



中华人民共和国国家标准

GB/T 27788—2020/ISO 16700:2016
代替 GB/T 27788—2011

微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则

Microbeam analysis—Scanning electron microscopy—
Guidelines for calibrating image magnification

(ISO 16700:2016, IDT)

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	Ⅲ
引言	Ⅳ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 图像放大倍率	3
5 参考物质	3
6 校准过程	4
7 图像放大倍率和标尺的准确度	7
8 校准报告	7
附录 A (资料性附录) 放大倍率参考物质	9
附录 B (资料性附录) 影响扫描电镜实际放大倍率的参数	11
附录 C (资料性附录) 放大倍率测量的不确定度	12
附录 D (资料性附录) 检测报告示例	13
参考文献	16

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 27788—2011《微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则》。与 GB/T 27788—2011 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

——删除了 ISO 5725-1;

——术语“Pitch”的翻译由“线距”改为“间距”。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 16700:2016《微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

——GB/T 15000.3—2008 标准样品工作导则(3) 标准样品 定值的一般原则和统计方法 (ISO Guide 35:2006, IDT)

——GB/T 15000.7—2012 标准样品工作导则(7) 标准样品生产者能力的通用要求 (ISO Guide 34:2009, IDT)

本标准做了下列编辑性修改:

——在资料性附录 A 中增加了一条“A.2.5 中国 中国计量科学研究院(NIMC)”,以使本标准更具有可操作性。

本标准由全国微束分析标准化技术委员会(SAC/TC 38)提出并归口。

本标准起草单位:中国地质科学院矿产资源研究所、中国科学院上海硅酸盐研究所、中国人民解放军海军军医大学。

本标准主要起草人:陈振宇、周剑雄、李香庭、杨勇骥。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 27788—2011。

引 言

扫描电镜广泛用于对许多重要材料如半导体、金属、聚合物、玻璃、食品及生物材料等的表面结构的观察研究。本标准应用于扫描电镜图像放大倍率的校准,描述了在扫描电镜中使用有证参考物质或参考物质进行图像放大倍率校准的要求。

库七七 www.kqqw.com 提供

微束分析 扫描电镜 图像放大倍率校准导则

1 范围

本标准规定了使用适当的参考物质对扫描电镜(SEM)图像的放大倍率进行校准的方法。

本标准适用于对由校准参考物质上间距大小的可用范围决定的放大倍率进行校准。

本标准不适用于专用测长型扫描电镜。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 27025—2008 检测和校准实验室能力的通用要求(ISO/IEC 17025: 2005, IDT)

ISO 导则 30 标准样品 常用术语和定义(Reference materials—Selected terms and definitions)

ISO 导则 34 标准样品生产者能力的通用要求(General requirements for the competence of reference material producers)

ISO 导则 35 标准样品 定值的一般原则和统计方法(Reference materials—General and statistical principles for certification)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

扫描电镜 scanning electron microscope

SEM

通过电子束扫描试样表面产生放大图像的一种仪器。

3.2

图像 image

由**扫描电镜**(3.1)产生的试样表面的二维表征。

注:用扫描电镜拍摄的试样照片就是图像的一种。

3.3

图像放大倍率 image magnification

图像显示的线性尺度与试样上被扫描区域的相应线性尺度之比。

3.4

标尺 scale marker

图像(3.2)上表示试样上特定实际长度的线段或间隔。

3.5

参考物质 reference material

RM

一种或多种特性足够均匀和稳定的物质,已被确认适合于在测量过程中使用。

3.6

有证参考物质 **certified reference material**

CRM

一种或多种特性已通过有效的计量学认证且附有证书的**参考物质**(3.5),证书中提供了具有相关不确定度和计量学可溯源的特性值。

注:在本标准中,参考物质/有证参考物质应具有可用于**图像放大倍率**(3.3)校准的间距样式,该间距样式具有适需的间距尺度和准确度。

3.7

校准 **calibration**

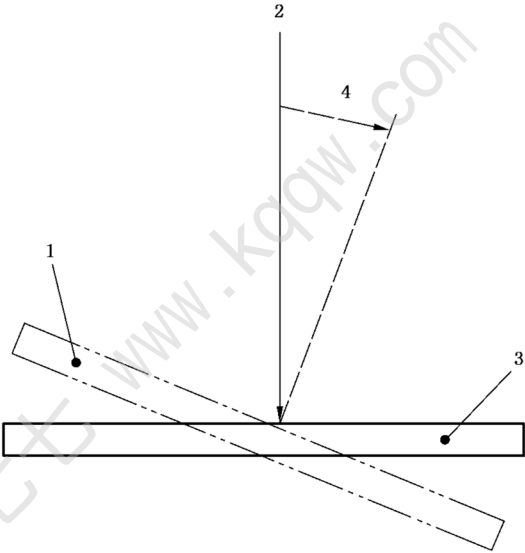
在特定条件下执行的操作规程,使得**扫描电镜**(3.1)显示的放大倍率和通过检验**参考物质**(3.5)或**有证参考物质**(3.6)而确定的相应的放大倍率之间建立起关系。

3.8

倾转角 **tilt angle**

倾转的试样表面与垂直于电子束轴的平面之间的夹角。

注:见图 1。



说明:

- 1——倾转的试样;
- 2——电子束;
- 3——试样;
- 4——倾转角。

图 1 倾转角

3.9

显示器 **display**

用于呈现**图像**(3.2)的模拟或数字设备。

注:显示器可以是阴极射线管、等离子显示板、液晶显示屏等。

3.10

工作距离 **working distance**

试样表面和**扫描电镜**(3.1)物镜极靴下表面之间的距离。

3.11

间距 pitch

试样上最靠近的两个相似特征之间的最小间隔,这种间隔在重复的样式上是相等的。

3.12

准确度 accuracy

测试结果和公认的参考值之间的接近程度。

注 1:“测试结果”是指按本标准中规定的程序所获得的有证参考物质(3.6)的间距(3.11)观测值。

注 2:术语“公认的参考值”是指经由国家或国际校准实验室认证的数值,与此数值相关的不确定度也宜出现在证书上。

注 3:准确度和精密度不同。精密度的定义是在规定条件下测得的若干独立测试结果之间的一致程度(见 ISO 5725-1)。

4 图像放大倍率

4.1 标尺

为表示放大倍率,在图像上附加一个标尺和以国际单位制表示的相应长度。它表示试样上的实际长度。如图 2 所示。



注:箭头表示的长度对应于校准后的 500 nm。

图 2 标尺及其长度

4.2 放大倍率的表示

图像的放大倍率以代表物体放大倍数的数字加上符号“ \times ”表示(如 $100\times$, $10\,000\times$, $10\text{ k}\times$ 或 $\times 100$, $\times 10\,000$, $\times 10\text{ k}$, 其中 100、10 000 和 10 k 是放大倍数)。

注 1:当图像上有标尺显示时,放大倍数可不标出。

注 2:图像上显示的放大倍率与输出设备有关,输出设备可以是显示器、打印机、或照相设备。图像上显示的标尺与扫描电镜操作者所选择的输出设备无关。只有当图像在输出设备上显示或被打印出来时,放大倍率才与标尺相对应。

5 参考物质

5.1 概要

见 ISO 导则 30。

校准图像放大倍率时,应尽可能选择一个按照 ISO 导则 34 制备并按 ISO 导则 35 认证的有证参考物质(CRM)。

若没有合适的 CRM,可使用按照 ISO 导则 34 制备的 RM。

5.2 CRM 的必要条件

所选择的 CRM 应保证:

- 在真空中和电子束反复轰击下稳定；
- 在 SEM 图像中有较好的衬度；
- 具有导电性；
- 可清理去除正常使用过程中产生的污染物而不会引起机械性破坏或变形；
- 具有相关的有效校准证书。

5.3 CRM 上的间距样式

CRM 上的间距样式可以是以下形式中的一种或几种：

- 正交的十字栅格；
- 线性阵列；
- 点阵列；
- 正交的点阵列。

所选择的 CRM 具有的间距样式至少保证有一个方向可供校准，而且间距的不确定度应与所要求的准确度相一致。

注 1：有的 CRM 含有 X 和 Y 两个方向的间距样式，这样就可以在正交的两个方向上进行测量而不必机械旋转 CRM。有的 CRM 还含有可以用来检测图像畸变和/或分辨率的其他结构。

注 2：有时所选择的一个 CRM 上具有大小不同的间距样式并足以涵盖需要校准的所有放大倍率范围。也可能需要用多个 CRM 来涵盖所需校准的放大倍率范围。

5.4 保存和处理

CRM 应保存于干燥柜或真空容器中。

注：为了尽可能减少对 CRM 的触碰，可将其永久安装在试样座上。

使用护指套、无尘手套或镊子来安装 CRM。

目视检查 CRM 表面有无污染物和损坏，因为这会影响校准。请勿使用已破损或严重污染的 CRM。

用清洁干燥的空气或氮气清除 CRM 上的灰尘、残留物或其他污染物，注意不要损坏 CRM。

定期地通过与其他 CRM 的对比来检查 CRM 的校准效果并记录检查结果。检查的频率视 CRM 的特性和使用情况而定。

CRM 只作校准之用。

6 校准过程

6.1 概要

影响 SEM 最后放大倍率的参数可引起系统误差。这些参数列于附录 B。

SEM 的稳定性是决定校准周期的主要因素，开始时有必要经常进行校准以确定 SEM 的稳定性。

所获得的结果将可提供一个对实验室内部重现性的评估，还可以估算显示器的固有偏差、自动附加于其他输出设备上的数据的固有偏差。

CRM 的选择取决于所使用的放大倍率及所要求的准确度。在本标准中，校准的准确度应保证优于 10%。

6.2 安装 CRM

安装试样时，应确保按 5.4 安装 CRM。

按 SEM 和 CRM 的使用说明安装 CRM。

确定 CRM 和 SEM 的样品台之间导电性良好。

检查 CRM 是否已经牢固地固定在样品台上而不会松动,使松动引起的图像变形降到最低。

6.3 设置校准 SEM 的操作条件

按 SEM 的操作说明,抽真空使样品室达到工作状态。

按 SEM 的操作说明,将电子束亮度和合轴调到最佳状态。

按 SEM 的操作说明,将倾斜角度调至 0° ,以使 CRM 的表面在操作过程中垂直于电子束轴方向。

按以下程序检查 CRM 的倾斜角:

- a) 关闭倾斜角校正、扫描旋转和放大倍率的缩放控制。
- b) 选择图像模式(二次电子图像/或背散射电子图像)。
- c) 聚焦图像和消像散。
- d) 选择可见整个测量区域的放大倍率。
- e) 在间距测量值最大的位置确定倾斜位置。如果多次测量值之间没有差异,即可认为倾斜角度为 0° 。在此位置下完成后面的图像记录。

注 1: 若整个区域的图像都未能聚焦,则有必要重新安装 CRM 或重新调整 SEM 的机械合轴。

- f) 选择校准所需的加速电压和工作距离,并移动样品台将 CRM 置于正确位置。
- g) 按 SEM 操作说明,在要求的操作条件下直到仪器完全稳定。
- h) 聚焦并调整显示器上 CRM 的图像。
- i) 在必要情况下,机械旋转 CRM 以使待测样式与显示器的 X 和/或 Y 方向平行。
- j) 沿样品台的 X 和/或 Y 方向移动 CRM,使被测的间距样式的两端标记约为显示器长度和/或宽度的 80%。
- k) 在必要情况下,再次旋转 CRM 以使测量样式与显示器的 X 和/或 Y 方向平行,并清晰聚集 CRM 的间距样式。

注 2: 在实测中,一般在显示屏上显示 10 个间距(分度)。例如:对于显示屏上的 100 mm,不同放大倍率对应的间距值如下:

$\times 50\ 000$	$0.2\ \mu\text{m}$
$\times 10\ 000$	$1\ \mu\text{m}$
$\times 1\ 000$	$10\ \mu\text{m}$

6.4 图像记录

确保间距样式的排列方向与 SEM 中对应的 X 和/或 Y 方向相同。

确定图像扫描速度。

一旦获得所需图像,不要改变 SEM 的其他参数。采用照片、胶片或数字格式记录所显示的附带标尺的 CRM 图像。

在使用照相介质时,应留出足够的时间以使其在测量之前达到稳定,使照相介质的尺寸变化影响最小。

注: 当以数字格式记录的图像在纸上复制或显示器上重现时,对于测量而言,图像的长度和长宽比可能会与原始图像的长度和长宽比不同。在这种情况下,记录原始图像的长度和长宽比更好。

6.5 图像的测量

完成校准报告需要对记录在质量可靠的纸张上的图像进行测量。

使用一个准确度已知的、可溯源的、已校准的、可测量小于 1 mm 的尺子测量所记录图像的长度。

为了减小边缘畸变产生的影响,应避免在图像边缘测量。限定在图像区域的中部 80% 处测量。

对所记录图像的 X 和/或 Y 轴方向的间距进行测量。在上面规定的图像区域内,对相当于间距整数倍的两个标记之间的距离进行测量。

所测量的距离应该比间距大十倍以上。

在所记录图像上至少重复测量三次,每次测量需在至少相隔 3 mm 的不同位置进行。

注: 间距的测量可以是 CRM 上相同特性之间的中心—中心或边缘—边缘的距离。

6.6 放大倍率和标尺的校准

6.6.1 概要

对实验室内常用的放大倍率进行校准。

6.6.2 放大倍率

放大倍率 M 可由式(1)得出:

$$M = \frac{D}{d} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

D ——在记录图像上测量的平均间距(距离)(见图 3);

d ——与 D 相对应的 CRM 的实际间距(距离)(见图 4)。

测得 X 和 Y 方向的平均距离,就可计算得出每个方向的放大倍率值。

如果 X 和 Y 方向的放大倍率的差别超过设定值,检查 CRM 的安装和 SEM 是否合轴。重新调整并重复校准过程。

6.6.3 标尺

每次图像放大倍率校准都要对标尺进行校准。

通过式(2)计算出记录图像上对应于标尺长度值(f_{ind})的长度(L):

$$L = f_{\text{ind}} \times M = f_{\text{ind}} \times \frac{D}{d} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

L ——所记录图像上的标尺的计算长度,

f_{ind} ——所记录图像上的标尺的显示值(见图 3)。

注: 如果标尺的长度调整到了与校准后的放大倍率相对应,则偏差最小。

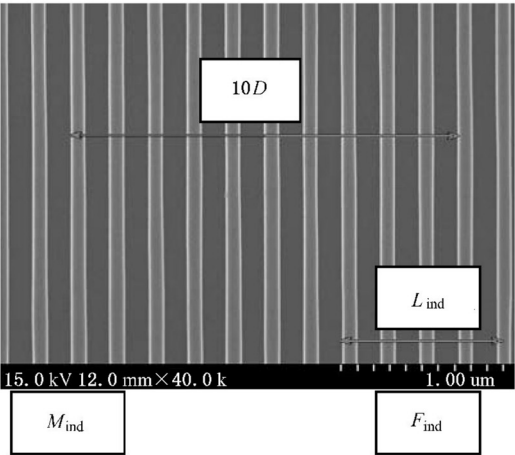


图 3 所记录图像

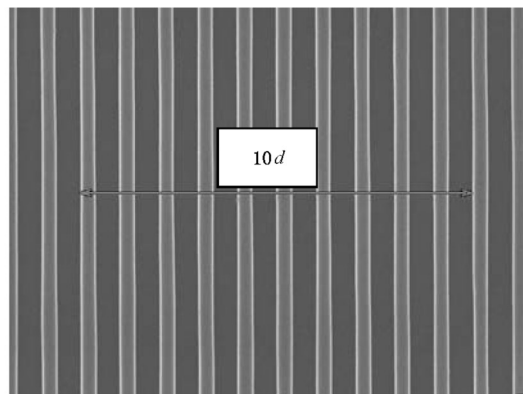


图 4 试样(CRM)

7 图像放大倍率和标尺的准确度

放大倍率的百分比准确度(A_m),可以用式(3)和式(4)通过计算差值(ΔM)而得出:

$$\Delta M = M_{\text{ind}} - M = M_{\text{ind}} - \frac{D}{d} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$A_m = \frac{\Delta M}{M} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

M_{ind} ——图像中显示的放大倍率(见图 3)。

标尺的百分比准确度(A_s),可以用式(5)和式(6)通过计算差值(ΔL)而得出:

$$\Delta L = L_{\text{ind}} - L = L_{\text{ind}} - f_{\text{ind}} \frac{D}{d} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$A_s = \frac{\Delta L}{L} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

L_{ind} 和 f_{ind} 分别是所记录图像上标尺的显示长度和显示值(见图 3)。

注 1: 即使 D 和/或 L_{ind} 的测量有很高的准确度(如使用卡尺),最小测量误差也可达到 $\pm 0.2 \text{ mm}$,因为这是人眼的分辨率极限。

注 2: 在数字记录图像中,假定 D 和 L_{ind} 能被准确测量到 ± 1 个像素并由此计算出准确度。在计算 A_m 和 A_s 时, D 和 L_{ind} 可以用像素长度(mm)来表示。

注 3: 由于 SEM 仪器的操作条件等因素所引起的不确定度,和由 CRM 的不可避免的不均匀性所引起的统计误差等,都包括在放大倍率的校准结果中(参见附录 C)。

8 校准报告

8.1 概要

实验室完成的校准报告应该准确、清楚、明确,并与本标准校准方法中规定的所有内容一致。

测量结果应该以检验报告的形式发布,而且除了用户要求的信息外,还应该包括为解释校准结果所需的所有信息以及 GB/T 27025—2008 中 5.10.2 所要求的内容。

如果是为内部客户进行的校准或是与客户之间有某种书面协议,校准结果可以以简化形式发布。没有按照 GB/T 27025—2008 中 5.10.2 所列的条款报告给客户的信息,应该随时可从执行校准的实验

室获得。

8.2 校准报告的内容

校准报告中包括以下信息以及任何其他可影响校准结果的相关信息。附录 D 是一个校准报告样例。

- a) 校准报告标题；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 校准报告的编号；
- d) 有关客户的名称和地址；
- e) 所用方法的标准号（即 GB/T 27788/ISO 16700:2016）；
- f) 仪器制造商名称、型号和所用仪器的序列号；
- g) 所用参考物质的名称和证书；
- h) 加速电压(kV)、工作距离(mm)、图像模式、扫描速度和放大倍率等详细的操作条件；
- i) 测量次数(n)和校准结果： X 和/或 Y 方向标尺的长度和/或放大倍率，以及以百分比形式表示的准确度；
- j) 校准人员的姓名；
- k) 校准的日期和时间；
- l) 批准签发校准证书的人员姓名、职务和签名；
- m) 应在相应位置注明校准结果只与被检验或校准的项目有关。

注：如有必要，实验室将包含一份声明，指出如果没有实验室的书面认可，校准报告不得复制，除非是全文复制。

附录 A

(资料性附录)

放大倍率参考物质

A.1 概述

本附录列出的是在修订此标准时可获得的用于 SEM 图像放大倍率校准的 CRMs 和 RMs 的实例。为了能获得有关参考物质的最新信息,参考文献中提供了一些网站链接。

注:其他参考物质也可以使用。

A.2 有证参考物质(CRMs)的检测和校准实验室

A.2.1 美国国家标准技术研究院(NIST)

详细信息请见参考文献[3]。

A.2.2 德国物理技术研究院(PTB,国家计量研究院)^[4]

校准项:一维或二维间距的光栅标样;校准方法:计量型大范围扫描探针显微镜 SPM;间距范围:50 nm~50 μm ;包含因子 $k=2$ 时的扩展不确定度:十几皮米(pm),取决于测量的间距样式数量和光栅的质量;认证:CIPM-MRA。

校准项:平均间距;校准方法:衍射测定法;间距范围:150 nm~4 μm ;认证:CIPM-MRA。

A.2.3 英国国家物理实验室(NPL)^[5]

校准项:标尺的平均间距;校准方法:衍射角测量法;间距范围, R_p :350 nm~50 μm ;扩展不确定度,包含因子 $k=2$: $U=\pm 1\text{ nm}$ (对 $R_p=350\text{ nm}\sim 400\text{ nm}$), $U=\pm 10\text{ nm}$ (对 $R_p=400\text{ nm}\sim 10\text{ }\mu\text{m}$), $U=\pm 100\text{ nm}$ (对 $R_p=10\text{ }\mu\text{m}\sim 50\text{ }\mu\text{m}$);可直接溯源至 NPL 的英国国家长度标准。

校准项:选定的结构;校准方法:计量型原子力显微镜 AFM,其光学干涉测量法可溯源至 NPL 的英国国家长度标准;结构大小:小于 300 nm 到约 100 nm;扩展不确定度,包含因子 $k=2$: $U=\pm Q[2\text{ nm}, 2.03\times 10^{-4}L\text{ nm}]$,其中 $Q[A,B]$ 代表积分和(平方的和的平方根) $(A^2+B^2)^{1/2}$, $L(\text{nm})$ 是全部测量的间距周期;可直接溯源至 NPL 的英国国家长度标准。

A.2.4 日本质量保证协会(JQA)^[6]

校准项:标尺的平均间距;校准方法:衍射角测量法;间距范围:97 nm~1 000 nm;扩展不确定度,包含因子 $k=2$:0.04 nm;认证标志:ILAC-MRA。

校准项:标尺的间距长度;校准方法:激光干涉光学显微镜;间距范围:1 $\mu\text{m}\sim 10\text{ mm}$;扩展不确定度,包含因子 $k=2$:20 nm~40 nm。

A.2.5 中国计量科学研究院(NIMC)

校准项:一维或二维间距的标尺平均间距;校准方法:纳米几何结构标准装置(计量型原子力显微镜);间距范围:50 nm~50 μm ;包含因子 $k=2$ 时的扩展不确定度:0.5 nm,取决于测量的间距样式数量和标尺的质量;认证:CIPM-MRA。

A.3 参考物质 (RMs)

A.3.1 概要

本节是参考物质的一些实例,其中有的在认证后可以作为有证参考物质使用。

A.3.2 方形网格

间距 $254\ \mu\text{m}$ 和间距 $25.4\ \mu\text{m}$ 的金、镍或铜质网格。

间距 $10\ \mu\text{m}$ 、 $20\ \mu\text{m}$ 和 $40\ \mu\text{m}$ 的网格,同时具有间距 $1\ \mu\text{m}$ 和 $5\ \mu\text{m}$ 的 X 和 Y 双向平行线条(S5000-S1000-CRM)^[7]。

间距 $10\ \mu\text{m}$ 的硅试样^[8]。

硅基体上间距 $1\ \mu\text{m}$ 、 $25\ \mu\text{m}$ 、 $100\ \mu\text{m}$ 和 $1\ 000\ \mu\text{m}$ 的金属膜^[9]。

A.3.3 回形方格

具有 X 方向和 Y 方向线阵列的嵌套方格,间距 $0.08\ \mu\text{m}\sim 500\ \mu\text{m}$ ^[10]。

A.3.4 线阵列

线条和间隔:典型间距 $70\ \text{nm}$ 、 $100\ \text{nm}$ 、 $292\ \text{nm}$ 、 $500\ \text{nm}$ ^[11]。

在同一硅片内间距范围 $0.2\ \mu\text{m}\sim 1\ 500\ \mu\text{m}$ (RM-8820)^[12]。

一维的线阵列,间距范围 $6.9\ \text{nm}\sim 587\ \text{nm}$ (BAM-L200)^[13]。

A.3.5 点阵列

硅片上铝质凸点的二维点阵列,间距 $144\ \text{nm}$ 和 $300\ \text{nm}$ ^[8]。

三维标样的二维点阵列,间距 $1.16\ \mu\text{m}$ 、 $1.843\ \mu\text{m}$ 和 $4.8\ \mu\text{m}$ ^[14]。

附录 B

(资料性附录)

影响扫描电镜实际放大倍率的参数

下列参数之间可能互有影响,现按其在仪器中的位置顺序加以考虑。

- a) 电子枪高压的不稳定性或漂移可改变电子的能量,从而改变最后的聚焦,这会影响工作距离的校准,工作距离的校准决定了所显示的放大倍率。现代仪器中放大倍率的补偿由某种计算机算法确定,这种算法可能也存在误差。
- b) 不同的聚光镜强度组合会改变物镜的焦点。
- c) 未经校正的物镜像散,可能给出正确聚焦的假象显示。
- d) 残余的磁滞现象,尤其是物镜的残余磁滞会改变聚焦条件。
- e) 大景深,尤其是在低放大倍率及用透镜和光阑选择控制的小电子束发散时,可导致错误的聚焦。
- f) 扫描线圈可能产生非正交偏转(X轴和Y轴),从而产生图像畸变。
- g) 扫描发生器电路可能是非线性的,或可能会随着电路元件的老化而改变,或者两种情况都有。
- h) 放大倍率的缩放控制可能是非线性的。
- i) 扫描旋转附件的非线性会使放大倍率在不同程度的旋转下失真。
- j) 外来的磁场和静电场可能会使电子束扫描产生变形。
- k) 放大倍率的误差百分比可能在不同放大倍率范围内不相同。
- l) 倾转的试样表面(不垂直于电子束轴)将使图像产生透视缩短和放大倍率的变化。
- m) 所应用的倾转校正可能对于试样的倾转轴或对于试样表面的某个特定区域不是90°(在与电子束垂直的平面上)。
- n) 信号处理,尤其是微分或同态处理可能会给出一个虚假的聚焦效果。
- o) 对于相同的表观放大倍率,不同的工作距离、加速电压和电子束扫描光栅组合可能产生不同的线性放大倍率。
- p) 与以上参数有关的电路元件的热量和电子漂移可能会随机影响放大倍率。
- q) 记录用阴极射线管(CRT)的面板的变形和非线性电子束偏转可能会产生不一致的放大倍率。
- r) 记录用阴极射线管上的图像放大倍率可能和观察用阴极射线管上的放大倍率不一致。
- s) 记录用摄像机镜头的变形、相片图像与阴极射线管图像比例的改变可能导致放大倍率产生误差。
- t) 相片材料的膨胀和收缩、摄影扩大以及对比度的控制都可能对最后的表观图像放大倍率有明显的影响。
- u) 在数字记录的图像中,可能会由于数字设备(如打印机等)的不准确性或变形而产生放大倍率的误差。屏幕长宽比(X和Y方向的放大倍率)可能与原始图像的长宽比不同。

附 录 C
(资料性附录)
放大倍率测量的不确定度

不确定度是指测量值的范围,放大倍率的任一测量结果将以一定的置信度落于该范围内。不确定度 u 可以由所有不确定度的分量 σ_i 通过式(C.1)来确定:

$$u = \sqrt{(\sum \sigma_i^2)} \dots\dots\dots (C.1)$$

例如:对于一个 SIRA 栅格,不确定度的分量及其典型的数值为:

- A: 与校准/有证参考物质相关的不确定度, $\pm 1\%$
- B: 重现性不确定度, $\pm 4\%$
- (由这些不确定度分量所引起的放大倍率的变化将表现出一个正态分布趋势,如果指定的置信度为 95%,在使用式 C.1 合成不确定度分量之前,应先将各不确定度分量除以 2。)
- C: 温度效应不确定度, $< \pm 0.5\%$
- D: 被测物体的分辨率不确定度, $\pm 1\%$
- E: 测量装置及温度对其影响的不确定度, $\pm 1\%$

(这些因素的影响将表现出一个矩形分布,因此在合成之前应将其除以 $\sqrt{3}$ 。)

使用以上方法表示的不确定度只有在完成校准时才是正确的。在较长时期内进行的重复校准,由于操作条件(试样位置,操作者、仪器)的不确定度变化,将产生不同的结果。对一个特定的仪器配置,不确定度的另外一个分量应加以考虑:

- F: 漂移不确定度, $\pm 3\%$

经过几次在固定的(显示的)放大倍率 M_d 下的重复校准以后,测量的(真实的)放大倍率 M_t ,和有关该值分布的一些测量不确定度分量 σ_i 就可以确定出来。依靠其确定方法, σ_i 可提供一个合成上述不确定度分量的实用方法,即,除 A 之外,两个不确定度分量在合成时将产生一个不确定度 u ,分量大小将趋向于所产生的 u 的大小。

$|M_t - M_d|$ 是一个对仪器和输出设备的显示准确度的测量。例如,在显示的放大倍率为 M_d 时,结果应该用放大倍率 $= M_t \pm nu$ 表示。 $n=2$ 时,操作者有 95% 的置信度认为此时检验的放大倍率落在该限度范围内。这一点同样适用于标尺。放大倍率和标尺长度的不确定度可以通过引用测量中各自的标准偏差来表示。

附 录 D
(资料性附录)
检测报告示例

放大倍率校准表是追踪被校准放大倍率的条件模型的一个实例,可作为质量控制程序的一部分。

在表 D.1 中,输入通过校准标样测量的实际放大倍率。

表中给出的加速电压、放大倍率和工作距离只是作为示例,这些数值宜改为实际测量中使用的设备参数。可以使用与本示例不同数值的参数设置。

数据宜绘制成控制图表以显示随时间变化的情况。

表 D.1 标尺校准的检测报告

实验室名称：
实验室地址：
校准报告编号：
参照的国家标准：GB/T 27788

仪器制造商名称：
仪器序列号：
日期：

仪器型号：
操作者：
授权人姓名和签字：

加速电压：2 kV

放大倍率(M_{ind})	WD/mm	测量次数	D_x	D_y	M_x	M_y	L_{ind}	L_x	L_y	ΔL_x	ΔL_y	A_{xs}	A_{ys}	d	(C)RM 名称
$\times 100$	5	1													
		2			$\left(\frac{D_{xm}}{4d}\right)\left(\frac{D_{ym}}{d}\right)$										
		3													
		平均值	D_{xm}	D_{ym}											
	10	1													
		2													
		3													
		平均值													
	15	1													
		2													
		3													
		平均值													
$\times 1\,000$	5	1													
		2													
		3													
		平均值													

表 D.1 (续)

放大倍率(M_{ind})	WD/mm	测量次数	D_x	D_y	M_x	M_y	$L_{\text{ind}} \delta, f_{\text{ind}}$	L_x	L_y	ΔL_x	ΔL_y	A_{xs}	A_{ys}	d	(C)RM名称	
$\times 1\ 000$	10	1														
		2														
		3														
		平均值														
	15	1														
		2														
		3														
		平均值														
	$L = f_{\text{ind}} \times M$															
	$\Delta L = L_{\text{ind}} - L$															
$A_s = \frac{\Delta L}{L} \times 100$																
L —— 图像上标尺的计算长度																
f_{ind} ——图像上标尺的显示值																
M ——计算所得的放大倍率																
ΔL —— 差值																
L_{ind} ——图像上标尺的显示长度																
A_s ——标尺的准确度																

参 考 文 献

- [1] ISO 5725-1, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions
- [2] ISO/IEC Guide 98-3, Uncertainty of measurement—Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
- [3] National Institute of Standards and Technology (NIST). USA, Calibrations, Length Measurements. Available (viewed 2015-06-13) at http://www.nist.gov/calibrations/length.cfm#other_length
- [4] Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB), Germany, Dimensional Nanometrology. Available (viewed 2015-06-13) at <http://www.ptb.de/cms/en/ptb/fachabteilungen/abt5/fb-52.html>
- [5] National Physical Laboratory (NPL). Micro & Nanotechnology Measurement Services, Issue 2. Available (viewed 2015-06-13) at http://www.npl.co.uk/upload/pdf/micro_nanotech_brochure_jan2011.pdf
- [6] Japan Quality Assurance Organization (JQA). Calibration of Measuring Instruments; Standard micro scales. Available (viewed 2015-06-13) at <http://www.jqa.jp> and http://www.jqa.jp/service_list/measure/service/length_angle/micro_scale.html.
- [7] Chinese Microbeam Analysis(中华微束分析网). Available (viewed 2016-03-09) at <http://www.microbeam.com.cn/>.
- [8] agar Scientific, Available (viewed 2015-06-13) at <http://www.agarscientific.com/sem/calibration-standards.html>
- [9] NTT Advanced Technology Corporation. Advanced Products Business Headquarters, Nanotechnology Business Unit. Available (viewed 2015-06-13) at <http://www.ntt-at.com/prdsvc/nanotech.html>.
- [10] Geller MicroAnalytical Laboratory, Inc.. Available (viewed 2015-06-13) at <http://www.gellermicro.com/index.htm>
- [11] Plano Gmb H. Available (viewed 2015-06-13) at <http://www.plano-em.de/>.
- [12] National Institute of Standards and Technology (NIST). Standard Reference materials, Available (viewed 2015-06-13) at <https://www-s.nist.gov/srmors/viewTableV.cfm?tableid=135>
- [13] Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Germany. Layered and surface reference materials. Available (viewed 2015-06-13) at http://www.rm-certificates.bam.de/de/rm-certificates_media/rm_cert_layer_and_surface/bam_l200e.pdf
- [14] m2c microscopy measurement & calibration. Available (viewed 2015-06-13) at <http://www.m2c-calibration.com/>
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

微束分析 扫描电镜
图像放大倍率校准导则

GB/T 27788—2020/ISO 16700:2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

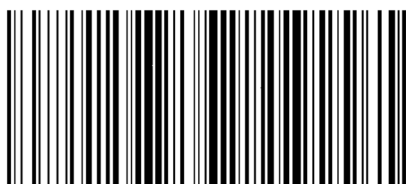
服务热线: 400-168-0010

2020年6月第一版

*

书号: 155066 • 1-65001

版权专有 侵权必究



GB/T 27788-2020