

# 扫描电子显微镜放大倍数示值误差的校准及不确定度评定\*

韩强<sup>1</sup> 骆彬威<sup>1</sup> 张欣宇<sup>1,2</sup>

(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)

**摘要:** 扫描电子显微镜是用于微观表面形貌观察、显微结构分析以及微纳米几何尺寸测量的常用分析仪器。由于仪器扫描图像时易出现放大倍率的偏差, 导致图像畸变以及测长不准等问题, 因此放大倍数示值误差是该类仪器校准的主要计量特性。利用微米至亚微米尺度一维线间距标样实现对扫描电子显微镜放大倍数示值误差的校准, 并对校准结果的不确定度进行评定。

**关键词:** 扫描电子显微镜; 格栅间距; 放大倍数; 示值误差; 不确定度

**中图分类号:** TB92; TN16

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1674-2605(2021)04-0008-05

**DOI:** 10.3969/j.issn.1674-2605.2021.04.008

## 0 引言

随着我国微纳米检测技术的进步和相关产业的不断发展, 对微纳米几何尺寸的精确测量需求也越来越多。扫描电子显微镜作为纳米材料和微纳米结构尺寸表征的重要工具, 在高校、科研院所和高科技企业的的应用日益普遍。目前, 在校准扫描电子显微镜时, 依据国家和相关部门的相关计量检定规程, 主要对放大倍数示值误差、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等计量特性进行校准, 其中放大倍数示值误差是扫描电子显微镜最重要的计量特性<sup>[1-2]</sup>。随着电子显微技术的发展以及纳米标准样品研究的突破, 国内较多采用微米至亚微米级别一维和二维光栅、一维线间距、二维格栅或纳米颗粒等标准样品校准扫描电子显微镜的放大倍数示值误差, 对放大倍数的校准也转变为对图像显微标尺的校准, 避免了计算放大倍数绝对值的问题<sup>[3-5]</sup>。

本文以多功能标准样板为标准器, 利用其可溯源至中国计量科学研究院的微米至亚微米尺度一维线间距值, 实现对扫描电子显微镜不同放大倍数示值误差的校准, 并对校准结果的不确定度进行评定。

## 1 校准方法

### 1.1 校准依据

本文对扫描电子显微镜放大倍数示值误差的校准依据为 JJG 550—88《扫描电子显微镜试行检定规程》。

### 1.2 计量标准设备

本文采用的主要计量标准设备为多功能标准样板, 包括 5 种不同的线间距尺寸, 分别为 50  $\mu\text{m}$ , 10  $\mu\text{m}$ , 2  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  和 0.5  $\mu\text{m}$ ; 测量范围覆盖 100 $\times$ ~200000 $\times$ ; 线间距值均溯源至中国计量科学研究院。计量标准器具的详细信息如表 1 所示。

表 1 计量标准器具及配套设备

序号	设备名称	测量范围	技术指标
1	多功能标准样板	100 $\times$ ~2000 $\times$	50 $\mu\text{m}$ 间距, $U = 0.13 \mu\text{m}$
2	多功能标准样板	2000 $\times$ ~8000 $\times$	10 $\mu\text{m}$ 间距, $U = 0.03 \mu\text{m}$
3	多功能标准样板	8000 $\times$ ~30000 $\times$	2 $\mu\text{m}$ 间距, $U = 5.9 \text{ nm}$
4	多功能标准样板	30000 $\times$ ~50000 $\times$	1 $\mu\text{m}$ 间距, $U = 2.5 \text{ nm}$
5	多功能标准样板	50000 $\times$ ~200000 $\times$	0.5 $\mu\text{m}$ 间距, $U = 2.4 \text{ nm}$
6	钢直尺	(0~300) mm	MPE: $\pm 0.10 \text{ mm}$

\* 基金项目: 国家重点研发计划资助项目(2018YFF02123404)

### 1.3 被校对象

被校对象为工作放大倍数为 200000 × 以下的扫描电子显微镜。

### 1.4 校准方法

扫描电子显微镜的放大倍数误差利用包含 5 个不同线间距值的标准样板进行测量。针对不同放大倍数, 分别选用 50 μm, 10 μm, 2 μm, 1 μm 和 0.5 μm 线间距进行测量计算。

校准时将标准样板放置于扫描电镜样品室中, 抽真空后, 对样板进行放大观察; 设置放大倍数至所需倍率; 调整样品台角度或利用软件进行图像旋转, 使标准间隔线的走向分别与显示器的上下或两侧边框平行; 添加标尺并保存图像。

由于不同的显示设备, 人眼实际观察到的图像放大倍数并不相同, 所以扫描电子显微镜放大倍数示值误差可以利用图像中标尺的放大倍数示值误差来表示。利用钢直尺分别测量图像中标尺的实际长度和线间距的实际长度; 再分别除以标尺的标称长度和线间距的标称长度, 可得到标尺显示的放大倍数和图像的实际放大倍数; 两者之差再除以图像的实际放大倍数即可得到标尺的放大倍数示值误差, 即扫描电子显微镜的放大倍数示值误差。

利用多功能标准样板的 2 μm 和 0.5 μm 线间距, 校准扫描电子显微镜放大倍数示值误差, 获得的图像如图 1 所示。

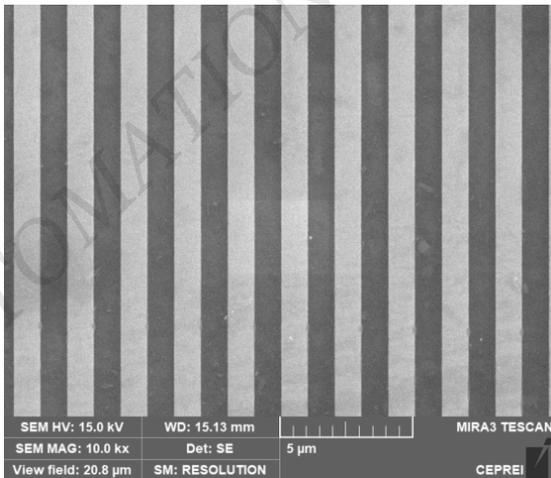
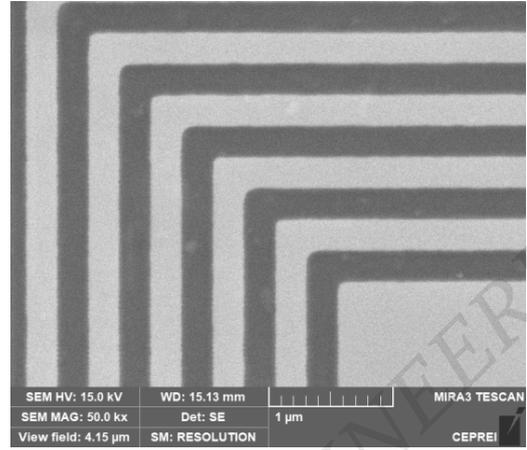


图 1 (a) 2 μm 线间距尺寸, 放大倍数 10000 ×



(b) 0.5 μm 线间距尺寸, 放大倍数 50000 ×

图 1 利用线间距值校准放大倍数示值误差的扫描电子显微镜图像

## 2 数学模型

扫描电子显微镜放大倍数示值误差的计算公式为

$$P = \left( \frac{N - M}{M} \right) \times 100\% = \left( \frac{\frac{L_b - L}{h_b - h}}{\frac{L}{h}} \right) \times 100\% = \left( \frac{L_b \times h}{h_b \times L} - 1 \right) \times 100\%$$

式中,  $P$  为放大倍数示值误差;  $N$  为标尺显示的放大倍数, %;  $M$  为图像的实际放大倍数, %;  $L_b$  为标尺的实际长度, mm;  $h_b$  为标尺的标称长度, μm;  $L$  为线间距的实际长度, mm;  $h$  为线间距的标称长度, μm。

由于各输出量间不相关或相关性较弱, 为简化起见, 均按不相关处理, 则可得到

$$u_{\text{rel}}^2(P) = C^2(L_b)u_{\text{rel}}^2(L_b) + C^2(L)u_{\text{rel}}^2(L) + C^2(h)u_{\text{rel}}^2(h)$$

式中,  $u_{\text{rel}}(P)$  为放大倍数示值误差的合成标准不确定度;  $u_{\text{rel}}(L_b)$  为标尺实际长度引入的标准不确定度;  $u_{\text{rel}}(L)$  为线间距实际长度引入的标准不确定度;  $u_{\text{rel}}(h)$  为线间距标称长度引入的标准不确定度; 各灵敏度系数分别为

$$C(L_b) = \frac{\partial P}{\partial L_b} = \frac{h}{h_b \times L}$$

$$C(L) = \frac{\partial P}{\partial L} = -\frac{h \times L_b}{h_b \times L^2}$$

$$C(h) = \frac{\partial P}{\partial h} = \frac{L_b}{h_b \times L}$$

### 3 校准结果的不确定度评定

#### 3.1 标准不确定度评定

##### 3.1.1 标尺实际长度测量不准引入的不确定度分量 $u_{\text{rel}}(L_b)$

该项不确定度分量由测量仪器（钢直尺）不准引入的标准不确定分量  $u_{\text{rel}}(L_{b1})$  及标尺边界不清晰引入的标准不确定分量  $u_{\text{rel}}(L_{b2})$  组成。图像中的标尺一般处于整幅图像（显示屏幕）的 1/4~1/2 宽度范围，按所用钢直尺的最短测量尺寸为 100 mm 进行相对不确定度的评估。

长度在 300 mm 内的钢直尺，其 MPE 为  $\pm 0.10$  mm，按均匀分布处理，则由钢直尺不准导致的标准不确定分量为

$$u_{\text{rel}}(L_{b1}) = \frac{0.10}{100 \times \sqrt{3}} = 0.000577$$

钢直尺的最小刻度为 1 mm，观察  $100 \times \sim 200000 \times$  下得到的多幅图像中线间距尺寸，估计出由标尺边界不清晰造成的测量误差基本可控制在 1 mm 之内，则其区间半宽度为  $a = 1/2 = 0.5$  (mm)，按均匀分布处理，由标尺边界不清晰导致的标准不确定度分量为

$$u_{\text{rel}}(L_{b2}) = \frac{0.5}{100 \times \sqrt{3}} = 0.00289$$

由标尺实际长度测量不准引入的不确定度分量为

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}(L_b) &= \sqrt{u_{\text{rel}}^2(L_{b1}) + u_{\text{rel}}^2(L_{b2})} \\ &= \sqrt{0.000577^2 + 0.00289^2} = 0.00294 \end{aligned}$$

##### 3.1.2 线间距实际长度测量不准引入的不确定度分量 $u_{\text{rel}}(L)$

线间距实际长度与标尺实际长度在同一幅扫描电镜图像上利用相同的仪器（钢直尺）进行测量，因此线间距长度测量误差引入的不确定度分量同样由测量仪器（钢直尺）不准引入的标准不确定分量及线间距边界不清晰引入的标准不确定分量组成。利用钢直尺测量时所使用的最短测量尺寸同样设为 100 mm，同 3.1.1 计算可得到

$$u_{\text{rel}}(L_1) = 0.000577$$

$$u_{\text{rel}}(L_2) = 0.00289$$

由线间距实际长度测量不准引入的不确定度分量为

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}}(L) &= \sqrt{u_{\text{rel}}^2(L_1) + u_{\text{rel}}^2(L_2)} \\ &= \sqrt{0.000577^2 + 0.00289^2} = 0.00294 \end{aligned}$$

##### 3.1.3 线间距标称长度不准引入的不确定度分量 $u_{\text{rel}}(h)$

根据校准证书可知：线间距为 50  $\mu\text{m}$  时， $U_C = 0.13 \mu\text{m}$ ；线间距为 10  $\mu\text{m}$  时， $U_C = 0.03 \mu\text{m}$ ；线间距为 2  $\mu\text{m}$  时， $U_C = 5.9 \text{ nm}$ ；线间距为 1  $\mu\text{m}$  时， $U_C = 2.5 \text{ nm}$ ；线间距为 0.5  $\mu\text{m}$  时， $U_C = 2.4 \text{ nm}$ 。半宽高  $a = U$ ，按正态分布处理，包含因子  $k$  取 2，则计算不同放大倍数下的不确定度分量公式为

$$u_{\text{rel}}(h) = \frac{U_C}{D \times 2}$$

式中， $U_C$  为校准证书中给出的线间距不确定度； $D$  为线间距标称值。

计算得到不同放大倍数下的线间距标称长度不准引入的不确定度如表 2 所示。

#### 3.2 合成不确定度

##### 3.2.1 标准不确定度分量汇总如表 3 所示。

##### 3.2.2 合成不确定度计算

合成不确定度计算公式为

$$u_{\text{rel}}(P) =$$

$$\sqrt{C^2(L_b)u_{\text{rel}}^2(L_b) + C^2(L)u_{\text{rel}}^2(L) + C^2(h)u_{\text{rel}}^2(h)}$$

计算得到不同校准范围内合成不确定度如表 4 所示。

表 2 线间距标称长度不准引入的不确定度一览表

序号	校准范围	线间距标称值 $D/\mu\text{m}$	$U_c/\mu\text{m}$	$u_{\text{rel}}(h)$
1	100 ×~2000 ×	50	0.1300	0.00130
2	2000 ×~8000 ×	10	0.0300	0.00150
3	8000 ×~30000 ×	2	0.0059	0.00148
4	30000 ×~50000 ×	1	0.0025	0.00125
5	50000 ×~200000 ×	0.5	0.0024	0.00240

表 3 标准不确定度分量汇总表

标准不确定度分量 $u_{\text{rel}}(x_i)$	不确定度来源	标准不确定度值 $u_{\text{rel}}(x_i)$				
		100 ×~ 2000 ×	2000 ×~ 8000 ×	8000 ×~ 30000 ×	30000×~ 50000 ×	50000×~ 200000 ×
$u_{\text{rel}}(L_b)$	标尺实际长度测量不准	0.00294	0.00294	0.00294	0.00294	0.00294
$u_{\text{rel}}(L)$	线间距实际长度测量不准	0.00294	0.00294	0.00294	0.00294	0.00294
$u_{\text{rel}}(h)$	线间距标称长度不准	0.00130	0.00150	0.00148	0.00125	0.00240

表 4 放大倍数误差校准结果的合成不确定度一览表

序号	校准范围	$u_{\text{rel}}(P)$	$u_{\text{rel}}(P)/\%$
1	100 ×~2000 ×	0.00436	0.44
2	2000 ×~8000 ×	0.00443	0.44
3	8000 ×~30000 ×	0.00442	0.44
4	30000 ×~50000 ×	0.00435	0.44
5	50000 ×~200000 ×	0.00481	0.48

### 3.3 扩展不确定度计算

取包含因子  $k=2$ ，则有

$$U_{\text{rel}} = k \times u_{\text{rel}}(P)$$

计算得到不同校准范围内放大倍数误差校准结果的扩展不确定度如表 5 所示。

表 5 放大倍数误差校准结果的扩展不确定度一览表

序号	校准范围	$U_{\text{rel}}(k=2)/\%$
1	100 ×~2000 ×	0.9
2	2000 ×~8000 ×	0.9
3	8000 ×~30000 ×	0.9
4	30000 ×~50000 ×	0.9
5	50000 ×~200000 ×	1.0

## 4 结语

本文利用量值可溯源至中国计量科学研究院的多功能标准样板，通过测量扫描电子显微镜扫描图像中微米至亚微米尺度线间距的实际值及图像中显微标尺的实际值，计算得到标尺显示的放大倍数示值误差，从而实现了扫描电子显微镜放大倍数示值误差的校准。通过对校准结果进行不确定度分析和评定，为扫描电子显微镜校准中放大倍数示值误差这一重要的计量参数，提供了不确定度评定实例。

### 参考文献

- [1] 上海市标准计量管理局. JJG 550—88 扫描电子显微镜试行检定规程[S].北京:中国计量出版社,1988.
- [2] 国家教育委员会. JJG (教委) 010—1996 分析型扫描电子显微镜检定规程[S].北京:科学技术文献出版社,1997.
- [3] 张欣宇,凌珊,封小亮,等.扫描电子显微镜校准方法[J].计测技术,2015,35(6):45-49.
- [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.微米-亚微米级扫描电镜图像放大倍率校准标样的研制报告[J].电子显微学报,2006(S1):149-150.

(下转第 41 页)