrici utilizzate di default sono quelle indicate in Figura 107. Il parametro indicato come 'scale' è proporzionale alla varianza della gaussiana che viene approssimata per ottenere la matrice. La dimensione della zona viene poi riportata tra le proprietà della zona significativa. Le zone individuate sono solitamente evidenziate sull'immagine tramite delle circonferenze. Il centro indica la posizione della zona e il raggio dipende dalla dimensione.

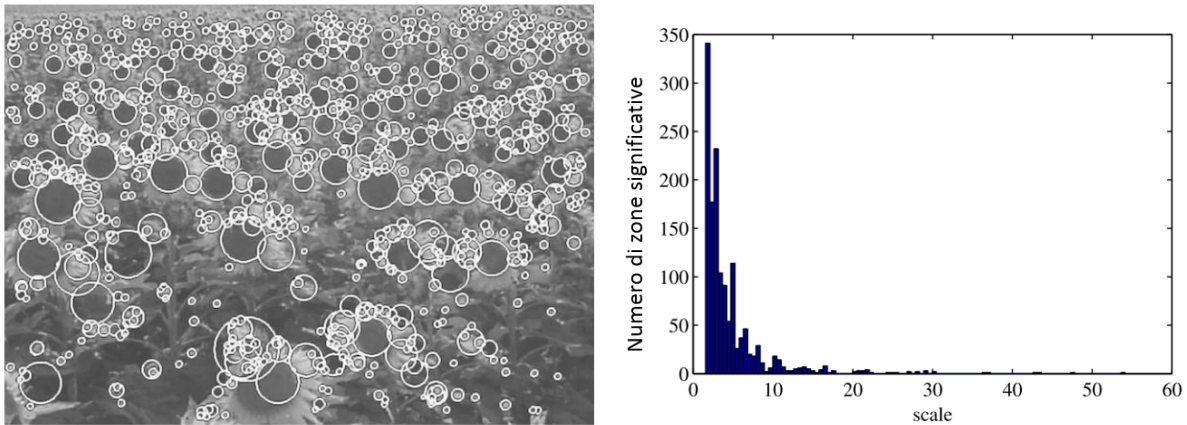


Figura 108 – Zone significative individuate sull’immagine ‘Girasoli’. Il raggio indica la dimensione delle zone. L’istogramma mostra la distribuzione delle zone in funzione della dimensione (scale) [26].

La figura mostra come sia possibile individuare zone significative di diverse dimensioni. L’approccio di SURF di variare la dimensione dei filtri vuole superare la tecnica precedentemente utilizzata, che prevedeva di ridurre la risoluzione delle immagini [8].

9.1.3 - Invarianza della descrizione rispetto alla rotazione [12]

Per rendere le zone significative riconoscibili in una immagine diversa anche se ruotate è necessario fissare un asse preferenziale per ognuna. In particolare si applica una trasformata di Haar filtrata con una Gaussiana a una zona quadrata di lato pari a 6 volte la varianza del filtro utilizzato nel trovare la zona considerata. Il primo coefficiente della trasformata di Haar corrisponde alla differenza tra la somma dei valori di luminosità dei pixel della parte destra rispetto a quelli della parte sinistra. Il secondo coefficiente è la differenza tra la somma dei pixel della parte superiore e di quella inferiore. Il filtro gaussiano assegna un peso inferiore ai pixel più lontani dal centro della zona significativa. La finestra viene ruotata fino a massimizzare la somma dei coefficienti. Il primo coefficiente e il secondo, normalizzati a 1, rappresentano il seno e il coseno di un angolo. Esso consente di definire un sistema di riferimento preferenziale sulla zona considerata.

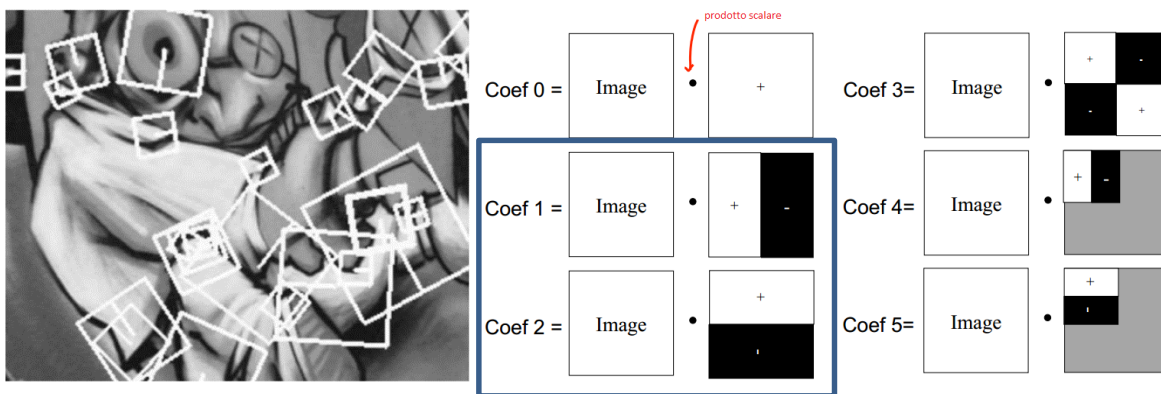


Figura 109 – Zone significative individuate sull’immagine ‘Graffiti’ racchiuse in quadrati per identificare la direzione ad esse assegnata [12] e definizione dei primi coefficienti della trasformata di Haar [42]. Nel riquadro i coefficienti utilizzati nell’algoritmo SURF [12].

9.1.4 - Descrittori

I descrittori [12] sono dei parametri numerici che caratterizzano il contenuto dell’immagine nei pressi della zona significativa e sono necessari per la ricerca dei punti omologhi. La valutazione dei descrittori viene effettuata su un’area quadrata di lato pari a 20 volte la varianza della gaussiana utilizzata per la ricerca della zona. L’area è orientata lungo le direzioni preferenziali calcolate in

precedenza. Essa viene suddivisa in 16 quadrati di lato pari a 5 volte la varianza. Ogni quadrato è caratterizzato da 4 parametri. Per il calcolo esso viene ulteriormente suddiviso in 25 quadratini a cui viene applicata la trasformata di Haar. Dalle trasformate vengono estratti il primo coefficiente $d_{x,i}$ e il secondo coefficiente $d_{y,i}$ dove indica il quadrato e varia da 1 a 16. I descrittori sono calcolati tramite le seguenti formule:

Equazione 24 - Formula per il calcolo dei descrittori

$$\begin{cases} d_x = \sum_{i=1}^{16} d_{x,i} \\ d_{x,abs} = \sum_{i=1}^{16} |d_{x,i}| \\ d_y = \sum_{i=1}^{16} d_{y,i} \\ d_{y,abs} = \sum_{i=1}^{16} |d_{y,i}| \end{cases}$$

Ai 64 descrittori viene associato un peso gaussiano che decresce con la distanza dalla zona significativa per ridurre l'effetto di eventuali deformazioni. In figura sono riportati i casi tipici di variazioni di luminosità che esemplificano il funzionamento dei descrittori.

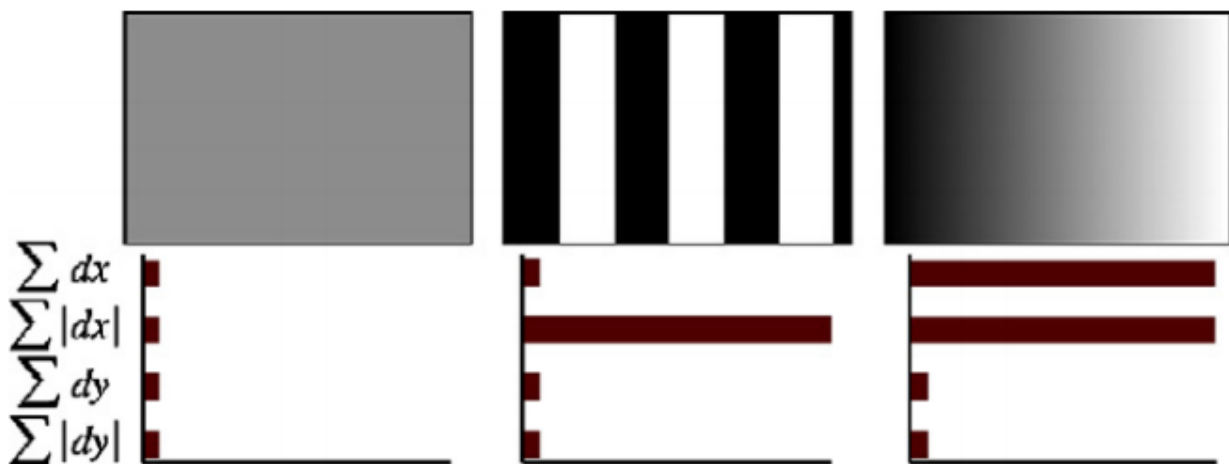


Figura 110– Esempi di applicazioni dei descrittori. Essi assumono valori piccoli in caso di area di luminosità uniforme. In caso di variazioni di luminosità lungo l'asse orizzontale il confronto dei pixel della parte di destra e di sinistra indica una differenza e la somma assume valore elevato. Introdurre anche la somma dei moduli permette di distinguere una luminosità uniforme da una luminosità oscillante.

9.2 - Implementazione: sfere a 3kX

I passi che il software compie sono i seguenti:

- Ritaglio e allineamento immagini;
- Identificazione delle feature principali nelle singole immagini;
- Matching delle feature tra le due immagini;
- Cancellazione match che prevedono uno spostamento non perpendicolare all'asse di rotazione;
- Verifica allineamento;

- Calcolo della nuvola di punti.

Nel seguito sono illustrate le operazioni svolte dall'algoritmo. Il codice e le immagini si riferiscono alla ricostruzione effettuata utilizzando una coppia di immagini SEM acquisite sul campione delle sfere di stagno su carbonio. La medesima ricostruzione è stata effettuata anche con il software commerciale Alicona per permettere una comparazione dei risultati ottenuti.

9.2.1 - Ritaglio e allineamento immagini

La prima operazione è il ritaglio delle scritte poste nella zona inferiore delle immagini. Il ritaglio di una ulteriore striscia perpendicolare all'asse di rotazione consente di allineare le due immagini. L'algoritmo richiede come dati la dimensione del pixel, che è la medesima in orizzontale e in verticale, e l'angolo di inclinazione del campione. Essendo le immagini acquisite con angoli opposti è sufficiente indicare il modulo dell'angolo di inclinazione rispetto all'orizzontale.

Equazione 25 - Codice per il ritaglio e l'allineamento delle immagini

```
pixel_size=90.104*10^-9;
half_angle=6;

left=imread('IMG775.tif');
right=imread('IMG776.tif');

left2 = imcrop(left,[4 0 1024 768]);
```

9.2.2 - Identificazione delle feature principali nelle singole immagini

L'identificazione delle feature può avvenire tramite diversi algoritmi sviluppati nel corso degli anni. Beil e Carlsen propongono di sottrarre all'immagine una copia della stessa filtrata con un filtro gaussiano. Ho scelto l'algoritmo SURF (Speeded Up Robust Features) disponibile come routine in Matlab. L'algoritmo è disponibile anche nelle librerie openCV [43] per una futura implementazione del software in linguaggio compilato.

. In questa prima implementazione si è scelto di attenersi al caso di default che prevede la ricerca su aree quadrate con lati rispettivamente pari a 9, 15,21,27,39,51,75 e 99 pixel. Ad ogni zona analizzata è associato un valore numerico che indica la presenza di variazioni di luminosità. E' possibile regolare la soglia oltre la quale la zona viene considerata significativa. Scegliendo una soglia più piccola si incrementa il numero delle feature individuate.

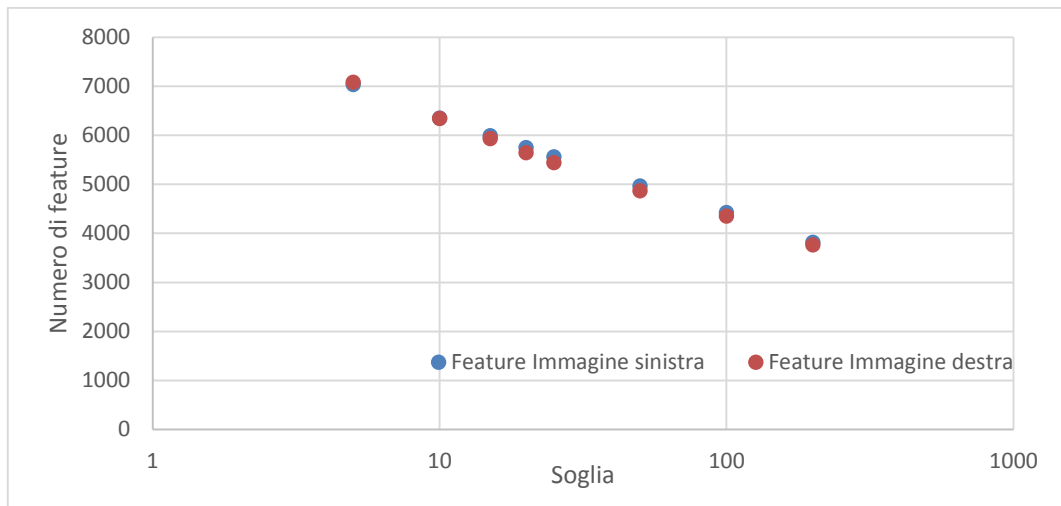


Grafico 11 – Numero di features individuate in funzione della soglia

L'individuazione di più zone significative rende la successiva operazione di confronto tra diverse immagini più lunga e complessa. Per ogni feature individuata l'algoritmo restituisce le coordinate nel sistema di riferimento dell'immagine espresse in pixel e i valori dei 64 descrittori. Essi sono stati scelti in modo da descrivere l'area nel modo più completo e univoco e sono necessari per il confronto tra aree significative di immagini diverse. I descrittori sono influenzati ad esempio dalla direzione del gradiente di luminosità o dalla presenza di oscillazioni.

Equazione 26- Codice per la ricerca di zone significative

```
points1 = detectSURFFeatures(left2, 'MetricThreshold', 5);
figure; imshow(left2); hold on;
plot(points1.selectStrongest(200));

right2 = imcrop(right, [0 0 1024 768]);

points2 = detectSURFFeatures(right2, 'MetricThreshold', 5);
figure; imshow(right2); hold on;
plot(points2.selectStrongest(200));
```

I 100 punti più significativi identificati sono stati riportati sulle immagini. Attorno a ogni punto è disegnato un cerchio il cui raggio è proporzionale alla dimensione della feature individuata. Osservando le immagini si può notare come l'algoritmo abbia individuato come zone significative le sfere più piccole.

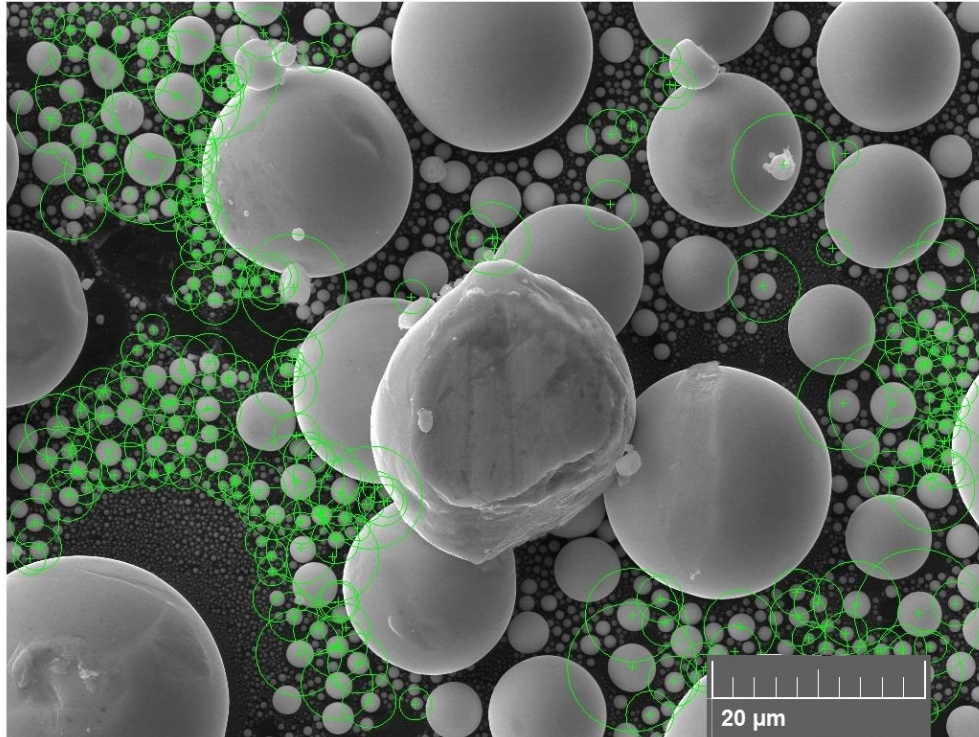


Figura 111 - Zone riconoscibili individuate sull'immagine acquisita con angolo di inclinazione pari a $+6^\circ$. Il diametro dei cerchi è proporzionale alla dimensione delle zone

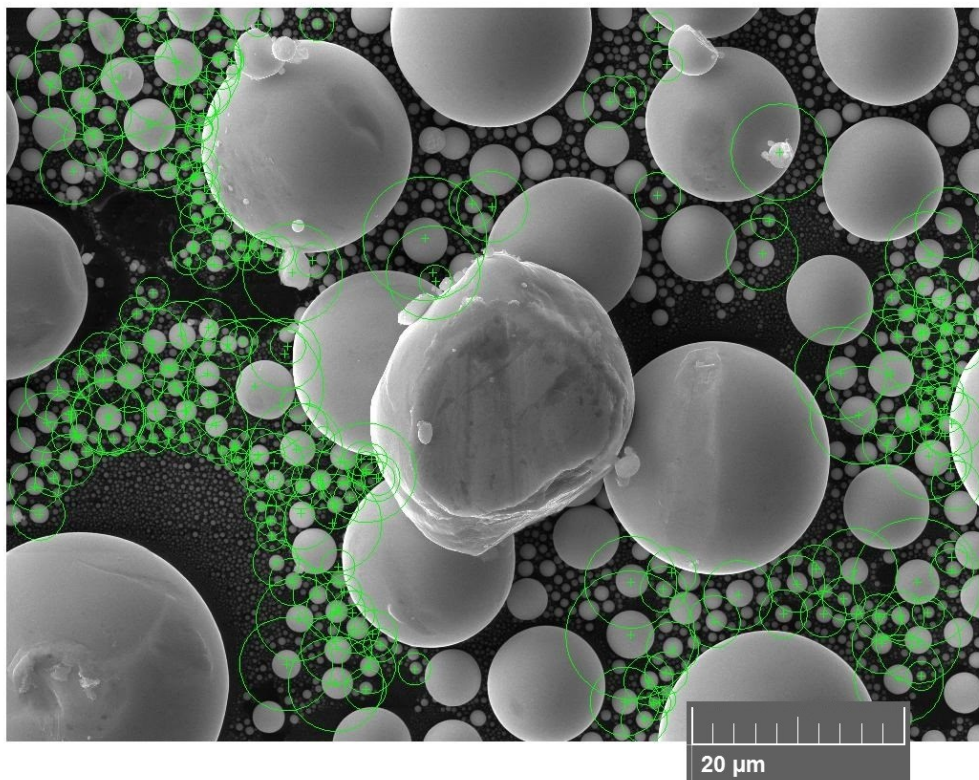


Figura 112 - Zone riconoscibili individuate sull'immagine acquisita con angolo di inclinazione pari a -6° . Il diametro dei cerchi è proporzionale alla dimensione delle zone

9.2.3 - Matching delle feature tra le due immagini

Il matching è stato eseguito tramite la funzione `matchFeatures` disponibile in Matlab. La funzione consente di individuare eventuali corrispondenze tra feature individuate in immagini diverse. Giova ricordare che, tramite l'algoritmo SURF, a ogni feature è stato associato un vettore di numeri chiamati descrittori. Sarà quindi sufficiente confrontare tutti i vettori associati alle zone significative dell'immagine di destra con quelli associati all'immagine di sinistra per individuare eventuali somiglianze. Il confronto tra i vettori è effettuato calcolando la distanza; è possibile scegliere se sommare le differenze dei valori assoluti ('SAD') o dei quadrati ('SSD') dei rispettivi descrittori. Il metodo di confronto a soglia indica una possibile correlazione solo se la distanza tra i due vettori è minore della soglia indicata, che è definita `MatchThreshold`. Tuttavia seguendo questa strategia è possibile che venga trovata più di una corrispondenza per ogni zona significativa mentre per la valutazione dello spostamento di parallasse sono necessarie corrispondenze biunivoche. Si è quindi scelto di utilizzare il metodo di confronto `NearestNeighborRatio` che, nel caso di corrispondenze multiple, confronta le distanze delle migliori due corrispondenze individuate per ogni punto. Nel caso il rapporto tra esse sia maggiore della soglia scelta, indicata con `MaxRatio`, la feature viene esclusa. Questo stratagemma consente di evitare corrispondenze ambigue o errate che possono verificarsi nel caso in cui il vettore dei descrittori non consenta di individuare la zona in modo univoco.

Per implementare l'algoritmo è necessario scegliere la soglia sulla distanza e la soglia sul rapporto. Sono quindi stati effettuati alcuni tentativi per determinare l'andamento del numero di corrispondenze e la qualità in funzione delle rispettive soglie. Inoltre si è cercato di verificare se le corrispondenze trovate fossero corrette, sia tramite una analisi qualitativa ad occhio che verificando il rispetto dei vincoli geometrici illustrati nel paragrafo 'Analisi delle corrispondenze'.

Inizialmente il valore della soglia sulla distanza è stato fissato a 40 %, dove il massimo corrisponde alla massima distanza individuata, ed è stata variata la soglia sul rapporto.

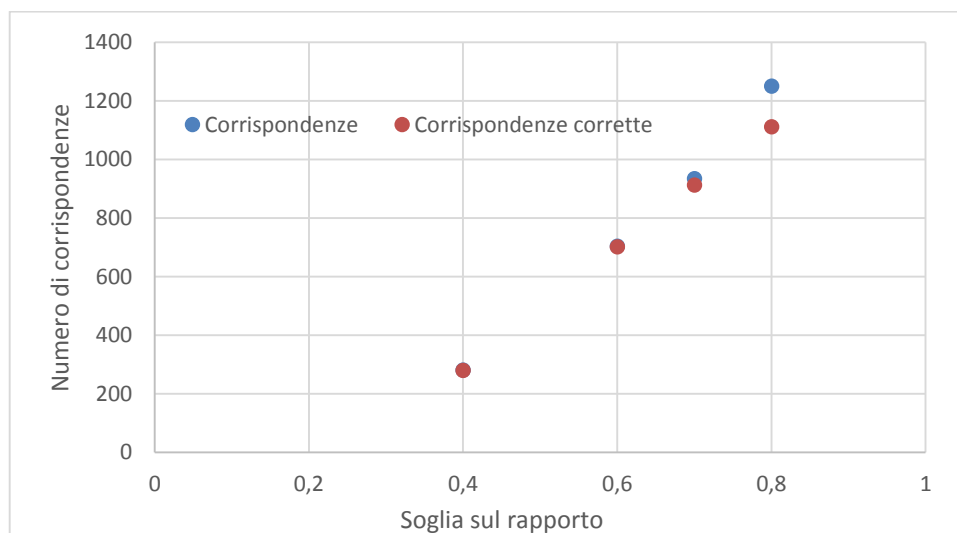


Grafico 12 – Numero di corrispondenze individuate e numero di corrispondenze che rispettano i vincoli geometrici in funzione della soglia sul rapporto tra le distanze per la prima e la seconda tra le corrispondenze possibili. La soglia sulla distanza è fissata al 40%

I test effettuati mostrano che la soglia sul rapporto influenza il numero di corrispondenze individuate. Tuttavia una soglia troppo elevata porta all'individuazione di corrispondenze errate. Si è quindi scelto il valore di 0,7 che consente di mantenere la probabilità di non escludere corrispondenze errate trascurabile. Successivamente, fissata la soglia sul rapporto, è stata variata la soglia sulla distanza.

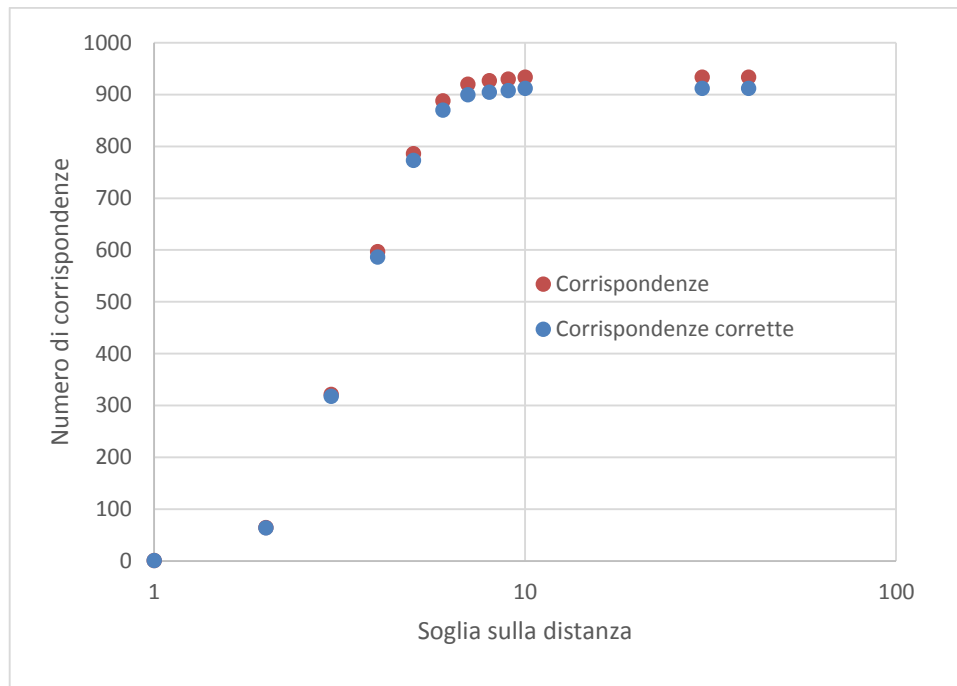


Grafico 13 – Numero di corrispondenze individuate e numero di corrispondenze che rispettano i vincoli geometrici in funzione della soglia sulla distanza con soglia sul rapporto fissata a 0,7

L'analisi mostra che la soglia sulla distanza, purché sufficientemente grande, non influenza il numero di corrispondenze trovate né la correttezza delle stesse. Invece per soglie molto ridotte le corrispondenze diminuiscono drasticamente e la correttezza migliora. Tuttavia, essendo possibile individuare eventuali errori grazie ai vincoli geometrici, si è ritenuto di poter scegliere condizioni più lasche. E' quindi stato scelto il valore di 40%.

Equazione 27 - Codice per la ricerca delle corrispondenze tra punti omologhi

```
[features1, valid_points1] = extractFeatures(left2, points1);
[features2, valid_points2] = extractFeatures(right2, points2);
```

```
indexPairs = matchFeatures(features1,
features2, 'Metric', 'SAD', 'MatchThreshold', 40, 'MaxRatio', 0.7);
```

```
matchedPoints1 = valid_points1(indexPairs(:, 1), :);
matchedPoints2 = valid_points2(indexPairs(:, 2), :);
```

```
figure; showMatchedFeatures(left2, right2, matchedPoints1, matchedPoints2);
```

E' stato realizzato un anaglifo delle due immagini dove sono stati indicati i punti significativi identificati in entrambe le immagini. I punti che sono stati identificati come corrispondenti sono collegati da una linea gialla.

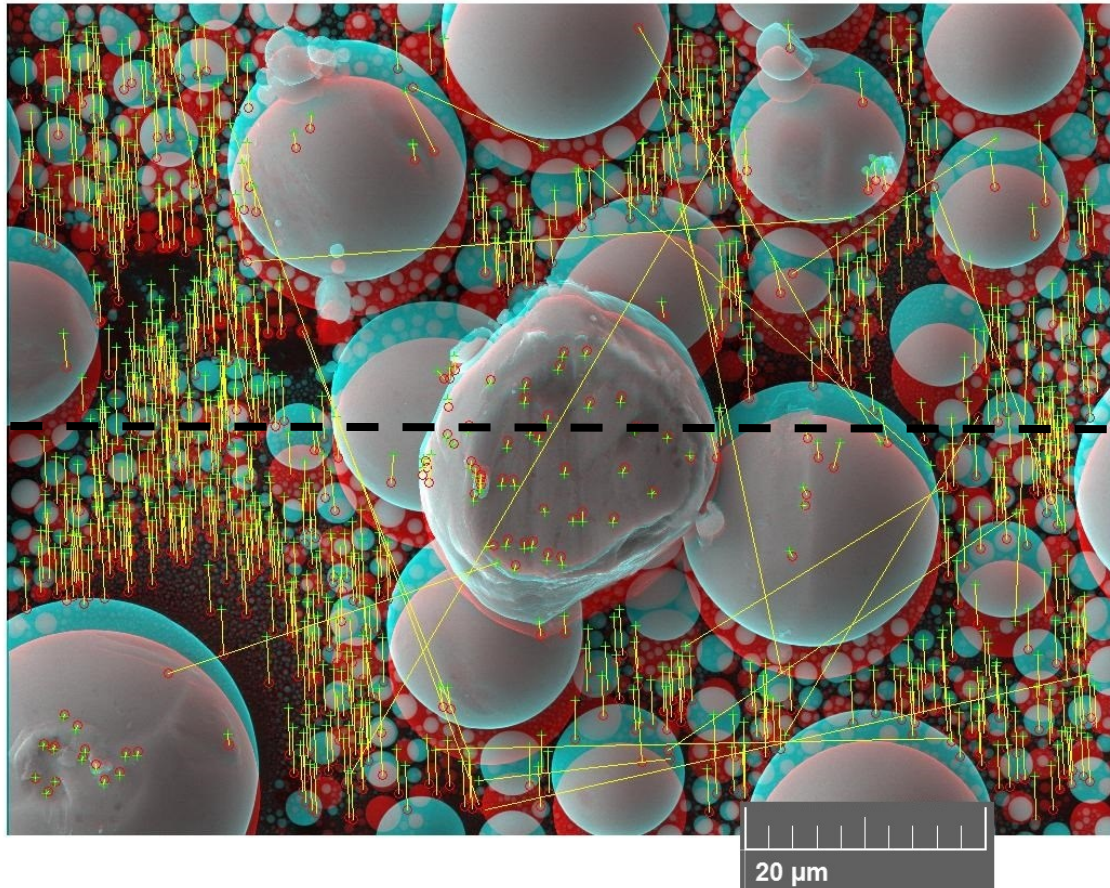


Figura 113 - Anaglifo delle immagini stereoscopiche. Le corrispondenze individuate sono indicate da linee gialle. Solo gli spostamenti perpendicolari all'asse di rotazione, in nero tratteggiato, possono essere considerati validi

9.2.4 - Analisi delle corrispondenze

Sono stati identificati 7040 punti significativi nella prima immagine e 7084 nella seconda. Le corrispondenze trovate sono 893. Il sistema di riferimento scelto prevede assi x e y paralleli ai lati dell'immagine e asse z perpendicolare al campione. La scelta di due angoli di tilt opposti impone che punti con medesime coordinate nel sistema di riferimento del campione x e y siano proiettati nella medesima posizione sulle immagini. Lo spostamento è perciò solamente legato ad una differenza nella coordinata z come rappresentato nello schema tratto dall'articolo seguito.

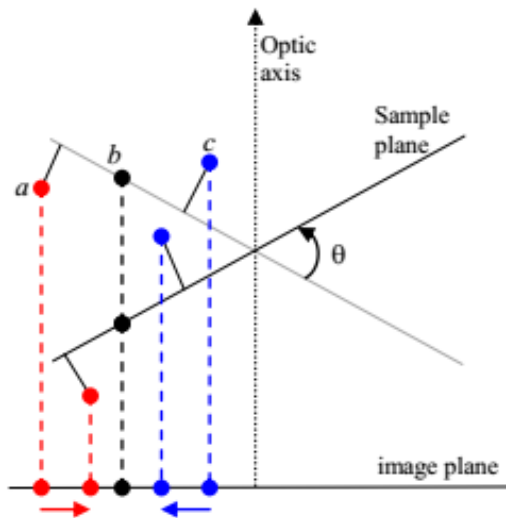


Figura 114- Schema della geometria degli spostamenti di parallasse [11]. La proiezione sull'immagine di punti appartenenti al piano di riferimento non cambia. La proiezione di punti che trovano sopra o sotto il piano di riferimento è perpendicolare all'asse di rotazione.

Essendo l'asse di rotazione nel caso considerato orizzontale gli spostamenti devono risultare in verticale. E' stato quindi necessario imporre una soglia (fissata come guess a 10 pixel) per il massimo spostamento orizzontale. La maggior parte dei punti corrispondenti sono congiunti da un vettore con componente prevalentemente in verticale. Solo alcune corrispondenze comportano uno spostamento eccessivo rispetto alla media dei rimanenti e non perpendicolare all'asse. Il valore di soglia scelto consente di eliminare gli outlier. Le corrispondenze trovate risultano quindi 871. Inoltre è stata calcolata una media degli spostamenti orizzontali escludendo l'outlier che è risultata essere pari a 0,29 pixel. Un valore di scostamento orizzontale inferiore al pixel indica che le immagini sono correttamente allineate. Per i punti rimanenti sono state valutate le coordinate x,y,z. Per x e y è stata scelta la media delle posizioni dei punti corrispondenti. Per z è stata utilizzata la formula

Equazione 28 - Legame tra elevazione, semiangolo, dimensione del pixel e spostamento di parallasse

$$z = \frac{dp}{2\sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}$$

con i seguenti parametri:

- d spostamento di parallasse in pixels (differenza tra le y dei punti corrispondenti);
- p dimensione del pixel;
- θ angolo di tilt complessivo (12°).

Uno spostamento di un pixel comporta una variazione nella coordinata z pari a 43 nm. E' possibile ipotizzare che le feature siano individuate mediando su molti pixel e quindi la posizione sia nota con precisione subpixel. Questo potrebbe portare a risoluzioni sull'asse z anche superiori al valore indicato che tuttavia resta un valore cautelativo.

La risoluzione nel piano dipende dal numero di feature individuate. Il campo di vista copre una superficie di circa $6500 \mu\text{m}^2$, supponendo una distribuzione uniforme delle feature ognuna descriverebbe una superficie di $7,5 \mu\text{m}^2$. La risoluzione orizzontale risulta quindi $2,7 \mu\text{m}$ pari a 30 pixel dell'immagine originale. La mappa di spostamenti ottenuti è quindi sparsa ma permette comunque di proporre una ricostruzione tridimensionale.

Equazione 29 - Codice per il calcolo della nuvola di punti dalla mappa di spostamento

```
Nmatch=size(matchedPoints2.Location(:,1));
```

```

stereo3D=zeros(Nmatch(1,1),3);
avg=0;
good_match=0;

for i=1:1:Nmatch(1,1)
    if ((matchedPoints2.Location(i,1)-matchedPoints1.Location(i,1))^2<100)
        stereo3D(good_match,1)=(matchedPoints2.Location(i,1)+matchedPoints1.Location(i,1))/2*pixel_size;
        stereo3D(good_match,2)=(matchedPoints2.Location(i,2)+matchedPoints1.Location(i,2))/2*pixel_size/cos(half_angle*3.14159/180);
        stereo3D(good_match,3)=(matchedPoints1.Location(i,2)-matchedPoints2.Location(i,2))*pixel_size/2/sin(half_angle*3.14159/180);
        avg=avg+matchedPoints2.Location(i,1)-matchedPoints1.Location(i,1);
        good_match=good_match+1;
    end;
end;

end;
avg=avg/good_match

```

9.2.5 - Valutazione dei risultati

Lo script Matlab restituisce una tabella con le coordinate x,y e z dei punti ricostruiti. La validazione dei risultati propone una analisi qualitativa, una quantitativa e un confronto con la ricostruzione effettuata dal software commerciale Alicona Mex.

Per verificare qualitativamente la correttezza dell' algoritmo la nuvola di punti ottenuta è stata inserita in uno scatter plot.

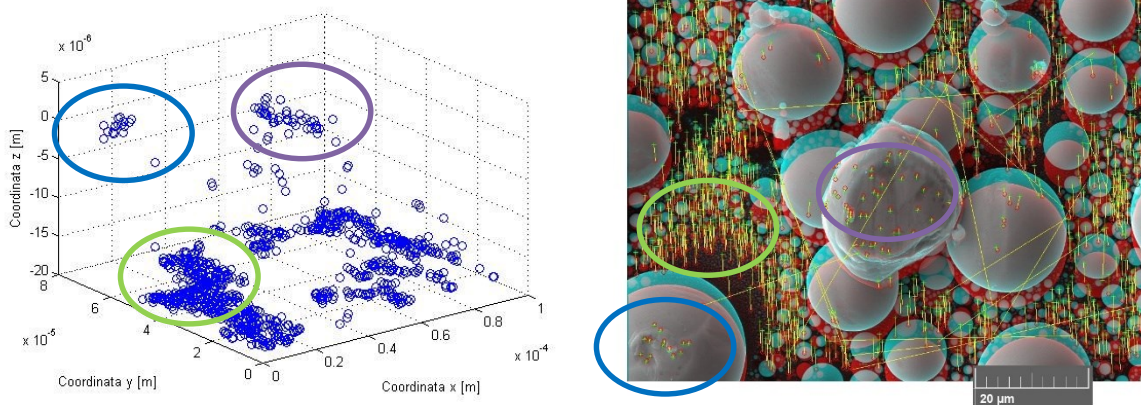


Figura 115 – A sinistra scatter plot della nuvola di punti ottenuta, le coordinate sui diversi assi presentano scale diverse. A destra anaglifo con indicati gli spostamenti dei punti. Gli ellissi evidenziano le medesime regioni.

E' possibile notare come i punti che si trovano sulla cima delle sfere, negli ellissi di contorno di colore blu e giallo, presentano gli spostamenti più piccoli e sono rappresentati più in alto nello scatter plot. Non sembra invece possibile individuare le sfere più piccole, nella regione evidenziata in verde chiaro, che hanno un diametro inferiore alla risoluzione orizzontale della mappa di spostamento. Utilizzando il software commerciale Geomagic Studio 10 la nuvola di punti è stata convertita in una mesh.

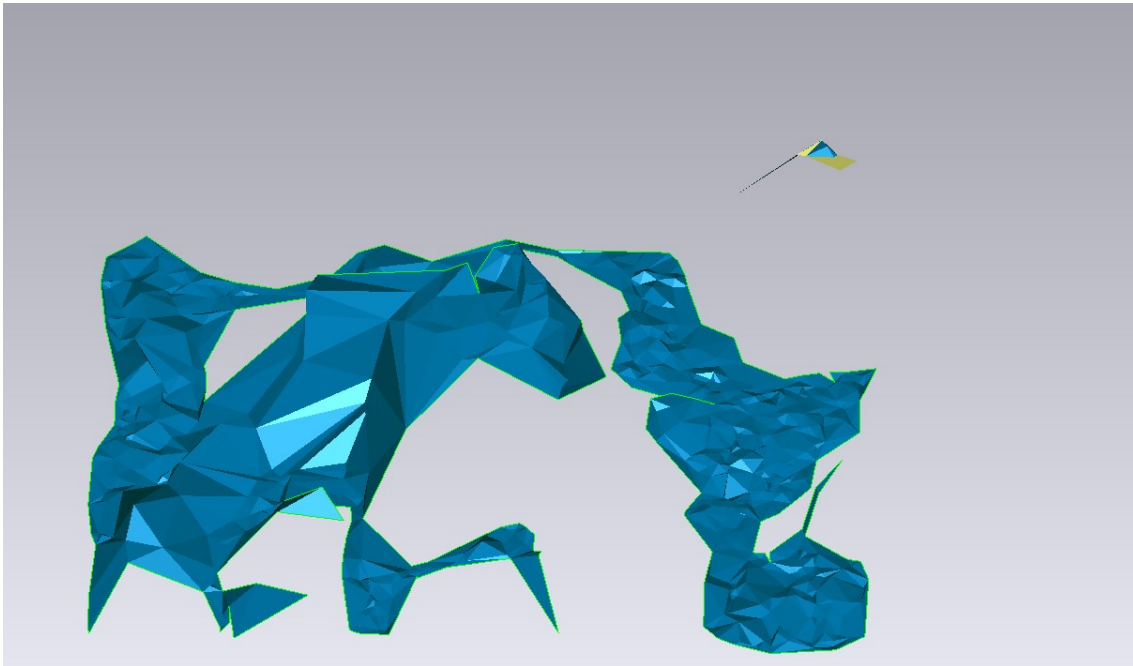


Figura 116 – Ricostruzione 3D ottenuta tramite lo script basato sull'algoritmo SURF

Essendo la mappa di spostamenti non densa non è stato possibile ottenere una mesh continua. Tuttavia è possibile riconoscere le parti superiori delle sfere più grandi. Di seguito è riportata la ricostruzione tridimensionale effettuata utilizzando le medesime immagini dal software Alicona Mex[©]

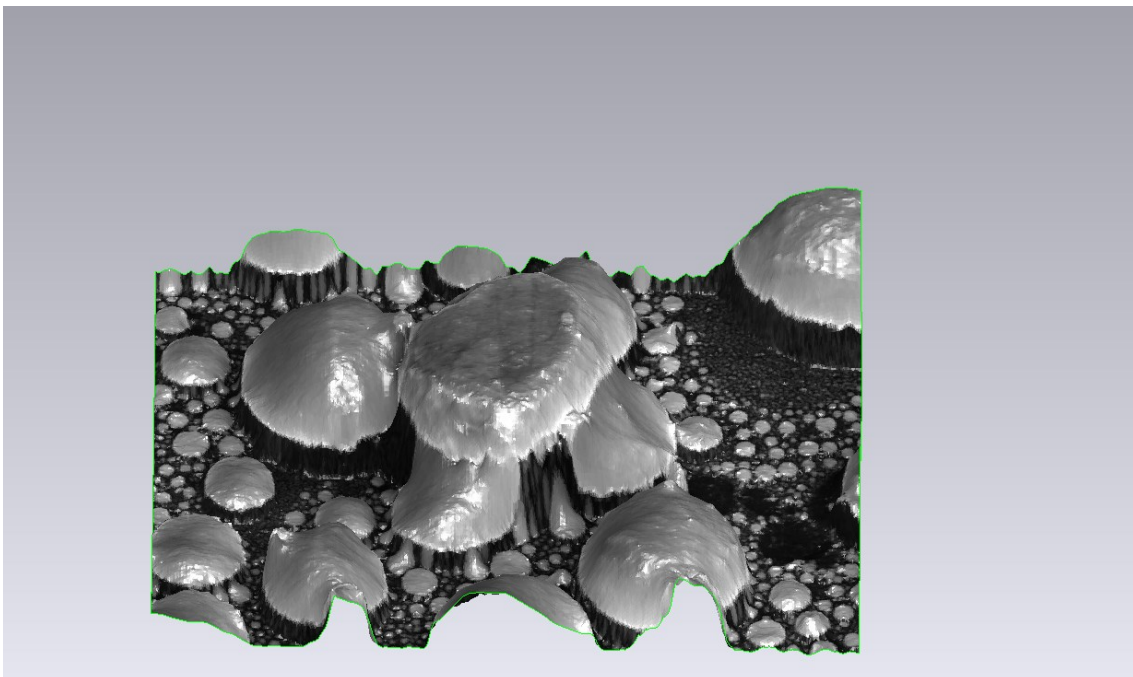


Figura 117 – Ricostruzione 3D ottenuta tramite il software Alicona Mex[©]

La densità della mesh ottenuta dal software Alicona Mex[©] è più elevata. Inoltre la sovrapposizione dell'immagine SEM migliora decisamente l'impatto visivo. Si è quindi proceduto a sovrapporre e allineare le due ricostruzioni proposte. Eventuali differenze sono state valutate tramite il tool 3D Compare di Geomagic e rappresentate tramite una mappa colore.

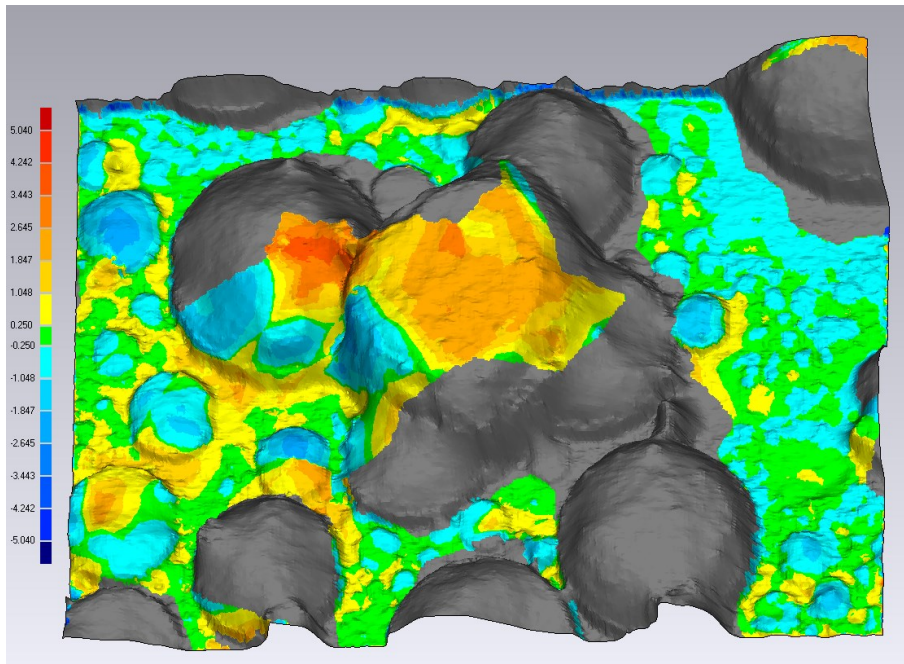


Figura 118 – Confronto della ricostruzione ottenuta tramite lo script basato sull’algoritmo SURF con la ricostruzione ottenuta tramite il software Alicona Mex©

Dal confronto appare come siano presenti importanti differenze tra le ricostruzioni. Per quanto riguarda il piano di base è possibile affermare che la risoluzione della ricostruzione con SURF non abbia consentito di cogliere le sfere più piccole. Tuttavia le differenze nel piano rimangono limitate a meno di 1 μm . Le differenze più importanti si colgono sulle sfere di diametro maggiore. In particolare l’altezza della sfera in alto a destra e della sfera centrale nella ricostruzione Matlab è stata sopravvalutata di circa 2 μm , che comporterebbe un errore pari al 10 %. Complessivamente la deviazione standard valutata tra le due ricostruzioni risulta di 1,126 μm . Questo confronto, sebbene dia una prima misura dell’errore della ricostruzione, potrebbe essere affetto da errori introdotti nella fase di allineamento.

9.2.6 - Mappa sparsa

Nell’implementazione proposta l’algoritmo SURF permette di calcolare solo una mappa di spostamento sparsa. Al momento inoltre non viene assegnato un peso alle corrispondenze individuate. Questa scelta si è mostrata vincente perché non obbliga a nessuna interpolazione che può essere potenziale causa di artefatti. Inoltre la mappa ha mostrato di essere robusta verso la variazione di luminosità della mesa. Per il prossimo futuro è necessario valutare strategie che si pongano l’obiettivo di aumentare la densità della mappa di spostamento.

9.2.7 - Artefatti

Il software autocostruito fornisce l’elenco delle corrispondenze individuate. E’ quindi possibile verificare visivamente la corretta determinazione delle mappe di spostamento.

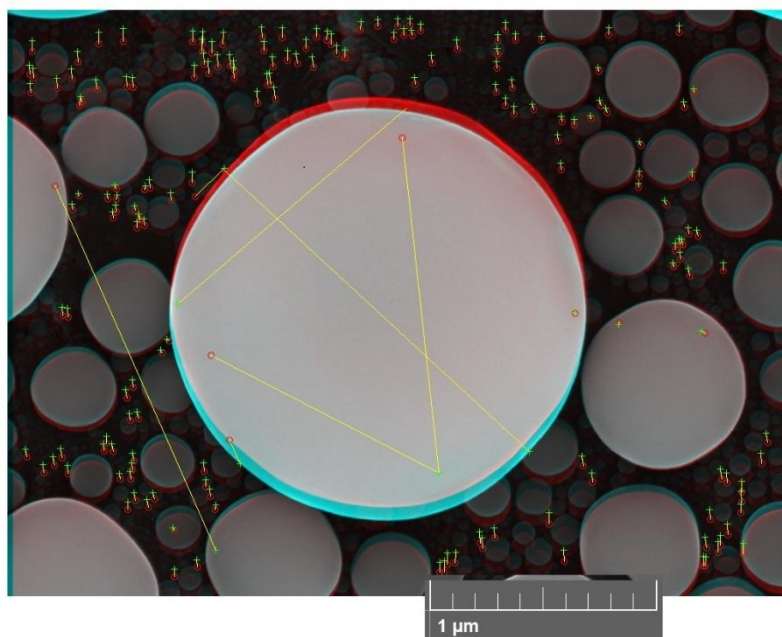
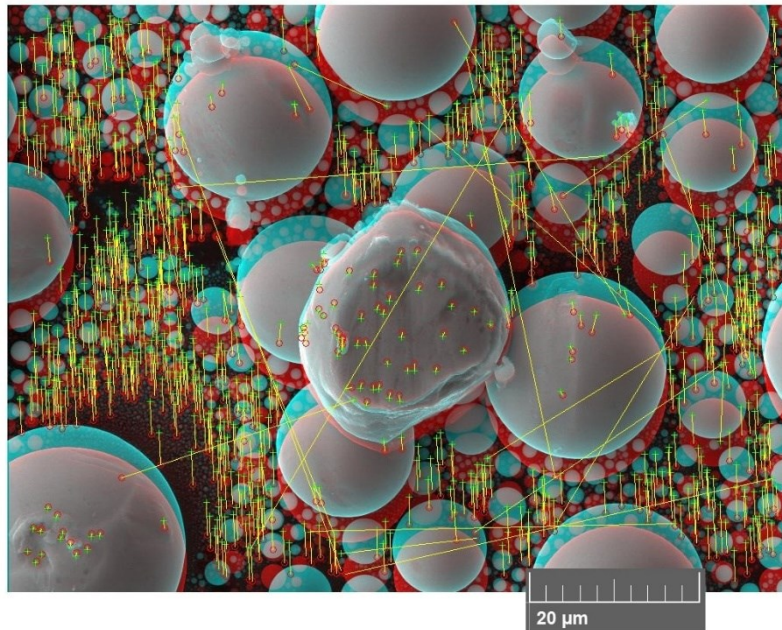


Figura 119– Mappe di spostamento ottenute con SURF. Sono state individuate delle corrispondenze sui punti dei bordi ma sono state rimosse dai vincoli geometrici.

Le mappe di spostamento mostrano come l'algoritmo SURF, correttamente, non riconosca punti omologhi lungo i bordi della sfera. Non sono presenti artefatti.

9.3 - Test sui campioni

Viene qui presentata una panoramica delle ricostruzioni effettuate con SURF. Per uniformità si è scelto di mantenere i parametri scelti in fase di implementazione. Sono comunque stati svolti dei test ricercando combinazioni più efficaci senza ottenere alcun risultato.

9.3.1 - Sfere

Sono state effettuate ricostruzioni su tutte le immagini. E' stato possibile individuare delle sfere dalle coppie di immagini a 3 kX e 12 kX. La ricostruzione effettuata sulle immagini a 80 kX ha permesso di ricostruire solo il substrato.

9.3.2 - Mesa

SURF è stato applicato alla zona degli ‘stressori’ e sulle immagini acquisite sullo spigolo con angolo azimutale di 270° ed energia degli elettroni primari pari a 3 keV. La ricostruzione degli stressori è avvenuta correttamente ed è stata utilizzata per le misure di risoluzione. Sulle immagini dello spigolo è stato possibile individuare solamente punti sul substrato.

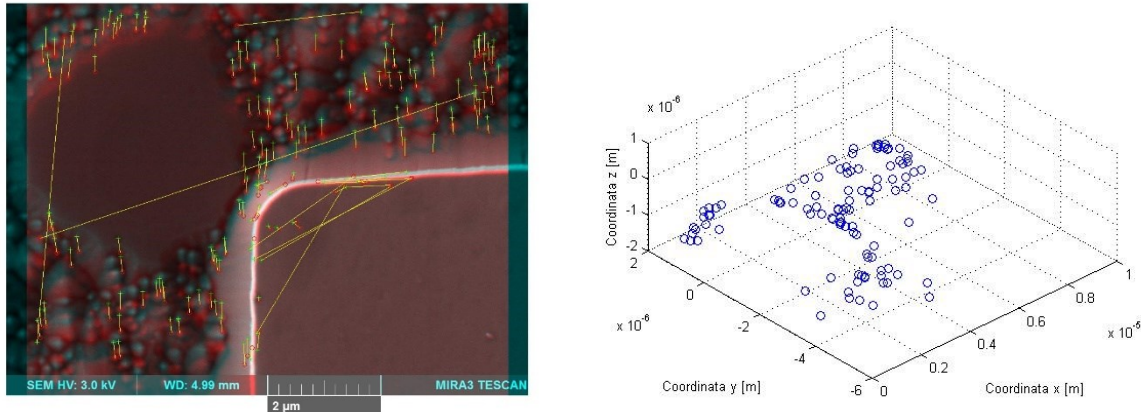


Figura 120 - Ricostruzione dello spigolo con SURF

9.3.3 - Trincee

Non è stato possibile ottenere una ricostruzione perché non sono state individuate corrispondenze valide.

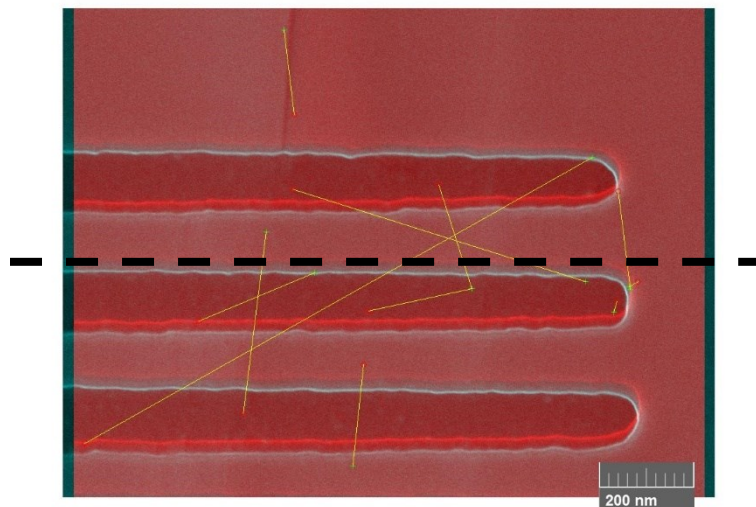


Figura 121 - Corrispondenze individuate sulle trincee. Non rispettano il vincolo geometrico di spostamento perpendicolare all'asse di inclinazione in nero tratteggiato

10 - Ricostruzione manuale delle trincee

Le tecniche finora utilizzate consentono di individuare automaticamente le corrispondenze tra punti omologhi. L'analisi effettuata mostra come con nessuno dei software testati sia stato possibile ottenere una corretta ricostruzione delle trincee. In particolare il software SURF individua solo 7 corrispondenze di cui nessuna corretta. Si è quindi ipotizzato che la difficoltà non fosse legata a un limite della tecnica ma a un problema nel riconoscimento nei punti. Per dirimere il dubbio si è quindi cercato di individuare le corrispondenze manualmente. Le immagini scelte sono quelle con bordi delle trincee parallele all'asse di inclinazione, che secondo le analisi condotte dovrebbe essere quello con le maggiori probabilità di successo. La prima fase di elaborazione ha lo scopo di esaltare i contrasti.

Giova ricordare che la luminosità di ogni pixel dell'immagine è descritta da un numero intero a 16 bit corrispondente a 65'536 livelli. L'istogramma dei livelli mostra come solamente una piccola parte sia effettivamente utilizzata. Si è quindi scelto di ridurre il numero di livelli a 256. Allo scopo si sono ridefiniti i livelli corrispondenti al nero e al bianco. Tutti i pixel con luminosità superiore alla soglia superiore sono quindi diventati bianchi mentre quelli più bui della soglia inferiore sono diventati neri. E' stata inoltre definita una tabella di conversione lineare per i livelli intermedi tra le soglie. Definendo:

- L_{16} la luminosità del pixel nell'immagine a 65'536 livelli;
- L_8 la luminosità del pixel nell'immagine a 256 livelli;
- S_b la soglia di luminosità del bianco;
- S_n la soglia di luminosità del nero;

la conversione è descritta dalla seguente equazione:

Equazione 30 - Taglio dei livelli

$$L_8 = \begin{cases} 256 & \text{se } L_{16} \geq S_b \\ L_{16} \frac{256}{S_b - S_n} & \text{se } S_n < L_{16} < S_b \\ 0 & \text{se } L_{16} \leq S_n \end{cases}$$

A titolo di esempio è riportata l'immagine delle trincee acquisita con angolo di inclinazione pari a +8° e asse parallelo ai bordi prima e dopo l'operazione di taglio dei livelli. Sono inoltre riportati gli istogrammi dei livelli per confronto.

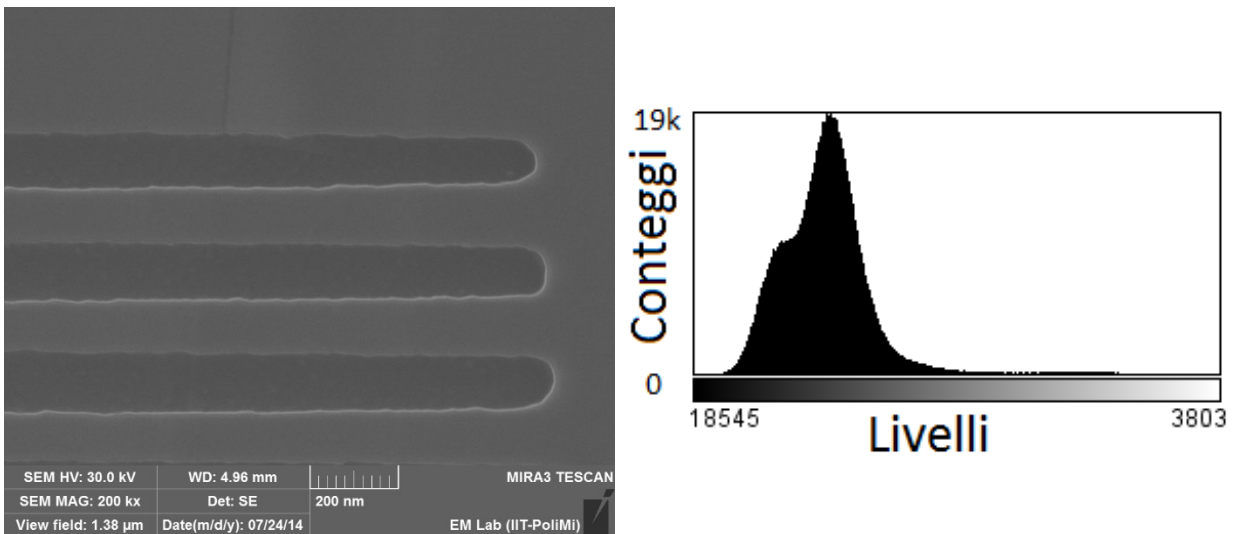


Figura 122 – Immagine delle trincee acquisita con angolo di inclinazione pari a +8° e asse parallelo ai bordi (a sinistra) e corrispondente istogramma dei livelli (a destra)

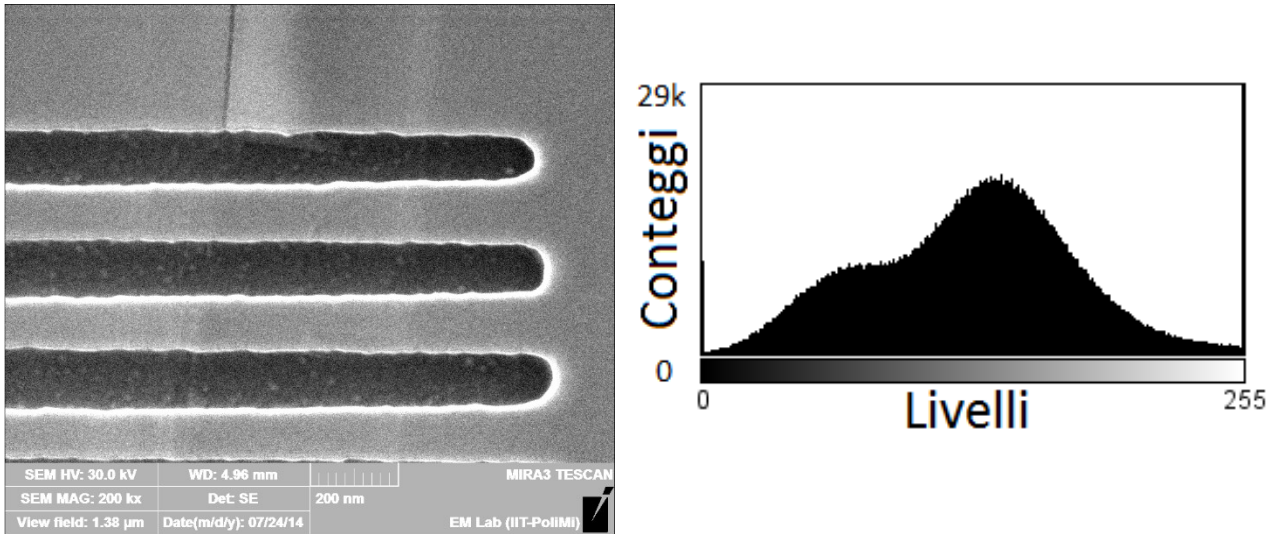


Figura 123 – Immagine delle trincee acquisita con angolo di inclinazione pari a $+8^\circ$ e asse parallelo ai bordi (a sinistra) dopo il taglio dei livelli e corrispondente istogramma (a destra)

L'operazione di taglio dei livelli consente di aumentare il contrasto e rendere riconoscibili delle isole chiare sul fondo delle trincee. Dopo la fase di post-processing le immagine si è nuovamente tentata la via della ricostruzione automatica con SURF che tuttavia non ha permesso di ottenere alcuna corrispondenza. E' un risultato legittimo considerando che l'operazione di taglio dei livelli ha comportato la cancellazione di parte dell'informazione contenuta nell'immagine. Osservando le immagini è possibile distinguere zone più scure, quindi più profonde, che corrispondono alle trincee, mentre le zone più chiare sono la mesa. Sono quindi state individuate manualmente, nell'immagine inclinata con un angolo di $+8^\circ$, 26 zone significative nelle trincee e 32 sulla mesa per cui sono stati ricercati dei punti omologhi nell'immagine con inclinazione opposta.

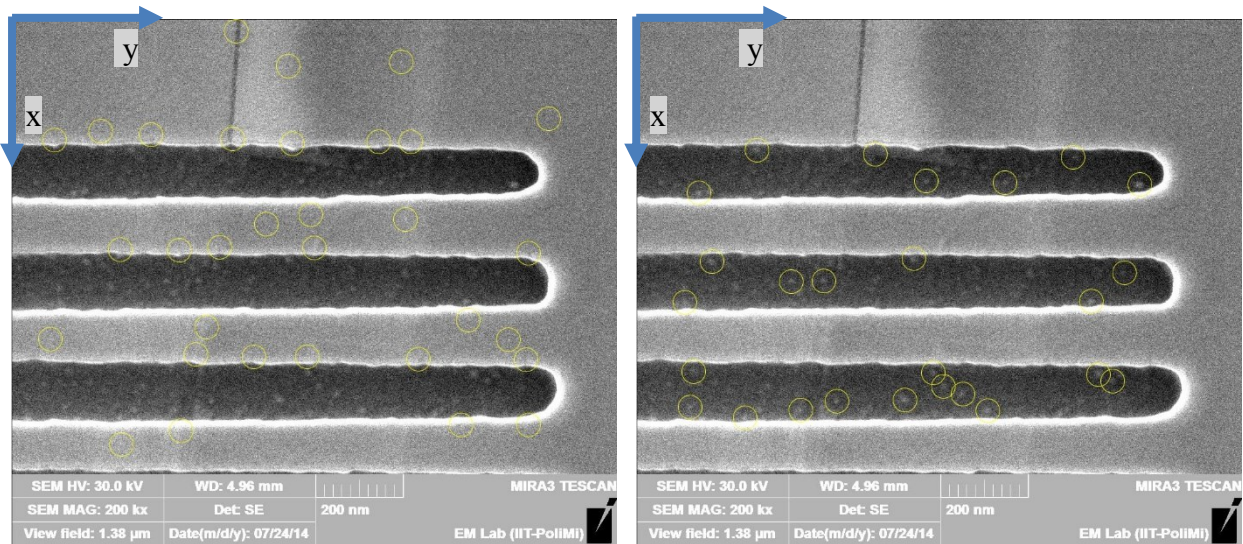


Figura 124 – Le zone riconoscibili sull'immagini acquisita con angolo di inclinazione di $+8^\circ$, a destra sulla mesa e a sinistra nelle trincee. E' inoltre disegnato il sistema di riferimento. L'asse z punta verso l'alto per ottenere una terna destrorsa.

Non tutte le corrispondenze individuate sono da ritenersi corrette. La soglia di spostamento parallelo all'asse di rotazione è stata inizialmente fissata in 4 pixel. Il valore scelto è più restrittivo di quelli mostrati in precedenza in quanto il caso è più complesso. Dopo l'applicazione del filtro i punti omologhi individuati sono 14 nelle trincee e 11 sulla mesa. Successivamente si è realizzato un istogramma delle coordinate z.

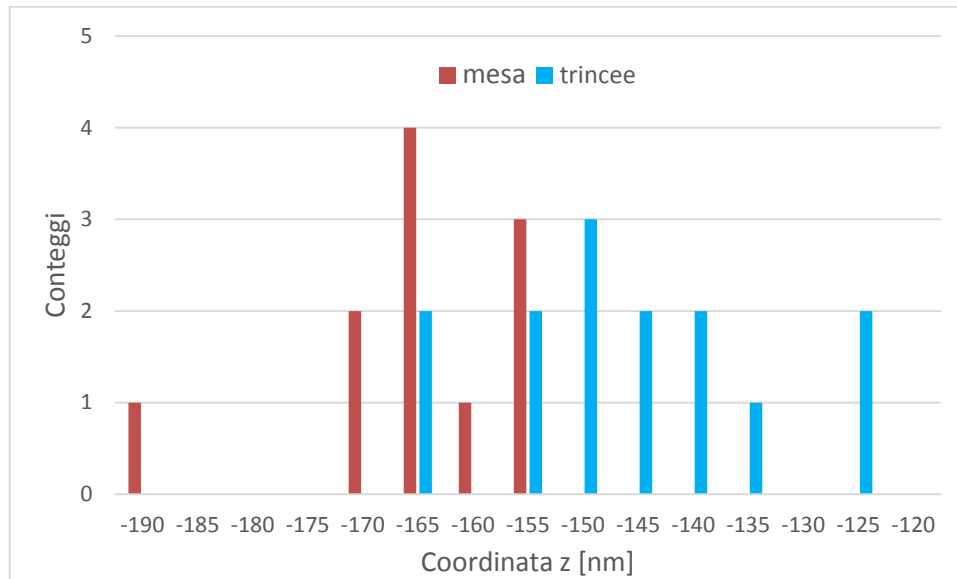


Grafico 14 – Istogramma delle coordinate z misurati sui punti che non presentano spostamenti superiori a 4 pixel parallelamente all’asse di rotazione.

L’istogramma mostra come i punti siano raggruppati in due curve approssimativamente a campana separate molto poco. Supponendo che l’imprecisione di individuazione delle corrispondenze non presenti una direzione preferenziale è possibile applicare la propagazione dell’errore per dare una stima dell’incertezza della misura. E’ stata valutata la deviazione standard degli spostamenti paralleli all’asse di rotazione. Tenendo conto che la posizione del piano è data dalla media delle coordinate l’errore sarà la metà del precedente, considerando inoltre la dimensione del pixel l’incertezza nel piano vale quindi 1,24 nm per le trincee e 1,26 per la mesa. L’elevazione è affetta dall’errore sull’angolo che suppongo trascurabile. Considerando il fattore di proporzionalità si ottiene una semiampiezza dell’intervallo di incertezza sull’elevazione pari a 8,97 nm per la mesa e 9,06 per le trincee. Le deviazioni standard delle distribuzioni di punti sono invece 12,50 nm per i punti nelle trincee e 10,28 per la mesa. La differenza delle coordinate medie tra i punti sulla mesa e nelle trincee vale 20,0 nm. La propagazione degli errori impone la somma delle deviazioni standard. L’errore complessivo risulta 22,7 nm. Si rivela la presenza di errori sistematici, che conducono a una misura di 20 nm quando l’altezza è 40 nm ed errori accidentali che rendono l’incertezza elevata. Si è provato a ridurre la soglia sullo spostamento orizzontale.

Tabella 3 - Differenza di elevazione, incertezza totale, incertezza sui singoli piani e numero di punti in funzione della soglia di spostamento parallelo all’asse di inclinazione

soglia	valore	errore totale	errore mesa	errore trincee	punti trincea	punti mesa
pixel	nm	nm	nm	nm		
4	20,1	22,8	10,3	12,5	14	11
3	18,4	22,3	10,9	11,5	12	8
2,5	20,0	23,2	10,7	11,5	12	7
2	21,0	22,5	10,1	11,3	11	6
1,5	22,1	23,4	10,9	12,4	7	5
1	29,1	22,8	12,6	10,2	7	3

Nel caso di soglia pari a 1 nm la distanza misurata risulta:

Equazione 31- Profondità trincee

$$p = 29 \pm 22 \text{ nm}$$

La misura è affetta da una incertezza pari al 76%. Questa ricostruzione indica che i piani, distanti 40 nm, si possono distinguere applicando un filtro estremamente selettivo ma si è particolarmente vicini al limite di risoluzione.

11 - Analisi e discussione dei risultati

In questo capitolo sono riportati i risultati ottenuti dall'analisi delle ricostruzioni effettuate. La difficoltà nel condurre le analisi deriva dalla disomogeneità dei dati disponibili. Infatti Alicona fornisce i risultati come mesh regolari (insieme di triangoli) mentre SURF calcola punti sparsi. Per entrambi i casi sono state messe a punto delle tecniche per valutare la risoluzione nel posizionamento di una zona significativa nel piano e perpendicolarmente ad esso. In sintesi i tre argomenti trattati sono:

- misura della risoluzione laterale nelle ricostruzioni effettuate;
- misura dell'altezza della mesa nell'area degli 'stressori' per valutare la risoluzione in z;
- confronto della ricostruzione di una sfera con un modello virtuale;
- test sulla precisione di individuazione dei punti da parte dell'algorithm SURF.

11.1 - Misura della risoluzione nel piano

La risoluzione è la minima distanza che rende possibile distinguere due punti oggetto nell'immagine.

11.1.1 - Introduzione teorica alla misura con SURF

Una volta individuati due punti omologhi $P_1(x_1; y_1)$ e $P_2(x_2; y_2)$ le relazioni che consentono di calcolare la coordinate del punto corrispondente nello spazio tridimensionale in caso di asse di rotazione parallelo all'asse y e semiangolo pari a θ sono le seguenti:

Equazione 32- Equazione che legano gli spostamenti di parallasse alla coordinata del punto 3D

$$\begin{cases} x = \frac{x_1 + x_2}{2 \cos\theta} \\ y = \frac{y_1 + y_2}{2} \\ z = \frac{x_1 - x_2}{2 \sin\theta} \end{cases}$$

Si propone ora un metodo per valutare l'incertezza sulle coordinate x e y studiando la dispersione degli spostamenti paralleli all'asse di inclinazione del campione. I vincoli geometrici impongono che gli spostamenti di parallasse possano essere solamente perpendicolari all'asse di inclinazione. In questo caso quindi gli spostamenti possono comportare solo una variazione della coordinata x. Si può verificare sperimentalmente come la differenza delle coordinate y non sia tuttavia nulla, ma contenuta come mostrato nel Grafico 15. Una differenza delle coordinate y non nulla può evidenziare, come già discusso nel paragrafo relativo all'implementazione del software basato su SURF, un difetto di allineamento. Una volta corretto tale difetto è comunque possibile notare che la differenza tra le coordinate y per i punti della nuvola forma una distribuzione a media nulla come mostrato nell'istogramma seguente.

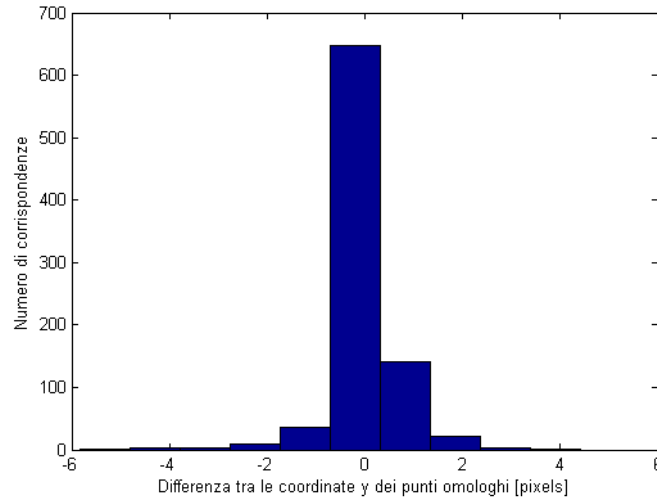


Grafico 15 - Distribuzione della differenza delle coordinate y per le corrispondenze individuate sulla ricostruzione delle sfere da immagini con magnificazione pari a 3 kX. Immagini allineate in modo che gli spostamenti paralleli all'asse di rotazione fossero nulli.

La differenza tra le coordinate y è dovuta quindi a imprecisioni nell'individuazione delle coordinate delle zone omologhe. Tale errore si manifesta nell'individuazione nel piano della posizione delle zone omologhe. In particolare l'errore viene generato nell'individuazione delle zone significative e affligge le coordinate $(x_1; y_1; x_2; y_2)$ che quindi risultano più correttamente $(x_1 \pm \Delta x_1; y_1 \pm \Delta y_1; x_2 \pm \Delta x_2; y_2 \pm \Delta y_2)$. La propagazione dell'errore consente di valutare l'errore per le coordinate tridimensionali. E' inoltre riportata la condizione geometrica sugli spostamenti.

Equazione 33 - Errore sulle coordinate del punto 3D

$$\left\{ \begin{array}{l} x = \frac{x_1 + x_2}{2 \cos\theta} \approx \frac{x_1 + x_2}{2} \pm \frac{\Delta x_1 + \Delta x_2}{2} \\ y = \frac{y_1 + y_2}{2} \pm \frac{\Delta y_1 + \Delta y_2}{2} \\ z = \frac{x_1 - x_2}{2 \sin\theta} \pm \frac{\Delta x_1 + \Delta x_2}{2} \\ 0 \approx (y_1 - y_2) \pm (\Delta y_1 + \Delta y_2) \end{array} \right.$$

La scelta di trascurare il coseno del semiangolo comporta un errore sistematico aggiuntivo pari a $\frac{1}{\cos 10^\circ} - 1 = 0,015 < 2\%$. Questa scelta permette tuttavia di stimare un solo valore di risoluzione nel piano. Si nota che l'errore sulla differenza delle y è il doppio di quello sulla coordinata y del punto nello spazio (propagazione statistica dell'incertezza di due grandezze indipendenti). Considerando che il software SURF ricerca le zone significative in modo indipendente dall'orientazione si è ipotizzato che anche la distribuzione dell'errore nella ricerca delle corrispondenze fosse indipendente dall'orientazione. Sono quindi state introdotte le approssimazioni $\Delta x_1 = \Delta y_1$ e $\Delta x_2 = \Delta y_2$. Ponendo infine $(\Delta y_1 + \Delta y_2) = \Delta e$ risulta:

Equazione 34- Errore sulle coordinate del punto 3D approssimato

$$\left\{ \begin{array}{l} x = \frac{x_1 + x_2}{2 \cos\theta} \approx \frac{x_1 + x_2}{2} \pm \frac{\Delta e}{2} \\ y = \frac{y_1 + y_2}{2} \pm \frac{\Delta e}{2} \\ z = \frac{x_1 - x_2}{2 \sin\theta} \pm \frac{\Delta e}{2} \\ 0 \approx (y_1 - y_2) \pm \Delta e \end{array} \right.$$

L'errore Δe si può stimare in modo non distorto calcolando la varianza sul vettore delle differenze delle coordinate y . Essendo tale vettore a media nulla la formula risulta:

Equazione 35 - Deviazione standard degli scarti

$$\Delta e = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (y_{1,i} - y_{2,i})^2}{N}}$$

E' poi necessario moltiplicare per la dimensione del pixel per ottenere un risultato espresso in unità di lunghezza.

11.1.2 - Risoluzione nel piano con SURF

La valutazione dell'errore nella ricerca dei punti omologhi è stata effettuata in tutte le ricostruzioni effettuate con il software SURF. Le risoluzioni calcolate sono state riportate in una tabella che include anche altri parametri significativi relativi alla coppia di immagini utilizzate.

Tabella 4 - Risoluzione nel piano delle ricostruzioni effettuate con SURF

	Magnificazione	Semiangolo	Tensione	Corrispondenze	Risoluzione nel piano		Risoluzione in z
	kX	°	kV		pixel	nm	nm
Stressore	50	6	30	114	0,675	3,65	260
Black silicon	40	6	30	333	0,378	2,56	-
Mesa 0°	30	6	3	177	0,5665	5,16	-
Sfere (inbeam)	80	6	30	313	0,486	1,64	-
Mesa 180°	30	6	3	181	0,803	7,31	-
Sfere	12	6	30	952	0,188	4,24	-
Sfere	3	6	30	871	0,360	34,33	700

Tutte le ricostruzioni sono state ottenute da coppie di immagini ottenute inclinando il campione di un semiangolo di 6°. La risoluzione nel piano risulta inferiore a 8 nm eccetto che nelle coppia di immagini acquisite relative alle sfere con magnificazione 3 kX. Nelle sfere è possibile che la risoluzione sia stata determinata dalla magnificazione ridotta, infatti il valore espresso in pixel è uno dei migliori. Il valore migliore, pari a 1,64 nm, è stato ottenuto sull'immagine delle sfere acquisita con magnificazione 80 kX e il rivelatore in colonna. Il risultato è compatibile con quanto riportato in letteratura, dove viene mostrato che il rivelatore in colonna è in grado di mettere in evidenza un maggior numero di dettagli con più risoluzione rispetto all'Everhart-Thornley [39]. Le risoluzioni ottenute sono migliori di due ordini di grandezza a quanto ottenibile tramite profilometria olografica digitale in olio (300 nm) e compatibili con i limiti di risoluzione orizzontale misurati durante la caratterizzazione del microscopio.

11.1.3 - Risoluzione nel piano con Alicona

Alicona non fornisce alcun dato utile per valutare la risoluzione nel piano dell'immagine. Le uniche informazioni possono essere ottenute da analisi a posteriori sulle ricostruzioni tridimensionali. Non è altresì disponibile una correlazione tra punti della ricostruzione e punti delle immagini SEM. E' quindi stato necessario individuare alcune zone che fossero riconoscibili sia nella ricostruzione che nell'immagine SEM. L'analisi è stata condotta sulla ricostruzione delle sfere di stagno su carbonio a

3 kX. La scelta è stata dovuta soprattutto alla presenza di numerose sfere di poche decine di pixel di diametro che potessero fungere da punti di riferimento. La prima operazione è stata l'allineamento dell'asse z alla normale al campione. Per ottenere lo scopo sono state individuate delle zone relativamente piane il più possibile sparse sul campione ed è stato calcolato il piano che meglio le descrive. Successivamente il campione è stato ruotato fino a portare l'asse z parallelo alla normale al piano. Sono stati poi individuati 11 punti, corrispondenti ai centri di sfere così piccole da non essere state ricostruite ma così grandi da apparire riconoscibili. Per ogni punto individuato sono state registrate le coordinate cartesiane.

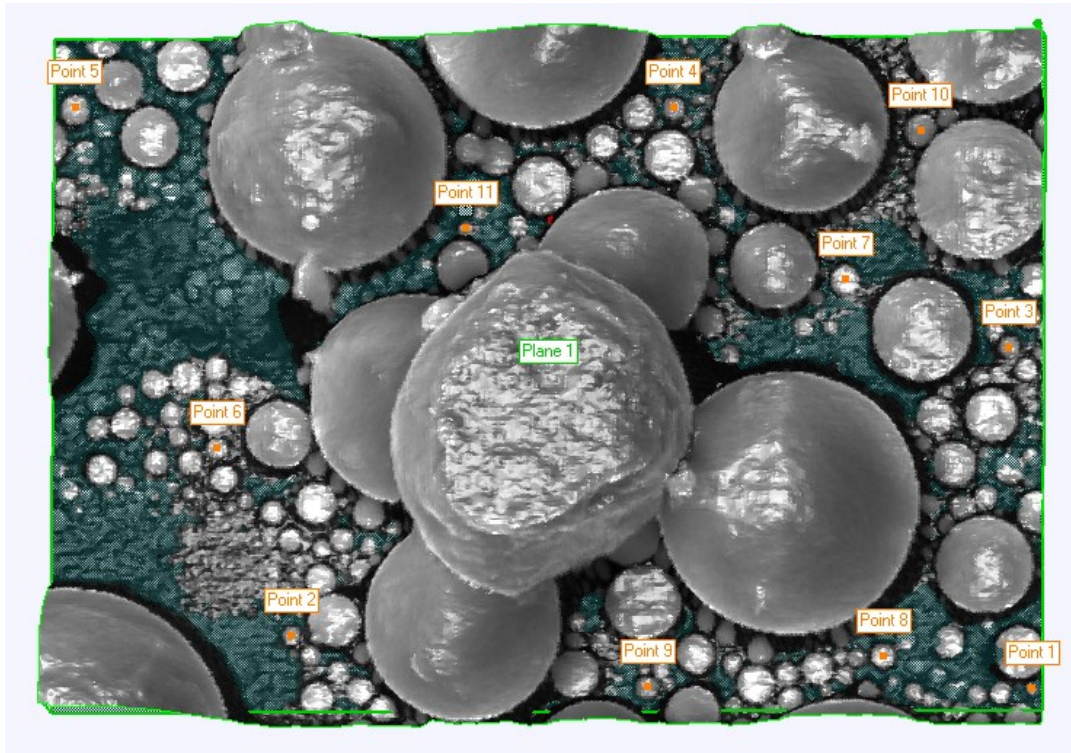


Figura 125 - Punti riconoscibili con precisione individuati ad occhio sulla ricostruzione delle sfere

Il confronto è stato effettuato con una immagine SEM acquisita senza inclinazione del campione. Per ritrovare il punto con precisione è necessario individuare la sfera di cui esso è il centro. Si è quindi proceduto ad allineare immagine e ricostruzione confrontando la posizione e l'orientazione delle sfere più grandi e riconoscibili. Una volta completato l'allineamento è stato possibile individuare la posizione di sfere via via più piccole. Una volta individuata la sfera corretta è stato possibile determinarne il centro e registrarne le coordinate dell'immagine. Il diametro medio delle sfere scelte come riferimento è inferiore a 20 pixel, il centro può essere quindi determinato con precisione almeno pari a un pixel che corrisponde a 90 nm.

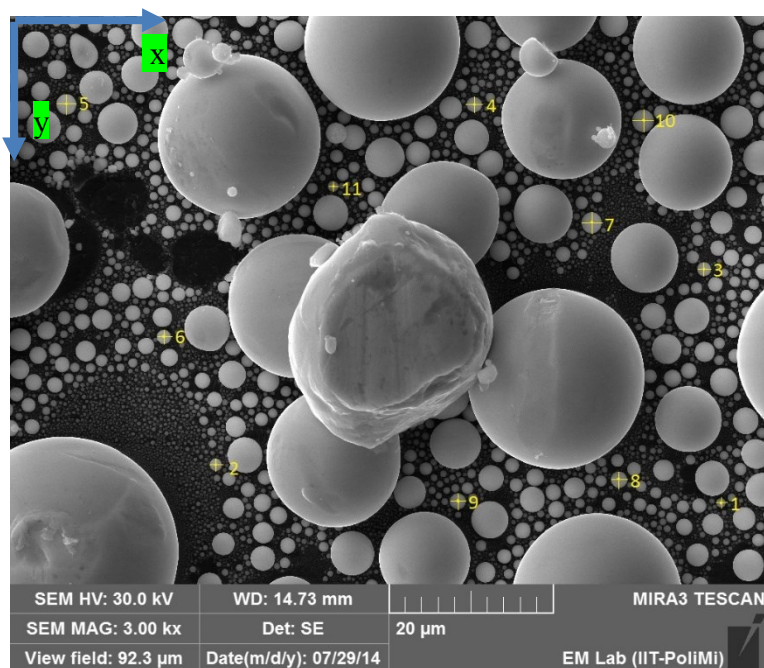


Figura 126 - Punti corrispondenti a quelli già individuati sulla ricostruzione mostrati in Figura 125. Per facilitare il riconoscimento delle corrispondenze i punti sono numerati

Una volta registrate tutte le coordinate i punti sono stati numerati sia sull'immagine SEM che sulla ricostruzione. Congiungendo punti individuati da numeri che differiscono per una unità è possibile individuare un percorso chiamato pista cifrata. Si è inoltre collegato l'ultimo punto con il primo ottenendo un percorso chiuso. Si sono quindi confrontati i percorsi così ottenuti sull'immagine SEM e sulla ricostruzione. Il confronto ha riguardato sia la lunghezza dei segmenti consecutivi che gli angoli tra due segmenti adiacenti. Dato i l'indice del punto di coordinate x_i, y_i la distanza la lunghezza dei segmenti della pista cifrata è stata calcolata con la formula:

Equazione 36 - Lunghezza segmento pista cifrata

$$d = \sqrt{(x_{i+1} - x_i)^2 + (y_{i+1} - y_i)^2}$$

Tabella 5 - Confronto delle lunghezze dei segmenti delle piste cifrate individuate sull'immagine SEM e sulla ricostruzione 3D

ID	Alicona				SEM			Scarto	
	x μm	y μm	z μm	Distanza μm	x μm	y μm	Distanza μm	nm	%
1	-25,676	-40,250	0,117	60,9970	961	657	60,8487	-148,3	-2,44
2	-21,150	21,295	0,478	61,7112	278	606	61,7124	1,2	0,02
3	2,761	-38,191	0,559	64,1118	938	343	64,0163	-95,5	-1,49
4	22,845	-10,200	0,386	34,4509	628	120	34,4085	-42,4	-1,23
5	23,005	39,516	0,271	49,7163	76	119	49,7375	21,2	0,43
6	-5,470	27,587	0,500	30,8727	208	434	30,7740	-98,7	-3,21
7	8,475	-24,591	0,226	54,0093	787	280	53,9840	-25,3	-0,47
8	-22,908	-27,902	0,258	31,5572	823	625	31,2547	-302,5	-9,68
9	-25,443	-8,311	0,301	19,7543	606	656	19,7511	-3,3	-0,16
10	20,835	-30,789	0,834	51,4482	856	141	51,5821	133,9	2,60
11	12,902	6,998	0,158	38,6107	437	231	38,6147	3,9	0,10
								Media	-50,52
								Dev. St.	112,86

La media degli scarti è negativa, questo potrebbe indicare la necessità di dover considerare un fattore di scala tra la ricostruzione e l'immagine. Lo spostamento medio corrisponde a 50 nm che:

- è meno del doppio di quanto ottenuto per la risoluzione orizzontale della ricostruzione ottenuta con l'algoritmo SURF;
- è pari a mezzo pixel sull'immagine SEM.

Considerando che la deviazione standard degli scarti indica una differenza di poco superiore al pixel, che è l'errore stimato per l'individuazione dei punti si è quindi ritenuto non necessario procedere a ulteriori analisi. Gli scarti relativi sono inferiori al 5% eccetto un picco al 10%. E' inoltre proposto un confronto sugli angoli tra due segmenti consecutivi valutati secondo l'espressione:

Equazione 37- Angolo tra due segmenti consecutivi della pista cifrata

$$\theta = \arctan \frac{y_{i+1} - y_i}{x_{i+1} - x_i} - \arctan \frac{y_i - y_{i-1}}{x_i - x_{i-1}}$$

Tabella 6 - Confronto tra gli angoli di segmenti consecutivi della pista cifrata sulla ricostruzione 3D e sull'immagine SEM

ID	Alicona				SEM			Scarto
	x	Y	z	Angolo	x	y	Angolo	
	µm	µm	µm	rad	µm	µm	rad	rad
1	-25,676	-40,250	0,117	-0,6113	961	657	0,6081	-0,0032
2	-21,150	21,295	0,478	2,6860	278	606	0,4537	-0,0019
3	2,761	-38,191	0,559	-2,1370	938	343	-1,0028	0,0018
4	22,845	-10,200	0,386	-0,6192	628	120	0,6218	0,0026
5	23,005	39,516	0,271	1,1709	76	119	-1,1722	-0,0013
6	-5,470	27,587	0,500	1,7064	208	434	1,4339	-0,0013
7	8,475	-24,591	0,226	-1,4148	787	280	-1,7268	0,0001
8	-22,908	-27,902	0,258	1,5472	823	625	1,6087	0,0144
9	-25,443	-8,311	0,301	-0,9900	606	656	0,9770	-0,0130
10	20,835	-30,789	0,834	0,9117	856	141	-0,9073	0,0044
11	12,902	6,998	0,158	-2,2499	437	231	-0,8942	-0,0025
							Media	0,00
							Dev. St.	0,0068

La differenza tra gli angoli è inferiore a 5 mrad eccetto che per i punti 8 e 9 dove risulta comunque inferiore a 15 mrad. Queste variazioni sono state valutate come accettabili.

11.2 - Misura dell'altezza della mesa

Il confronto è stato effettuato in due passaggi. Il primo passaggio ha previsto un confronto tra Alicona e SURF che è stata effettuata sulla zona denominata 'stressore' del campione 'mesa di germanio su silicio'. Nel secondo passaggio viene proposto un confronto tra le abilità di individuazione di punti significativi su immagini digitali da parte di SURF e dell'occhio umano. Il campione utilizzato per lo scopo è il piano superiore del cantilever.

11.2.1 - SURF

La misura della precisione e dell'accuratezza nella ricostruzione di un piano è stata effettuata sull'area degli stressori del campione 'mesa di Silicio-Germanio'. La coppia di immagini acquisite presenta una notevole presenza di punti riconoscibili sia sul piano del campione che sul piano della mesa. I parametri utilizzati sono identici a quelli scelti in fase di implementazione.

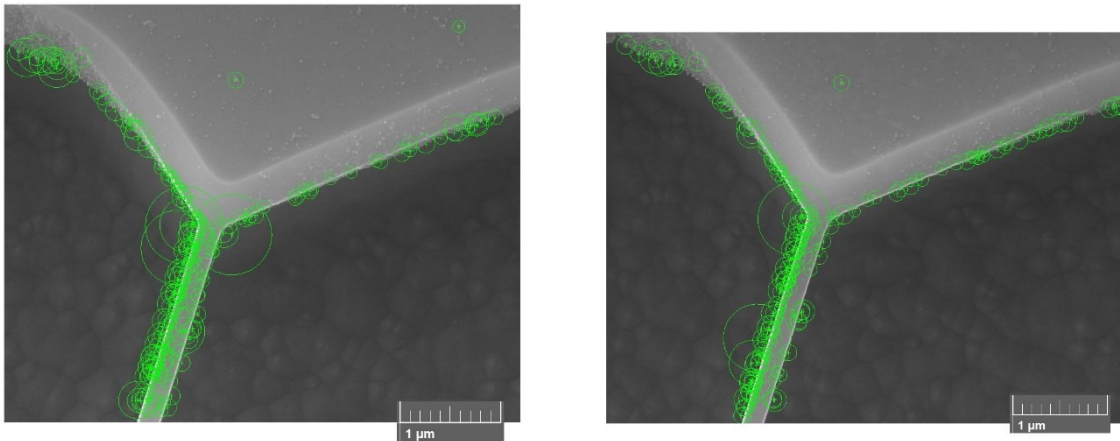


Figura 127 – Zone significative individuate sull'immagine di destra e di sinistra dello stressore.

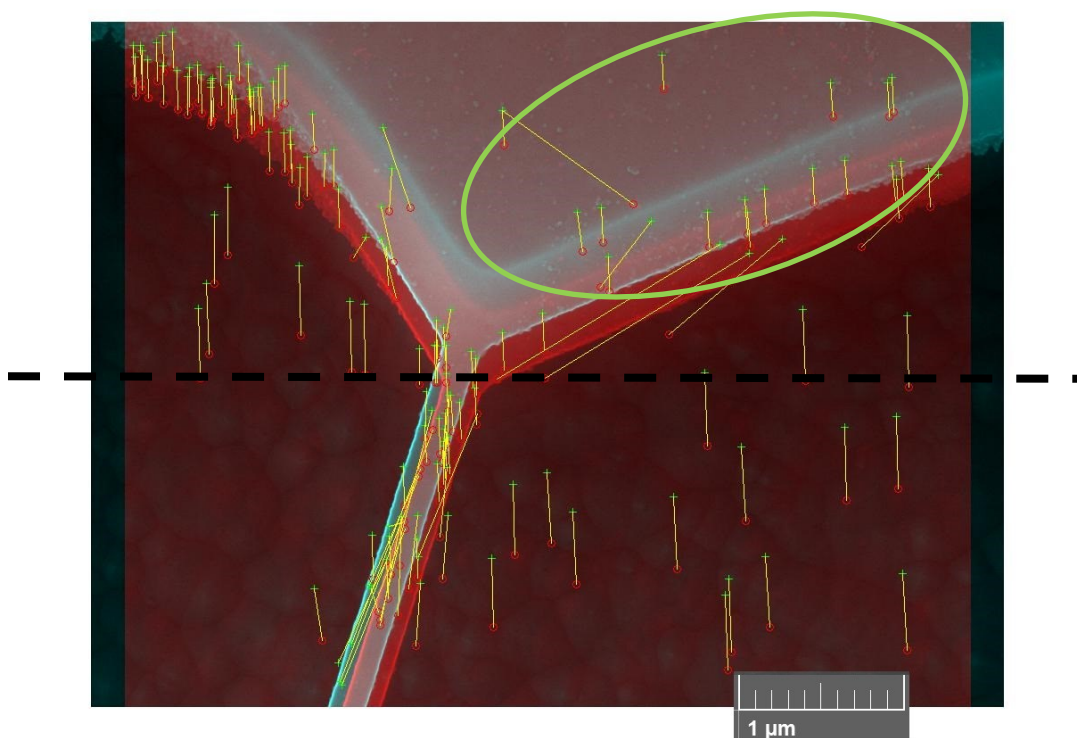


Figura 128 – Le corrispondenze individuate riportate come linee gialle sull'anaglifo dello stressore. Solo gli spostamenti perpendicolari all'asse di inclinazione, in nero tratteggiato, possono essere accettati. Gli spostamenti presenti nell'ellisse presentano intensità molto simili tra loro.

Sono state individuate 144 corrispondenze ma solo il 79% sono state accettate dal vincolo geometrico che impone spostamenti perpendicolari all'asse di rotazione. E' importante notare sin dalla mappa delle corrispondenze come tutti gli spostamenti nell'ellisse presentino intensità molto simili. Ciò significa che nella ricostruzione i punti presenteranno coordinate z in un intervallo ristretto. Questo indica che non è presente un errore nella ricostruzione del piano superiore della mesa come avviene nelle ricostruzioni degli spigoli con il software Alicona. L'assenza di artefatti è apprezzabile osservando la nuvola di punti ricostruita.

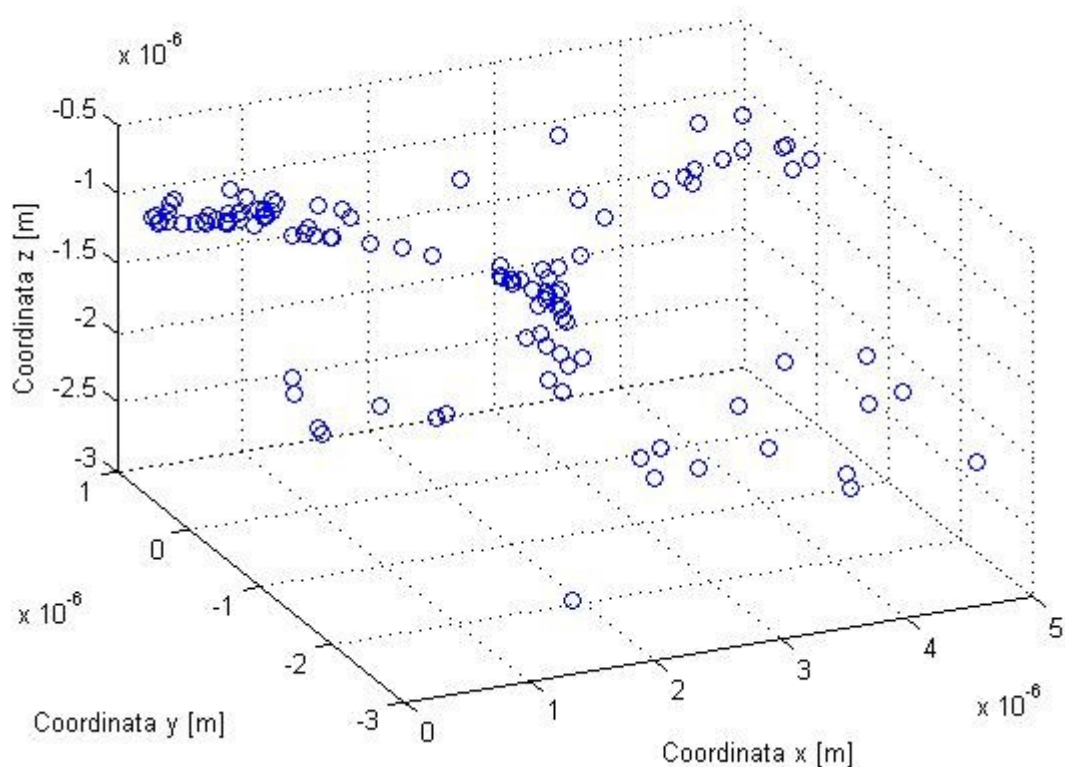


Figura 129 – Scatter plot della nuvola di punti ottenuta dalla ricostruzione dello stressore.

Il sistema di riferimento scelto prevede che l'asse z sia perpendicolare al piano della mesa che a sua volta è parallelo al substrato. Le coordinate z dei punti sono state inserite in un istogramma.

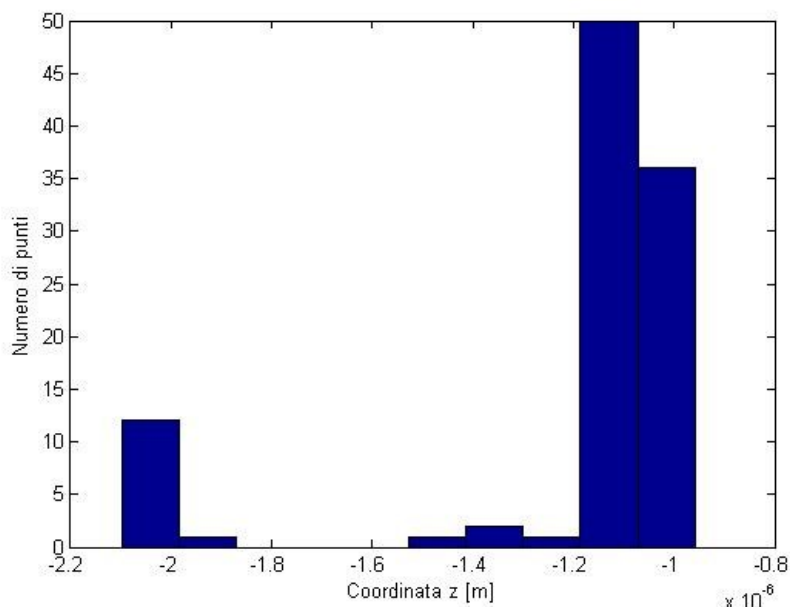


Figura 130 – Istogramma delle coordinate z della ricostruzione dello stressore.

Osservando l'istogramma e la ricostruzione si può apprezzare come siano stati identificati due piani perpendicolari alla coordinata z distanti circa 1 μm. Il picco relativo al piano superiore presenta una coda asimmetrica che corrisponde ai punti sullo stressore, che risulta più in basso rispetto alla mesa. Si è tuttavia scelto di trascurare eventuali rugosità e lo stressore e approssimare il campione con due piani paralleli. I punti appartenenti ai due piani sono stati separati applicando una soglia sulla

coordinata z pari a $-1,5 \mu\text{m}$. Sono quindi stati ottenuti due istogrammi che mostrano la distribuzione delle coordinate z sul piano del campione e sul piano della mesa.

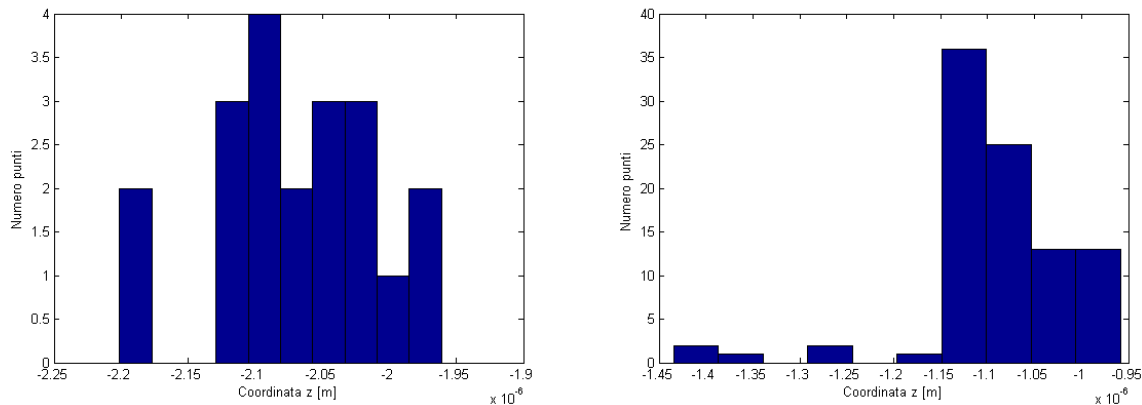


Grafico 16 – Istogramma della coordinata z dei punti del piano del campione (a sinistra) e della mesa (a destra)

Per ognuna delle due distribuzioni è stata valutata la media e la deviazione standard.

Tabella 7 - Misura dell'altezza della mesa dalla ricostruzione dello stressore eseguita SURF

	Media	Dev. St.	Dev. St.
	μm	μm	%
Campione	-2,068	0,061	6,2
Mesa	-1,091	0,080	8,2
Dimensione critica	0,977		

L'altezza della mesa risulta quindi $0,98 \pm 0,14 \mu\text{m}$ dove l'errore è stato ottenuto sommando le deviazioni standard delle distribuzioni. Vorrei ricordare come tale risultato sia molto sovrastimato in quanto la distribuzione non è causata solamente da un errore di ricostruzione ma anche da una imprecisione del modello del campione.

11.2.2 - Alicona

Una immagine assonometrica della ricostruzione proposta da proposta di seguito.

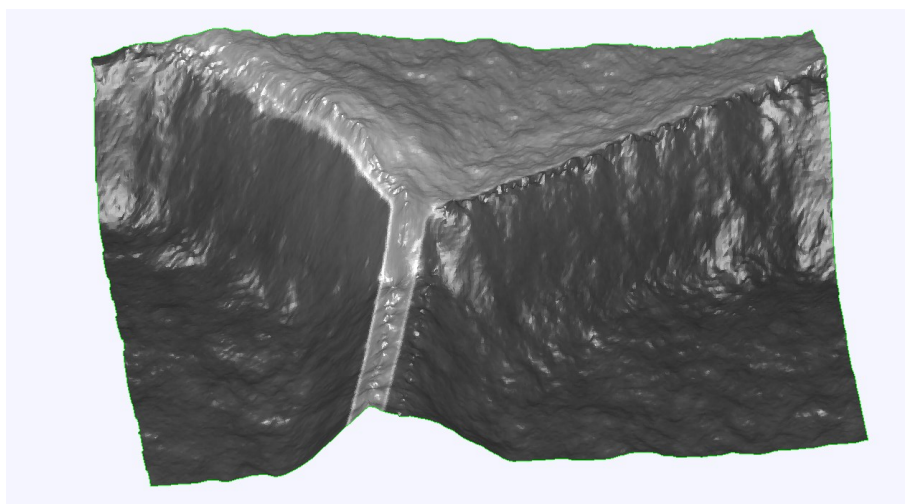


Figura 131 - Proiezione assonometrica della ricostruzione dello stressore proposta da Alicona

La ricostruzione è affetta dall'artefatto sulla planarità della mesa con le medesime caratteristiche di quelli già visti per la zona degli spigoli. Anche in questo caso la coppia di immagini sorgente è stata acquisita con elettroni primari di energia pari a 30 keV. Si procede comunque ricercando le equazioni dei piani che meglio si adattano al substrato e alla mesa.

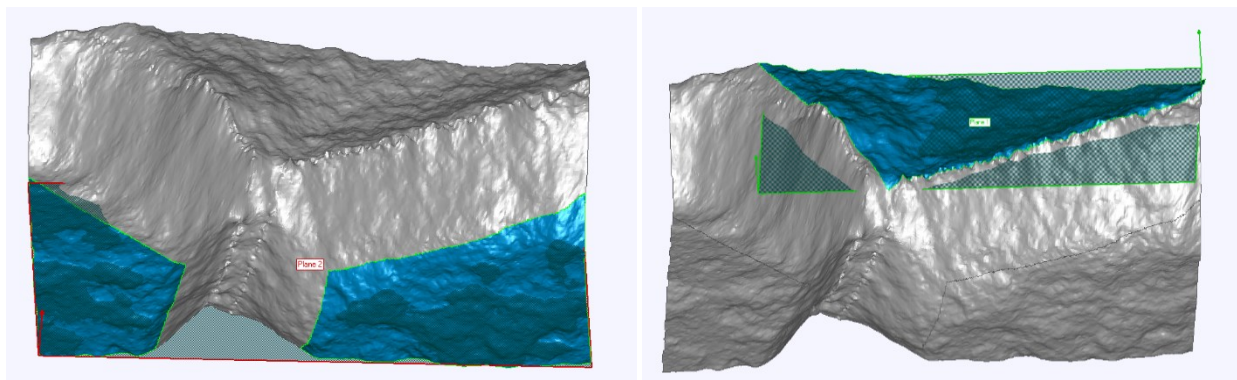


Figura 132 – Proiezioni assometriche della ricostruzione. A sinistra è evidenziata in blu l'area di campione dove non è presente la mesa utilizzata per il calcolo del piano ottimo. A destra, nei medesimi colori, l'area individuata sopra la mesa.

Il piano interpolante inferiore è stato scelto tramite la procedura automatica di minimizzazione dei quadrati degli scarti. Non è stato possibile seguire la medesima procedura per il piano superiore a causa degli artefatti di ricostruzione sul bordo della mesa. Si è quindi scelto di applicare la medesima procedura di minimizzazione dei quadrati degli scarti imponendo però il vincolo di parallelismo tra il piano superiore e quello inferiore. La procedura di minimizzazione valuta inoltre il punto sul piano più vicino al baricentro della nuvola di punti che viene definito 'centro'.

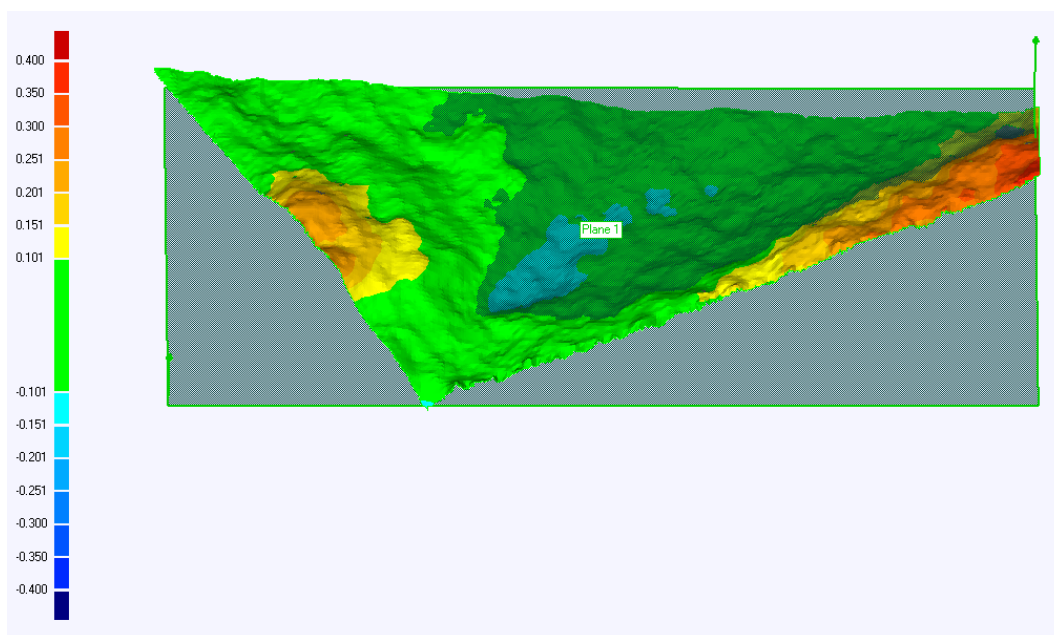


Figura 133 – Interpolazione del piano superiore. Le zone al di sotto del piano sono di un colore più scuro. I parametri che descrivono il piano sono il 'centro' (3,4242 μm ; 2,1327 μm ; -0,2597 μm) e la normale (0,053; 0,005; 0,999). La deviazione standard degli scostamenti della ricostruzione rispetto al piano vale 0,101 μm

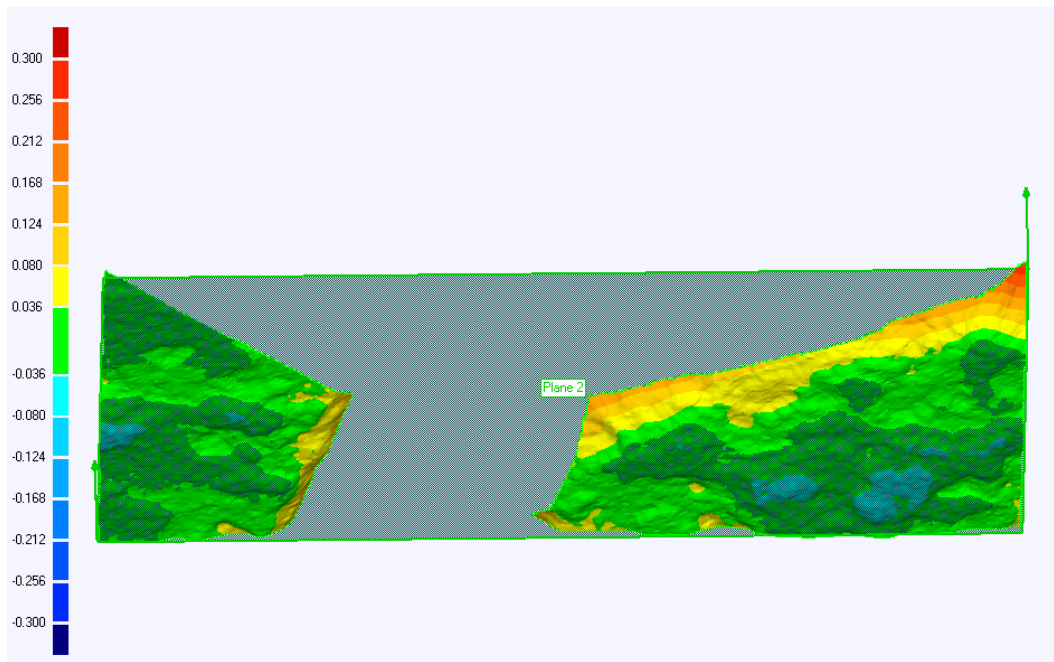


Figura 134 – Interpolazione del piano inferiore. Le zone al di sotto del piano sono di un colore più scuro. I parametri che descrivono il piano sono il ‘centro’ (2,1774 μm ; 2,5677 μm ; -1,0367 μm) e la normale (0,053; 0,005; 0,999). La deviazione standard degli scostamenti della ricostruzione rispetto al piano vale 0,036

La distanza tra i due piani è stata calcolata valutando il prodotto scalare tra la normale e il vettore spostamento tra i ‘centri’ dei piani individuati. L’errore sulla distanza è stato valutato sommando gli errori stimati per la misura delle coordinate. La distanza risulta quindi

Equazione 38 – Altezza della mesa valutata sulla ricostruzione dello stressore proposta da Alicona

$$d = 0,78 \mu\text{m} \pm 0,14 \mu\text{m}$$

11.2.3 - Il profilometro olografico

La mesa è stata studiata sia con la profilometria olografica digitale che con la stereoscopia. Nella zona dello stressore la ricostruzione profilometrica presenta degli effetti di diffrazione che rendono il confronto poco significativo. Questo è noto, in quanto lo stressore, largo 240 nm è al di sotto del limite di diffrazione.

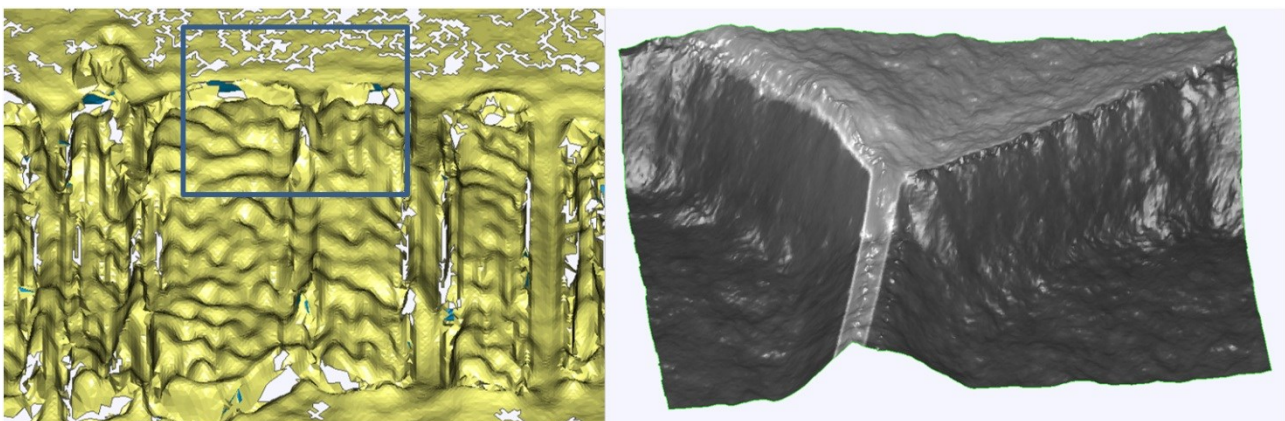


Figura 135– Modello tridimensionale della zona degli stressori ottenuto tramite profilometria (a sinistra). Il rettangolo blu evidenzia la zona che è stata ricostruita tramite stereoscopia (a destra)

La misura dell'altezza della mesa è stata effettuata approssimando la stessa a un parallelepipedo posto su un substrato piano. E' quindi stata trascurata la rugosità superficiale. Il procedimento di misura scelto prevede le seguenti fasi:

- rotazione del campione fino ad ottenere l'asse z perpendicolare alla superficie del campione;
- stima della coordinata z del piano superiore della mesa e della relativa incertezza;
- stima della coordinata z delle zone di campione dove non è presente la mesa e della relativa incertezza;
- stima dell'altezza come differenza tra le coordinate precedentemente misurate e dalla relativa incertezza.

Per ridurre eventuali errori dovuti a effetti diffrattivi la misura delle coordinate z è stata effettuata mediando sull'area più vasta possibile. Per la misura ci si è avvalsi del tool di fitting di piani presente in Geomagic Studio 10 che identifica la coordinata z tramite la sua migliore approssimazione ai minimi quadrati con un piano ideale. La somma dei quadrati degli scarti stima inoltre l'incertezza della misura.

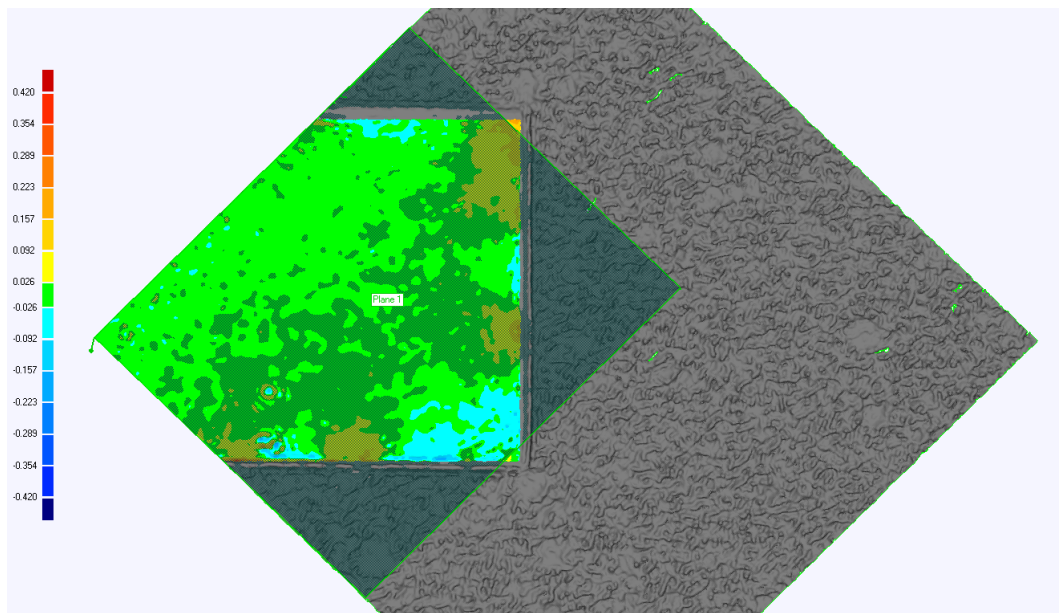


Figura 136 – Mapa delle deviazioni del piano che si adatta al meglio alla parte superiore della mesa.

La normale al piano è parallela a z e l'equazione del piano nel sistema di riferimento della ricostruzione è $z = 2,182 \mu m$. La deviazione standard risulta $0,026 \mu m$

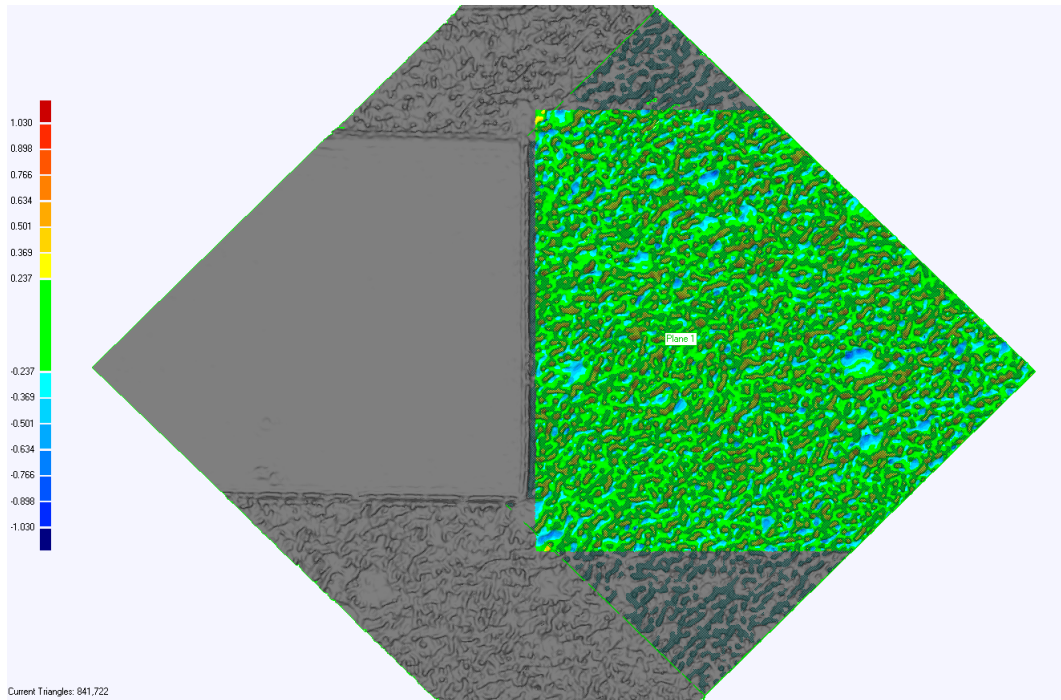


Figura 137 – Mappa delle deviazioni del piano che si adatta al meglio alla zona del campione dove non è presente la mesa.

La normale al piano è parallela a z e l'equazione del piano nel sistema di riferimento della ricostruzione è $z = 1,039 \mu\text{m}$. La deviazione standard risulta $0,237 \mu\text{m}$ soprattutto a causa della rugosità presente nella zona di campione che ha subito l'erosione. La scelta di approssimare con un piano porta a una sovrastima dell'errore. L'altezza della mesa risulta:

Equazione 39 - Altezza della mesa misurata sulle ricostruzioni profilometriche

$$h = 1,14 \pm 0.26 \mu\text{m}$$

11.2.4 - Le immagini in sezione

L'altezza della mesa nella zona dello spigolo è stata valutata anche da immagini in sezione.

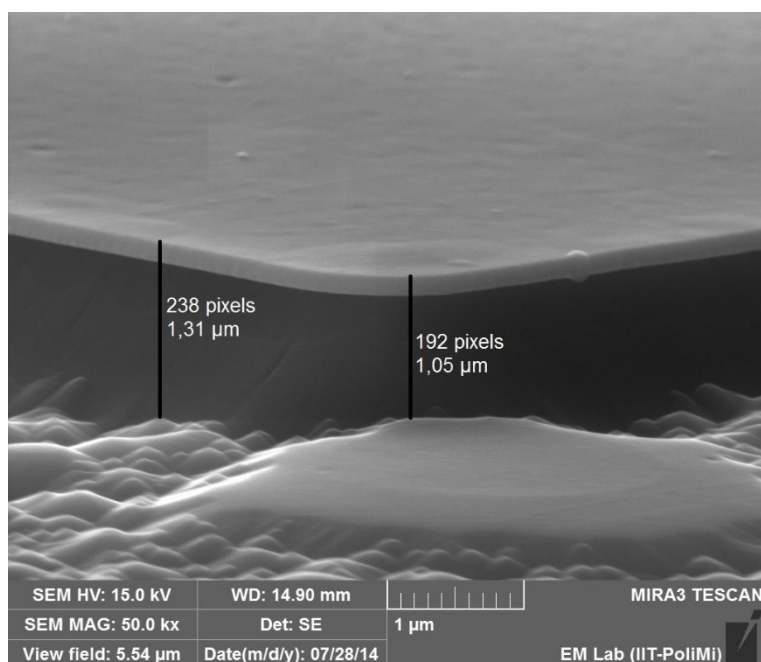


Figura 138 - Misura dell'altezza della mesa su immagini in sezione

11.2.5 - Riepilogo dei risultati

Per permettere un confronto le misure dell'altezza della mesa e le deviazioni standard sul piano della mesa e del campione ottenute tramite le ricostruzioni con SURF, Alicona, le immagini in sezione e con la profilometria olografica digitale sono stati riportati in una tabella.

Tabella 8 - Confronto delle misure dell'altezza della mesa e delle stime degli errori valutate da ricostruzioni 3D della zona dello stressore

	Altezza	Errore	
		Mesa	Campione
	μm	μm	μm
Profilometro	1,143	0,026	0,237
SURF	0,977	0,080	0,061
Alicona	0,780	0,101	0,036
SEM sezione	1,180	-	-

La ricostruzione effettuata con Alicona presenta degli artefatti nella zona del bordo della mesa che comportano un valore di deviazione standard rispetto al riferimento pari a 0,101 μm superiore a quanto ottenuto con SURF che era pari a 0,080 μm . La zona del campione non occupata dalla mesa risulta più pianeggiante nella ricostruzione proposta da Alicona rispetto a quella proposta da SURF. Questo può essere dovuto sia a una reale rugosità del campione, peraltro visibile nell'immagine in sezione, che a errori di ricostruzione. La ricostruzione effettuata con il profilometro conferma l'ipotesi di rugosità superficiale. Il profilometro rileva una deviazione standard superiore a quanto individuato da SURF. Gli intervalli di errore presentano la medesima ampiezza per le due ricostruzioni stereoscopiche tramite Alicona e SURF, mentre quello individuato dal profilometro è superiore, probabilmente a causa di un campionamento statisticamente più significativo della rugosità superficiale. Il valor medio della misura derivante dalla ricostruzione effettuata con Alicona è inferiore a quello trovato con SURF che è a sua volta inferiore di quello indicato dalla misura profilometrica. Considerando gli intervalli di errore, riportati nella figura seguente, è possibile apprezzare come le misure siano compatibili tra loro.

11.3 - Errore di ricostruzione su una sfera

E' stata selezionata una sfera da confrontarsi con un modello virtuale.

11.3.1 - Alicona

Dalla ricostruzione mostrata in Figura 69 è stata estratta una sfera isolata e ne è stato misurato il diametro sull'immagine SEM. L'area include 46344 punti di cui il 42% attribuibili alla sfera.

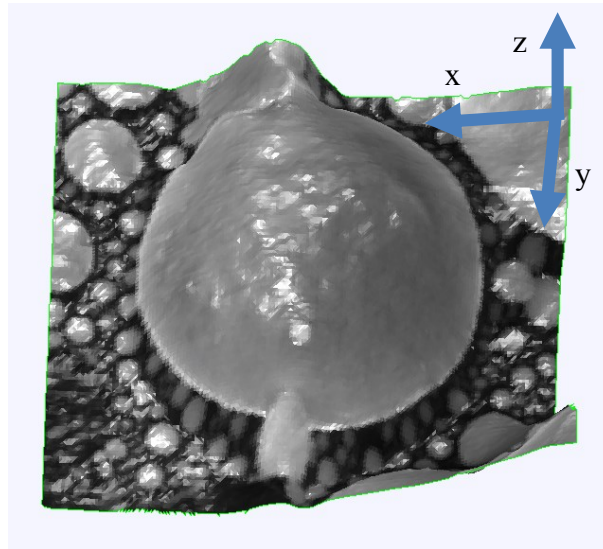


Figura 139 – Proiezione assonometrica della ricostruzione della sfera scelta per il test. Piano xy sul substrato e asse z ad esso parallelo

Il riferimento è una superficie sferica ideale caratterizzata dal diametro precedentemente misurato e da un centro di guess. Essa è stata confrontata con i punti che presentano distanza dal centro nel piano xy inferiore al raggio. La somma dei quadrati degli scarti dei punti della ricostruzione rispetto al riferimento misurati parallelamente all'asse z è stata minimizzata cambiando le coordinate del centro. Le coordinate z dei punti esterni alla sfera sono state mediate per ottenere l'equazione del piano del substrato. I risultati ottenuti sono:

- Centro $C = (63,8\mu\text{m} ; 63,7\mu\text{m} ; -21,6\mu\text{m})$;
- Diametro $d = 20,0 \pm 0,1\mu\text{m}$;
- Deviazione standard degli scarti $\sigma = 1,5\mu\text{m}$;
- Equazione del piano $z_{\text{piano}} = -24,2\mu\text{m}$.

Il centro della sfera si trova quindi $2,6\mu\text{m}$ al di sopra del piano di base di base mentre il raggio è pari a $10\mu\text{m}$. La sfera non è tangente al piano ma si posa in un apposito solco. Un indizio che conferma l'ipotesi di non tangenza delle sfere si può trovare osservando l'immagine di seguito riportata.

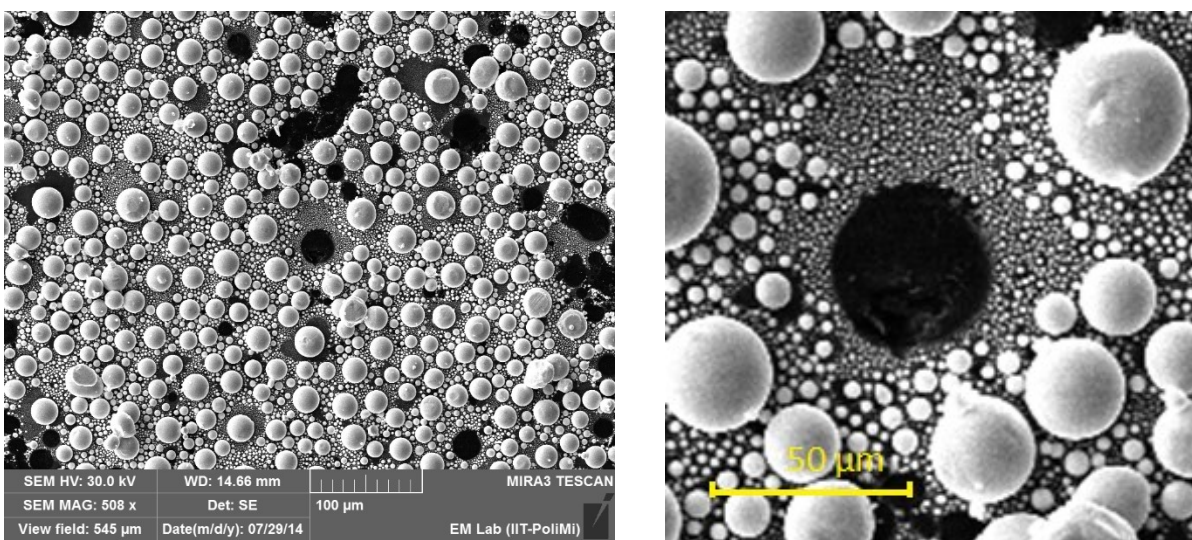


Figura 140 – A sinistra immagine SEM del campione delle sfere di stagno su carbonio. A destra un ingrandimento della zona centrale, dove vi è zona circolare scura priva di sfere.

La zona scura centrale priva di sfere, evidenziata nell'ingrandimento ha forma circolare. L'assenza di sfere più piccole su una area vasta sembra suggerire che la zona fosse stata il punto d'appoggio di una sfera di almeno 50 μm di diametro. Una zona di contatto estesa confermerebbe l'ipotesi di non tangenza. In futuro si può ipotizzare di effettuare una ricostruzione 3D di uno dei crateri circolari creati dal distacco di sfere.

11.3.2 - SURF

E' stata effettuato anche un confronto di una ricostruzione tridimensionale effettuata con l'algoritmo SURF sulla medesima sfera già ricostruita con Alicona e mostrata in Figura 139. La soglia per la ricerca delle feature è stata posta pari a 2. Inoltre è stato ridotto il passo di incremento dei lati delle aree di scansione. Lo scopo è di massimizzare il numero di corrispondenze corrette individuate.

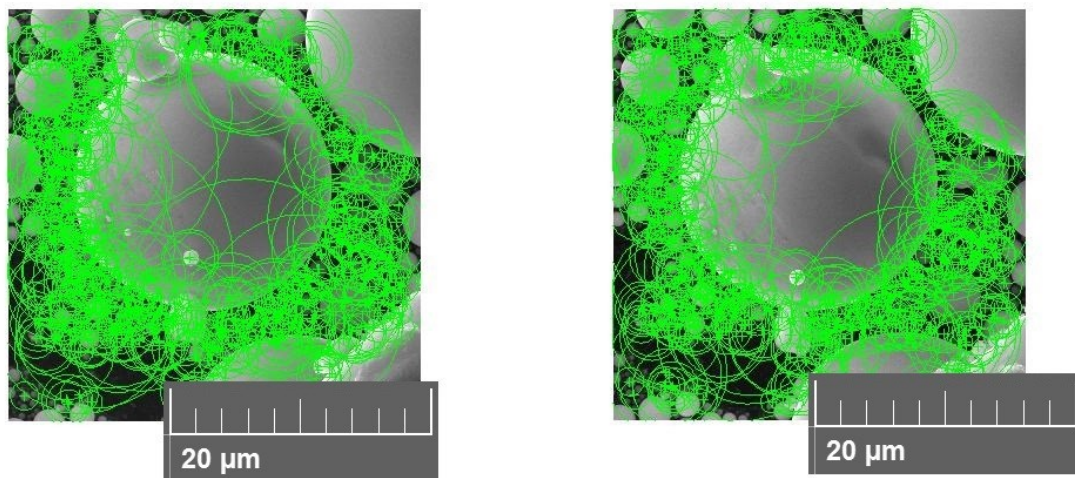


Figura 141– Features individuate nell'immagine di sinistra (a sinistra) e di destra (a destra)

Per la ricerca delle corrispondenze tra le features sono stati mantenuti i parametri la cui ottimizzazione è stata descritta nel paragrafo "Matching delle features tra le due immagini" pari a 0.7 per la soglia sul rapporto e 40 % sulla soglia sulla confidenza. Sono state individuate 175 corrispondenze ma solo 164 rispettano i vincoli geometrici.

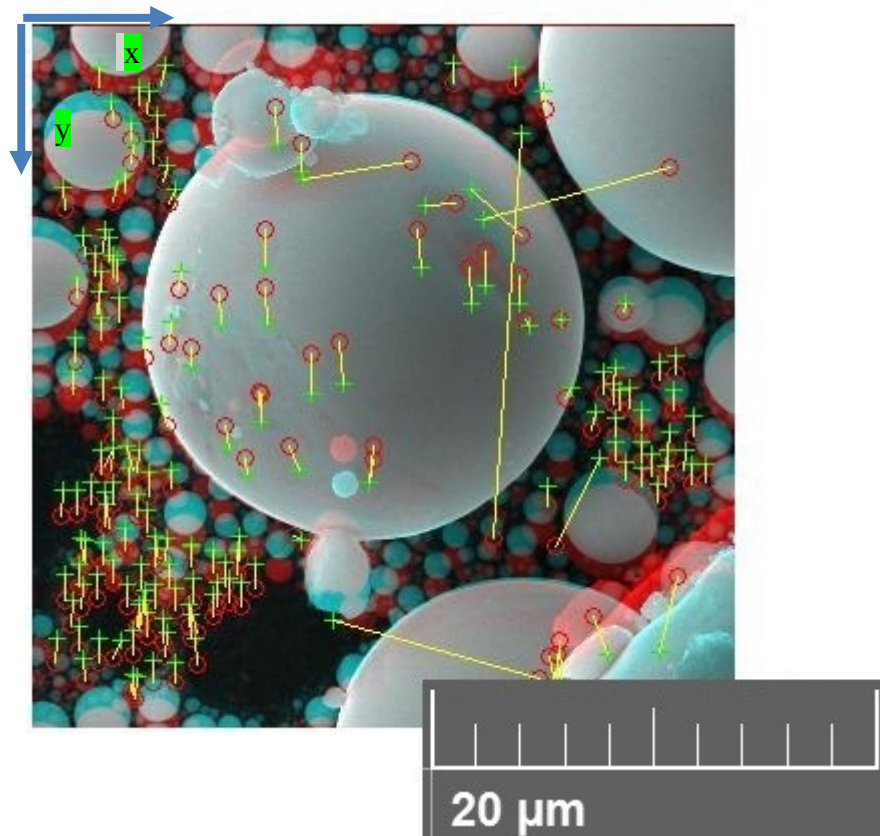


Figura 142 – Anaglifo delle immagini utilizzate allineate sul bordo alla sfera centrale. La mappa degli spostamenti è evidenziata dalle linee gialle. Si noti come gli spostamenti dei punti sulla sfera abbiano segno opposto rispetto agli spostamenti di punti nel piano

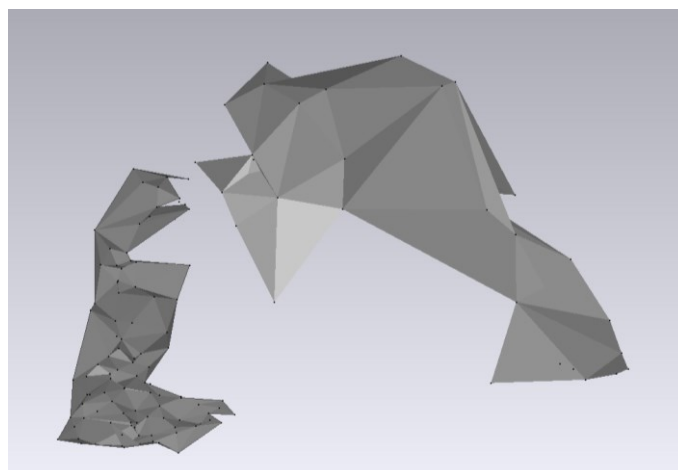


Figura 143– Ricostruzione tridimensionale ottenuta tramite l'algoritmo SURF implementato in Matlab

Per stimare l'errore della ricostruzione è stata creata una nuvola di punti di test. I punti (x_T, y_T, z_T) mantengono le medesime coordinate x e y dei punti del modello tridimensionale ma presentano una z calcolata teoricamente conoscendo la posizione del centro della sfera (x_C, y_C, z_C) , il raggio r e la coordinata del piano di base z_P .

$$\begin{aligned}
 x_T &= x \\
 y_T &= y \\
 z_T &= \begin{cases} z_C + \sqrt{r^2 - (x - x_C)^2 - (y - y_C)^2} & x^2 + y^2 \leq 0,8r \\ z_P & x^2 + y^2 > r \end{cases}
 \end{aligned}$$

La differenza è stata valutata lungo l'asse z secondo la formula $\Delta_z = z - z_T$. La coordinata di base del piano z_P è stata scelta in modo da azzerare lo scarto medio dei punti del piano e risulta $z_P = -5 \mu m$. Le coordinate x_C, y_C del centro della sfera sono state ricavate dalla posizione della sfera nelle immagini utilizzate. Dalle immagini è stato possibile ricavare anche il diametro $d = 20,0 \pm 0,1 \mu m$. Supponendo che la sfera sia tangente al piano si può valutare la coordinata del centro $z_C = z_P + r = -5 + 10 = 5 \mu m$. Il confronto tra la nuvola di punti valutata tramite la stereoscopia e quella calcolata teoricamente è mostrato in figura.

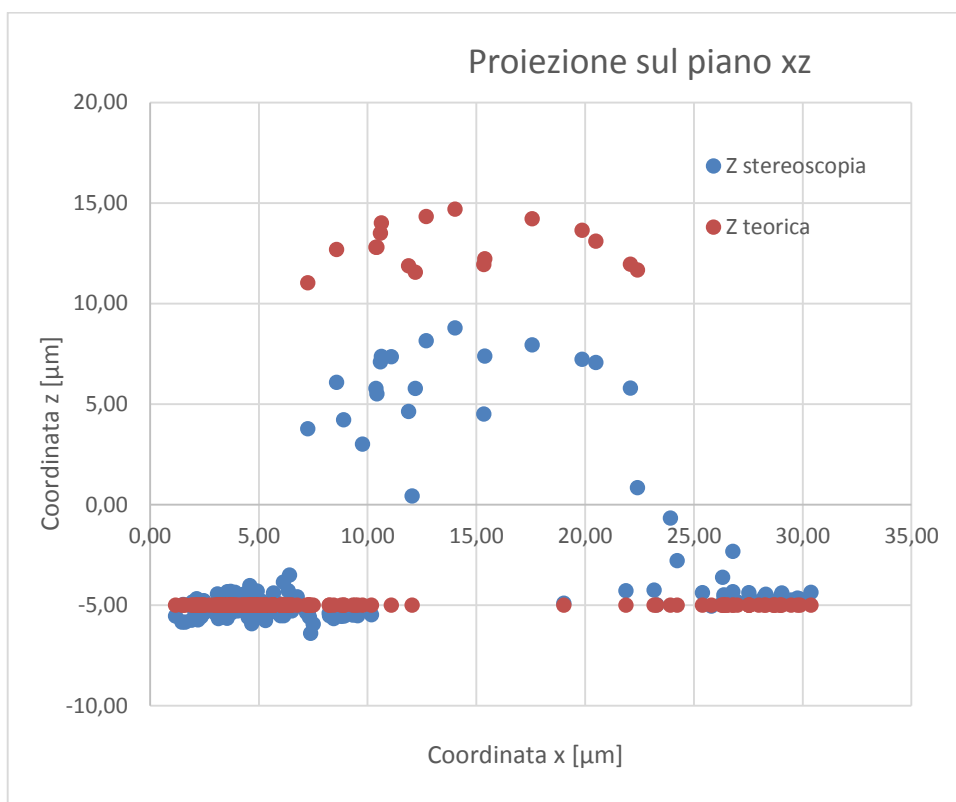


Grafico 17 – Proiezione sul piano xz della nuvola di punti calcolata tramite la stereoscopia e quella teorica nella condizione di sfera tangente

E' possibile notare come la sfera ricostruita si trovi molto più in basso della sfera prevista teoricamente. Potrebbe trattarsi sia di un errore dell'algorithmo di ricostruzione sia di un errore nel calcolo della nuvola di punti teorica.

Tralasciando l'ipotesi di tangenza sulla sfera sul piano si può ipotizzare di individuare il centro della sfera minimizzando gli scarti dei punti sulla sfera. Così facendo la distanza tra il piano e il centro risulta pari a $3,3 \mu m$. La deviazione standard valutata per i punti della sfera e del piano risulta pari a $0,70 \mu m$.

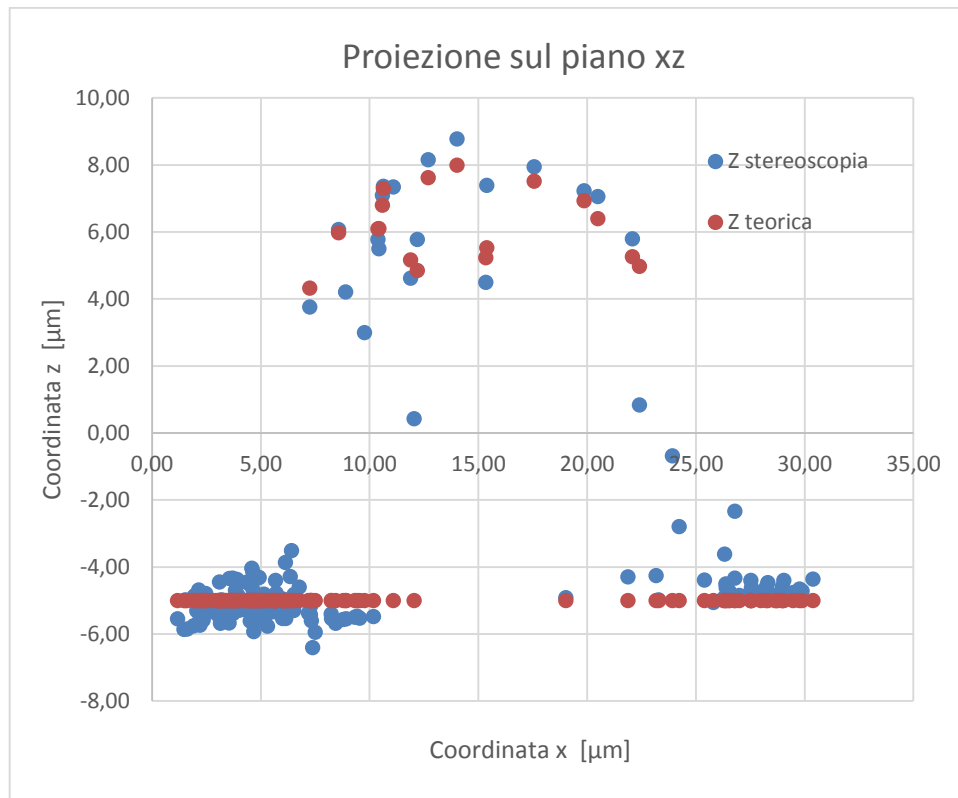


Grafico 18 – Proiezione sul piano xz della nuvola di punti calcolata tramite la stereoscopia e quella teorica nella condizione di sfera compenetrata nel piano

E' stato anche realizzato un grafico che mostra l'andamento degli scarti tra nuvola ottenuta tramite stereoscopia e nuvola calcolata teoricamente in funzione della distanza dal centro della sfera. Ci sono alcuni outlier nella zona compresa tra $0,8r$ e r probabilmente dovuti a una imprecisione nel calcolo delle coordinate del centro della sfera utilizzato come dato nel calcolo della nuvola di punti teorica.

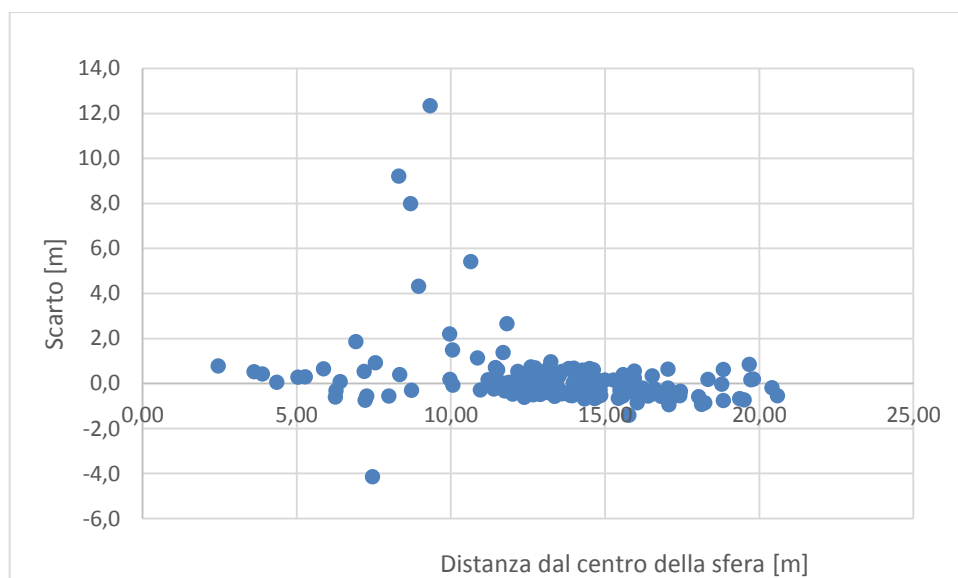


Grafico 19 - Andamento dell'errore in funzione della distanza dal centro della sfera. Errori molto elevati si rivelano nelle zone dove il gradiente è massimo

11.4 - Precisione nell'individuazione di punti omologhi sulla punta AFM

Questa misura è stata effettuata allo scopo di stimare la precisione di individuazione di zone significative. Alicona non fornisce informazioni sulle zone significative individuate quindi non è stato

incluso in questo test. Si è scelta la punta AFM perché presenta un piano molto vasto con numerose contaminazioni facilmente riconoscibili. Non sono state effettuate ricostruzioni su questo campione perché l'errore di proiezione dovuto all'inclinazione del fascio, valutato tramite l'Equazione 22, risulta non trascurabile.

11.4.1 - SURF

E' quindi stato possibile effettuare un test che permettesse di valutare l'errore in una ricostruzione ottenuta misurando lo spostamento di alcuni punti ben identificabili. Per questo scopo le immagini sono state ottimizzate per ottenere una buona sensibilità superficiale, ad esempio scegliendo una tensione di accelerazione degli elettroni pari a 10 kV. Inoltre si è scelto di non sfruttare i gradienti di luminosità presenti ai bordi del cantilever imponendo degli spostamenti ad essi perpendicolari. Il campione e il percorso di scansione sono stati ruotati affinché nelle immagini acquisite i bordi risultassero paralleli al lato maggiore, quindi orizzontali e l'asse di inclinazione perpendicolare a essi, quindi verticale.

Essendo la trave lunga e stretta l'immagine è stata acquisita aumentando il rapporto tra orizzontale e verticale dallo standard di 4:3 a 2:1. Inoltre, volendo visualizzare il massimo numero di dettagli possibile si è scelto di aumentare la risoluzione fino a 4096x2048. Pur essendo il numero di pixel da acquisire pari a 10 volte quelli di una classica immagine da 1024x768 il tempo di misura non è risultato eccessivo poiché la magnificazione non spinta non ha richiesto di compensare un rumore particolarmente intenso. Sono state acquisite 4 coppie di immagini a differenti ingrandimenti con angoli di inclinazione opposti pari a +10° e -10°. Rispettivamente la dimensione dei pixel nelle immagini acquisite risulta di 370 nm, 135 nm, 68 nm e 34 nm.

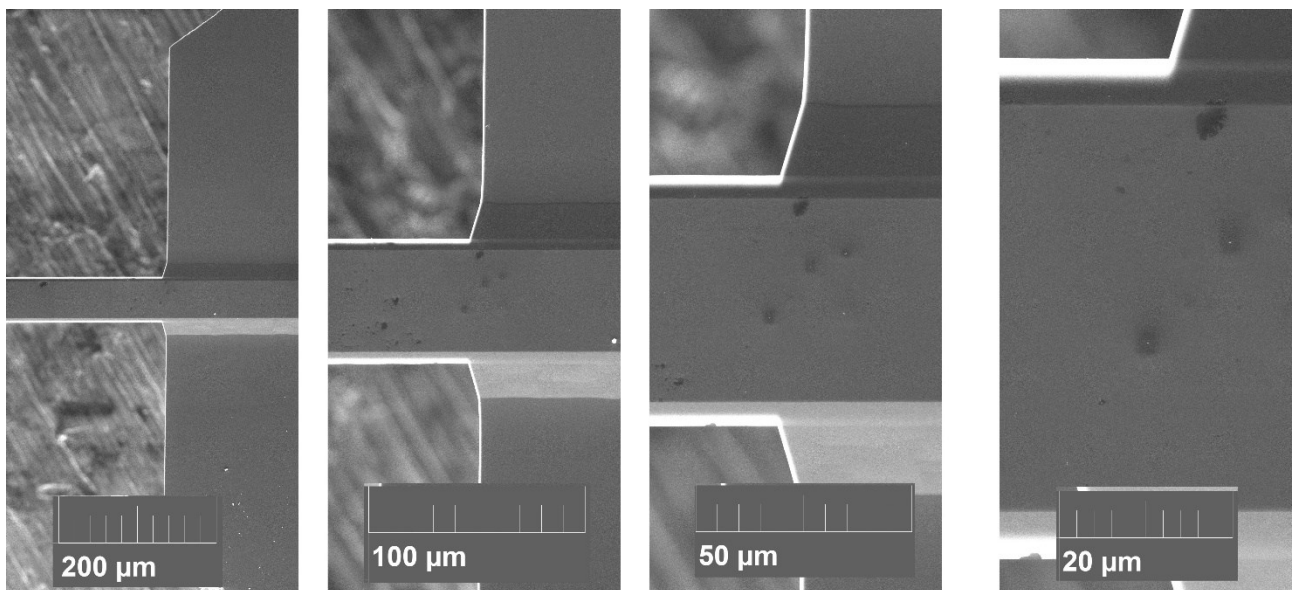


Figura 144 - Aree di base 1000 pixel e altezza 2000 pixel estratte dalle immagini del cantilever. E' possibile riconoscere la presenza di difetti superficiali utili per la valutazione della mappa degli spostamenti

Il numero di corrispondenze individuato tramite il software basato sull'algoritmo SURF consente di individuare poche centinaia di punti omologhi. In particolare uno dei campioni dove il software SURF incontra le maggiori difficoltà nel trovare punti omologhi è il cantilever. Esso presenta una faccia superiore approssimabile a un rettangolo di lunghezza superiore al millimetro e larghezza di decine di micrometri. Sopra il piano si trovano un centinaio di granuli, probabilmente contaminazioni, che dovrebbero essere riconosciuti come punti omologhi. Tuttavia SURF ne riconosce solo alcune decine. Si è quindi pensato che indicando manualmente le corrispondenze fosse possibile individuare più punti significativi. Per meglio individuare le corrispondenze si è scelto di considerare solo l'immagine

con magnificazione superiore. La ricostruzione è stata effettuata con lo script in Matlab basato sull'algoritmo SURF. E' stata effettuata una ottimizzazione fine dei parametri utilizzati per massimizzare il numero di corrispondenze (Soglia di rilevazione 20, Soglia di corrispondenza 40, Soglia sul rapporto 0,75). Le immagini sono state ritagliate in modo da includere solo il piano superiore alla trave del cantilever.

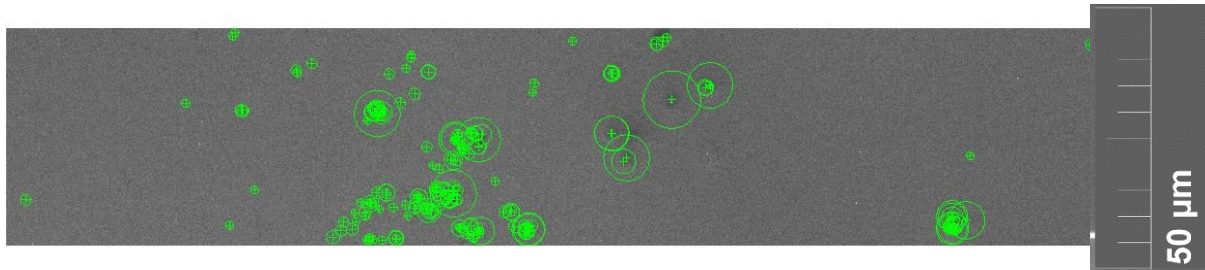


Figura 145 – Feature individuate sull'immagine del cantilever inclinato di $+10^\circ$ attorno a un asse verticale

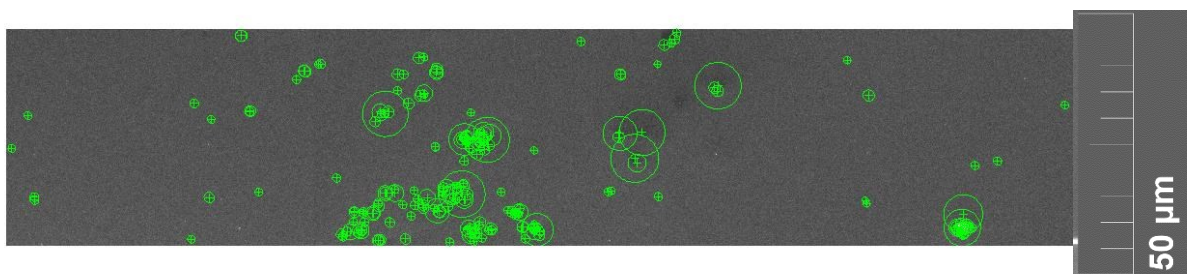


Figura 146 – Feature individuate sull'immagine d cantilever inclinato di -10° attorno a un asse verticale

Sull'immagine di sinistra e di destra sono state individuate rispettivamente 13296 e 8900 features. Le corrispondenze trovate risultano 66, di cui solo 52 rispettano i vincoli geometrici.

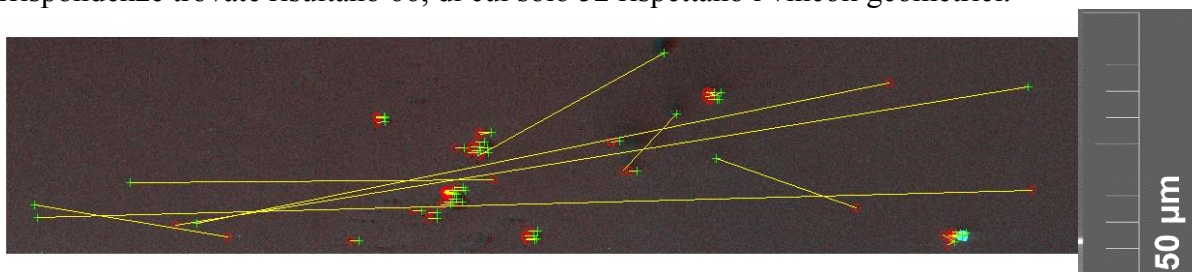


Figura 147 – Corrispondenze identificate, tutte le linee rappresentano corrispondenze errate eliminate perché indicano spostamenti non perpendicolari all'asse

Le coordinate z dei punti acquisiti sono state inserite in un istogramma per valutare visivamente la dispersione.

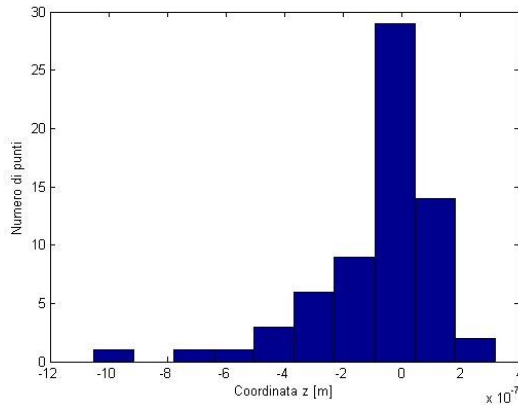


Grafico 20 - – Istogramma della frequenza assoluta dei valori della coordinata z per i punti sul piano superiore del cantilever.

La deviazione standard risulta pari a 0,22 μm che corrisponde a 1,1 pixel. E' quindi possibile valutare in 2 pixel l'errore commesso dagli algoritmi SURF e Rapporto di Soglia nel valutare le corrispondenze.

11.4.2 - Identificazione visuale

L'algoritmo manuale prevede di identificare le corrispondenze necessarie a valutare la mappa di spostamento manualmente. Uno script in linguaggio Matlab supporta l'operatore registrando le coordinate dei punti indicati tramite un click del mouse e evidenziando i punti già utilizzati con un marker. Inoltre mostra solo una sezione dell'immagine di sinistra che possa essere visualizzata a piena risoluzione e consente di traslare la vista quando richiesto. Una volta indicato un punto sull'immagine di sinistra lo script facilita la ricerca nell'immagine di destra mostrandone solamente una porzione limitata.

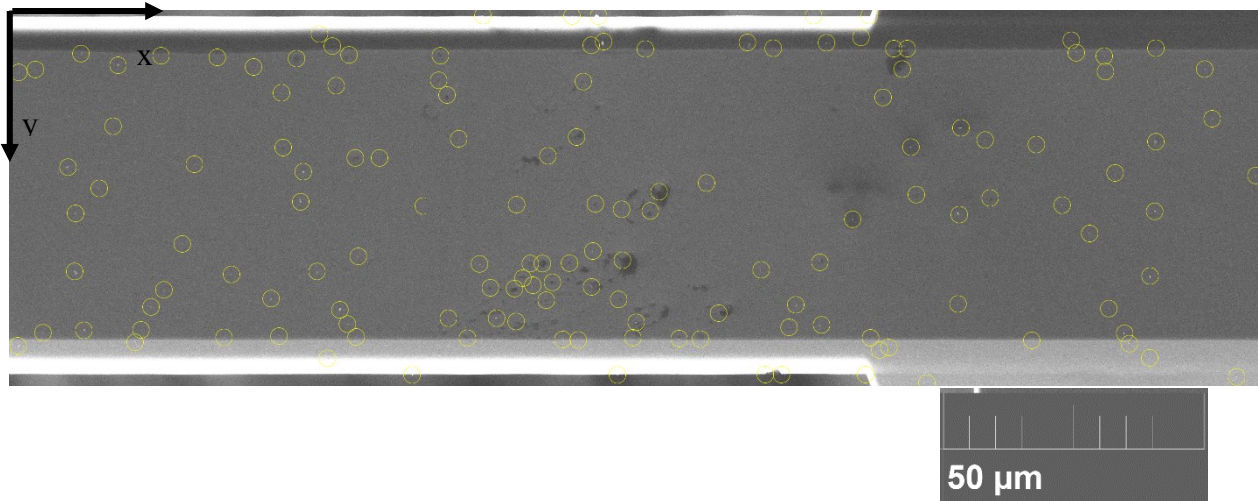


Figura 148 – Le zone di sinistra individuate manualmente sull'immagine del cantilever inclinato con angolo di $+10^\circ$ e il sistema di riferimento adottato per la misura delle coordinate

Sono stati individuati 162 zone significative nell'immagine di destra. Tuttavia è stato possibile individuare solamente 153 corrispondenze. L'analisi manuale consente di individuare un numero di aree significative inferiore di quasi due ordini di grandezza rispetto all'algoritmo SURF (162 contro 13296) ma con più del doppio delle corrispondenze (153 contro 52).

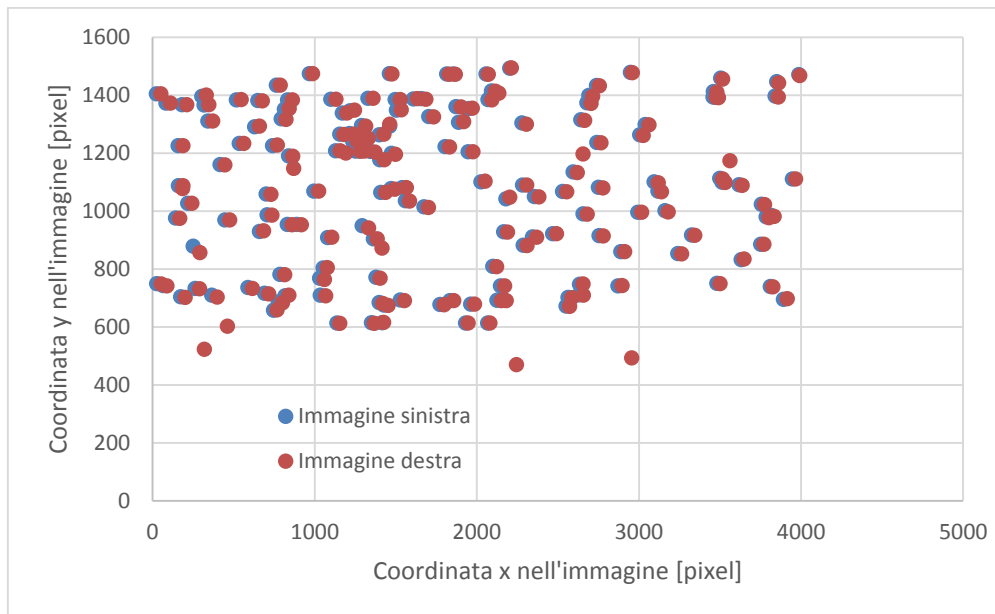


Grafico 21 – Coordinate dei punti misurate nell'immagine di destra e di sinistra

Le coordinate dei punti sono state elaborate esattamente come le coordinate calcolate dall'algoritmo automatico per ottenere una ricostruzione tridimensionale. Per valutare l'errore nella ricostruzione del piano del cantilever è necessario distinguere i punti nel piano da quelli sui bordi. Si è scelto di imporre un vincolo sulla coordinata y, che essendo ricostruita mediando su entrambi i punti è nota con maggior precisione. Inoltre consente di distinguere i punti del piano in modo semplice essendo i bordi descritti dalle equazioni: $y_{B1} = 45,9 \mu m$ e $y_{B2} = 94,5 \mu m$. A differenza della ricostruzione automatica nel caso di ricostruzione manuale la risoluzione verticale risulta quindi limitata dalla risoluzione nella misura dello spostamento delle zone significative. In particolare lo script di Matlab per la digitalizzazione visuale delle posizioni opera con una risoluzione di un pixel, mentre gli algoritmi che calcolano la posizione del centro di massa di strutture individuate automaticamente hanno accesso a precisioni inferiori al pixel. La minima variazione apprezzabile in z risulta quindi limitata inferiormente al valore:.

Equazione 41 - Variazione della coordinata z per spostamento di 1 pixel

$$\Delta z = \frac{dp}{2 \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)} = \frac{67,5 nm \cdot 1 pixel}{2 \sin(10^\circ)} = 195 nm$$

Le coordinate z dei punti risultano quindi quantizzate a passi di 195 nm ed è possibile realizzare un istogramma delle frequenze per valutare visivamente la dispersione della distribuzione.

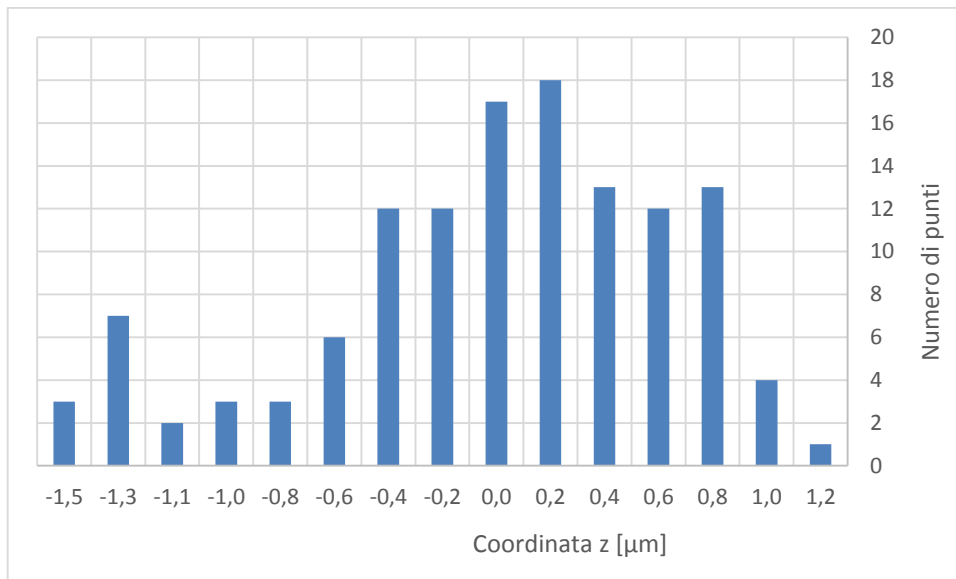


Grafico 22 – Istogramma delle frequenze dei valori assunti dalla coordinata z per i punti sul piano superiore del cantilever.

L'impressione di una dispersione elevata è confermata da una valutazione della deviazione standard che risulta pari a 0,65 μm pari a 3,4 pixel.

11.4.3 - Confronto

E' stato quindi realizzato un istogramma in cui sono state inserite sia la distribuzione ottenuta tramite scelta manuale dei punti che tramite l'algoritmo SURF.

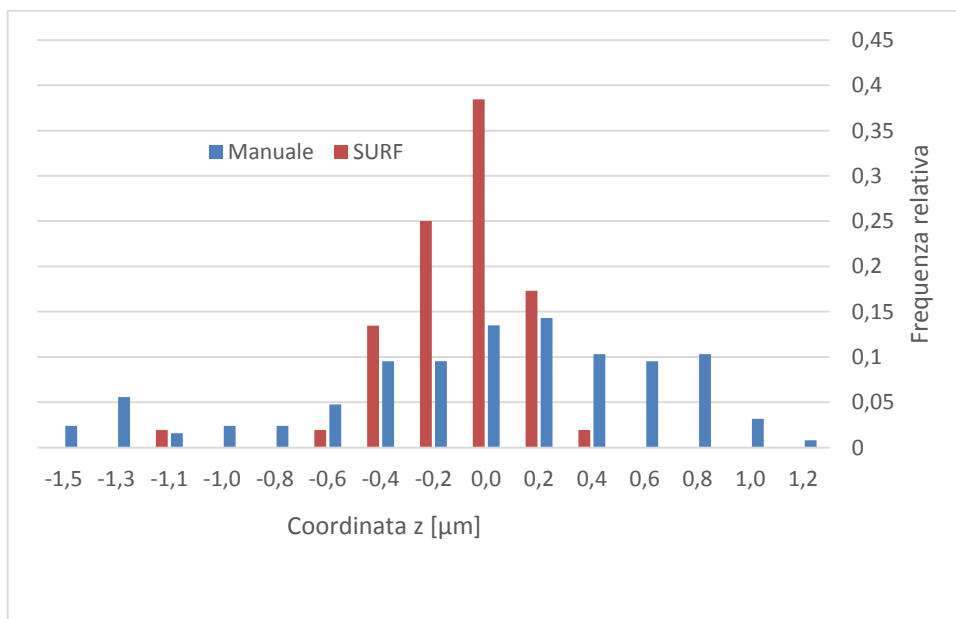


Grafico 23 – Confronto tra le distribuzioni di coordinate z nel piano ottenute tramite ricostruzione manuale e tramite l'algoritmo SURF

L'analisi mostra come l'algoritmo SURF sia in grado di indicare meno corrispondenze ma più precise. In particolare il fattore di perdita nel numero di corrispondenze è pari al guadagno nella riduzione deviazione standard. Pur considerando che il risultato dell'algoritmo manuale dipende fortemente dall'esperienza dell'operatore che può essere migliorata alcune considerazioni hanno sconsigliato di intraprendere questo percorso. In particolare l'algoritmo consente di ottenere la medesima risoluzione con una ripetibilità maggiore in un tempo di calcolo di qualche secondo.

11.5 - La densità della mappa di spostamento

L'efficacia di una ricostruzione non dipende solo dalla risoluzione nel piano e verticale ma anche dalla densità della nuvola di punti. Se è possibile valutare lo spostamento per ogni pixel dell'immagine si parla di mappa densa. Quando invece la valutazione avviene solo nelle zone più significative la mappa di spostamento ottenuta è detta sparsa.

12 - Applicazione della ricostruzione stereoscopica al black silicon

La tecnica di ricostruzione che è stata messa a punto in questo lavoro di tesi è stata applicata al caso scientifico del black silicon. Il lavoro si inserisce nella collaborazione tra il gruppo di Microscopie Elettroniche del Dipartimento di Fisica del Politecnico di Milano e l'Istituto di Fisica del Plasma del Centro Nazionale delle Ricerche. Il professor Andrea Zappettini ha fornito un campione di black silicon ottenuto tramite Reactive Ion Etching sul quale sono state condotte attività di caratterizzazione.

12.1 - Misure di riferimento

Lo scopo di questa parte è analizzare le nanostrutture presenti con metodologie consolidate per valutare la forma e le dimensioni di riferimento. Le tecniche di analisi utilizzate sono state:

- misure su immagini SEM in sezione;
- ricostruzione tridimensionale da immagini SEM planari;
- misure tramite microscopia AFM.

12.1.1 - Viste in sezione

Sono state acquisite alcune immagini in sezione del campione analizzato.

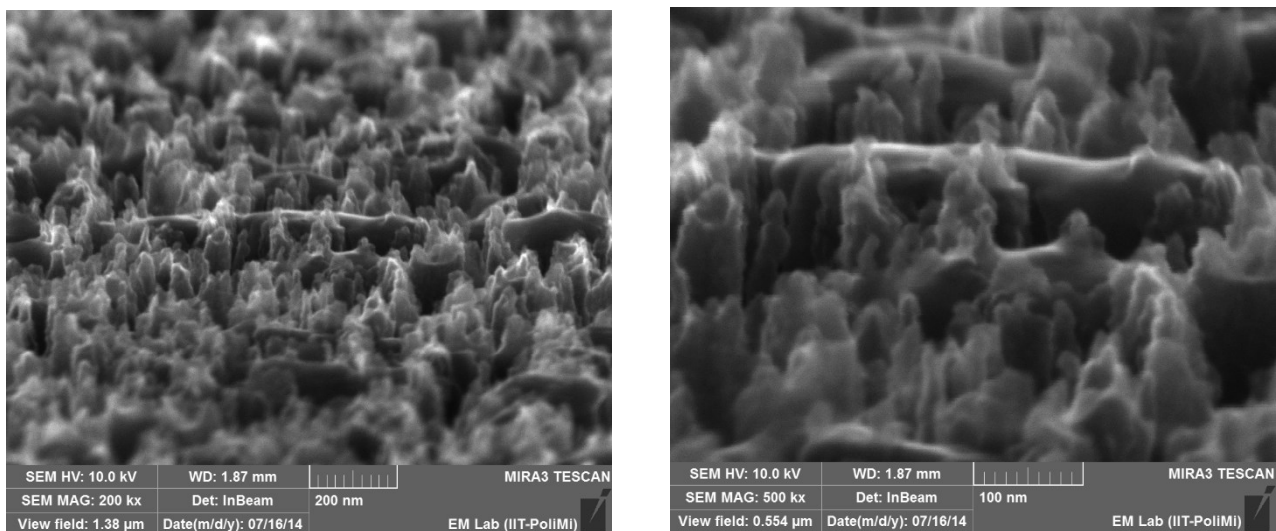


Figura 149 – Immagini del campione di black silicon. L'inclinazione del campione tra la normale al campione e il fascio di elettroni primari è pari a 80°

Le immagini acquisite con campione inclinato consentono di misurare il diametro delle colonne e valutare le variazioni di altezza tra colonne adiacenti.

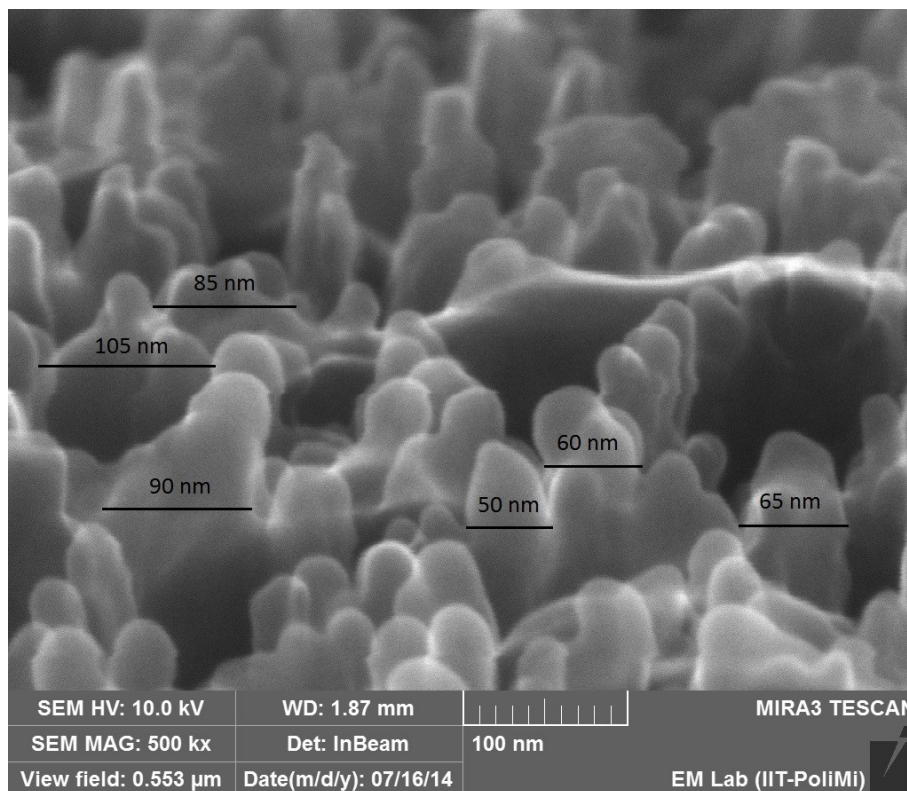


Figura 150- Misura della larghezza a metà altezza delle nanostrutture da immagine SEM in sezione

12.1.2 - Immagini Microscopia a Forza Atomica (AFM)

Nell'ambito di una collaborazione tra il gruppo di Microscopie Elettroniche del Politecnico di Milano e il Center of Nanoscience and Technology dell'Istituto Italiano di Tecnologia il professor Alessandro Luzio ha condotto una misura AFM sul campione di black silicon. La misura AFM è stata effettuata su una zona diversa rispetto alle immagini SEM.

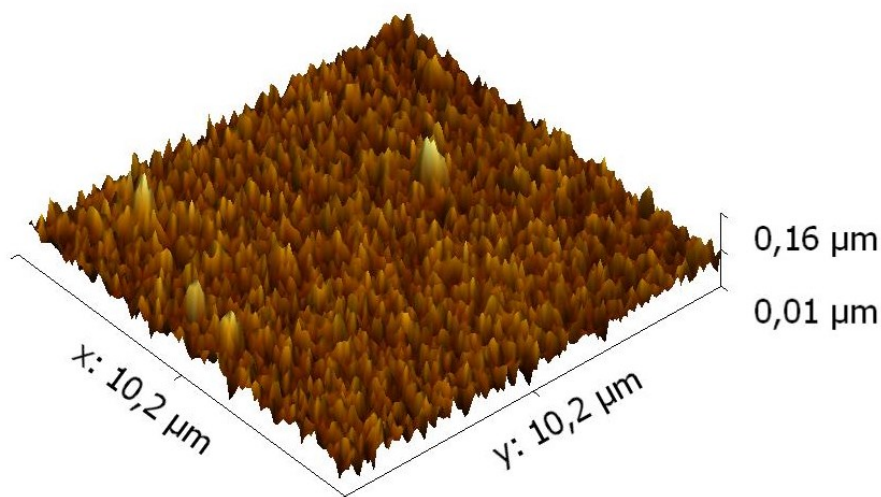


Figura 151 – Proiezione assonometrica della misura AFM del campione di black silicon

La ricostruzione AFM rappresenta la forma tridimensionale delle nanostrutture. Bisogna però considerare che il black silicon è caratterizzato da nanostrutture con pareti molto inclinate. La punta AFM in queste condizioni non riesce a inseguire correttamente la superficie e potrebbe generare

artefatti. E' comunque possibile valutare la dimensione delle colonne a metà altezza. Allo scopo è stato utilizzato il software Gwyddion. Esso consente di preprocessare la ricostruzione sottraendo il piano medio. Successivamente è possibile valutare l'istogramma delle altezze all'interno dell'immagine. La deviazione standard delle altezze vale 21 nm. Per valutare la dimensione a metà altezza dei grani sono state evidenziate tutte le zone superiori alla media dell'altezza misurata nella ricostruzione. Successivamente, utilizzando il tool per lo studio delle caratteristiche dei grani è stato valutato il raggio del cerchio equivalente ad ogni zona. I dati sono stati riportati in un istogramma.

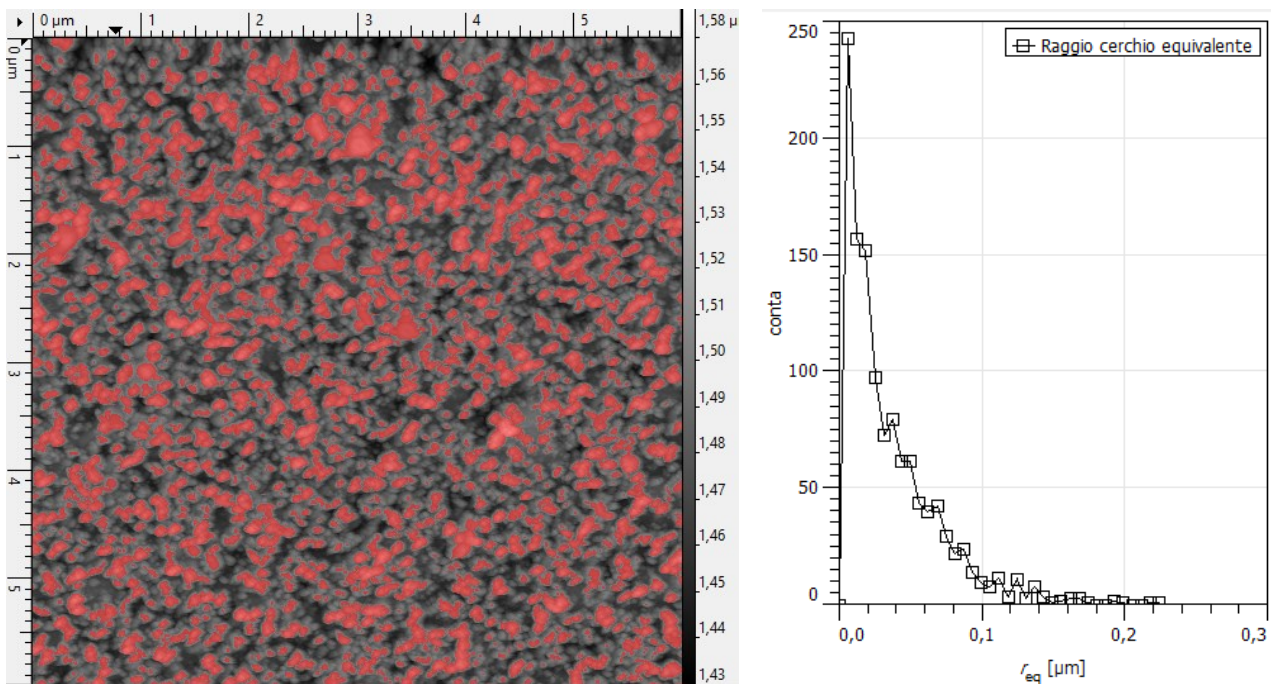


Figura 152 – Ricostruzione AFM del campione di black silicon (a sinistra). Istogramma dei raggi dei cerchi equivalenti (a sinistra) delle nanostrutture evidenziate in rosso sulla ricostruzione.

Supponendo di ritenere significativa la zona di istogramma dove i conteggi sono più del 5 % del valore massimo la misura AFM indica una larghezza a metà altezza, pari al doppio del raggio del cerchio equivalente, compresa tra 10 nm e 200 nm con media pari a 70 nm.

12.2 - Ricostruzioni tridimensionali da stereoscopia

E' stata effettuata una ricostruzione di una area sia con il software commerciale Alicona che con lo script basato sull'algoritmo SURF.

12.2.1 - Alicona

Per la ricostruzione sono stata acquisite delle immagini a 50 kX centrate su un granello contaminante utile per l'allineamento.

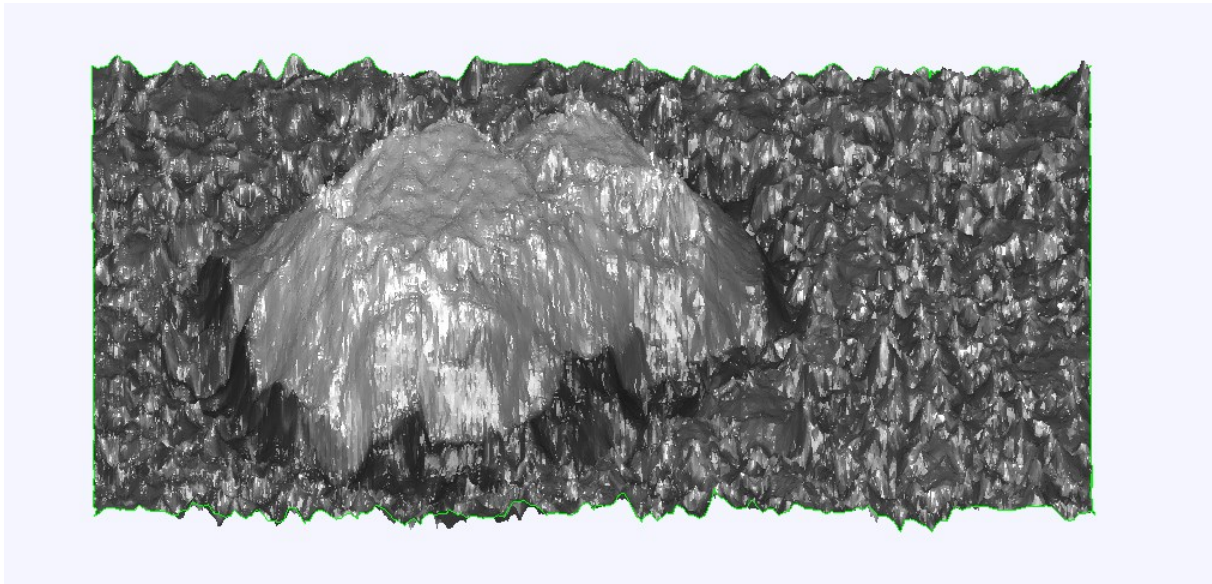


Figura 153 – Proiezione assonometrica della ricostruzione del black silicon con Alicona

Nella ricostruzione fornita da Alicona è possibile distinguere le singole nanostrutture. Per il confronto tra la ricostruzione fornita da Alicona e quella fornita da SURF è stata cancellata l'area del granulo. Successivamente è stato trovato il piano medio. Le deviazioni rispetto al piano medio sono causate dalla presenza di zone più elevate o profonde

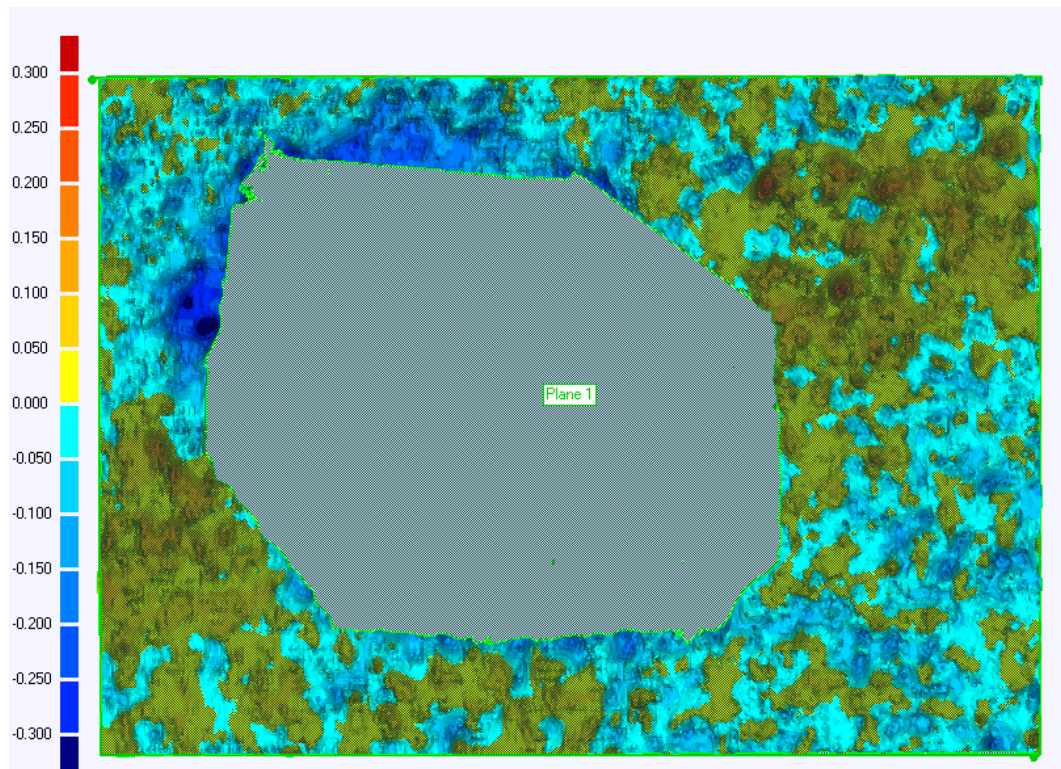


Figura 154- Deviazioni rispetto al piano medio per SURF (a destra) e per Alicona (a sinistra). La ricostruzione fornita da Alicona permette di riconoscere la forma delle singole nanostrutture.

La deviazione standard vale 65 nm per la ricostruzione con Alicona e gli scarti raggiungono i 250 nm. La differenza tra nanostrutture più alte e più basse sembra superiore a quanto indicato dalla misura AFM. Verificata la riconoscibilità delle nanostrutture è stata effettuata una seconda ricostruzione sulla medesima area su immagini acquisite con magnificazione doppia.

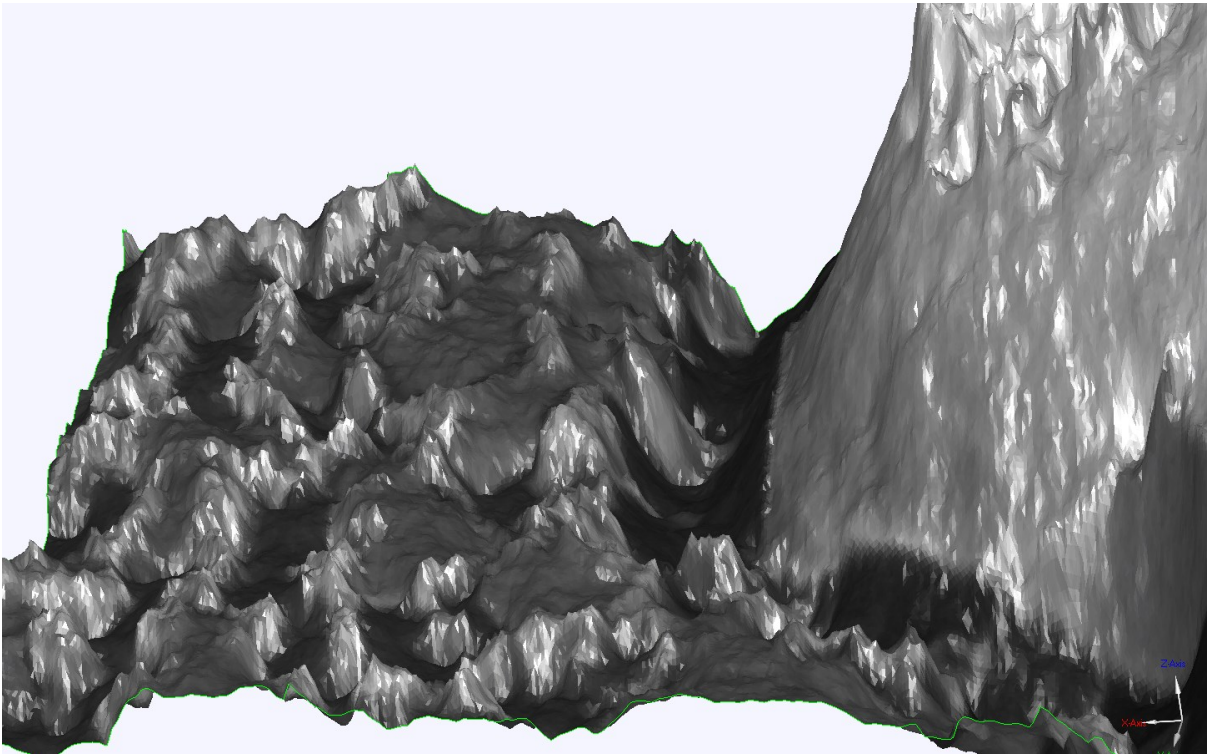


Figura 155 - Ricostruzione 3D del black silicon ottenuta tramite il software Alicona da immagini acquisite con magnificazione 100 kX

La ricostruzione consente di evidenziare correttamente le singole nanostrutture sulla superficie del campione. E' poi possibile risalire ai parametri geometrici di interesse. L'altezza nella zona del black silicon è stata rappresentata come mappa colori della deviazione rispetto al piano medio. E poi possibile effettuare misure di dimensione.

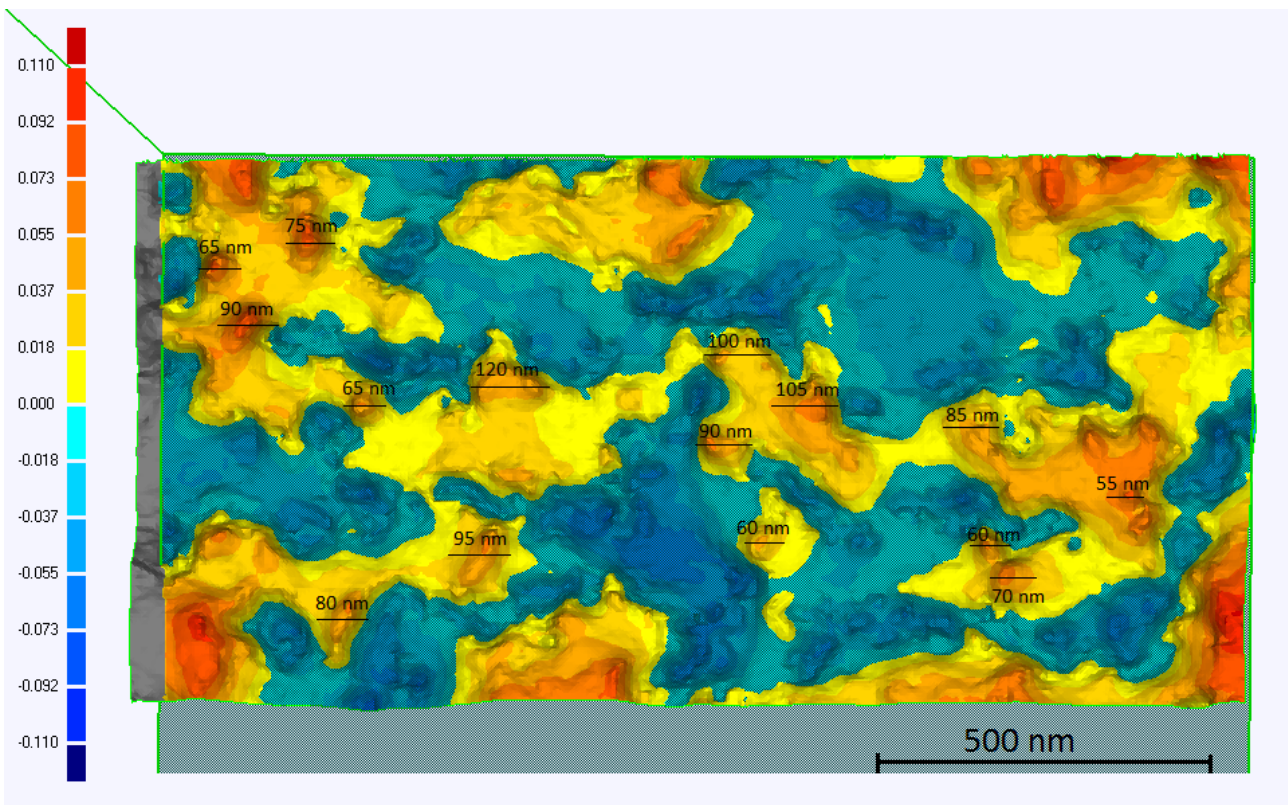


Figura 156- Mappa in falsi colori delle deviazioni della ricostruzione 3D del black silicon dal piano medio

Le nanostrutture hanno forma approssimativamente conica, non è stato tuttavia possibile calcolare automaticamente dei coni che le descrivessero al meglio. Si è quindi scelto di valutare la larghezza ad un'altezza pari a +0,18 nm. Le misure ottenute, comprese tra 55 nm e 120 nm con media 81 presentano un range compatibile con quello ottenuto dalla misura AFM.

Tabella 9 - Misure sul diametro equivalente delle nanostrutture presenti sulla superficie del campione di black silicon effettuate con diverse tecniche

	Media	Massimo	Minimo
	nm	nm	nm
Sezione	76	105	50
AFM	70	200	10
Ricostruzione	81	120	55

Inoltre è stata valutata la deviazione standard degli scarti dal piano medio rispetto al campione che risulta 31 nm, assolutamente compatibile con i 21 nm riportati dall'AFM. E' inoltre possibile visualizzare alcune strutture in sezione per determinare l'angolo di apertura dei coni.

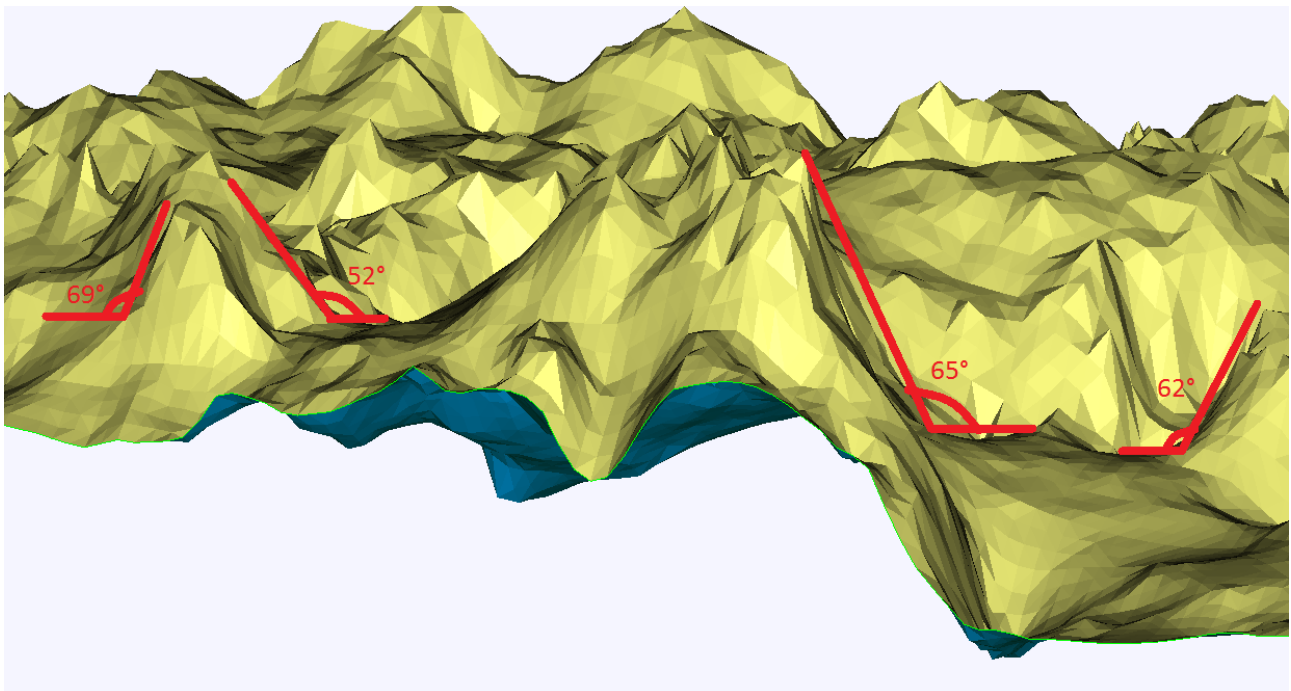


Figura 157- Vista in sezione della ricostruzione 3D del black silicon per la misura degli angoli di apertura dei nanoconi

Gli angoli di apertura misurati, compresi tra 52° e 69° con media 62°, indicano un black silicon non perfettamente corrispondente con la forma nominale di colonne con facce laterali perfettamente ortogonali al substrato. Essi sono tuttavia compatibili con le misure in sezione.

L'analisi svolta mostra come le tecniche di ricostruzione tridimensionale stereoscopiche possano fornire risultati di qualità paragonabile a quelli forniti dalla microscopia a forza atomica.

12.2.2 - SURF

Le immagini sono state importate in Matlab e ritagliate quanto sufficiente per allinearle in modo tale da annullare gli spostamenti orizzontali, che sono paralleli all'asse di rotazione. La ricostruzione è stata effettuata con i medesimi parametri precedentemente ottimizzati durante la fase di scrittura dell'algoritmo. La scelta è stata effettuata dopo avere verificato che:

- ridurre la soglia di rivelazione di zone significative non comporta un maggior numero di corrispondenze;
- ridurre la soglia sulla somiglianza dei descrittori non comporta un maggior numero di corrispondenze;
- ridurre la soglia per la verifica di ambiguità porta a più corrispondenze, ma errate;
- aumentare fino al massimo permesso la dimensione delle zone significative rivelabili permette di ottenere solo 2 corrispondenze in più;

Il filtro basato sul vincolo geometrico ha permesso di escludere eventuali corrispondenze errate.

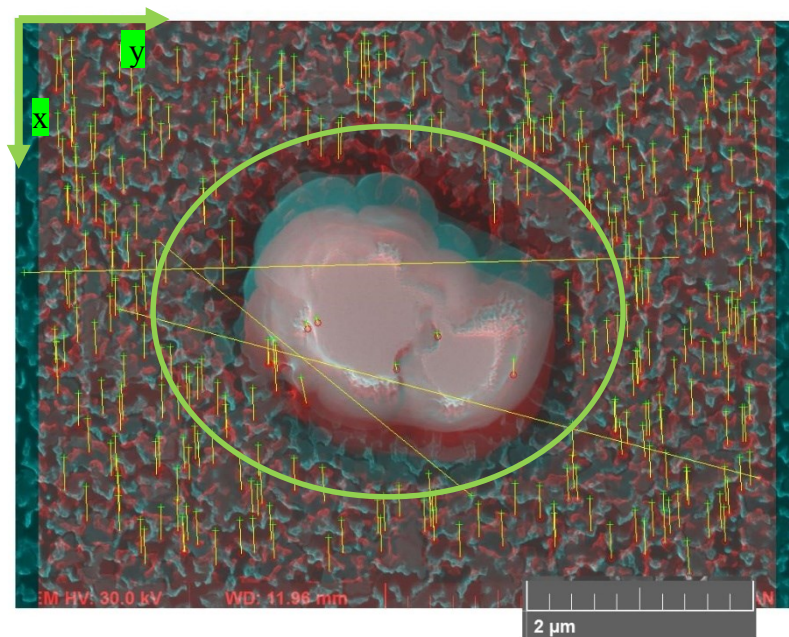


Figura 158 – Corrispondenze individuate sull'anaglypho del black silicon. L'asse di rotazione è orizzontale e solo gli spostamenti verticali possono essere accettati. L'ellisse evidenzia la presenza di una contaminazione

Sono state individuate 333 corrispondenze. La maggior parte dei punti omologhi individuati si trovano nella zona del black silicon. Esistono tuttavia alcuni punti sopra la contaminazione e altri a una profondità superiore. Il granulo è da considerarsi un materiale estraneo al black silicon e non è rilevante per l'analisi. Esso tuttavia ha rotto le nanostrutture in prossimità dei bordi. Risulta quindi circondato da un fossato che probabilmente si estende fino al livello del substrato.

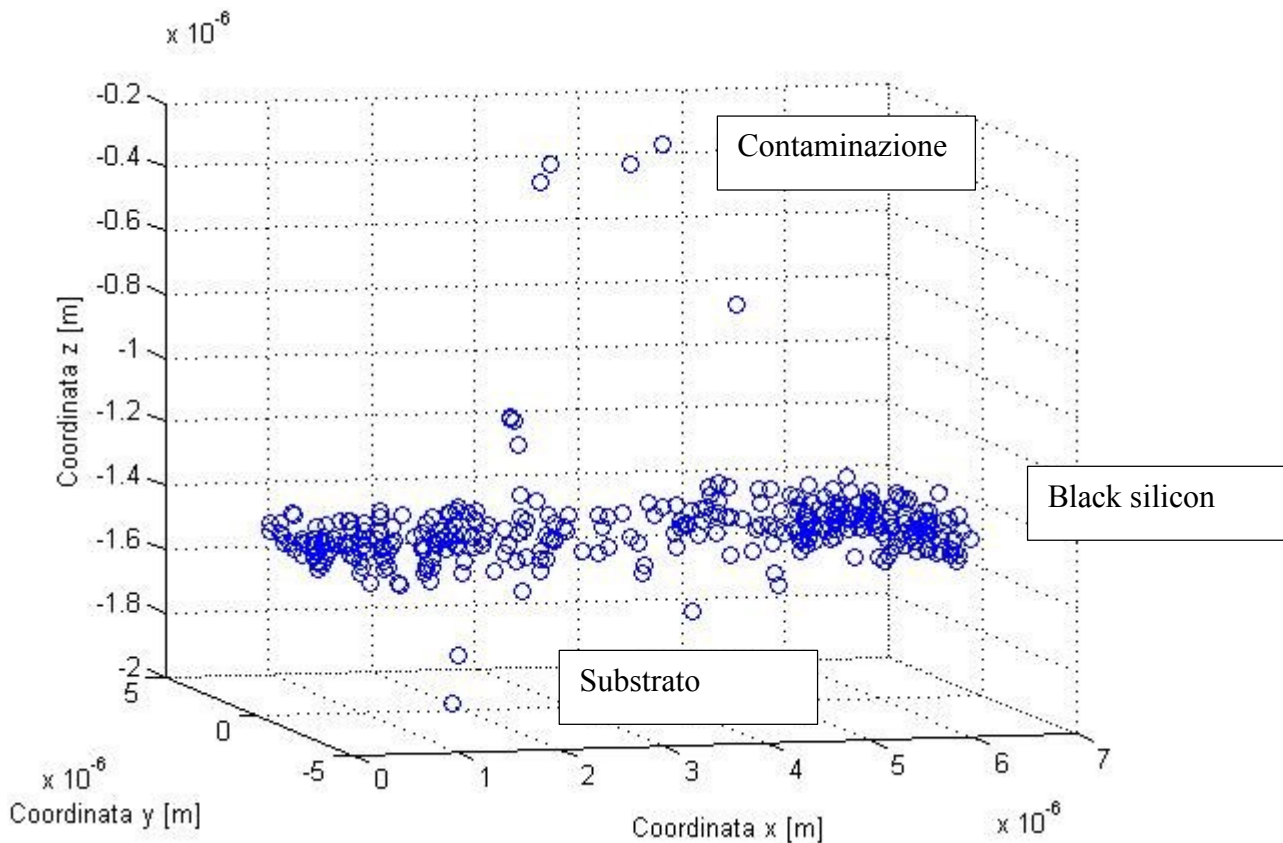


Figura 159 - Nuvola di punti ricostruita dalla mappa degli spostamenti del black silicon tramite l'algoritmo SURF e riportata in Figura 159

La nuvola di punti è stata esportata in Geomagic. Per migliorare la visibilità nelle zone dove la densità di punti è maggiore la superficie è stata approssimata con dei triangoli.

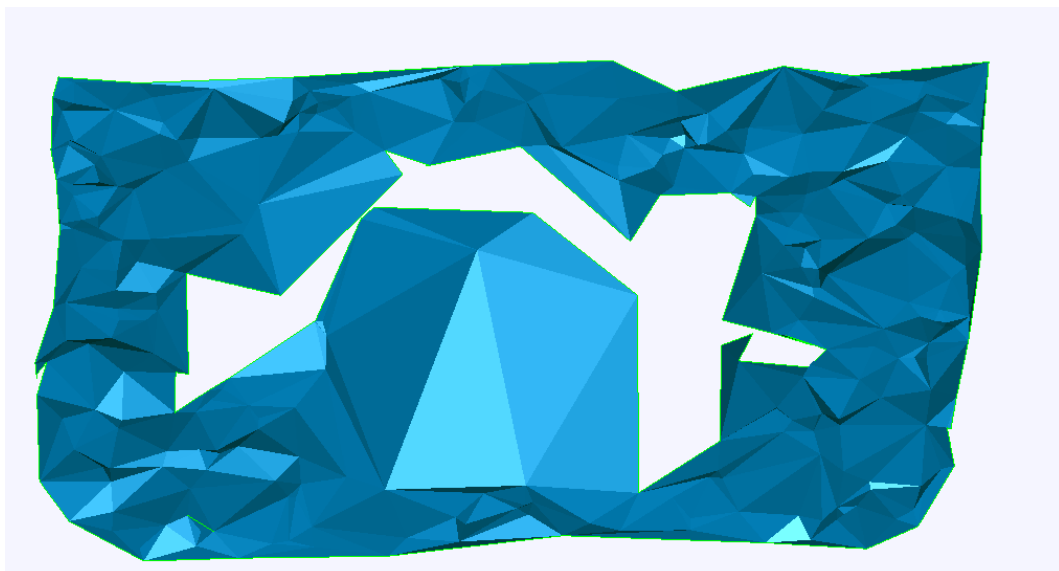


Figura 160- Nuvola di punti ricostruita dal black silicon

Nella ricostruzione con SURF la densità di punti riconosciuti non rende possibile riconoscere le singole nanostrutture. E' quindi impossibile fornire una larghezza a metà altezza media da confrontarsi con la misura AFM. Per valutare l'altezza delle nanostrutture è stata cancellata l'area centrale della ricostruzione e ed è stata disegnata una mappa in falsi colori delle distanza dal piano medio.

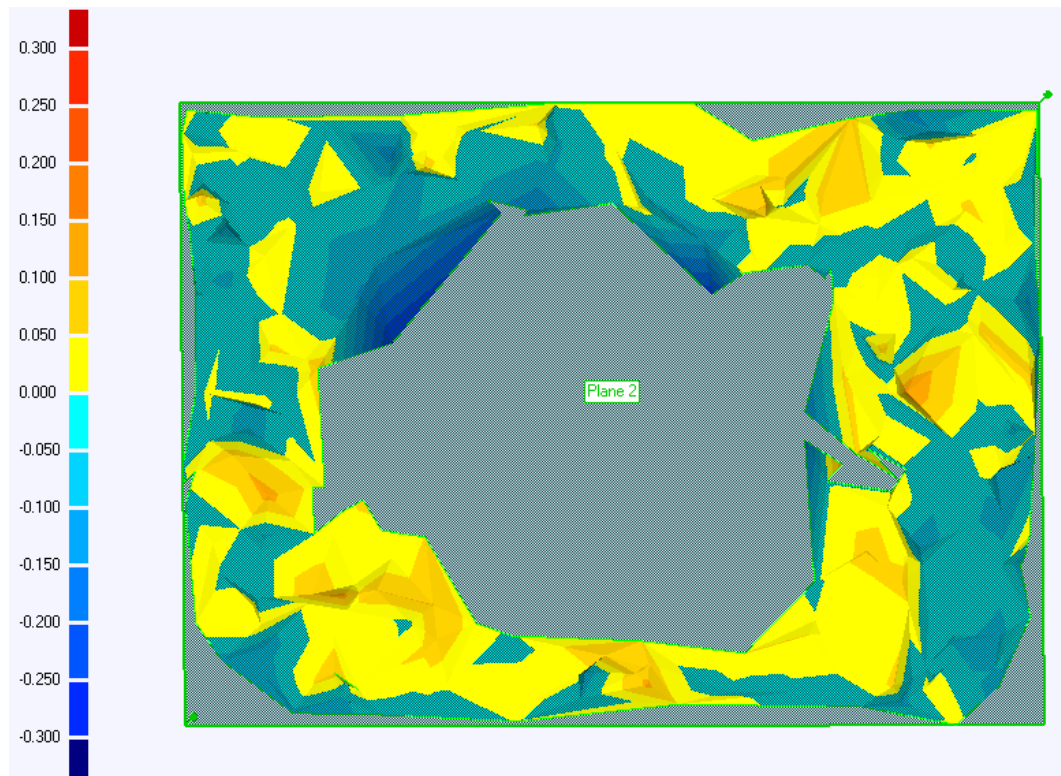


Figura 161 - Mappa in falsi colori delle deviazioni della ricostruzione 3D del black silicon ottenuta con SURF rispetto al piano medio

La deviazione standard rispetto al piano di riferimento vale 47 nm. I picchi più elevati raggiungono i 150 nm rispetto al piano medio. Gli scostamenti sono leggermente superiori a quanto individuato dall'AFM. Questo potrebbe indicare che la stereoscopia permette di riconoscere dettagli posti in cavità con pareti così ripide da non essere raggiungibili dalla punta AFM. Migliorare la densità di punti è comunque un passo necessario per confermare la misura qui riportata.

13 - Proposte di miglioramento e prospettive future

Le analisi fin qui svolte hanno mostrato che l'applicazione della stereoscopia alle immagini SEM permette di ottenere ricostruzioni tridimensionali di qualità paragonabile a quelle ottenute con la microscopia a forza atomica. Sono tuttavia emersi alcuni punti deboli che necessitano di essere approfonditi con maggiore dettaglio in futuro. Il software sviluppato durante questo lavoro di tesi consente di ottenere delle ricostruzioni che risultano in alcuni casi più affidabili di quelle ottenute dai software commerciali. Il punto debole da migliorare risulta la densità della nuvola di punti ricostruita. L'utilizzo del software basato sull'algoritmo SURF richiede un miglioramento della strategia di individuazione delle corrispondenze.

La tecnica risulta già applicabile alla analisi dei Sistemi MicroElettroMeccanici, purché essi presentino, almeno nelle zone di interesse, dei particolari ben riconoscibili e individuabili con precisione. Durante il lavoro di tesi non è stato possibile completare lo sviluppo del microscopio elettronico a scansione ultraveloce e non è stato possibile acquisire immagini con risoluzione temporale. Il progetto verrà portato avanti nel corso del dottorato.

Le misure condotte hanno mostrato che, in alcune condizioni, il fascio primario attraversa il campione. E' quindi possibile ipotizzare l'approfondimento delle tecniche di tomografia con il SEM che risultano già compatibili con la strumentazione disponibile.

13.1 - Caratterizzazione della qualità delle immagini

In futuro è auspicabile caratterizzare le immagini in modo più completo e veloce. In particolare si vuole sostituire il metodo manuale che prevede di considerare solo alcuni profili con un metodo in grado di considerare l'intera immagine. Inoltre sarebbe interessante poter valutare il rapporto segnale-rumore.

13.1.1 - SmartJ

Si tratta di un metodo per la misura della risoluzione di una immagine basato sull'analisi della distribuzione delle frequenze spaziali. [44] Si avvale ampiamente della trasformata di Fourier. Il metodo è stato messo a punto dal prof. David Joy dell'Oak Ridge National Laboratory. L'utilizzo di questo plugin avrebbe consentito di ottenere delle misure di risoluzione facilmente ripetibili e non legate alla sensibilità nella scelta dei profili. Tuttavia il software non è liberamente disponibile in rete. E' quindi stata stabilita una collaborazione con l'autore ma non è stato possibile reperire il software in tempo per fornire risultati utili per questa ricerca.

13.2 - Densificazione della mappa di spostamento

Le caratterizzazioni svolte mostrano come il software che sfrutta l'algoritmo SURF per il riconoscimento dei particolari riconoscibili consenta di ottenere delle ricostruzioni di precisione e accuratezza migliori rispetto al software commerciale Alicona. Lo svantaggio è che le nuvole di punti risultano molto meno dense. Ci sono tuttavia buone ragioni che lasciano ipotizzare come sia possibile aumentare la densità di punti delle ricostruzioni senza perdere eccessivamente in precisione. In particolare l'individuazione manuale delle corrispondenze sulle trincee e sul cantilever mostra come esistano numerosi particolari riconoscibili non utilizzati. Nelle ricostruzioni effettuate le corrispondenze individuate sfruttano meno del 10 % delle zone riconoscibili che è stato possibile individuare. Il dato sembra indicare che il problema non sia legato al riconoscimento dei particolari nelle immagini, effettuato da SURF, ma alla parte di algoritmo che individua le corrispondenze tra le zone precedentemente selezionate. E' quindi auspicabile aumentare le corrispondenze agendo sui seguenti fronti:

- progettare una fase di pretrattamento del campione che crei zone riconoscibili ad alto contrasto;
- ridurre l'energia degli elettroni del fascio primario per massimizzare la sensibilità alla superficie;
- migliorare la funzione software che ricerca le corrispondenze.

13.2.1 - Creazione di zone ad alto contrasto

La proposta di creare zone ad alto contrasto sui campioni si pone l'obiettivo di aumentare il numero di particolari riconoscibili e ben identificabili sulle immagini tramite modifiche sul campione che alterino il meno possibile la forma tridimensionale dello stesso. L'idea nasce dall'osservazione che è molto più semplice riconoscere particelle di oro su carbonio che difetti della superficie del campione. Infatti, mentre le immagini acquisite sui campioni di oro su carbonio mostrano contrasti molto intensi fino a una dimensione delle particelle di poche decine di nanometri, quelle acquisite per la stereoscopia a pari magnificazione sembrano non mostrare alcun particolare riconoscibile.

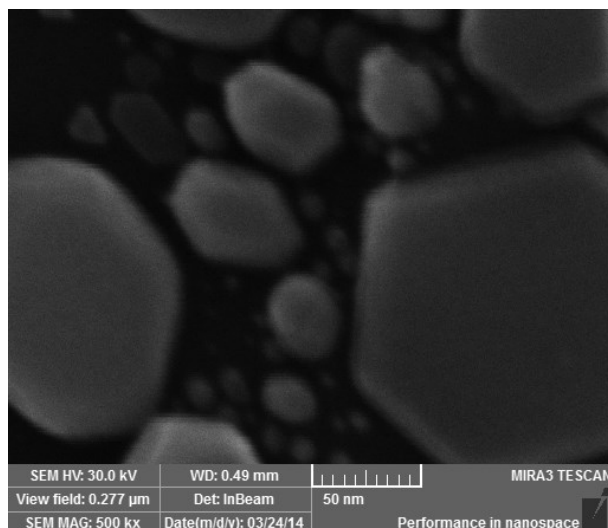


Figura 162 - Immagine SEM del campione di oro su carbonio: è possibile riconoscere dettagli di meno di 10 nm di diametro

Si può quindi ipotizzare una parziale ricopertura del campione con isole che fungano da zone riconoscibili ad alto contrasto. L'obiettivo potrebbe quindi essere raggiunto selezionando un materiale che presenti una crescita di tipo Volmer-Weber e che garantisca una diversa probabilità di emissione di elettroni secondari rispetto al substrato. Le isole risulteranno quindi facilmente visibili a causa della differente luminosità e riconoscibili perché di forma irregolare. Questa tecnica richiede tuttavia una fase di analisi e pretrattamento molto lunga.

Una seconda possibilità è indurre delle contaminazioni localizzate sul campione tramite la tecnica di deposizione da gas indotta dal fascio elettronico. Essa richiede di introdurre in camera un gas contaminante. Il fascio elettronico porta alla dissociazione delle molecole del gas in prossimità della zona di campione irradiata. Gli ioni così liberati reagiscono chimicamente con il campione determinando un accumulo locale di materiale. Questa tecnica consente di disegnare strutture di qualsivoglia forma sul campione utilizzando il fascio elettronico come una matita. L'implementazione della tecnica permetterebbe di disegnare sul campione dei veri e propri punti di controllo di forma e contrasto ottimizzati per la massima precisione nel riconoscimento. Sarebbe inoltre possibile disegnare un reticolo regolare che consentirebbe di ottenere una densità di zone riconoscibili anche elevata.

13.2.2 - Energia del fascio primario

Le misure effettuate hanno mostrato come la ricostruzione di immagini acquisite con energia inferiore presenti meno artefatti. Il risultato è compatibile con la fisica del processo di formazione delle immagini che prevede che un fascio primario di energia inferiore consenta di ottenere maggiori informazioni sulla superficie e quindi più zone riconoscibili. In futuro si prevede di dettagliare l'analisi della dipendenza della qualità delle ricostruzioni dall'energia del fascio primario. Inoltre si vorrebbero acquisire immagini con distanze di lavoro inferiori per sfruttare al meglio la maggior risoluzione del rivelatore di elettroni secondari in colonna.

13.2.3 - Funzione di ricerca delle corrispondenze

La funzione di ricerca delle corrispondenze è la parte critica del software di ricostruzione ed è quella che ha mostrato di funzionare con una efficienza inferiore. Si ritiene sia necessario riprogettare la funzione di individuazione delle corrispondenze per rendere più densa la mappa di spostamento. In particolare si vuole introdurre una ricerca di tipo adattativo basata su tecniche di correlazione discreta. In parole più semplici la funzione dovrebbe dare priorità all'individuazione delle corrispondenze che

presentano un maggior grado di certezza. Esse potrebbero fornire una prima nuvola a bassa densità che consenta di reticolare le zone dell'immagine. La posizione di ogni zona significativa che presenti una corrispondenza dubbia può quindi essere espressa in funzione della distanza dagli elementi principali. E' quindi possibile ridurre l'area di ricerca e i possibili errori nella ricerca delle corrispondenze.

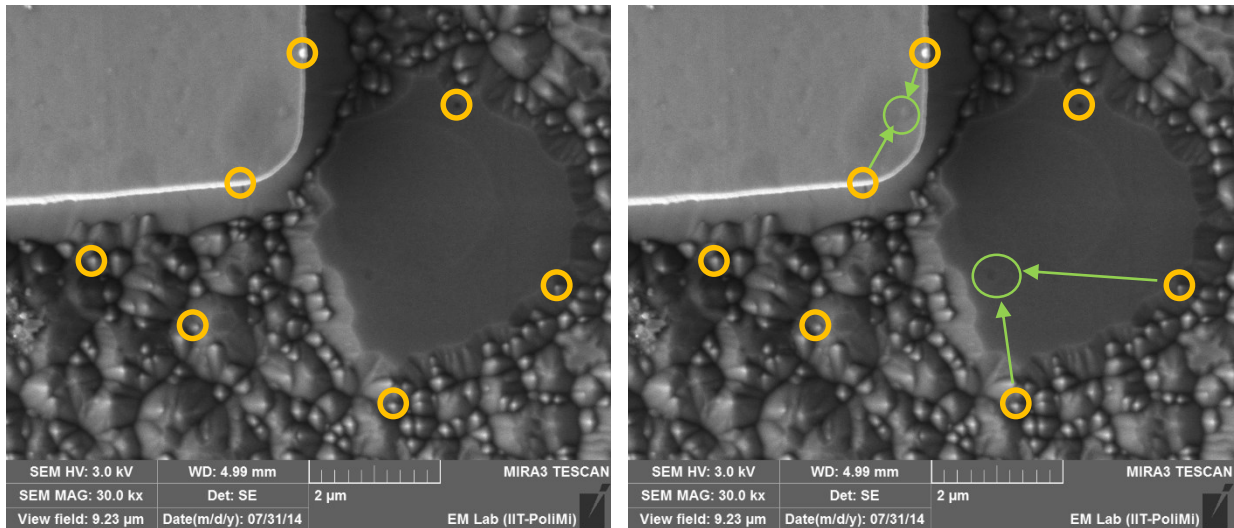


Figura 163- Schema di ricerca adattativa. Nell'immagine di sinistra vengono individuate solo le corrispondenze relative alle zone più facilmente riconoscibili. Nell'immagini di sinistra le zone precedentemente individuate con precisione fungono da riferimento e consentono di limitare l'area di ricerca di punti omologhi per particolari meno visibili

L'implementazione di una ricerca adattativa comporta una analisi più dettagliata dei parametri di ricerca delle zone riconoscibili che potrebbero anche essere ottimizzati per ogni immagine. Sarebbe inoltre ottimo se la funzione di ricerca delle corrispondenze si limitasse a ricercare le corrispondenze solo perpendicolarmente all'asse di rotazione. Questo consentirebbe di restringere ancora di più il campo di ricerca massimizzando quindi il numero di corrispondenze individuate.

13.3 - Microscopia ultraveloce

Alcune misurazioni e analisi svolte in questa tesi di laurea sono funzionali allo sviluppo della tecnica di microscopia elettronica ultraveloce, che verrà sviluppata durante il dottorato presso il gruppo di Microscopie Elettroniche del Dipartimento di Fisica del Politecnico di Milano. In particolare risulterà necessario approfondire molti aspetti che in questa tesi sono stati solo citati tra i quali:

- una analisi più esaustiva del rumore che influenza l'acquisizione delle immagini, sia di natura elettromagnetica che meccanica;
- una analisi più dettagliata sul funzionamento dei rivelatori per ottimizzarne la sensibilità;
- l'applicazione delle tecniche di ricostruzione tridimensionale basate sulla stereoscopia alle immagini ottenute tramite microscopia ultraveloce.

13.4 - Tomografia

La tomografia si presenta come tecnica interessante in quanto compatibile con la strumentazione disponibile. Infatti le misure di intensità di elettroni primari trasmessi possono essere effettuate utilizzando il rivelatore backscattered esterno. La tecnica risulta particolarmente efficace per la ricostruzione di campioni con parti non facilmente visibili. L'implementazione richiede soprattutto la disponibilità di campioni non più spessi di 0,5 µm che possano essere attraversati dal fascio di elettroni primari.

13.4.1 - TomoJ

Il plugin TomoJ consente di ottenere ricostruzioni tridimensionali da immagini in trasmissione ottenute da immagini SEM o STEM [37]. Maggiori dettagli sono riportati nel paragrafo relativo alla analisi delle tecniche di tomografia.

14 - Conclusioni

La ricerca svolta è stata motivata dal desiderio di ottenere delle ricostruzioni tridimensionali di campioni con forma non nota a priori caratterizzati da nanostrutture con alto rapporto di aspettazione. Grazie all'utilizzo della microscopia elettronica a scansione è stato possibile raggiungere una risoluzione laterale dell'ordine di alcuni nm. La tecnica scelta per ottenere le ricostruzioni 3D dalle immagini è la stereoscopia. Essa prevede di acquisire coppie di immagini che, grazie a un diverso angolo tra la normale al piano medio del campione e il fascio di elettroni primari, presentano lievi differenze. Per struttura la cui posizione è identificabile con precisione superiore ad un valore di soglia è possibile misurare uno spostamento che risulta proporzionale all'elevazione della struttura riconosciuta rispetto al piano medio del campione. Sono state effettuate delle ricostruzioni 3D di test sui seguenti campioni:

- sfere di stagno su carbonio di diametro compreso tra 5 nm e 30 μm ;
- un altopiano di silicio di altezza pari a 1,2 μm ricoperto da 100 nm di germanio;
- trincee profonde 40 nm e larghe 130 nm in lega silicio-germanio.

Le sfere e l'altopiano hanno consentito di evidenziare alcune criticità nelle ricostruzioni su campi di vista rispettivamente pari a 100 μm e 10 μm . Su entrambi i campioni è stato possibile effettuare ricostruzioni automatizzate tramite l'utilizzo di appositi software. L'applicazione commerciale più promettente con il microscopio elettronico a disposizione è stata identificata in Alicona Mex 6. Questo strumento è in grado di generare ricostruzioni tridimensionali dense di punti in forma pressoché pittorica. Le analisi visive e i confronti incrociati sui modelli 3D ottenuti consentono di ipotizzare che Alicona calcoli una mappa di spostamento accurata in presenza di punti o bordi ben riconoscibili. Le ricostruzioni delle sfere hanno successo solo quando è possibile distinguere dei difetti sulla superficie. Nelle ricostruzioni dell'altopiano gli spigoli paralleli all'asse di inclinazione appaiono più netti. La morfologia dell'altopiano, osservata direttamente tramite viste SEM in direzione radente al piano mostra inoltre rientranze nelle facce laterali; il modello 3D ricostruito presenta evidenti artefatti. Il superiore strato di 100 nm di germanio sporge a sbalzo attorno all'altopiano come a formare una gronda. Esso risulta semitrasparente per elettroni primari di energia superiore a 15 keV falsando la luminosità delle immagini. Ad elevate energie non è stato possibile evitare artefatti di ricostruzione. Le ricostruzioni delle trincee, che sono da considerarsi come il campione più complesso per la carenza di zone riconoscibili, sono risultate imprecise. Il software Alicona è chiuso, ossia non permette all'utente di regolare alcun parametro. Per ottenere una maggiore flessibilità operativa è stato implementato un software autocostruito basato sull'algoritmo descrittore e riconoscitore di zone significative Speeded Up Robust Feature, implementato nell'ambiente di calcolo Matlab. All'algoritmo, già ottimizzato dagli autori per massimizzare la rilevazione di corrispondenze ambigue, è stato affiancato un ulteriore vincolo geometrico sugli spostamenti. Sulle sfere è stato possibile individuare circa 900 corrispondenze, ridotti a meno di 200 sull'altopiano. Il software autocostruito, oltre a essere particolarmente robusto, fornisce la lista

delle coordinate dei punti omologhi e li rappresenta sull'immagine. E' quindi sempre possibile verificare visivamente la correttezza delle corrispondenze individuate.

Confrontando la distanza delle zone più riconoscibili nelle ricostruzioni di Alicona con le immagini SEM e analizzando la lista delle corrispondenze fornita da SURF è stato possibile stimare l'incertezza nell'individuazione delle zone significative. Le misure ottenute sono paragonabili con le misure di risoluzione effettuate sulle immagini. Confronti con modelli ideali hanno permesso di valutare l'errore di ricostruzione di una sfera e di un piano. Su una sfera di diametro 20 μm la deviazione standard degli scarti della ricostruzione ottenuta da Alicona rispetto al modello ideale è pari a 1,5 μm . La medesima ricostruzione, effettuata con SURF, presenta meno punti ma in compenso l'errore è ridotto a 0,7 μm . L'altezza dell'altopiano è stata valutata elaborando le ricostruzioni 3D ottenute con Alicona, con SURF, con la ricostruzione per interferometria ottica tramite profilometro Lyncee R2201 e confrontati con le misure da immagini in sezione.

Tabella 10 - Confronto delle misure dell'altezza della mesa e delle stime degli errori valutate da ricostruzioni 3D della zona dello stressore

	Altezza	Errore	
		Mesa	Campione
	μm	μm	μm
Profilometro	1,143	0,026	0,237
SURF	0,977	0,080	0,061
Alicona	0,780	0,101	0,036
SEM sezione	1,180	-	-

Le misure ottenute dalle immagini in sezione, dal profilometro e con SURF sono compatibili. Alicona ha ottenuto un risultato inferiore in quanto la ricostruzione risulta affetta da artefatti dovuti alla semitrasparenza della mesa. La profilometria indica una incertezza sul piano del campione elevata a causa della presenza di rugosità. L'errore di ricostruzione è quindi da considerarsi sovrastimato. Complessivamente la misura ottenuta con Alicona presenta una incertezza pari a 0,137 μm compatibile con la dispersione pari a 0,141 μm individuata per SURF.

Tra due zone dell'altopiano è sospesa una trave larga 240 nm e spessa 100 nm. La trave è al di sotto del limite di diffrazione della luce visibile e non può essere osservata con il profilometro. La ricostruzione proposta da Alicona colloca la trave a una altezza non compatibile con le immagini in sezione. Più attinente è il modello ottenuto tramite SURF dove la trave appare leggermente inclinata. Questo mostra come sia possibile ricostruire nanostrutture anche al di sotto del limite di diffrazione della luce.

Come già evidenziato non è possibile riconoscere le trincee dalla ricostruzione fornita da Alicona. Tramite SURF non è possibile inoltre ottenere alcuna corrispondenza valida per la ricostruzione delle trincee. I punti sono quindi stati riconosciuti visivamente. Così facendo è stato possibile ottenere una stima dell'altezza pari a $29 \pm 22 \text{ nm}$. La risoluzione laterale, stimata a partire dall'errore commesso nel riconoscimento dei punti omologhi parallelamente all'asse di rotazione è risultata pari a 3 nm. La propagazione dell'errore impone una risoluzione sull'elevazione circa 7 volte peggiore rispetto a quella laterale, ossia 21 nm che è appena inferiore al dato ottenuto. La scelta manuale dei punti ha permesso di raggiungere il limite della tecnica, fissato dalla risoluzione del microscopio elettronico. Una volta completate le misure di risoluzione, la tecnica è stata applicata alla caratterizzazione di un caso scientifico. E' stato scelto il black silicon, un semiconduttore a bassa riflettività che presenta

nanostrutture colonnari sulla superficie. Il campione è stato precedentemente caratterizzato con la microscopia a forza atomica. Le ricostruzioni visivamente migliori sono state ottenute con Alicona. E' possibile stimare il diametro medio delle nanostrutture che risulta pari a 70 nm compatibile con la misura AFM che indica un intervallo compreso tra 10 e 100 nm. L'altezza delle strutture è stata stimata in 31 nm con Alicona, 46 nm con SURF e 21 nm con l'AFM. La maggiore profondità ottenuta dalla stereoscopia potrebbe essere dovuta sia a una maggiore incertezza che alla maggiore compatibilità della stereoscopia con strutture profonde.

Le prospettive future del lavoro mirano ad aumentare il numero di corrispondenze individuate dal software autocostruito sia tramite un miglioramento della funzione di individuazione dei punti omologhi che tramite un pretrattamento del campione. Possibili esempi sono l'applicazione di una opportuna reticolatura del campione effettuata con deposizione da fase gas indotta da fascio elettronico o deposizione di contaminazioni con crescita Volmer-Weber.

Le possibili applicazioni sono legate alle ricostruzioni 3D di campioni di interesse scientifico e industriale quali il black silicon, i campioni superidrofobici, strutture frattali in biossido di titanio per catalizzatori e celle fotovoltaiche organiche e per valutare l'aderenza di nanostrutture ottenute con tecnica top-down ai parametri di progetto. La tecnica scelta è anche compatibile con le immagini SEM acquisite tramite tecniche di eccitazione e rivelazione in modalità pump and probe. E' quindi possibile valutare l'andamento della forma del campione con il tempo, utile per l'analisi dei dispositivi MEMS, o il trasporto di carica su eterostrutture polimeriche, ossia superfici di particolare interesse per le attività di ricerca svolte presso il Center of Nanoscience and Technology dell'Istituto Italiano di Tecnologia..

15 - Bibliografia

- [1] F.-Y. Zhu, Q.-Q. Wang, X.-S. Zhang, W. Hu, X. Zhao e H.-X. Zhang, «3D nanostructure reconstruction based on the SEM imaging principle, and applications,» *Nanotechnology*, vol. 187505, n. 25, pp. 1-10, 2014.
- [2] J. Yoo, G. Yu e J. Yi, «Black surface structures for crystalline silicon solar cells,» *Materials Science and Engineering B*, Vol. %1 di %2159-160, pp. 333-337, 2009.
- [3] M. de Boer, H. Jansen, J. Burger, R. Legtenberg e M. Elwenspoek, «THE BLACK SILICON METHOD H: THE EFFECT OF MASK MATERIAL AND LOADING ON THE REACTIVE ION ETCHING OF DEEP SILICON TRENCHES,» *Microelectronic Engineering*, vol. 27, pp. 475-480, 1995.
- [4] F. J. Giessibl, «Atomic Resolution of the Silicon (111)-(7x7) Surface by Atomic Force Microscopy,» *Science*, vol. 267, pp. 68-71, 1995.
- [5] NT-MDT, «Effect of the tip curvature radius and cone angle,» [Online]. Available: <http://www.ntmdt.com/spm-basics/view/effect-tip-radius-cone-angle>. [Consultato il giorno 11 09 2014].
- [6] Lyncee Tec, «Brochure DHM R2200 Lyncee Tec,» [Online]. Available: http://www.lynceetec.com/wp-content/uploads/2014/02/LynceeTec_DHM_R2000series_datasheet_A4_en.pdf. [Consultato il giorno 02 09 2014].
- [7] H. Seiler, «Secondary electron emission in the scanning electron microscope,» *Journal of Applied Physics*, vol. 54, n. 11, pp. R1-R18, 1983.
- [8] W. Beil e I. Carlsen, «Surface reconstruction from stereoscopy and Shape from Shading in SEM images,» *Machine vision and applications*, n. 4, pp. 271-285, 1991.
- [9] Jining, Xie, «Stereomicroscopy: 3D Imaging and the Third Dimension Measurement,» Agilent, USA, 2011.
- [10] S. Scherer, «3D Surface Analysis in Scanning Electron Microscopy,» *G.I.T. Imaging & Microscopy*, n. 3, pp. 45-46, 2002.
- [11] S. Roy, J. Meunier, A. Marian, F. Vidal, I. Brunette e S. Costantino, «Automatic 3D reconstruction of quasi-planar stereo Scanning Electron Microscopy (SEM) images,» in *34th Annual International Conference of the IEEE EMBS*, San Diego, 2012.
- [12] H. Bay, A. Ess, T. Tuytelaars e L. Van Gool, «Speeded-Up Robust Features (SURF),» *Computer Vision and Image Understanding*, vol. 110, n. 3, p. 346-359, 2008.
- [13] F. Marinello, P. Bariani, E. Savio, A. Horsewell e L. De Chiffre, «Critical factors in SEM 3D stereo microscopy,» *Measurement Science and Technology*, n. 19, 2008.
- [14] H. Schroettner, M. Schmied e S. Scherer, «Robust, dense and accurate 3D surface reconstruction in SEM through automatic calibration data calculation from multiple images,» in *European Microscopy Congress*, Antwerp, 2004.
- [15] E. P. Ivanova, J. Hasan, H. K. Webb, G. Gervinskas, S. Juodkazis, V. K. Truong, A. H. Wu, R. N. Lamb, V. A. Baulin, G. S. Watson, J. A. Watson, D. E. Mainwaring e R. J. Crawford, «Bactericidal activity of black silicon,» *NATURE COMMUNICATIONS*, vol. 4, p. Articolo2438, 2013.
- [16] M. Merano, S. Sondereg, A. Crottini, S. Collin, Renucci, P. Renucci, E. Pelucchi, a. mALKO, A. Malko, M. Baier, E. Kapon, B. Deveaud e J. Ganierè, «Probing carrier dynamics in nanostructures by picosecond cathodoluminescence,» *Nature*, vol. 438, pp. 479-482, 2013.

- [17] O. F. Mohammed, D.-S. Yang, S. K. Pal e A. H. Zewail, «4D Scanning Ultrafast Electron Microscopy: Visualization of Materials Surface Dynamics,» *J. Am. Chem. Soc.*, vol. 133, p. 7708–7711, 2011.
- [18] D. Flannigan, P. Samartzis, A. Yurtsever e A. Zewail, «Nanomechanical Motions of Cantilevers: Direct Imaging in Real Space and Time with 4D Electron Microscopy,» *Nanoletters*, vol. 9, n. 2, pp. 875-881, 2009.
- [19] Y. Emery, E. Solanas, N. Aspert, A. Michalska, J. Parent e E. Cucho, «MEMS and MOEMS resonant frequencies analysis by Digital Holography Microscopy (DHM),» in *SPIE Photonics West 2013:MOEMS-MEMS : Reliability, Packaging, Testing, and Characterization of MOEMS/MEMS and Nanodevices*, San Francisco, 2013.
- [20] Y. Sirong, W. Xiaolong, W. Wei, Y. Qiang, X. Jun e X. Wei, «A new method for preparing bionic multi scale superhydrophobic functional surface on X70 pipeline steel,» *Applied surface science*, vol. 171, pp. 149-155, 2013.
- [21] K. Richter, C. Kubasch e J.-W. Bartha, «Micro-Patterned Silicon Surfaces for Biomedical Devices,» *Plasma Process. Polym.*, vol. 4, p. S411–S415, 2007.
- [22] M. Hepel, «Atomic Force Microscopy Laboratory,» [Online]. Available: <http://www2.potsdam.edu/hepelmr/afm3.htm>. [Consultato il giorno 11 09 2014].
- [23] D. Puglisi, «Microscopio a forza atomica,» 02 09 2009. [Online]. Available: http://it.wikipedia.org/wiki/Microscopio_a_forza_atmica. [Consultato il giorno 09 11 2014].
- [24] T. Cocker, V. Jelic, M. Gupta, S. Molesky, J. Burgess, G. De Los Reyes, L. Titova, Y. Tsui, M. Freeman e M. Hegmann, «An ultrafast terahertz scanning tunnelling microscope,» *Nature Photonics*, vol. 7, pp. 620-625, 2013.
- [25] G. Coppola, P. Ferraro, M. Iodice, S. De Nicola, A. Finizio e S. Grilli, «A digital holographic microscope for complete characterization of microelectromechanical systems,» *MEASUREMENT SCIENCE AND TECHNOLOGY*, n. 15, pp. 529-539, 2004.
- [26] Strota, «Microscopia a forza atomica (AFM),» 19 02 2001. [Online]. Available: http://www.dfs.unito.it/solid/CARATTERIZZAZIONE/Afm/Index_afm.html. [Consultato il giorno 12 09 2014].
- [27] T. Everhart e F. Thornley, «Wide-band detector for micro-microampere low-energy electron currents,» *Journal of scientific instruments*, vol. 37, n. 7, pp. 246-248, 1960.
- [28] V. Freemont e R. Chellali, «Turntable-based 3D object reconstruction,» in *IEEE Conference on Cybernetics and Intelligent Systems Vol. 2*, Singapore, 2004.
- [29] B. C. Breton e J. L. Thong, «A topography measurement instrument based on the scanning electron microscope,» *Review of Scientific Instruments*, vol. 63, n. 1, pp. 131-138, 1992.
- [30] L. Cui e E. Marchand, «Calibration of Scanning Electron Microscope using a multi-images non-linear minimization process,» in *IEEE Int. Conf. on Robotics and Automation, ICRA'14*, Hong Kong, 2014.
- [31] O. Sinram, M. Ritter, S. Kleindiek, A. Schertel, H. Hohenberg e J. Albertz, «Calibration of an SEM, using a nano positioning tilting table and a microscopic calibration pyramid,» *INTERNATIONAL ARCHIVES OF PHOTOGRAMMETRY REMOTE SENSING AND SPATIAL INFORMATION SCIENCES*, vol. 5, n. 34, pp. 210-215, 2002.
- [32] B. K. P. Horn, *Doctoral Thesis " Shape from shading: a method for obtaining the shape of a smooth opaque object from one view"*, Cambridge: MIT, 1970.
- [33] R. Zhang, P.-S. Tsai, J. E. Cryer e M. Shah, «Shape-from-shading: a survey,» *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*, vol. 21, n. 8, pp. 690-706, 1999.

- [34] M. Santini e M. Guilizzoni, «3D X-ray Micro Computed Tomography on Multiphase Drop Interfaces: From Biomimetic to Functional Applications,» *Colloids and Interface Science Communications*, n. 1, pp. 14-17, 2014.
- [35] L. Fieramonti, E. Foglia, S. Malavasi, C. D'Andrea, G. Valentini, F. Cotelli e A. Bassi, «Quantitative measurement of blood velocity in zebrafish with optical vector field tomography,» *Journal of biophotonics*, p. doi: 10.1002/jbio.201300162, 2013.
- [36] P. Merli, V. Morandi e F. Corticelli, «Backscattered electron imaging and scanning transmission electron microscopy imaging of multi-layers,» *Ultramicroscopy*, n. 94, pp. 89-98, 2003.
- [37] M. Ferroni, A. Migliori, V. Morandi, L. Ortolani, G. Sberveglieri e C. Soldano, «Electron tomography of nanostructures in the SEM,» in *The 15th European Microscopy Congress*, Manchester, 2012.
- [38] D. O'Connor, B. Sexton e S. Smart, «Electron Inelastic Mean Free Path,» in *Surface Analysis Methods in Materials Science*, Heidelberg, Springer, 2003, p. 25.
- [39] B. J. Griffin, «A comparison of conventional Everhart-Thornley style and in-lens secondary electron detectors—a further variable in scanning electron microscopy,» *Scanning*, vol. 33, n. 3, pp. 162-73, 2011.
- [40] A. Fusiello e S. Mazzanti, «Rappresentazione di dati multimediali,» 18 03 2013. [Online]. Available: <http://www.diegm.uniud.it/fusiello/teaching/elementi/dispense/EI-08-Multimedia.html>. [Consultato il giorno 11 09 2014].
- [41] R. Danzl, H. Schroettner, F. Helmler e S. Scherer, «Coordinate measurement with nano-metric resolution from multiple SEM images,» in *European microscopy congress*, Manchester, 2012.
- [42] K. Kutulakos, «The Discrete Wavelet Transform,» 2013. [Online]. Available: <http://www.cs.toronto.edu/~kyros/courses/320/Lectures.2013s/lecture.2013s.10.pdf>. [Consultato il giorno 04 09 2014].
- [43] G. Bradski e A. Kaehler, *Learning OpenCV: Computer Vision with the OpenCV Library*, Sebastopol, CA: O'Reilly, 2008.
- [44] D. Joy, «SMART – a program to measure SEM resolution and imaging performance,» *Journal of Microscopy*, vol. 208, n. 1, pp. 24-34, 2002.
- [45] P. Mints, «Solar PV Profit's Last Stand,» *Renewable Energy World*, 20 marzo 2013. [Online]. Available: <http://www.renewableenergyworld.com/rea/news/article/2013/03/solar-pv-profits-last-stand>. [Consultato il giorno 08 settembre 2014].
- [46] A. Polman, «Nanoscatterers render silicon solar cells black,» *Foundation for Fundamental Research on Matter*, 22 Febbraio 2012. [Online]. Available: <http://www.fom.nl/live/english/news/archives/pressreleases2012/artikel.pag?objectnumber=179943>. [Consultato il giorno 2014 Settembre 09].