

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1916—2021

扫描电子显微镜校准规范

Calibration Specification for Scanning Electronic Microscopes (SEM)

2021-07-28 发布

2022-01-28 实施

国家市场监督管理总局 发布

扫描电子显微镜校准规范

Calibration specification for Scanning

Electronic Microscopes (SEM)

JJF 1916—2021

代替 JJG 550—1988

归口单位：全国几何量长度计量技术委员会

主要起草单位：中国计量科学研究院

参加起草单位：广州市计量检测技术研究院

浙江省计量科学研究院

上海市计量测试技术研究院

山东省计量科学研究院

本规范委托全国几何量长度计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

李 伟（中国计量科学研究院）

高思田（中国计量科学研究院）

施玉书（中国计量科学研究院）

参加起草人：

古耀达（广州市计量检测技术研究院）

茅振华（浙江省计量科学研究院）

傅云霞（上海市计量测试技术研究院）

赵东生（山东省计量科学研究院）

市场监管总局

目 录

引言	(II)
1 范围	(1)
2 引用文件	(1)
3 术语和定义	(1)
3.1 标准样板	(1)
4 概述	(1)
5 计量特性	(1)
6 校准条件	(2)
6.1 环境条件	(2)
6.2 校准用标准器	(2)
7 校准项目和校准方法	(2)
7.1 测长示值误差	(2)
7.2 正交畸变	(3)
7.3 线性失真度	(3)
8 校准结果表达	(4)
9 复校时间间隔	(4)
附录 A 扫描电子显微镜测长示值误差的不确定度评定示例	(5)
附录 B 比例尺校准值	(7)
附录 C 校准证书内容及内页格式	(8)

引 言

JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001《通用计量术语及定义》和 JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制修订工作的基础性系列规范。

本规范是对 JJG 550—1988《扫描电子显微镜（试行）》的修订。修订过程中参照了 GB/T 20307—2006《纳米级长度的扫描电镜测量方法通则》和 GB/T 27788—2011《微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则》。与 JJG 550—1988 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了扫描电镜测长示值误差的校准；
- 增加了 Y 方向的测长示值误差校准；
- 删除了真空度的测量；
- 删除了 X 射线泄漏量的测量；
- 增加了附录 B “比例尺校准值”。

本规范的历次版本发布情况为：

- JJG 550—1988。

扫描电子显微镜校准规范

1 范围

本规范适用于扫描电子显微镜的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1071—2010 国家计量校准规范编写规则

GB/T 20307—2006 纳米级长度的扫描电镜测量方法通则

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本规范。

3.1 标准样板 reference artifact

具有多个等间距栅格的样板，其栅格间距经过国家法定计量检定机构校准，间距值溯源到国家基准。

4 概述

扫描电子显微镜（以下简称“电镜”）利用聚焦的电子束在样品表面逐点扫描，电子与样品作用产生二次电子信号以及背散射电子信号，由此获得表面形貌图像，可以达到纳米级的分辨力。其结构示意见图 1。

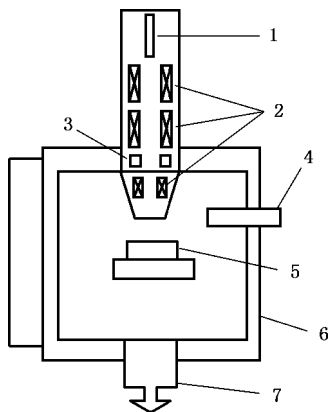


图 1 扫描电子显微镜结构示意图

1—电子枪；2—聚焦透镜；3—扫描线圈；4—信号探测器；5—样品；6—样品室；7—真空系统

5 计量特性

电镜计量特性见表 1，性能指标供校准时参考。

表 1 电镜的计量特性

计量性能	性能指标
测长示值误差	不超过 $\pm 5\%$
正交畸变	不超过 0.5°
线性失真度	$<10\%$

6 校准条件

6.1 环境条件

环境温度： $(20\pm 5)^\circ\text{C}$ ；相对湿度：不超过 65% 。

使用的标准样板应与被测仪器放在一起等温不少于 0.5 h 。

实验室电磁辐射应不影响测量结果。

6.2 校准用标准器

扫描电镜校准项目所采用的标准样板为等间距栅格标准样板，包含 5 个以上周期。根据所校准的放大倍数，选取相应的标准样板，如表 2 所示。

表 2 标准样板栅格间距

序号	计量特性	标准样板	放大倍数	最大允许误差
1	测长示值误差	$50\text{ nm}\sim 200\text{ nm}$ 一维栅格	$100\text{ k}\sim 1\,000\text{ k}$	$\pm 3\%$
		$200\text{ nm}\sim 400\text{ nm}$ 一维栅格	$20\text{ k}\sim 100\text{ k}$	$\pm 3\%$
		$400\text{ nm}\sim 800\text{ nm}$ 一维栅格	$10\text{ k}\sim 20\text{ k}$	$\pm 1\%$
		$1\text{ }\mu\text{m}\sim 2\text{ }\mu\text{m}$ 一维栅格	$3\text{ k}\sim 10\text{ k}$	$\pm 1\%$
2	正交畸变	$10\text{ }\mu\text{m}$ 二维栅格	$500\sim 2\text{ k}$	$\pm 1\%$
3	线性失真度	$10\text{ }\mu\text{m}$ 二维栅格	$500\sim 2\text{ k}$	$\pm 1\%$

7 校准项目和校准方法

根据仪器说明书，抽气使样品室真空度达到工作状态，记录达到工作真空的时间。将电子束亮度和合轴调到测量状态。将样品台倾斜设置为 0° ，使标准样板的表面垂直于电子束。加速电压和工作距离调整到测量状态。

所有校准项目均在 100 万倍以下放大倍数进行。放大倍数至少包括高、中、低三个不同倍数。

7.1 测长示值误差

调整样品台，旋转标准样板使栅格的线条沿着竖直方向，栅格间距的测量方向沿着图像的 X 轴。记录扫描图像以及对应的放大倍数，如图 2 所示。

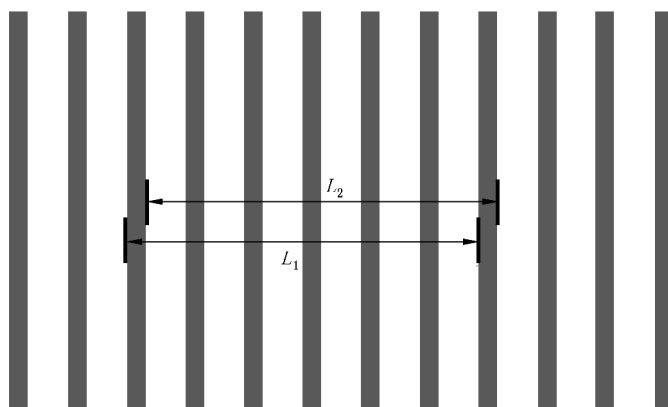


图2 X轴测长值校准示意图

对图像上X方向的栅格间距进行测量。选取标准样板图像上 M ($M \geq 5$)个栅格结构测量线条中心间距 L 。间距 L 可由左侧边沿的间距 L_1 与右侧边沿的间距 L_2 的平均值计算,即 $L = (L_1 + L_2) / 2$ 。连续测量3次,取平均值。对于放大倍数在20万倍以上的测长示值误差校准, L 可以只包含一个间距。

栅格间距测量值按公式(1)计算:

$$P = L / M \quad (1)$$

测量值与标准样板实际值的差为测长示值误差。

将样品台旋转 90° ,使线条沿着图像Y轴,按照X方向栅格间距的测量方法来测量Y方向的栅格间距。测量值与标准样板实际值的差为测长示值误差。

7.2 正交畸变

二维栅格样板进行测量,将二维栅格标准样板的图像中水平线条调整为沿着X方向。如图3所示,选取X、Y方向5个间隔周期以上测量长度,用扫描电子显微镜的图像测量软件测量栅格图像上横向与纵向栅格方向的夹角,与标准样板实际校准值的差即为校准结果。

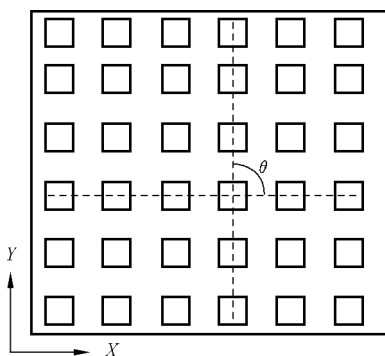


图3 正交畸变校准示意图

7.3 线性失真度

在放大倍数1 000倍,测量二维栅格样板,选取一个栅格,分别平移到图像的中心和四角,各获取一幅图像。

测量5个位置上栅格的X、Y方向的宽度,分别为 $x_0, y_0; x_1, y_1; x_2, y_2; x_3, y_3; x_4, y_4$ 。取 $\Delta x_i = x_i - x_0, \Delta y_i = y_i - y_0$,其中 $i = 1, 2, 3, 4$ 。

$|\Delta x_i|$ 中的最大值为 Δx_{\max} ， $|\Delta y_i|$ 中的最大值为 Δy_{\max} 。

X 方向线性失真度 α 按公式 (2) 计算：

$$\alpha = \frac{\Delta x_{\max}}{x_0} \times 100\% \quad (2)$$

Y 方向线性失真度 β 按公式 (3) 计算：

$$\beta = \frac{\Delta y_{\max}}{y_0} \times 100\% \quad (3)$$

8 校准结果表达

经过校准的扫描电子显微镜出具校准证书。校准证书应符合 JJF 1071—2010 中 5.12 的要求，校准证书内容见附录 C。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔，建议一般不超过 1 年。

市场监管总局

附录 A

扫描电子显微镜测长示值误差的不确定度评定示例

扫描电子显微镜测量不确定度受到放大倍数、电子束漂移、仪器像散等因素的影响。本附录为扫描电子显微镜的 X 和 Y 方向示值误差校准结果的测量不确定度评定。

A.1 测量模型

根据测量方法，用标准样板对扫描电子显微镜校准时，测量结果可以表示为：

$$\Delta L = L_i - L_s$$

式中：

ΔL ——扫描电子显微镜测长示值误差；

L_i ——扫描电子显微镜测量标准样板的测量值；

L_s ——标准样板的校准值。

测量不确定度来源包括：

$u(L_i)$ ——仪器测量引入的不确定度；

$u(L_s)$ ——标准样板引入的不确定度。

以上各不确定度分量互相独立，所以 ΔL 校准结果合成标准不确定度为：

$$u_c = \sqrt{u^2(L_i) + u^2(L_s)}$$

扩展不确定度 $U = ku_c$ ， $k = 2$ 。

A.2 标准不确定度评定

本示例中采用的校准样板为周期为 500 nm 的一维线间隔样板，扫描电镜放大倍数为 20 000 倍。

A.2.1 样板测量引入的标准不确定度分量 $u(L_i)$

该项不确定度分量包括测量时栅格起止点对准引入的不确定度 u_1 及图像像素分辨力引入的不确定度 u_2 。

a) 以重复测量的标准差作为起止点对准的不确定度 u_1 。对样板重复测量 10 次，测量的实验标准偏差为 0.42 nm，即 $u_1 = 0.42$ nm。

b) 记录图像的像素分辨力 R 为每个像素尺寸对应的被测标准样板上的距离，对于图像尺寸 W 与像素数 N_p 的测量图像：

$$R = W/N_p = 6\,315\text{ nm}/1\,536 = 4.11\text{ nm}$$

测量周期为 10 个，测量间距时由图像像素分辨力引入的不确定度为：

$$u_2 = \frac{4.11\text{ nm} \times \sqrt{2}}{10 \times \sqrt{3} \times 2} = 0.17\text{ nm}$$

所以，样板测量的标准不确定度：

$$u(L_i) = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = 0.45\text{ nm}$$

A.2.2 标准样板引入的标准不确定度分量 $u(L_s)$

所用 500 nm 标准样板的扩展不确定度为 $U = 2.8$ nm， $k = 2$ 。则：标准不确定

度为：

$$u(L_s) = 2.8 \text{ nm} / 2 = 1.4 \text{ nm}$$

A.3 测量不确定度结果

合成标准不确定度：

$$u_c = \sqrt{u^2(L_i) + u^2(L_s)} = 1.47 \text{ nm}$$

扩展不确定度：

$$U = k u_c = 3.0 \text{ nm}, k = 2$$

市场监管总局

附录 B

比例尺校准值

将标准样板线条调整为沿着竖直方向，测量标准样板图像上 X 方向栅格间距，选取的测量长度应不小于图像尺寸的 $2/3$ 。 X 方向比例尺的校准值按照公式 (B. 1) 计算：

$$C_x = C_0 \times P / p_x \quad (\text{B. 1})$$

式中：

C_x —— X 方向比例尺的校准值；

C_0 —— 图像上测量比例尺的示值；

p_x —— 电镜记录图像上标准样板 X 方向栅格间距的测量值；

P —— 与 p_x 对应的标准样板栅格间距校准值。

电镜图像 Y 方向的比例尺校准同理，将标准样板线条调整为沿着水平方向，测量图像上的 Y 方向的栅格间距， Y 方向比例尺的校准值按照公式 (B. 2) 计算：

$$C_y = C_0 \times P / p_y \quad (\text{B. 2})$$

式中：

C_y —— Y 方向比例尺的校准值；

C_0 —— 图像上测量比例尺的示值；

p_y —— 电镜记录图像上标准样板 Y 方向栅格间距的测量值；

P —— 与 p_y 对应的标准样板栅格间距校准值。

附录 C

校准证书内容及内页格式

C.1 校准证书至少应包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 证书编号，页号和总页数的标识；
- d) 客户名称和地址；
- e) 被校准计量器具或测量仪器的名称、型号规格、制造厂、出厂编号；
- f) 校准单位校准专用章；
- g) 校准日期；
- h) 校准所依据的技术规范名称及代号；
- i) 本次校准所用有证标准物质和主要测量设备名称、型号、准确度等级或不确定度或最大允许误差、仪器编号、证书编号及有效期；
- j) 校准地点、校准时的环境条件（如温度、湿度）；
- k) 校准结果及其测量不确定度；
- l) 校准人、核验人、批准人签名及签发日期；
- m) 校准结果仅对被校仪器本次测量有效的声明；
- n) 未经实验室书面批准，部分复制证书或报告无效的声明。

C.2 推荐的校准证书内页格式见表 C.1。

表 C.1 校准结果

序号	校准项目	校准结果				
1	测长示值误差	放大倍数	标准值	测量值	示值误差	不确定度
		1 k				
		10 k				
		200 k				
2	正交畸变					
3	线性失真度					