

国家科技基础条件平台项目 资助

扫描电镜测长 问题的讨论



周剑雄 陈振宇 主编



电子科技大学出版社

国家科技基础条件平台项目 资助

扫描电镜测长 问题的讨论

周剑雄 陈振宇 主编

电子科技大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

扫描电镜测长问题的讨论 / 周剑雄, 陈振宇主编. —成都: 电子科技大学出版社, 2006.5
ISBN 7-81094-962-4

I. 扫... II. ①周... ②陈... III. 扫描电子显微镜—测量—研究 IV. TN16

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 117754 号

内 容 简 介

本文集是微米、纳米长度的扫描电镜测量领域的多年研究成果的综合, 共有 23 篇相关论文和资料。第一部分是总论, 对扫描电子显微镜实验室的认证和认可问题, 以及扫描电镜测长及其标准化进行了讨论。第二部分是与扫描电镜测长有关的八个计量检定规程和标准方法的评述和解读。第三部分是与扫描电镜测长有关的实物标准样品的研制、长度测量及有关问题的讨论, 首次报道了我国研制成功的具有国际先进水平的直接溯源到国际长度基准的一批微米和亚微米的长度标准器。第四部分讨论了其他关联的长度测试分析方法和扫描电镜中成份分析的标准化技术问题。

本文集是扫描电镜领域具有开创性的一些研究成果的总结, 将成为我国扫描电镜、电子探针以及透射电镜、各类光学显微镜、图像分析仪等显微实验室必备的分析测试手册和工具。对于众多领域的科学技术人员或研究生, 本文集也有重要的参考价值。

扫描电镜测长问题的讨论

周剑雄 陈振宇 主编

出 版: 电子科技大学出版社 (成都建设北路二段四号)
责任编辑: 谢应成
发 行: 电子科技大学出版社
印 刷: 北京水文联合印刷厂
开 本: 787mm×1092mm 1/16 印张 字数 450 千字
版 次: 2006 年 5 月第一版
印 次: 2006 年 5 月第一次印刷
书 号: ISBN 7-81094-962-4/TN·19
定 价: 50.00 元

■ 版权所有 侵权必究 ■

- ◆ 邮购本书请与本社发行科联系。电话: (028)83201495 邮编: 610054 邮箱: zjx@cags.net.cn
- ◆ 本书如有缺页、破损、装订错误, 请寄回印刷厂调换。电话: (010)68329828 邮编: 100037

开拓新的测试技术
探索纳米微观世界

白春礼

二〇一五年九月

序 言

纳米科技是当今国际上的一个热点。纳米测量学在纳米科技中起着信息采集和分析的不可缺少的重要作用。发展纳米测量学主要有两个途径：一是建立新原理、新方法和创造新技术，如发展扫描探针显微术等；二是发展传统技术，主要是电子束、离子束和光子束技术。现在高性能透射电子显微镜和扫描电子显微镜的分辨本领已分别达到 $0.1 \sim 0.2\text{nm}$ 和 $0.4 \sim 3.0\text{nm}$ ；从单纯的显微放大发展为集物质动静态观察、化学成分和结构分析，以及研究与其宏观性能(功能)之间的关系于一体的常规精密仪器；已广泛用于表征、分析纳米材料和生物大分子的微结构等。纳米颗粒、纳米线、纳米管、纳米棒等新型纳米材料的表征和最终确定,也主要依靠电子显微技术。目前,电子显微镜市场也发生了改变,原来的主要用户是高等院校和科学研究单位，现在很多企业也成为买主。特别是扫描电子显微镜,及在此基础上发展起来的电子束曝光机及专用大规模集成电路测试设备，已大量应用于半导体集成电路制造业，生产线进行失效分析，提高了成品率。

扫描电子显微镜在超显微类仪器，如电子显微镜及扫描探针显微镜类仪器中可能是普及度最高的。作为一种微米、纳米尺度测量、乃至计量设备，标准化工作是十分重要的。国内外虽然在扫描电子显微镜的测长方面，如标准样品、标准方法及计量检定规程等都做过一些工作，但尚未见有较为系统的讨论。从这个角度来看，本论文集应是国内扫描电子显微镜测长领域研究成果的具有开创性的一次总结，也为超显微镜的微纳米测长及其标准化提供了一个很好的可借鉴的尝试。

愿本书的出版能够推动我国微米、纳米尺度测量及其标准化的相关研究，推动我国纳米测量学体系的建立和完善！

姚骏恩

中国工程院 院士
2005年10月于北京

前 言

扫描电子显微镜需要计量检定吗？扫描电子显微镜能测量微米、纳米长度吗？本文集将给予肯定的回答，不仅指出扫描电镜是最佳的测长工具，而且提供了实现的途径，以及计量检定和测长的关键所在。

扫描电子显微镜如何进行校验和检验？扫描电子显微镜实验室如何准确应对实验室的认证？扫描电子显微镜如何较好地面对当今纳米科技的发展？扫描电子显微镜实验室的技术水平的提高关键何在？在本文集中你将找到这些问题的满意答案和办法，至少将加深许多检定规程和测量标准的理解，并取得许多有益的启示。我们希望本文集是关于扫描电子显微镜测长问题的一次抛砖引玉，当然也更希望能给你带去一个新的天地。

扫描电子显微镜作为一种微小尺度样品的观测分析手段，在高科技研究和国民经济的许多重要部门，如电子工业、金属非金属和特种新材料、航天航空和军事科学、国家安全、生物医学以及地质学等部门都有着广泛的应用。以扫描电镜为代表的一类微束分析技术在微米和纳米物质的两维或三维的形态观测和研究方面，具有许多先天的优越性，如分辨力高，粒度、尺度观察直观，适用样品的范围广，仪器普及度高等。但在国内几乎很少有人探索用作长度测量的计量仪器，至于用作纳米测量的计量仪器更是谈不到。实际上，从 20 世纪 70 年代起，国内外就开始对扫描电镜的测长进行了探索，我国国内的微束分析界已先后在扫描电镜的计量检定规程、扫描电镜测长用的长度标准器、扫描电镜长度检测的标准方法等三个方面做了许多工作，已配套制订并发布了相关的国家标准。美国 NIST 首先用作纳米长度基准的测量方法，就是加了激光干涉仪的扫描电镜。然而，在纳米测量方法中实际应用效果最佳的这些工作未能引起重视并产生较好的效益。本文集是近年来在微米、纳米长度的计量和检测领域的一些研究成果的综合，将围绕扫描电镜用作微米、纳米长度测量的计量器进行深入的讨论，共有 23 篇有关论文和资料，供大家在研讨这个问题时参考。它们涵盖了以下四个部分：

第一部分是总论，文集的第一篇对扫描电子显微镜实验室的认证和认可问题进行了释疑，以最简明扼要的形式论述了扫描电镜与测长相关的技术关键。文集第二篇“关于扫描电镜测长及其标准化的讨论”较全面、深入地讨论了这个为大多数人所忽略了但又极为重要的问题。

第二部分是与扫描电镜测长有关的计量检定规程或测量方法标准的评述和解读，共涉及到八个有关的国内外的文字标准。其中部分是关于扫描电镜检定规程和放大倍率的校正，部分直接关于扫描电镜的测长方法，是每个扫描电子显微实验室必备和必须执行的标准，也充分概括了多年来我国微束标准化领域的成果。

第三部分是与扫描电镜测长有关的实物标准样品，即有关长度标准器具（标准尺）以及扫描电镜分辨力标准样品、各种图形标准样品等的研制问题。这是执行各类有关扫描电镜测长标准的关键所在。其中首次报道了我国研制成功的一批具有国际先进水平的直接溯源到国际长度基准的一批微米和亚微米级的长度标准器，详细讨论了长度溯源标定的测量

方法，以及三个微米级栅网标准样品和几个分辨力标准样品的研制概况。

第四部分是与微纳米长度测试分析方法相关的讨论性论文，共有两篇。论文从不同角度论述或展示了许多纳米测量分析方法的各自特点，目的是使从事扫描电镜形态观察和测长工作的同志对微米、纳米的测量有一个整体的了解，从而使我们更清楚地认识到扫描电镜测长方法的重要性及其优越性。

文集的最后，我们也简单地讨论了扫描电镜中成分分析的标准化技术问题。因为扫描电镜中的成分分析功能，与其图像观察和测长功能相比，有时显得更为重要。对多数实验室来说，其实很难区分扫描电镜的主要功能是图像观察，还是成分分析。这就是为什么我们在讨论扫描电镜测长的同时，很有必要简单地讨论一下扫描电镜中成分分析的标准化技术问题。

文集从另一个角度来看也可以看作是扫描电镜、电子探针以及相关的光学显微镜、电子显微镜等实验室必备的分析测试手册，对于实验室的认证和测长标准的执行具有重要意义。

本书所提供的资料表明：扫描电镜本身的唯一功能不仅是用做微区放大，而且可以进行微米、纳米微小尺度的计量测量。目前国内能测量纳米长度的仪器虽然有多种，然而具备真正意义的纳米计量测量条件的仪器不多。在测量的同时又能直接显示纳米物体形态，而且有合理、合法的标准器、有计量检定规程，可以实现计量溯源的仪器非扫描电子显微镜莫属。

希望本文集的出版，不仅仅提供了扫描电镜测长领域内具有开创性的一些研究成果，而更希望本文集真正成为扫描电镜、电子探针以及电子显微镜、各类光学显微镜、图像分析仪等显微实验室必备的分析测试手册和工具。为我国此类仪器进口的真正把关，为提高我国这类实验室的分析水平以及实验室的认证和认可发挥重要的作用。

作者非常感谢微束界的同仁多年来给予我和同事们的许多支持，特别感谢全国微束分析标准化技术委员会委员们的理解和帮助。对参与和支持本文集得以完成的许多同仁也深表谢意。本文集中的许多研究成果和论文的编写与出版都是在科技部重点科技项目2002DEB20063等多个科技条件平台项目的支持下完成。

白春礼院士和姚骏恩院士在百忙之中为本书题字和作序，作者非常感谢他们对我们工作的大力支持和鼓励！

由于水平有限，书中遗漏和错误之处在所难免，请使用本书的各位同仁多提宝贵意见，以利于共同提高！

周创雄 研究员
中国地质科学院矿产资源研究所
2006年4月于北京

目 次

题字
序言
前言

白春礼院士
姚骥恩院士
周剑雄

第一部分 总论(概述)

关于扫描电子显微镜实验室认证与认可问题的释疑	周剑雄 等 (1)
关于扫描电镜测长及其标准化的讨论	周剑雄 等 (13)

第二部分 有关的计量规程和相关标准的评述

扫描电子显微镜试行检定规程(JJG 550—88)评述	周剑雄 等 (20)
分析型扫描电子显微镜检定规程(JJG (教委) 010—1996)评述	周剑雄 等 (29)
电子探针分析仪检定规程(JJG 901—1995)评述	周剑雄 等 (36)
电子探针分析仪的检测方法(GB/T 15075—94)评述	周剑雄 等 (46)
金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法(GB/T 12334—2001) 评述	周剑雄 等 (52)
微束分析-扫描电镜-图像放大倍率校准导则(ISO 16700—2004)评述	周剑雄 等 (58)
微米级长度的扫描电镜测量方法(GB/T 16594—96)评述	周剑雄 等 (70)
纳米级长度的扫描电镜测量方法评述	周剑雄 等 (75)

第三部分 有关的实物标准样品的研究和介绍

用于扫描电镜图像放大倍率校准的三个微米级栅网图形有证标准样品 的研究	周剑雄 等 (90)
S1000—S5000系列微米—亚微米级扫描电镜图像放大倍率校准标准样品 的研制报告	周剑雄 等 (107)
采用计量型扫描力显微镜可溯源标定微纳米标准样板	戴高良 等 (132)
100nm线距标准的计量应用的评定	陈振宇 编译 (147)
国内外扫描电镜用微米纳米长度标准样板的研制概况	陈振宇 等 (154)
扫描电镜的分辨力测量和分辨力标样的研制	周剑雄 等 (171)
扫描电镜、电子探针的分辨力及放大倍率	李香庭 (182)
PTB扫描电镜计量系统及其应用简介	陈振宇 编译 (186)
扫描电镜测量长度的不确定度评定	朱 莉 等 (194)
测量不确定度的评定与表示的讨论	张训彪 等 (199)

第四部分 其他讨论性论文

纳米技术与纳米计量	高思田 等 (213)
纳米长度测量的标准化研究	盛克平 等 (224)
扫描电镜中成分分析的标准化技术研究	周剑雄 (231)

Contents

Inscription By Prof. Bai Chunli (academician of CAS)

Preface By Prof. Yao Jun'en (academician of CAE)

Introduction

Part 1 General Discussion

Disabuse on the certification of the SEM Lab.....	(1)
Discussion on the length measuring by SEM and its standardization.....	(13)

Part 2 Reviews on the Related Verification Regulation and Standards About SEM

Verification Regulation of Scanning Electron Microscope (JJG 550—88).....	(20)
Verification regulation for analytical scanning electron microscope(JJG 010—1996)	(29)
Verification regulation of Electron Probe Micro analyzer (JJG 901—1995).....	(36)
Method for testing EPMA instrument (GB/T 15075—94).....	(46)
Gold-plated thickness measurement by SEM (GB/T 17722—1999).....	(52)
Micro beam analysis-Scanning electron microscopy-Guidelines for calibrating image magnification (ISO16700—2004)	(58)
Micron grade length measurement by SEM (GB/T 16594—96)	(70)
Nanometer grade length measurement by SEM (GB/T draft).....	(75)

Part 3 Studies on the Reference Materials For SEM Magnification Calibrating and Length Measuring

Study on three micron-level grids pattern certified reference material used for magnification calibration of SEM	(90)
Report of investigation: S1000-S5000 serious of micro-Sub micro scale reference material for SEM magnification calibration.....	(107)
Metrological scanning probe microscopy applied for traceable calibrations of micro- and nano-scale transfer standards	(132)
Characterization on an 100nm pitch standard for metrological application.....	(147)
Review on available reference standards for SEM magnification calibration and length measuring	(154)
Resolution testing and testing standards of SEM.....	(171)
Resolution and magnification of SEM and electron probe.....	(182)
An introduction to the electron optical metrological system in PTB and its application.....	(186)
Evaluation of the uncertainty for the measurement of length by SEM	(194)
Discussion on the evaluation and express of the measurement uncertainty.....	(199)

Part 4 Related Studies

Nano-technique and nanometer metrology.....	(213)
Study on standardization for nanometer measurement	(224)
Study on standardization for elements measurement in SEM/EPMA.....	(231)

第一部分 总论（概述）

关于扫描电子显微镜实验室 认证与认可问题的释疑 ——兼论扫描电镜测长问题

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

摘 要 本文以对话形式对扫描电子显微镜实验室的认证与认可问题进行释疑，首次在国内外明确提出了扫描电镜实验室必须进行计量认证和认可的意见，并提出了具体实施的措施。因为这是扫描电镜实验室最最基本的问题，也是测长的基础，该问题的讨论将有益于我国上千个扫描电镜实验室分析水平的提高，同时，对于进口扫描电镜性能的检查验收和日常仪器的校验更具有重要的实用意义。文中建议的必须用我国的有关长度标准器对扫描电镜进行必要的检验或校验更是具有重大的现实意义。鉴于本文集讨论的重点是扫描电镜的测长，因而对扫描电镜测长问题之外的、甚至更为重要的微区化学成分定量分析、微区晶体结构分析等问题，本文未作较深入的讨论。

关键词 扫描电镜；实验室认证与认可；测长；检定规程；标准；标准样品

在本文中，我们将主要讨论以下一些问题，如：

- 扫描电镜实验室的认证和认可是怎么回事？
- 扫描电镜实验室进行认证和认可有什么作用？
- 每个扫描电镜实验室都需要认证和认可吗？
- 目前我国扫描电镜实验室的认证和认可的概况如何？
- 扫描电镜缺少认证的状况已产生的严重后果是什么？
- 扫描电镜实验室认证和认可有哪些标准文件可供执行参考？
- 扫描电镜实验室有哪些项目(执行标准的能力)可以申请呢？
- 扫描电子显微镜能测长吗？
- 扫描电镜测长的三个基本条件是什么？
- 我们国内是否已具备这三个测长的基本条件？
- 国内未能开展扫描电镜测长的原因何在？
- 为什么说长度标准器是测长的关键？
- 我国是否已有扫描电镜用的长度标准器？

- 仪器检验或验收扫描电镜时用什么样的长度标准器？
- 扫描电镜对长度标准器的基本要求是什么？
- 扫描电镜测长的常用方法标准有哪些？
- 通常的扫描电镜测长范围和不确定度是多少？
- 何为“扫描电镜检定规程”？
- 扫描电镜应自检还是由计量部门来检定？
- 按照扫描电镜的检定规程，扫描电镜应作哪些必要的检定？
- 在上述检定中，哪些是关键的检定内容？
- 电子探针具有扫描电镜的功能，那么电子探针的检定内容有什么不同吗？
- 分析扫描电镜的检定内容如何？
- 在分析扫描电镜检定中，应准备哪三类必需的标准样品？
- 电子探针和扫描电镜有哪些标准方法和技术规范供使用？

0 前言

扫描电镜本身的最大功能是可以快速、有效地进行微米和纳米物质的两维或三维的形态观测和研究，分辨力高，观察直观，适用样品的范围广，仪器普及度高。扫描电镜中的许多附加功能，如 X 射线能谱分析系统可进行化学成分的快速定性和定量分析，背散射电子衍射图像分析系统可进行晶体结构分析，使扫描电镜如虎添翼，成为一种可以同时进行微区形态、成分和晶体结构综合分析的理想仪器。因此，在高科技研究和国民经济的许多重要部门，如电子工业、金属非金属和特种新材料、航天航空和军事科学、国家安全、生物医学以及地质学等部门都有着广泛的应用。

那么，如此重要的扫描电镜实验室如何进行实验室的认证与认可的问题就摆在每个实验室的面前。本文拟用问答形式来简单地讨论这个问题，其所讨论的问题主要集中在扫描电镜作为图像观测性能的认证与认可，因为这是本文集“扫描电镜测长问题的讨论”中最基本的问题，但也少量涉及扫描电镜其他性能的认证的有关问题。

1 扫描电镜实验室认证和认可是怎么回事？

有人说，很奇怪，我从来就没听说过扫描电镜实验室要进行认证和认可。甚至有人说，不进行计量认证和认可，我们的实验室天天运转得不也很好吗？这里首先要讨论的是，扫描电镜是不是一个提供计量型数据的仪器，从下述许多问题的讨论看来，答案是肯定的。扫描电镜实验室可以提供多种分析测试数据，即使是扫描电镜只用作照相，图像上的放大倍率的准确程度也总得有个计量性的检验。更何况扫描电镜通常有 X 射线能谱仪附件，要进行元素的成分分析，要提供定量的分析结果，更有进行必要的计量认证和实验室认可。

从认证和认可的角度来看，扫描电镜实验室与其他分析测试实验室具有完全相同的共性，只是分析测试的项目有差异罢了。

2 扫描电镜实验室进行认证和认可有什么作用？

实验室认证和认可的主要内容包括组织管理、质量体系及其审核与评审、人员素质、设施与环境、设备与标准物质、量值溯源和校准、校准和检验方法、样品管理、档案、证

书和报告等。其核心是使实验室建立起一个分析测试数据的质量保证体系。在建立和完善这个质量保证体系的过程中,不仅仅在人员素质和技术方法上高标准严要求,更重要的在质量管理上,即对质量保证体系的运作上要有很严格的要求,即要把实验室的一切活动达到程序化、文件化和规范化的要求。这将会大大提高实验室人员的分析水平和分析数据的正确性,以保证扫描电镜实验室执行国家标准的能力,这是做好任何分析检测工作的根本。换句话说,认证和认可是提高扫描电镜实验室分析测试水平的一个重要途径。扫描电镜的校验和检验仅仅是认证和认可工作中的一项关键性的技术工作。

3 每个扫描电镜实验室都需要认证和认可吗?

从以上两个问题的答案中已不难知道,每个扫描电镜实验室都需要认证和认可。或者说每个扫描电镜实验室都应积极参与实验室的认证和认可,放弃参与就等于放弃学习和提高的机会,应是十分遗憾的事。有些实验室因为确实太小,或分析任务极为单调,即使如此,也应详细地了解扫描电镜实验室认证和认可的细节,为认证和认可创造必要的条件。

4 目前我国扫描电镜实验室的认证和认可的概况如何?

目前,我国有将近 1 000 扫描电镜实验室。近年来年增长量保持在 150 台左右,年支出在 4~5 亿人民币左右,是一个特别重要的新兴领域。十多年以来,我们虽然已在扫描电镜计量检定规程、标准测量技术方法和实物标准样品等方面做了大量工作,在扫描电镜实验室的认证和认可方面收效甚微。多数扫描电镜实验室忽略了这一工作,少数实验室虽然进行了认证,但执行的项目或检验的要求都相当宽松。严格地说,直至目前我国几乎没有一个实验室按照现已公布的国家标准进行过较为认真的认证或认可。

5 扫描电镜缺少认证的状况已产生的严重后果是什么?

概括地说,下列几个严重的后果难道不值得我们深思吗:

(1) 由于缺少扫描电镜严格认证的要求,也使历年来进口的扫描电镜等仪器缺少严格的进口检验,使仪器在进口时就留下许多先天不足,如放大倍率不准,图像严重畸变、电子束束流不稳等,也使大多数扫描电镜配上 X 射线能谱仪后,无法进行准确的定量分析。即最终是使新近进口的仪器水平下降,满足不了我们分析测试的需求。外国厂商可随心所欲地降低成本(质量),赚取利润,我们却花费了大量的外汇买不到所需要的仪器,这个损失是十分巨大的。周剑雄先生曾经在多种场合说过,在 20 世纪 80 年代我们可以买到能进行定量分析的扫描电镜和 X 射线能谱的组合,但在 21 世纪新近进口的数百台仪器中,几乎很难找到这样的组合,这真是一个天大的玩笑。但是,如果我们完善了扫描电镜检验规程,并执行这些规程,不仅使我们的仪器在日常工作中保持良好状态,而且也为进口仪器的严格把关提供了重要的前提。

(2) 由于扫描电镜实验室没有进行严格的认证认可,扫描电镜实验室的分析水平普遍低下。因而使人们通常认为扫描电镜就是一个放大的照相机,只照照相而已。进行成分分析时,也只是做些定性分析而已。这是目前国内 95% 以上扫描电镜实验室的现状。难道我们花费 200~400 万元/每台的扫描电镜仪器就只能做这样的工作吗? 其实,扫描电镜是最佳的微米、纳米测长的计量仪器、是最佳的微区化学成分主元素定量分析的仪器,是每个

实验室经过认真认证和认可的提高都可以做到的事。

(3) 由于扫描电镜实验室水平普遍低下, 因此扫描电镜的仪器使用效率和解决科研生产等有关国民经济的实际问题的能力受到许多限制, 使这一大型仪器所产生的效益受到严重的影响, 使我国每年在这一领域的巨大投资所获得的实际回报十分有限。

以上这些严重的后果虽很难用准确的经济数字来表达, 但可以毫不夸张地说, 损失量绝对不是可以用千万元或亿元来计算的。反之, 如果我们在扫描电镜实验室进行实验室的认证与认可方面专门投入一个小小的力量, 将可获得巨大的收益。这正是我们多年来进行这一方面工作的初衷。

6 扫描电镜实验室认证和认可有哪些标准文件可供执行参考?

目前, 扫描电镜实验室认证和认可已有许多标准文件可供执行, 按分析测试的目的可分为以下几类, 现分别列举如下:

(1) 常用的与扫描电镜测长直接有关的标准有以下几个:

- 微米级长度的扫描电镜测量方法(GB/T 16594—94)
- 金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法(GB/T 12334—2001)
- 纳米级长度的扫描电镜测量方法(国家标准讨论稿)

(2) 常用的与扫描电镜检定规程有关的标准有以下一些, 主要用于扫描电镜的检定和校验, 包括分辨力的检验和放大倍率的校验。

- 扫描电子显微镜试行检定规程(JJG 550—88)
- 分析型扫描电子显微镜检定规程(JJG 011—1996)
- 电子探针分析仪的检测方法(GB/T 15075—94)
- 微束分析—扫描电镜—图像放大倍率校准导则(陈振宇译)

(3) 常用的与扫描电镜分析测试应用有关的标准有以下一些, 其中, 如山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量分析方法和沉积岩中自生粘土矿物扫描电子显微镜及 X 射线能谱鉴定方法等在实际使用中收到了良好的效果。

- 山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量分析方法(GB/T#14593—93)
- 黄金制品镀层成分的 X 射线能谱测量方法(GB/T#17723—99)
- 沉积岩中自生粘土矿物扫描电子显微镜及 X 射线能谱鉴定方法(GB/T#17361—98)
- 黄金饰品的扫描电镜 X 射线能谱分析方法(GB/T#17632—98)

(4) 常用的与扫描电镜分析间接有关的标准有:

- 电子探针分析标准样品通用技术条件(代替 GB/T#4930—85)
- 电子探针定量分析方法通则(GB/T#15074—94)
- 玻璃的电子探针分析方法(GB/T#15244—94)
- 稀土氧化物的电子探针定量分析方法(GB/T#15245—01)
- 硫化物矿物的电子探针定量分析方法(GB/T#15246—01)
- 碳钢和低合金钢中碳的电子探针定量分析方法(GB/T#15247—94)
- 硅酸盐矿物的电子探针定量分析方法(GB/T#15617—01)
- 金属及合金电子探针定量分析方法(GB/T#15616—95)
- 电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析通则(GB/T#17359—98)

- 钢中低含量 Si、Mn 的电子探针定量分析方法(GB/T#17360—98)
- 黄金制品的电子探针定量测定方法(GB/T#17363—98)
- 金属与合金电子探针定量分析样品的制备方法(GB/T#17365—98)
- 矿物岩石的电子探针分析试样的制备方法(GB/T#17366—98)
- 船舶黑色金属腐蚀层的电子探针分析方法(GB/T#17506—98)

严格来说,每个配 X 射线能谱仪的扫描电镜实验室,都应在不同程度上掌握上述标准,或应严格执行这些标准。

7 扫描电镜实验室有哪些项目(执行标准的能力)可以申请呢?

简单地讲,扫描电镜实验室可以有三大方面的分析测试项目可以申请:

- (1) 微米、纳米尺度的测长分析。
- (2) 化学成分分析。
- (3) 各种材料的分析检验方法。

具体答案可从上一个问题的回答中找到,这里不再重复。

8 扫描电子显微镜能测长吗?

回答是肯定的。扫描电镜本身的唯一功能不仅仅是用作微区放大,而且可以进行微米、纳米微小尺度计量测量。目前国内能测量纳米长度的仪器虽然有多种,然而具备真正意义的纳米计量测量条件的仪器不多。在测量的同时又能直接显示纳米物体形态,而且有合理、合法的标准器、有计量检定规程,可以实现计量溯源的仪器非扫描电子显微镜莫属。

换一句话说,扫描电镜不仅能测长,而且理应成为许多实际测长应用领域中最佳的测量工具。

9 扫描电镜测长的三个基本条件是什么?

扫描电镜能否作为测长计量仪器所必需的三个条件是:

- (1) 必须有扫描电镜的计量检定规程

计量检定规程应对与扫描电镜测长有关的仪器参数,如扫描电镜分辨力的、图像放大倍率等进行校验或校准并对重复性的确定,以及图像畸变或线性失真度的校验等作出明确的规定,只有通过计量检定的扫描电镜才可以用于精确测长。

- (2) 必须有扫描电镜的长度测量的标准方法

标准方法规定扫描电镜在测长时应遵循的步骤及应注意的一些问题,只有严格按照标准方法的规定执行,才可能将测量的长度值追溯到长度基准。

- (3) 必须有扫描电镜测长用的长度标准器

在扫描电镜计量检定时所进行的图像放大倍率校准和在测长标准方法规定的实际测量过程中都必须使用长度标准器。如 2004 年通过审查的三个栅网标准样品(栅网的大小分别为 12.50 μm (G125)、25.00 μm (G250)、62.50 μm 、82.50 μm 、125.00 μm 、165.00 μm (G4))和正在研制的其他微米和纳米量级的长度标准器品就是这样的长度标准器。它是这三个基本条件的核心。

10 我们国内是否已具备这三个测长的基本条件？

总的说来，国内已初步具有这三个条件，可以进行扫描电镜的测长测量。

从 20 世纪 70 年代起，国内外就开始在这些方面进行了探索，我们国内的微束分析界也已先后在上述三个方面做了许多工作，已配套制订并发布了相关的国家标准。早在 1988 年我国就正式发布了“扫描电子显微镜试行检定规程”(JJG550—1988)，1995 年又发布了“电子探针分析仪的检测方法”(JJG901—1995)，1996 年国家教委重新修订后颁布了“分析型扫描电子显微镜计量检定规程”(JJG 010—1996)，对扫描电镜的计量检定做了较好的规定，实际上在这些规程中都已经对扫描电镜的分辨力校准和图像放大倍率校准等与测长有关的仪器调整要求作了较为明确的规定。1996 年和 1997 年又先后发布了扫描电镜的长度测量方面的两个标准方法，即“微米级长度的扫描电镜测量方法”(GB/T 16594—1996)和“金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法”(GB/T 17722—1997)，为扫描电镜的测长又进一步提供了标准方法的依据。其后 1999 年又发布了扫描电镜的微米级图形标准，其中已经提供了一个方向的 $2\mu\text{m}$ 标准微尺，2004 年又通过了两个扫描电镜分辨力标准样品和三个栅网标准样品(栅网的大小分别为 $12.50\mu\text{m}$ (G125)、 $25.00\mu\text{m}$ (G250)、 $62.50\mu\text{m}$ 、 $82.50\mu\text{m}$ 、 $125.00\mu\text{m}$ 、 $165.00\mu\text{m}$ (G4))，并正在研制其他微米和纳米量级的长度标准器。至此，我国实际上已初步具备了扫描电镜作为长度计量器具的三个基本条件。但是，遗憾的是，这些工作因种种原因而未受到应有的重视并推广使用，甚至很少有人知道这些标准的存在，更少有人去严格执行，未能产生较好的科研效益和经济效益。

11 国内未能开展扫描电镜测长的原因何在？

我国扫描电镜测长工作的滞后有以下三个方面的原因：

(1) 缺少扫描电镜用的长度标准器品、扫描电镜分辨力标样和扫描电镜畸变校正用标样是一个直接的关键的因素。虽然国内较早考虑制订了各种检定规程或标准方法，但由于标准样品的长期缺少，在实际中无法执行。

(2) 缺少大量的测长分析的实践和研究报告的发表，缺少必要的学术讨论，缺乏对分析技术方法深入研究的氛围。是导致我国扫描电镜测长发展不快的另一个重要原因。

(3) 在计量的管理方面的某些误导限制了标准样品研制的积极性。实验室认证的某些缺陷也是造成目前现状的重要原因。

12 为什么说长度标准器是测长的关键？

扫描电镜测长方法是一种直接比对法，必须与标准样品进行实时的比对并进行修正计算。此外，在对扫描电镜作计量检定和图像放大倍率校正时都必须有长度标准器品。没有或缺少长度标准器品是无法进行此项工作的。我国扫描电镜测长工作的长期滞后的关键就在这里。即使在无标样长度测量分析时，也是将长度标样数据事先储存在计算机内，分析时直接调用。长度测量结果和标样的选用关系很大。计量认证等分析检验报告的数据，必须使用标样才有效。长度标准器品在实验室的计量认证、ISO 的质量认证及实验室认可等考核中，是必不可少的。2004 年审查通过的三个栅网标准样品(栅网的大小分别为 $12.50\mu\text{m}$ (G125)、 $25.00\mu\text{m}$ (G250)、 $62.50\mu\text{m}$ 、 $82.50\mu\text{m}$ 、 $125.00\mu\text{m}$ 、 $165.00\mu\text{m}$ (G4))就是这一

类的标样。目前正在研制并接近完成的系列长度标准器品, 包括 S1000、S1000T、S500、S500T、S200 等亚微米标准器也将很快能提供使用。

13 我国是否已有扫描电镜用的长度标准器?

回答不仅是肯定的, 而且应该说我们自己研制的长度标准器要比国外已有的有许多优越性。它们都具有双向的条纹状的图形, 具有从低倍到高倍连续观察、可溯源到长度物理量基准等其他国内外长度标准器不完全具备的特点。2004 年审查通过的三个栅网标准样品(栅网的大小分别为 $12.50\mu\text{m}$ (G125)、 $25.00\mu\text{m}$ (G250)、 $62.50\mu\text{m}$ 、 $82.50\mu\text{m}$ 、 $125.00\mu\text{m}$ 、 $165.00\mu\text{m}$ (G4)) 就是这一类的标样。目前正在研制并接近完成的系列长度标准器品, 包括 S1000、S1000T、S500、S500T、S200 等亚微米标准器也将很快能提供使用。它们将具有更完美的优点(详见本论文集中的相关论文)。

14 仪器检验或验收扫描电镜时用什么样的长度标准器?

无论是扫描电镜检验或验收, 还是扫描电镜测长, 其本质都是一种直接对比法, 必须与标准样品进行实时的比对。可以用作这类检验工作的标准器很多, 本文集的有关 ISO16700 标准中的附录 A 列举并推荐了许多国际上常用的一些标准器, 遗憾的是我国国内几乎根本不了解这些情况, 也基本上没有一个实验室使用过这些标准器。更遗憾的是在通过这个由我国专家审查的标准文件时, 竟然遗忘了我国事实上也有此类标准样品。

由于上面提到过的原因, 我国研制的长度标准器都具有双向的条纹状的图形, 具有从低倍到高倍连续观察、可溯源到长度物理量基准等其他国内外长度标准器不完全具备的特点, 我们建议必须使用三个栅网标准样品(栅网的大小分别为 $12.50\mu\text{m}$ (G125)、 $25.00\mu\text{m}$ (G250)、 $62.50\mu\text{m}$ 、 $82.50\mu\text{m}$ 、 $125.00\mu\text{m}$ 、 $165.00\mu\text{m}$ (G4)) 和 S1000、S1000T、S500、S500T、S200 等亚微米标准器(详见本论文集中的论文 12 和 13)。

15 扫描电镜对长度标准器品的基本要求是什么?

周期性线距结构、光栅或网格样品是对如光学显微镜、电子显微镜或扫描探针显微镜等图像系统进行放大倍率校准和空间变形评定的最好的长度标准器品。如果线距结构是使用可溯源的方法测量的, 那么该线距结构对图像系统的校准就是可溯源的。

作为一个在扫描电镜下使用的长度标准器品, 必须具备以下几个关键的性能:

(1) 必须具有导电性、在真空中及电子束重复照射下稳定。

(2) 应该有两个方向的多种线距长度, 因为扫描电镜的实际放大倍率往往不是线性变化的, 所以不同放大倍率范围需要不同线距大小的标准尺来校准, 测量微米级和纳米级的样品长度也需要分别使用微米级和纳米级的标准尺来作比对。

此外, 扫描电镜在 X、Y 方向上的畸变往往较大, 因此具有双向线距的标准样品使用时更理想。

(3) 线距的一致性较好, 即在标准尺标称的相同线距结构的不同部位要求线距应该具有良好的一致性, 即在不同部位使用都应该得到相同的结果。

(4) 虽然多数标准尺的标定值都是多个线距的平均值, 但如果刻线的边缘粗糙度没有足够小的话, 不同部位测出来的线距值就会有比较大的误差, 所以刻线的边缘粗糙度一定

要保证足够的质量。

(5) 标准尺的线距结构在扫描电镜下应该能产生较好的对比度,这样便于确定线条的边缘或对线距结构作二次电子强度的剖面曲线图并对其线距进行测量。

(6) 标定的线距值的准确度自然是标准尺的最关键的一个要求,它是扫描电镜图像放大倍率校准和长度测量准确性的保证。

(7) 经认证标定的标准尺的线距值应该能溯源到计量基准或一个国际公认的标准,即如果是一级标样,其线距值应该可溯源到米定义计量基准,二级标样可以通过使用一级标样的标定实现其可溯源性。

16 扫描电镜测长的常用方法标准是什么?

常用的与扫描电镜测长直接有关的标准有以下几个:

- 微米级长度的扫描电镜测量方法(GB/T 16594—94)
- 金覆盖层厚度的扫描电镜测量方法(GB/T 12334—2001)
- 纳米级长度的扫描电镜测量方法(国家标准讨论稿)

常用的与测长间接有关,而与扫描电镜检定直接有关的标准有以下一些,主要用于扫描电镜的检定,包括分辨力的检验和放大倍率的校验。

- 扫描电子显微镜试行检定规程(JJG 550—88)
- 分析型扫描电子显微镜检定规程(JJG 011—1996)
- 电子探针分析仪的检测方法(GB/T 15075—94)
- 微束分析—扫描电镜—图像放大倍率校准导则(ISO 16700)

17 通常的扫描电镜测长范围和不确定度是多少?

扫描电镜测长的下限是扫描电镜分辨力的三倍左右,即 5~10nm。再小的物体就很难进行测量,测长的上限是扫描电镜最低倍率下所能看到的物体尺度,通常是 2~3mm。测长的不确定度在大于 100nm 的情况下最优可达 1%,通常可小于 3%。最关键的是必须有一个不确定度较小的长度标准器,因为扫描电镜测长的不确定度的多少,主要取决于长度标准器的优劣。

18 何谓扫描电镜检定规程?

凡是要进行实验室认证或认可的实验室,首先要根据检定规程对仪器进行检定。例如,扫描电镜要根据 JJG 550—88 检定规程进行检定,电子探针仪检定要按照 GB/T 15075—94 电子探针检定规程进行。按照规定:凡国家没有检定规程的仪器,可以根据行业标准或地方标准进行检定,但国家有检定规程的必须按照国家检定规程进行检定。因此,常用的与扫描电镜检定有关的标准应有以下几个可供参考:

- 扫描电子显微镜试行检定规程(JJG 550—88)
- 分析型扫描电子显微镜检定规程(JJG 011—1996)
- 电子探针分析仪的检测方法(GB/T 15075—94)
- 微束分析—扫描电镜—图像放大倍率校准导则(ISO 16700)