

扫描电子显微镜试行检定规程 (JJG 550-88) 评 述

周剑雄 陈振宇

(中国地质科学院矿产资源研究所 北京 100037)

E-mail: zjx@cags.net.cn

0 前言

《扫描电子显微镜试行检定规程》(JJG550-88) (以下简称《规程》) 是由上海市计量测试技术研究院张训彪最早提出并起草的, 发布于 1988 年。由于技术的飞速发展, 《规程》中有些规定已不太适合目前的实际情况, 但其基本精神仍可适用。《规程》简明扼要, 检验项目明确合理, 是扫描电镜检定实验室的重要标准。但遗憾的是这一试行《规程》竟然使用了近 20 年而未能修改并予以正式执行, 因此在使用时应予以必要的注意。建议可结合参考《JJG(教委)010-1996 分析型扫描电子显微镜检定规程》部门标准中的有关内容, 作一些相应的修改, 以使更符合实际情况。如《规程》中规定的“放大倍数的示值误差不大于 $\pm 10\%$ ”, “放大倍数的重复性不大于 5%” 等规定显然太宽松了。

这里特别指出的是: 在该《规程》中, 制订者已明确提出了对扫描电镜的几个关键性能指标进行检验的具体内容:

(1) 必须进行扫描电镜分辨力的检验, 以保证扫描电镜的图像观察达到最佳状态, 这是一个最基本的必须得检验, 很难想象一个分辨力状态很差的扫描电镜能够提供合格的结果。

(2) 必须认真进行放大倍率的校验, 并强调检验应使用长度标准样品, 以保证扫描电镜提供的放大倍数的正确性, 并使扫描电镜测长成为可能。《规程》中专门编写了一个关于长度标准样品的附录, 提出比对性标准样品的设想, 已清楚地说明了对标准样品(尺)的重视。

(3) 必须对扫描电镜进行图像畸变(图像失真)的调整。

应该说, 这个《规程》的制订具有重大的意义。遗憾的是, 由于标准的贯彻力度不够, 在实验室论证过程中, 往往受到严重的忽视, 绝大多数正在使用中的扫描电镜没有按《规程》进行检验。以至发生许多实验室竟然不知道这个标准的存在。当然, 国内缺乏必要的分辨力标样和长度标准样品, 也在客观上影响到上述《规程》的贯彻执行。因此, 加速研制有关长度标样和分辨力标样是贯彻执行本规程的关键。当然也期待着本试行检定规程能及早转正或重新制订。该标准的内容要点如下表所示:

表 1 内容提要

编号	JJG 550—1988
名称	(中文) 扫描电子显微镜试行检定规程 (英文) Verification Regulation of Scanning Electron Microscope
归口单位	上海市标准计量管理局
起草单位	上海市测量技术研究所
主要起草人	张训彪(上海市测量技术研究所)
批准日期	1988年3月22日
实施日期	1989年2月1日
替代规程号	
适用范围	本规程适用于新制造、使用中和修理后的扫描电子显微镜的检定
主要技术要求	1.直观要求 2.真空度要求 3.放大倍数的示值误差不大于±10% 4.放大倍数的重复性不大于5% 5.图像的线性失真度 6.二次电子像的分辨本领 7.X射线泄漏剂量当量不大于2.5μSv 8.环境条件 9.检定用的标准器及设备
是否分级	否
检定周期(年)	2
附录数目	3
出版单位	中国计量出版社
检定用标准物质	未明确规定, 现国内已可提供多种放大倍率和长度标准样品等
相关技术文件	
备注	

以下是该标准的主要内容摘录:

1 概述

扫描电子显微镜(简称扫描电镜)适用于观察样品的显微形貌, 测量微小物体的尺寸。

扫描电镜主要由电子光学系统、信号接收放大显示系统、真空系统和供电系统等部分组成。

经过电子光学系统聚焦的电子束在样品表面上扫描, 受照射的部位发射的二次电子信号经接收放大后, 用来调制显像管荧光屏的亮度, 显示出样品放大的像。

2 技术要求

扫描电镜按其性能分为简易型、普通型、精密型三个等级, 各个等级的扫描电镜的技术要求如下。

2.1 直观要求

2.1.1 仪器应无影响计量性能的损伤, 面板上的标记应清晰, 导线接头应有标记, 装配应牢固; 应标明生产厂名、制造日期、出厂编号等。

2.1.2 可调部分调节应正常; 显示和摄影系统应正常, 安全措施应有效。

2.1.3 加速电压应正常。

2.2 真空度要求

2.2.1 工作真空度

简易型	优于 $5 \times 10^{-3} \text{Pa}$
普通型	优于 $1 \times 10^{-2} \text{Pa}$
精密型	优于 $5 \times 10^{-3} \text{Pa}$

2.2.2 仪器从启动至达到工作真空度所需要的时间应不超过 30min。

2.2.3 更换样品（或电子枪灯丝）以后达到工作真空度所需要的时间。

2.2.3.1 局部破坏真空应不超过 5min。

2.2.3.1 全部破坏真空应不超过 10min。

2.3 放大倍数要求

2.3.1 放大倍数的示值误差不大于 $\pm 10\%$ 。

2.3.2 放大倍数的重复性不大于 5%。

2.4 图像的线性失真度

简易型	不大于 20%
普通型	不大于 15%
精密型	不大于 10%

2.5 二次电子像的分辨本领

简易型	不大于 20nm
普通型	不大于 10nm
精密型	不大于 6nm

2.6 X射线泄漏剂量当量不大于 $2.5 \mu\text{Sv}$ 。

3 检定条件

3.1 环境条件

3.1.1 室内温度为 $20 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

3.1.2 相对湿度不超过 70%。

3.1.3 杂散磁通量密度不超过 $5 \times 10^{-7} \text{T}$ 。

3.1.4 地基振幅不超过 $5 \mu\text{m}$ ($5 \sim 20 \text{Hz}$)。

3.2 电源

3.2.1 频率为 50 Hz。

3.2.2 电压为 $220 \pm 20 \text{V}$ 。

3.2.3 具有独立的接地线。

3.3 冷却水

3.3.1 流量不低于 2L/min。

3.3.2 压力不低于 $5 \times 10^4 \text{Pa}$ 。

3.3.3 水温 $20 \pm 5^\circ\text{C}$ 。

3.4 检定用的标准器及设备

3.4.1 检定扫描电镜放大倍数的标准样品（简称标样），相对误差不大于 $\pm 3\%$ ，参考型号

为美国国家标准局制造的 SRM484 型标样或比对性标样, 比对性标样的标定方法见附录 A。

3.4.2 检定分辨本领的标样为碳表面真空喷镀金颗粒制成的样品。

3.4.3 电离真空计的示值相对误差不大于 $\pm 20\%$ 。

3.4.4 X 射线剂量计的示值相对误差不大于 $\pm 20\%$ 。

3.4.5 比长仪的标准尺误差不大于 $1\mu\text{m}$ 。

3.4.6 非磁性金属网格方孔的边长为 0.1mm 。

4 检定项目与检定方法

4.1 直观检定

4.1.1 用目力观察, 应符合本规程 2.1.1 款的要求。

4.1.2 操作检查, 应符合本规程 2.1.2, 2.1.3 款的要求。

4.2 真空度的检定

4.2.1 使用电离真空计测量真空度。

4.2.2 仪器从启动至达到工作真空度所需时间的检定扫描电镜关机 4h 以后重新启动, 开始计算时间, 达到工作真空度结束记时。

4.2.3 更换样品 (或电子枪灯丝) 以后, 达到工作真空度所需时间的检定。更换样品 (或电子枪灯丝) 以后, 从预抽真空开始计算时间, 达到工作真空度结束记时。

4.3 放大倍数示值误差的检定

4.3.1 在仪器标称的放大倍数范围内选取 5 档, 其中包括最低放大倍数和测量分辨本领的放大倍数。

4.3.2 将测量放大倍数的标样固定在样品台上, 使其表面垂直于电子光学系统的轴线, 并调整到仪器说明书规定的工作距离位置上, 把标样上标记线的像调整到荧光屏的中心, 聚焦后拍照。

4.3.3 用比长仪测量标记线像的间距, 连续测量 3 次, 取算术平均值为 h (μm)。

4.3.4 放大倍数 M 按式 (1) 计算:

$$M = \frac{h}{t_0} \quad (1)$$

式中: t_0 — 标样上标记线的间距 (μm)。

4.3.5 放大倍数的示值误差 P 按式 (2) 计算:

$$P = \frac{N - M}{M} \times 100 \quad (2)$$

式中: N — 被检仪器放大倍数的标称值。

4.4 放大倍数重复性的检定

4.4.1 选取某一个常用的放大倍数, 按 4.3.2 款步骤拍摄一张标样标记线的照片。

4.4.2 改变电子束的加速电压和透镜电流, 5min 以后恢复到 4.4.1 款拍照时的状态; 再拍一张照片, 如此重复共拍 10 张照片。

4.4.3 按 4.3.3 和 4.3.4 款的步骤测量, 计算出 10 个放大倍数。

4.4.4 放大倍数的重复性 g 按式 (3) 计算:

$$g = \frac{3\sigma}{\bar{M}} \quad (3)$$

式中： \bar{M} — 10 次测量得到的放大倍数的平均值；

$$\sigma \text{ — 标准偏差； } \left(\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (M_i - \bar{M})^2}{n-1}} \right) ;$$

M_i — 第*i*次测量得到的放大倍数 ($i=1, 2, 3 \cdots 10$)；

n — 测量次数 (以 910)。

4.5 图像线性失真度的检定

4.5.1 取仪器的放大倍数为 100 倍。

4.5.2 将金属网格固定在样品台上，选取一个网孔，分别平移到荧光屏的中心和四个角，各拍一张照片。

4.5.3 用比长仪分别测量出 5 张照片上网孔像相邻两边的长度为： $x_0, y_0; x_1, y_1; x_2, y_2; x_3, y_3; x_4, y_4$

$$\text{取 } \Delta x_i = x_i - x_0, \Delta y_i = y_i - y_0$$

式中： $i=1, 2, 3, 4$ ；

$|\Delta x_i|$ 中的最大值为 Δx_{\max} ；

$|\Delta y_i|$ 中的最大值为 Δy_{\max} 。

4.5.4 图像 x 方向的线性失真度 α 按式 (4) 计算：

$$\alpha = \frac{\Delta x_{\max}}{x_0} \times 100\% \quad (4)$$

4.5.5 图像 y 方向的线性失真度 β 按式 (5) 计算：

$$\beta = \frac{\Delta y_{\max}}{y_0} \times 100\% \quad (5)$$

4.6 二次电子像分辨本领的检定

4.6.1 将碳表面喷镀金粒子的标样固定在样品台上，取可以显示分辨本领的放大倍数，把仪器调整到最佳工作状态拍照。

4.6.2 用比长仪测量照片上可分辨的金颗粒边界的最小间距 S (nm)。

4.6.3 扫描电镜的分辨本领 d 按式 (6) 计算：

$$d = \frac{S}{M} \quad (6)$$

式中： M —检定分辨本领照片的放大倍数。

4.7 X 射线泄漏量的检定方法

把扫描电镜调整到最高的加速电压，最大的电子束流的工作状态，距离镜筒大约 50mm，用 X 射线剂量仪测量镜筒各部位 X 射线的泄漏量。

5 检定结果的处理和检定周期

- 5.1 经过检定符合本规程规定的仪器，发给检定证书。
- 5.2 经过检定不符合本规程规定的仪器，发给检定结果通知书。
- 5.3 扫描电镜的检定周期一般为两年。

附录 A

比对性标准样品的标定方法

A.1 目前美国国家标准局提供的检定扫描电镜放大倍数的标准样品的最小刻度为 $1\mu\text{m}$ 。由于视场有限；用这种标样检定 5 万倍以上的放大倍数有困难，所以检定 5 万倍以上的放大倍数，就需要使用比对性标样，在没有美国国家标准局提供的标样的情况下，也可以使用比对性标样检定各种放大倍数。

A.2 比对性标样可以从具有精细结构的样品中选取。例如：相邻的两条刻线的间距小于 $1\mu\text{m}$ 的物理光栅。

A.3 将选定的比对性标样和测定扫描电镜放大倍数的标样同时固定在扫描电镜的样品台上。

A.4 首先将比对性标样调整到标准工作距离的位置上，然后把比对性标样上选定的间距小于 $1\mu\text{m}$ 的两条标记线平移到荧光屏的中心位置上，使扫描电镜调整到最佳工作状态，细心聚焦以后拍摄标记线的照片。

A.5 紧接着再将测量扫描电镜放大倍数的标样移到视场之内，把标样的工作面调整到标准工作距离的位置上，再把标样面上的标记线平移到荧光屏的中心位置上，将扫描电镜调整到与条 4 同样的工作状态，细心聚焦以后拍摄标记线的照片。

A.6 用比长仪测量出比对性标样标记线的间距为 Δt ，测量扫描电镜放大倍数标样标记线的间距为 Δt_0 。

A.7 比对性标样标记线的间距为 Δt 按下式计算：

$$t = \frac{\Delta t}{\Delta t_0} t_0$$

式中： t_0 — 测量扫描电镜放大倍数标样标记线的标定间距。

A.8 上述实验进行 10 次，10 次实验得到的比对性标样标记线的标定间距的相对误差不大于 3%，说明比对性标样可以用于测量扫描电镜的放大倍数，将 10 次实验的算术平均值作为这个比对性标样的标记线间距的标定值。

数学表示如下：

$$\frac{3}{\bar{t}} \times \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (t_i - \bar{t})^2}{n(n-1)}} \leq 3\%$$

式中： t_i — 比对性标样标记线问距的第 i 次测量值 ($i=1, 2, 3 \cdots 10$)；

\bar{t} — 10 次测量的算术平均值；

n — 测量次数 ($n=10$)。

扫描电子显微镜检定记录

B.1 直观检定

B.1.1 直接观察

B.1.2 操作检查

B.2 真空度的检定

工作真空度	开机时间	换样品时间	换灯丝时间

B.3 放大倍数示值误差的检定

测量内容	测量档号	标称值	一次测量	二次测量	三次测量	平均值	测定值	示值误差
数据								

B.4 放大倍数重复性的检定

$$\begin{aligned}
 M_1= & \quad M_2= & \quad M_3= & \quad M_4= \\
 M_5= & \quad M_6= & \quad M_7= & \quad M_8= \\
 M_9= & \quad M_{10}= & &
 \end{aligned}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (M_i - \bar{M})^2}{n-1}} = \quad g = \frac{3\sigma}{M} =$$

B.5 图像线性失真度的检定

$$\begin{aligned}
 x_1= & \quad x_2= & \quad x_3= & \quad x_4= \\
 x_0= & \quad \Delta x_{\max}= & \quad \alpha= & \\
 y_1= & \quad y_2= & \quad y_3= & \quad y_4= \\
 y_0= & \quad \Delta y_{\max}= & \quad \beta= &
 \end{aligned}$$

B.6 二次电子像分辨本领的检定

$$S= \quad M= \quad d = \frac{S}{M} =$$

B.7 X射线泄漏量的检定

$$H=$$

检定结果通知书（背面）

C.1 直观

C.2 真空度

C.2.1 工作真空度

C.2.2 开机时间

C.2.3 更换样品时间

C.2.4 更换灯丝时间

C.3 放大倍数的示值误差

$P_1=$ $P_2=$ $P_3=$

$P_4=$ $P_5=$

C.4 放大倍数重复性

$g=$

C.5 图像线性失真度

$\alpha=$ $\beta=$

C.6 二次电子像的分辨本领

$d=$

C.7 X 射线泄漏量

$H=$