

分析型扫描电子显微镜检定规程

1. 分析型扫描电子显微镜检定规程的说明

| | |
|---------|---|
| 编号 | JJG(教委)010-1996 |
| 名称 | (中文) 分析型扫描电子显微镜检定规程 (英文) Verification regulation for analytical scanning electron microscope |
| 归口单位 | 国家教育委员会 |
| 起草单位 | 国家教育委员会 |
| 主要起草人 | 万德锐 林承毅 |
| 批准日期 | 1997年1月22日 |
| 实施日期 | 1997年4月1日 |
| 替代规程号 | 无 |
| 适用范围 | 本规程适用于新安装、使用中和维修后的各种分析型扫描电子显微镜(以下称扫描电镜)的检定。 |
| 主要技术要求 | 1.外观要求 2.安装条件 3.检定环境 4.检定用标样及设备 5.检定项目 |
| 是否分级 | 无 |
| 检定周期(年) | 3 |
| 附录数目 | 2 |
| 出版单位 | 科学技术文献出版社 |
| 检定用标准物质 | |
| 相关技术文件 | |
| 备注 | |

2. 分析型扫描电子显微镜检定规程的摘要

2 范围

本规程适用于新安装、使用中和维修后的各种分析型扫描电子显微镜(以下称扫描电镜)的检定。

2.1 原理

经过电子光学系统聚焦的电子束在样品表面扫描,受照射的部位便激发出二次电子、背散射电子、特征X射线等多种物理信号。这些信号经检测、放大后,用来调制阴极射线管的亮度,即可观察到样品的图像。通过对特征X射线的检测、校正和计算,便可对样品进行元素成分的定性和定量分析。

2.2 构成

分析型扫描电镜是由常规的扫描电镜和X射线能量色散谱仪两部分组合而成。它既能观察样品的微观形貌和结构,又能分析样品微区的元素成分。

扫描电镜,由电子光学系统、信号检测和放大系统、扫描系统、图像显示和记录系统、电源系统以及真空冷却系统等部分组成。扫描电镜按其电子枪类型和分辨率等性能分为热发射普通型、热发射精密型和场发射精密型三个等级(表1)。X射线能量色散谱仪,简称X射线能谱仪,由半导体探测器、前置放大器、主放大器、脉冲堆积排除器、模拟数字转换器、多

道分析器、计算机以及显示器和打印机等组成。因此，分析型扫描电子显微镜是在常规扫描电镜的基础上增加了X射线的检测、放大、显示、记录、校正和计算等装置。

3 计量单位

计数率 用检测器中每秒钟的计数CPS(Count Per Second)来表示，单位为 s^{-1} 。

4 计量要求

4.1 扫描电镜技术指标

新安装的各种扫描电镜应符合说明书中规定的技术指标。

使用中和修理后的各种扫描电镜应符合本规程表1中规定的技术指标。

表1 各种扫描电镜的主要性能和技术指标

| 扫描电镜类型 | 热发射普通型 | 热发射精密型 | 场发射精密型 |
|-----------|--------------------|---|--------------------|
| 电子枪类型 | 钨丝电子枪 | 钨丝或六硼化镧 | 场发射电子枪 |
| 工作真空度 | 10^{-3}Pa | $10^{-3}\text{Pa}\sim 10^{-5}\text{Pa}$ | 10^{-8}Pa |
| 仪器启动抽真空时间 | 30min | 25min | 20min |
| 更换样品抽真空时间 | 5min | 4min | 3min |

续表

| | | | |
|--------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| 扫描电镜类型 | 热发射普通型 | 热发射精密型 | 场发射精密型 |
| 更换灯丝抽真空时间 | 10min | 8min | 8min |
| 放大倍数示值误差 | 不大于 $\pm 10\%$ | 不大于 $\pm 10\%$ | 不大于 $\pm 10\%$ |
| 放大倍数重复性 | 不大于5% | 不大于5% | 不大于5% |
| 显像管中心与边缘倍率误差 | 15% | 10% | 10% |
| 二次电子图像分辨率 | 优于10nm | 优于6nm | 优于2.5nm |
| X射线泄漏剂量 | 不大于 $2.5\mu\text{Sv}$ | 不大于 $2.5\mu\text{Sv}$ | 不大于 $2.5\mu\text{Sv}$ |

4.2 X射线能谱仪技术指标

新安装的各种X射线能谱仪应符合说明书中规定的技术指标。

使用中和修理后的各种X射线能谱仪应符合下列技术指标。

X射线能谱谱线分辨率： $155\text{eV}\sim 133\text{eV}$

元素分析范围： $\text{Na}^{11}\sim \text{U}^{92}$ (铍膜窗口)

$\text{C}^6\sim \text{U}^{92}$ (超薄窗口)

$\text{B}^5\sim \text{U}^{92}$ (极超薄窗口、氮化硼窗口或铍膜切换窗口)

5 技术要求

5.1 外观要求

5.1.1 仪器无影响计量性能的损伤，面板上标志清晰；标明仪器名称、型号、生产厂名、制造日期和出厂编号。

5.1.2 仪器平稳地置于地基上，装配牢固，各个调节旋钮、按钮和开关均能正常工作，无松动现象。导线接头应有标记，结合紧密，接触良好。

5.2 安装条件

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

5.2.2 地基振幅不超过 $5\mu\text{m}$ 。

- 5.2.3 电源电压为 $220\text{V} \pm 20\text{V}$ ，频率为 50Hz ，具有独立的接地线，并接地良好。
- 5.2.4 冷却水流量不低于 $2\text{l}/\text{min}$ ，压力不低于 $5 \times 10^4\text{Pa}$ ，水温为 $20^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 。
- 5.3 检定环境
- 5.3.1 室内温度为 $20^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 。
- 5.3.2 相对湿度不超过 70% 。
- 5.4 检定用标样及设备
- 5.4.1 检定扫描电镜放大倍数的标样可选用间距为 $1\ \mu\text{m}$ 的美国国家标准和技术研究院(原称国家标准局)的标样或我国制备每毫米1000条线的物理光栅，其相对误差不大于 $\pm 3\%$ 。
- 5.4.2 检定分辨率的标样为碳表面真空喷镀金颗粒制成的样品。
- 5.4.3 电离真空计的示值相对误差不大于 $\pm 20\%$ 。
- 5.4.4 X射线剂量计的示值相对误差不大于 $\pm 20\%$ 。
- 5.4.5 比长仪的标准尺误差不大于 $1\ \mu\text{m}$ 。
- 5.4.6 检定图像的线性失真度的非磁性金属网格方孔边长为 0.1mm 。
- 5.4.7 检定X射线能谱谱线分辨率的标样为纯锰或电解锰的标样或者放射性的 F_0^{55} 标样。
- 5.4.8 检定X射线能谱仪元素分析范围的标样为分别含Na、C、B的标样。
- 5.5 检定项目
- 5.5.1 直观检定
- 5.5.2 真空度的测定
- 5.5.3 放大倍数示值误差的测定
- 5.5.4 放大倍数重复性的测定
- 5.5.5 显像管中心与四角边缘处倍率误差的测定
- 5.5.6 二次电子图像分辨率的测定
- 5.5.7 X射线能谱谱线分辨率的测定
- 5.5.8 X射线能谱仪元素分析范围的测定
- 5.5.9 X射线泄漏剂量的测定

6 检定方法和检定报告

- 6.1 直观检定
- 用目力观察，应符合本规程3.2.1和3.2.2的要求。
- 6.2 真空度的测定
- 6.2.1 原则上应使用电离真空计测量真空度。如果二次电子图像分辨率的技术指标符合要求，仪器工作正常，可认为真空度已达到技术要求。
- 6.2.2 仪器从启动至达到工作真空度所需时间的测定。
- 关机4小时后重新启动，开始计算时间，达到工作真空度时，结束记时。
- 6.2.3 更换样品或更换灯丝后达到工作真空度所需时间的测定。
- 更换样品或灯丝后，从预抽真空开始计算时间，达到工作真空度结束记时。
- 6.3 放大倍数示值误差的测定
- 6.3.1 在扫描电镜标称的放大倍数范围内选取常用的5档放大倍数。
- 6.3.2 将测定放大倍数的标样安装在样品台上，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，将标样上标记线的像移至显像管的中心，聚焦后照相记录。
- 6.3.3 用比长仪测量标记线像的间距 $L(\mu\text{m})$ ，连续测量3次，取算术平均值 (μm) 。
- 6.3.4 按公式(1)计算放大倍数 M ：

$$M = \frac{L}{L_0} \quad (1)$$

式中 L_0 ——标样上标记线的间距。

6.3.5 按公式(2)计算放大倍数的示值误差P:

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

式中 N ——被检扫描电镜放大倍数的标称值。

用间距为 $1\mu\text{m}$ 的光栅检定5万倍以上的放大倍数有困难。在这种情况下需要使用比对性标样,其标定方法见附录A(JJG 550—88附录1)。

6.4 放大倍数重复性的测定

6.4.1 选取某个常用的放大倍数,按**6.3.2**步骤拍摄一张标样标记线的照片。

6.4.2 改变电子束的加速电压和透镜电流,5分钟后恢复到**6.4.1**照相时状态,再拍摄一张照片。如此重复,共拍摄10张照片。并按**6.3.3**和**6.3.4**步骤测量,计算出10个放大倍数。

6.4.3 按公式(3)计算出放大倍数的重复性 g 。

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

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

\bar{M} ——10次所得放大倍数的平均值;

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

n ——测量次数($n=10$)。

6.5 显像管中心与四角边缘处倍率误差的测定

6.5.1 选定扫描电镜的放大倍数为100倍。将金属网格安装在样品台上,获得图像后选取一个网孔,分别平移到显像管的中心和四个角,各拍一张照片。

6.5.2 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

$$x_0, y_0; x_1, y_1; x_2, y_2; x_3, y_3; x_4, y_4; \Delta x_i = x_i - x_0, \Delta y_i = y_i - y_0。$$

式中 $i=1, 2, 3, 4$; Δx_i 中的最大值为 Δx_{\max} ; Δy_i 中的最大值为 Δy_{\max} 。

6.5.3 按公式(4)计算求得 x 方向图像线性失真度 α

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

6.5.4 按公式(5)计算求得 y 方向图像线性失真度 β

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

6.6 二次电子图像分辨率的测定

6.6.1 将碳表面喷镀金粒的标样安装在样品台上,在6~10万倍下,使扫描电镜调整到最佳工作状态,拍摄金粒的二次电子图像。

6.6.2 用比长仪测量照片上可分辨的金粒边界的最小间距 $S(\text{nm})$ 。

6.6.3 按公式(6)计算求得扫描电镜的分辨率 r 。

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

6.7 X射线能谱谱线分辨率的测定

选取纯锰或电解锰的标样或者 Fo^{55} 标样安装在样品台上，使加速电压、物镜光阑、束流、计数率等均处于能谱分析工作状态，收取标样的X射线谱。利用能谱仪提供的计算分辨率的程序计算 $\text{MnK}\alpha$ 峰的半高宽，或利用谱图手算，即得X射线能谱谱线分辨率。

6.8 X射线能谱仪元素分析范围的测定

为了检定X射线能谱仪的元素分析范围，只需要确定出能够分析的最轻元素。按仪器说明书所标明的元素分析范围，将含Na、C或含B的标样安装在样品台上，使加速电压、物镜光阑、束流、计数率又处于能谱分析工作状态，收取标样的X射线谱。如果探头前是铍膜切窗口，需在真空条件下将铍窗口移开。在1.04keV、0.28keV和0.18keV处观察能否收到 $\text{NaK}\alpha$ 、 $\text{CK}\alpha$ 或 $\text{BK}\alpha$ 的特征峰。

6.9 X射线泄漏量的测定

将扫描电镜调整到加速电压最高、电子束流最大的工作状态。在距离镜筒约50mm处，用X射线剂量仪测量镜筒各部位和样品更换室的X射线泄漏量。

7 计量管理

7.1 检定结果处理

经检定后的仪器，发给检定证书。在检定结论中需明确说明被检定的仪器应属于何种级别、是否合格、存在的问题和建议等。

7.2 检定周期

扫描电镜的检定周期为3年。在镜筒清洗、仪器大修或搬迁后均应重新进行检定。新购置的扫描电镜，首次检定后5年内免检。使用5年或5年以上的扫描电镜，视仪器型号和具体情况，按技术指标或适当降低指标进行检定。

注：需要查阅全文，请与出版发行单位联系。