

doi: 10.11823/j.issn.1674-5795.2015.06.11

扫描电子显微镜校准方法

张欣宇^{1,2}, 凌珊^{1,2}, 封小亮³, 沈小艳³

(1. 广东省计量科学研究院, 广东 广州 510405; 2. 广东省现代几何与力学计量技术重点实验室, 广东 广州 510405; 3. 华南理工大学, 广东 广州 510640)

摘 要: 扫描电子显微镜是纳米几何尺寸测量的一种重要工具。本文对扫描电镜现有的检定规程进行评述, 分析了可用的标准器现状及各参数校准的可行性。结合作者在国内已开展的工作对扫描电镜放大倍数误差、放大倍数重复性、XY 方向图像线性失真度计量特性的实际校准方法进行了讨论。对扫描电镜国家计量技术规范修订工作提出了建议。

关键词: 扫描电子显微镜; 标准器; 计量特性; 校准方法

中图分类号: TB92; TN16

文献标识码: A

文章编号: 1674-5795(2015)06-0045-05

Discussion on Scanning Electron Microscope Calibration Method

ZHANG Xinyu^{1,2}, LING Shan^{1,2}, FENG Xiaoliang³, SHEN Xiaoyan³

(1. Guangdong Institute of Metrology, Guangzhou 510405, China; 2. Guangdong Provincial Key Laboratory of Modern Geometric and Mechanical Metrology Technology, Guangzhou 510405, China; 3. South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: Scanning electron microscope is an important tool in measurement of nanometer dimensions. The existing verification regulations of scanning electron microscope are commented in this paper and current situation of standards and feasibility in calibration are analyzed. Based on the authors' domestic work, the actual calibration method of scanning electron microscope in magnification times error, repeatability and image linear distortion in X and Y directions are discussed. Proposals are offered in revision of metrology technical specifications of scanning electron microscope.

Key words: scanning electron microscope; standard; metrological characteristics; calibration method

0 引言

扫描电子显微镜(简称扫描电镜)是用于微观形貌观察和显微结构分析的大型分析仪器,在材料科学、生命科学、微电子、半导体工业等领域应用广泛。由于扫描电镜分析时采用电子束逐点、逐行扫描,扫描图像的质量受扫描电子线路影响,易出现图像放大倍数偏差、XY 方向图像畸变以及测长不准等问题^[1]。扫描电镜作为纳米材料和微纳米结构尺寸表征的重要工具,其长度测量值也需要能够溯源,因此有必要对扫描电镜进行校准。

1988 年发布的 JJG550-88《扫描电子显微镜试行检定规程》规定了对扫描电镜放大倍数示值误差、放大倍

数重复性、图像的线性失真度(图像畸变程度)、二次电子像分辨本领的检定要求^[2]。随着科技的不断进步和电子显微技术的飞速发展,尤其是高分辨力场发射扫描电镜的日益普及,该规程提出的技术指标以及部分检定方法已不适合现今的仪器实际需要,但已近三十年,该规程未进行过修订。国家教委于 1997 年颁布了 JJG(教委)010-1996《分析型扫描电子显微镜检定规程》,该规程在国家计量检定规程基础上对分析型扫描电镜进行了明确分类,对不同类型扫描电镜的技术指标分别予以规定,而且增加了作为扫描电镜重要附件的 X 射线能谱仪的技术指标和检定方法^[3]。上述两个规程发布和实施的年代均较早,当时用于校准扫描电子显微镜的标准器基本都需要进口,且可供选择的标样类型也非常少,虽然两个规程都提出了比较科学、有效地评价扫描电镜计量性能的重要指标,但并没有统一所使用的标准器以及明确测量方法,一直以来,扫描电镜的检定过程无法实现统一,结果评价也无法实现一致。

收稿日期: 2015-09-10; 修回日期: 2015-09-26

作者简介: 张欣宇(1975-),男,吉林辉南人,高级工程师,主要从事纳米计量技术工作。

基金项目: 国家科技支撑项目协作课题(31-1121ZCKF)。

1 标准器现状

可用于校准扫描电镜的标准器主要有一维和二维物理光栅、线宽、线间距样板、二维栅格样板、紧密排列的亚微米粒子标准样品以及碳表面镀金颗粒标样等。早期可用的标准样品非常有限,国内基本没有成熟的标样可供使用,国外也仅有美国国家标准技术研究院(NIST)提供的扫描电镜标准参考物质 SRM 系列标样、德国 PTB 发布的 IMS-HR94 175 -04 以及英国 Agar 科学公司提供的传统方格标准样品(2160 线/mm)等几种类型标样,这些标样普遍存在溯源精度不高、尺寸单一、仅单向尺寸和使用不便等不足。随着扫描电镜校准标样的需求日益增多以及标样制作技术水平的提升,国外可供选择的商品化标准样品逐渐增多,如美国 TEDPELLA. INC. 的碳复型平行/网状格栅(2160 线/mm)以及单晶硅网状格栅(间距 10 μm)、美国 Advanced Surface Microscopy, Inc. 的一维纳米线间隔样板、美国 GELLER MICROANALYTICAL LABORATORY 的 MRS -4 系列多功能标样等。

国内近年来已开展多种类型校准标样的研究工作。中国计量科学研究院钱进等提出利用一维光栅标样校准扫描电子显微镜的方法并对测量原理进行了实验研究^[4],利用 600 线/mm、800 线/mm 和 2400 线/mm 三种规格的一维复制光栅样品对 10 台扫描电镜 2000 倍~40000 倍的放大倍数进行校准,光栅参考线距通过线距标准装置溯源至复现国际单位制的 He-Ne 激光波长(国家长度基准);实验结果表明,所使用的一维光栅标样能够满足 10^5 倍以下扫描电镜标尺的量值溯源要求。中国地质科学院矿产资源研究所周剑雄等利用电子探针和计量型扫描力显微镜(M-LRS-FM)分别对标样的均匀性、稳定性进行研究,并研制了微米-百微米级栅网、微米-亚微米级图形、100nm 以下的一维或二维光栅三种类型标准样品^[1,5-6];结果表明样品可用于扫描电镜图像的放大倍率校准、图像畸变校验以及相同量级长度的比对测量等。上海市计量测试技术研究院盛克平等报道了用有证标准粒子研制成紧密排列的亚微米标准样品,并对标准样品进行不确定度评估^[7];结果表明研制的球形粒子紧密排列标样适用于校准 1000 倍~10 万倍的扫描电镜放大倍数。中国计量科学研究院邵宏伟等研究了可溯源至激光波长的微米、纳米颗粒国家标准测量装置,它利用扫描电子显微镜高倍数放大、对准和定位颗粒影像,采用纳米位移扫描工作台和激光干涉

仪测量微米、纳米量级的标准颗粒直径,为球形粒子直径量值溯源到长度计量基准(激光光波波长)提供了一种有效地途径^[8]。

图 1 给出了扫描电镜校准中常见的标准样品类型。

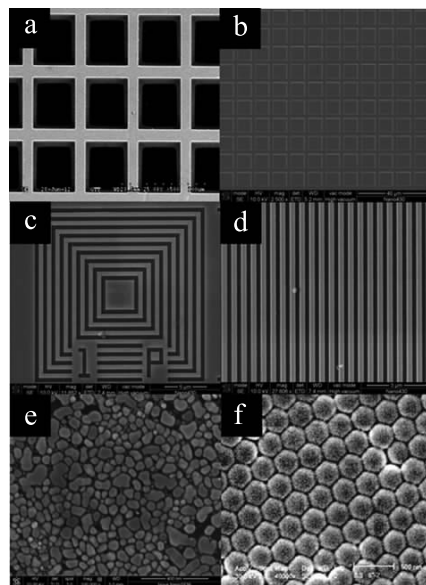


图 1 扫描电镜校准中常见的标准样品类型

图 1 中, a 为边长 50 μm 的铜栅网标样; b 为线间距 10 μm 的 SiO_2/Si 网状格栅标样; c 为 1 μm 线间距同心矩形方格标样; d 为 0.5 μm 的平行线间距标样; e 为用于校准二次电子像分辨力的碳表面镀金颗粒标样; f 为直径 300 nm 的球形粒子紧密排列标样。

2 校准方法

结合作者已在国内开展的实际校准工作,对扫描电镜几个主要技术指标的校准方法进行探讨。所使用的校准标样为国外购置的 GELLER MICRO ANALYTICAL LABORATORY MRS - 4.2 多功能标样(含 0.5, 1, 2, 50 μm 和 500 μm 五个基本尺寸)及 TED PELLA. INC. 单晶硅网状格栅标样(间距为 10 μm)两种。

2.1 放大倍数校准

JJG 550 - 88 和 JJG(教委)010 - 1996 中均规定扫描电镜放大倍数的示值误差用相对值来表示,计算公式为

$$P = \frac{N - M}{M} \times 100\% \quad (1)$$

式中: N 为放大倍数标称值; M 为放大倍数实测值。

早期的扫描电镜缺少高分辨力的显示设备,需要通过拍照并打印输出图像,再利用比长仪在图像上测

量标样的实际尺寸，除以标样尺寸的校准值，得到扫描电镜放大倍数实测值 M 。由于在输出和打印时图像不可避免地出现失真和变形，将造成获得的图像实际放大倍数必定与标称倍数存在差异。现代的扫描电镜已配有大尺寸、高分辨力的显示屏，测量结果一般都以电子图像保存，极少直接打印纸质的电镜图片。因此，已有规程中给出的检定方法已不适合现代扫描电镜放大倍数的实际校准。

由于电子图像在显示设备中可随意放大或缩小，计算放大倍数的绝对值没有实际意义。图像上的放大倍数显示值可能与最终图像的放大倍数无关，而显微标尺是关联测量图像与标准样品并计算最终图像放大倍率的唯一显示值，因此放大倍率的校准仅是对显微标尺进行校准^[9]。

校准扫描电镜的放大倍数实际就是校准电子图像中标尺所显示的放大倍数误差。使校准标样和标尺呈现的同一幅电子图像中，则校准标样显示的实际放大倍数和标尺显示的放大倍数分别为

$$N = \frac{a}{a'} \text{ 和 } M = \frac{s}{s'}$$

式中： a 为标尺在图像中的实际尺寸； a' 为标尺的标称尺寸； s 为校准标样在图像中的实际尺寸； s' 为校准标样的已校准尺寸。

则扫描电镜在该放大倍数下的示值误差为

$$P = \frac{\frac{a}{a'} - \frac{s}{s'}}{\frac{s}{s'}} \times 100\% = \left(\frac{a}{s} \times \frac{s'}{a'} - 1 \right) \times 100\% \quad (2)$$

根据公式(2)可知，放大倍数的示值误差只与图像中标尺和校准标样实际测量尺寸的比值 a/s 相关，因此只需计算该比值，即可得出扫描电镜放大倍数示值误差，避免了需要计算图像实际放大倍数的问题。在日常校准中，针对扫描电镜的电子图像，我们采用测量电子图像原始像素比值的方法计算标尺和校准标样实际长度的比值，减少了在显示屏上直接利用长度测量仪器进行绝对长度测量时所带入的测量仪器本身误差和人为误差，从而提高了放大倍数示值误差的校准精度。如图 2 所示，利用 Photoshop 专业图像处理软件，在扫描电镜原始电子图像上测量校准标样 5 个格栅间距和标尺长度所包含的像素值分别为 851 和 175，标样校准值和标尺的标称值分别为 $2.5 \mu\text{m}$ 和 $0.5 \mu\text{m}$ ，根据公式(2)计算得到放大倍数为 10 万倍时，扫描电镜的放大倍数示值误差为 $+2.8\%$ 。

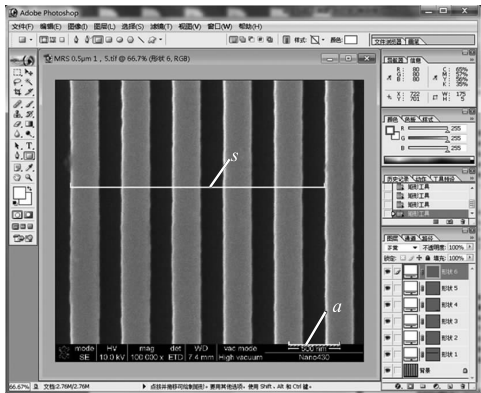


图 2 Photoshop 软件中利用原始电子图像像素值计算放大倍数误差

2.2 放大倍数重复性

根据扫描电镜的实际使用情况，选取某个常用的放大倍数并相应选取适合的校准标样，按正常的操作程序拍摄标样的第一张电子图片，改变电子束的加速电压，5 min 后恢复到第一张照片时的设置，拍摄标样的第二张照片，重复上述操作，在 45 min 内共拍摄 10 张照片。利用 Photoshop 软件对获得的原始图片进行分析，分别计算 10 张图片上标样间距所包含的像素值以及像素值的平均值，利用像素值代替实际长度测量值进行放大倍数示值重复性的计算。放大倍数重复性 g 计算公式为

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

式中： P_i 为第 i 张图片中，标样间距所包含的像素值 ($i=1, 2, 3, \dots, 10$)； $\bar{P}$ 为标样间距所包含的像素值平均值； n 为电子图像数 ($n=10$)。

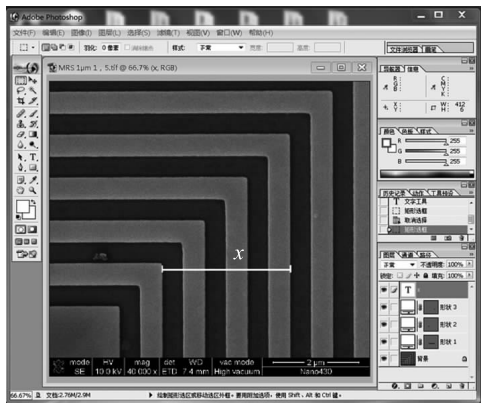


图 3 Photoshop 软件中利用原始电子图像像素值计算放大倍数重复性

如图 3 所示, 选用 MRS 标样中 1 μm 栅格的 3 个间距值为考察对象, 在 4 万倍放大倍数下依次拍摄 10 张电子照片, 用 Photoshop 软件分别对间距值包含的像素值进行测量, 结果见表 1。根据公式(3)计算得到, 4 万倍放大倍数下, 扫描电镜的放大倍数重复性为 1.0%。

表 1 利用像素值计算扫描电镜放大倍数重复性表

标样长度	电子图像序号										$\overline{P_x}$	3σ
像素值	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10		
P_x	412	414	415	414	413	412	412	415	416	414	413.7	1.35

2.3 图像线性失真度

现有规程中要求图像线性失真度的检定应选取放大倍数 100 倍, 标准器为边长 0.1 mm 的正方形金属网格, 但没有对网格尺寸的允许误差予以规定。这可能是由于起草规程时没有尺寸更小、相应允许误差更小的标准器可以获得。虽然有文献报道, 扫描电镜在低倍下图像畸变更严重, 但笔者认为, 仅在 100 倍的放大倍数下考察扫描电镜的图像线性失真度过于片面, 应针对实际使用情况, 在仪器最常使用的放大倍数范围内校准最为恰当。

将标样某一特征尺寸置于显示器中心和四角分别拍摄照片, 利用 Photoshop 软件分别对 5 张电子图像中特征尺寸在 X, Y 两个方向上包含的像素值进行测量, 再通过公式(4), (5)计算图像线性失真度。

$$X \text{ 方向图像线性失真度: } \alpha = \frac{\Delta P_{x, \max}}{P_{x0}} \times 100\% \quad (4)$$

式中: P_{x0} 为中心位置处 X 方向上栅格间距包含的像素值; P_{xi} 为图像 i 位置处($i=1, 2, 3, 4$) X 方向上栅格间距包含的像素值; $\Delta P_{x, \max}$ 为 $|\Delta P_{xi}|$ 最大值, $\Delta P_{xi} = P_{xi} - P_{x0}$,

$$Y \text{ 方向图像线性失真度: } \beta = \frac{\Delta P_{y, \max}}{P_{y0}} \times 100\% \quad (5)$$

式中: P_{y0} 为中心位置处 Y 方向上栅格间距包含的像素值; P_{yi} 为图像 i 位置处($i=1, 2, 3, 4$) Y 方向上栅格间距包含的像素值; $\Delta P_{y, \max}$ 为 $|\Delta P_{yi}|$ 最大值, $\Delta P_{yi} = P_{yi} - P_{y0}$ 。

如图 4 所示, 选用 10 μm 间距的栅格, 在 3000 × 放大倍数下计算 XY 方向的图像线性失真度(特征栅格选择中间有一凹坑, 边缘有一颗粒的栅格用以明显区别其它栅格)。通过 Photoshop 软件测量标样中特征栅格在显示屏各位置处间距所包含的像素值, 结果见

表 2。

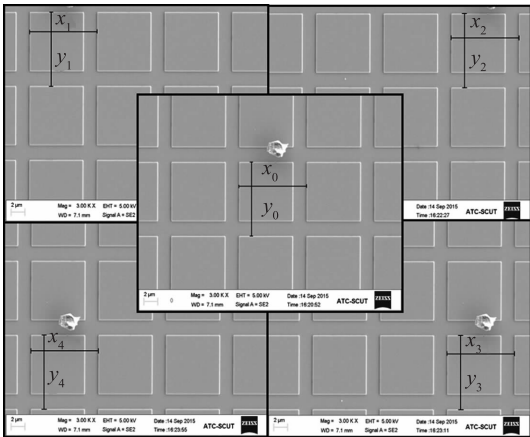


图 4 标样特征栅格在显示屏不同位置处的电子图像

表 2 利用像素值计算 X, Y 方向图像线性失真度表

方向	标样特征栅格间距包含的像素值 P_i					$\Delta P_{\max}$	$\frac{\Delta P_{\max}}{P_0}$
	0 位置	1 位置	2 位置	3 位置	4 位置		
X	266	263	265	264	266	3	0.011
Y	267	265	266	265	266	2	0.007

根据计算结果, 3000 × 放大倍数下, 扫描电镜电子图像 X 方向线性失真度为 1.1%, Y 方向线性失真度为 0.7%。

3 建议

扫描电镜作为现代科学研究及技术应用中普遍使用的分析和测量工具, 应抓紧进行现有国家计量技术法规的修订, 并用以指导仪器的实际校准, 确保扫描电镜计量性能的稳定与可靠。计量校准规范中, 除应继续保留扫描电镜电子图像质量的评价指标如放大倍数示值误差、放大倍数示值重复性、XY 方向图像线性失真度以外, 还应考虑以下几个问题:

3.1 二次电子像的分辨力校准

现有规程中规定利用碳表面喷镀金颗粒的标样, 在最佳工作状态下, 在一定放大倍数下拍摄金颗粒的二次电子图像, 测量照片上可分辨的金颗粒边界的最小间距除以当前的放大倍数计算扫描电镜二次电子图像的分辨力。但在实际校准过程中, 分辨力的精确测定比较困难, 一方面越接近扫描电镜极限放大倍数, 金颗粒边界越模糊, 界定颗粒边界非常困难, 边界之间的最小距离也难以准确计算; 另一方面, “可分辨”的要求人为因素影响大, 很难据此获得准确的评价。

3.2 长度测量误差校准

现代扫描电镜均自备测量程序,可进行微纳米几何尺寸的直接测量,因此有必要评价不同放大倍数下扫描电镜长度测量的准确性。对长度测量示值误差进行校准,也可以用于实际被测样品的长度测量值进行修正,这也是国家标准中利用扫描电镜进行纳米级长度测量时的要求^[10]。可直接利用经过校准的线宽、线间距、格栅型等标准样品对扫描电镜长度测量示值误差进行校准。

3.3 X 射线能谱仪的校准

X 射线能谱仪是分析型扫描电镜必备的重要附件,其功能是进行化学元素的半定量或定量分析。规定 X 射线能谱仪的检验要求和检验方法,可完善分析型扫描电镜综合测量性能的评价。校准 X 射线能谱仪可选用国家标准物质或含量值可溯源的多元素标样,建议分别在半定量和定量分析两种使用状况下对扫描电镜的谱线分辨力、元素分析范围、定量分析误差等技术指标和检验方法予以规定。

4 结束语

现有的检定规程已不适应现代分析型扫描电镜的计量要求,应抓紧进行修订。利用专业图像分析软件测量原始电子图像中标样长度和标尺所包含的像素值,可进行扫描电镜放大倍数示值误差、放大倍数重复性以及 XY 方向图像线性失真度的校准,避免了图像实际放大倍数的计算,提高了测量精度。国家计量技术法规的修订还应考虑二次电子像分辨力、长度测

量误差以及 X 射线能谱仪半定量或定量分析的校准要求。

参 考 文 献

- [1] 周剑雄,陈振宇.用于扫描电镜图像放大倍率校准的三个微米级栅网图形标准样板的研究[J].电子显微学报,2005,24(3):185-191.
- [2] 国家计量局.JJG550-1988 扫描电子显微镜国家计量检定规程[S].北京:中国计量出版社,1988.
- [3] 万德锐,林承毅.JJG(教委)010-1996 分析型扫描电子显微镜检定规程[S].北京:国家教育委员会,1997.
- [4] 钱进,石春英,谭慧萍,等.利用一维光栅标样校准扫描电子显微镜方法的研究[J].计量学报,2010,31(4):299-302.
- [5] 周剑雄,陈振宇.扫描电镜图像放大倍率校准有证参考物质的研究[J].电子显微学报,2004,24(4):480-481.
- [6] 周剑雄,陈振宇.微米-亚微米级扫描电镜图像放大倍率校准标样的研究报告[J].电子显微学报,2006,25(增刊):135-136.
- [7] 盛克平,丁听生,陆国辉.SEM 及 AFM 校准放大倍率标样的研究[J].电子显微学报,2003,22(5):438-442.
- [8] 邵宏伟,张恒,陈荣华,等.微米、纳米颗粒国家标准测量装置的研究[J].计量学报,2009,30(S1):186-188.
- [9] 盛克平,丁听生,夏佩芬.DB31/T 297-2003 扫描电子显微镜放大倍率校准方法[S].上海:上海市质量技术监督局,2003.
- [10] 国国家质量监督检验检疫总局.纳米级长度的扫描电镜测量方法通则[S].北京:中国计量出版社,2006.
- [11] 黎静,李祖斌.压陷式眼压计检定装置的研制[J].中国测试技术,2004,30(4):29-30.
- [12] 钟一声,龚洁.非接触式眼压计与 Goldmann 压平眼压计测量眼压的比较[J].眼视光学杂志,2000,2(2):101-103.
- [13] 段宣初,吴勤,蒋幼芹,等.中央角膜厚度对压平眼压计测量值的影响[J].中国实用眼科杂志,2004,22(10):778-782.
- [14] 曾阳发,刘杏,黄晶晶,等.中央角膜厚度及屈光度对压平眼压计测量值的影响[J].中国实用眼科杂志,2007,24(12):1281-1284.
- [15] 李世禄,李明.非接触眼压计正常眼压测定的探讨[J].云南医药,1988(2):013.
- [16] 李阳明.三种压平式眼压计的一致性分析[D].温州:温州医学院,2011.
- [17] ISO.ISO 8612-2009 Ophthalmic instruments Tonometers[S].Switzerland:ISO copyright office,2009.
- [18] 同济大学数学教研室.高等数学[M].2版.北京:高等教育出版社,1986.

(上接第 41 页)