

透射电子显微镜检定规程

JJG(教委) 011-1996

现代分析仪器计量检定规程

透射电子显微镜检定规程

本规程主要起草人：王承院、陈大同

本规程编号 JJG(教委) 011-1996 周春元

1997-01-23 发布

1997-04-01 实施

透射电子显微镜检定规程

JJG(教委) 011—1996

Verification regulation for transmission electron microscope

本规程主要起草人:王永瑞 张大同

本规程参加起草人:万德锐 林承毅 周善元

本检定规程经国家教育委员会 1997 年 1 月 22 日批准,并自 1997 年 4 月 1 日起实施

目 次

1 前言	(583)
2 范围	(583)
2.1 原理	(583)
2.2 构成	(583)
3 计量单位	(583)
4 计量要求	(583)
4.1 计量特性	(583)
4.2 等级评定	(583)
5 技术要求	(584)
5.1 外观要求	(584)
5.2 安装条件	(584)
5.3 检定环境	(584)
5.4 检定设备	(584)
5.5 检定项目和检定方法	(585)
6 计量管理	(588)
6.1 检定结果的处理	(588)
6.2 检定周期	(588)
附录 A 常用的单晶标样	(589)
附录 B 检定证书	(590)

透射电子显微镜检定规程

1 前言

本规程参照国际法制计量组织(OIML)技术工作导则第二部分:OIML 国际建议和国际文件起草与表述规则、JJG1002—84 国家计量检定规程编写规则,和 GB3100—93 国际单位制及其应用编写的。

2 范围

透射电子显微镜(以下简称透射电镜)是研究固态物质显微形貌、晶体结构和测量微小物体的尺寸及形状的仪器,在材料、地矿、生物和医学等部门以及工农业生产中广泛应用。

本规程适用于新安装、使用中和维修后的各类透射电镜的检定。

2.1 原理

透射电镜是以波长极短的电子波作为照明,用电磁透镜聚焦成像,具有高的分辨能力和放大倍率的电子光学仪器。

2.2 构成

透射电镜由电子光学系统(简称镜筒)、电气系统(电磁透镜电源、电子枪高压电源和安全保护电路等)和真空系统等部分组成。

3 计量单位

3.1 加速电压 kV

3.2 真空度 Pa

3.3 长度 mm、nm

3.4 X 射线计量率 $\mu\text{Gy/h}$

4 计量要求

4.1 计量特性

图像放大倍率示值误差不大于 $\pm 10\%$ 。

图像畸变量不大于 $\pm 5\%$ 。

4.2 等级评定

根据透射电镜的加速电压、分辨能力、放大倍率、真空度、样品污染和漂移率,见表 1~3,透射电镜分为四等,即高压电镜、高分辨电镜、普通电镜和简易电镜。

表 1 加速电压、分辨能力和放大倍率

等 级	加速电压(kV)	分辨能力(nm)	放大倍率
高压电镜	≥ 200	优于 0.204(晶格像) 优于 0.45(点像)	≥ 300000
高分辨电镜	≥ 100	优于 0.204(晶格像) 优于 0.45(点像)	≥ 300000

续表

等 级	加速电压(kV)	分辨能力(nm)	放大倍率
普通电镜	≥ 75	优于 0.699(晶格像) 优于 1.0(点像)	≥ 100000
简易电镜	≥ 50	优于 5.0(点像)	≥ 20000

表 2 真空度

等 级	高压电镜	高分辨电镜	普通电镜	简易电镜
真空度(Pa)	优于 1×10^{-4}	优于 7×10^{-4}	优于 1×10^{-2}	优于 1×10^{-2}

表 3 样品污染和漂移率

等 级	高压电镜	高分辨电镜	普通电镜	简易电镜
污染速率(nm/min)	≤ 0.03	≤ 0.03	≤ 0.05	≤ 0.06
漂移速率(nm/min)	≤ 6.0	≤ 6.0	—	—

5 技术要求

5.1 外观要求

外观检查仪器标志:仪器名称、型号、制造厂名、出厂日期以及仪器编号。手动检查各活动部分的可动性,及其可动范围;活动光阑、样品更换机构、照相进片机构、真空阀活动的准确、可靠性;各旋钮、按键和开关接触的可靠性;所有紧固部件的紧固状态。

5.2 安装条件

5.2.1 透射电子显微镜要远离变电间、电梯、大电力设备(如电炉)、火花放电和高频设备以及振动大、灰尘多、有腐蚀性气氛的地方;不要与其它电气设备共用一根地线。

5.2.2 透射电子显微镜机房需要空调、去湿,要求室温在 $15^{\circ}\text{C} \sim 25^{\circ}\text{C}$,相对湿度不大于 70%。

5.2.3 透射电子显微镜的供电电源线应离主机 3m~5m,切忌在机房四周形成环路,所有电源布线必须用黑铁管屏蔽。

5.2.4 水质差、水压低或波动大的地区,应配备冷却水循环器。

5.3 检定环境

5.3.1 环境温度: $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$

5.3.2 相对湿度:不大于 70%(25 $^{\circ}\text{C}$ 时)

5.3.3 供电电源: $220\text{V} \pm 22\text{V}$ 、 $50\text{Hz} \pm 0.5\text{Hz}$

5.3.4 具有独立接地线,接地电阻不超过 4Ω

5.3.5 检定场所的杂散磁场不超过 $5 \times 10^{-7}\text{T}$

5.3.6 检定场所的震动振幅不超过 $5\mu\text{m}$ (频率为 5Hz~20Hz 时)

5.3.7 冷却水压力不低于 $5 \times 10^4\text{Pa}$,流量适量,水温不高于 25°C

5.3.8 X 射线泄漏剂量应符合 GB7667—87 规定,距电镜主要工作部位外表面 50mm 处的 X 射线泄漏的空气吸收剂量不应大于 $2.5\mu\text{Gy/h}$ (0.25mrad/h)

5.4 检定设备

- 5.4.1 带标尺的 10 倍放大镜
 5.4.2 照相放大机
 5.4.3 游标卡尺
 5.4.4 X 射线计量率仪,其最小满刻度值不大于 $10\mu\text{Gy/h}$ (1mrad/h)。

5.5 检定项目和检定方法

5.5.1 晶格分辨能力

在测定分辨能力时,必须使电镜处于最佳工作状态。透射电镜的加速电压、透镜电源预热不少于 2h,放大率必须经过校正。

根据被检定透射电镜的晶格分辨能力,选择相应的单晶标样(附录 A),拍摄清晰的晶格条纹照片,该晶格条纹间距即为电镜的晶格分辨能力。

表 4 透射电镜的分辨能力检测结果

检定项目	检定条件	条纹或点像间距(mm)	分辨能力(nm)
晶格分辨能力	样品台型式 加速电压(kV) 放大倍率× 标准样品		
点分辨能力	样品台型式 加速电压(kV) 放大倍率× 标准样品		

5.5.2 点分辨能力

用真空蒸发沉积的铂铱合金粒子(或钨铱合金粒子)或碳膜粒子作为样品,测试电镜的点分辨能力。测试时需要对该样品的同一视域连续拍摄两张照片。在放大的两张照片上寻找互相对应的两对以上能分辨的点。两对点间连线之间的夹角应大于 60° ,然后测量两点之间距离 D 并换算成样品上的实际距离 d :

$$d = \frac{D}{M_1 \cdot M_2 \cdot 10^{-6}} \quad (1)$$

式中 d —— 电镜的点分辨能力;

D —— 照片上对应点间的距离;

M_1 —— 电镜放大倍率;

M_2 —— 光学放大倍率;

取其中较大的 d 值评定透射电镜的点分辨能力。

5.5.3 放大倍率

在透射电镜标称的最低和最高放大倍率及其间再任选三档,共五档各拍摄一张照片。有多档加速电压的电镜,选择两档常用的加速电压进行放大倍率测试。将电镜置于所选加速电压,并预热 0.5h。为减小物距变化引起误差,配备侧插式样品台的透射电镜,标定和测量时应把样品膜面调到与 x-倾转轴重合;配备顶插式样品台的透射电镜,标定和测量时要用同一个样品夹座。

测定放大倍率小于 10 万倍时,采用经过标定、误差在 $\pm 5\%$ 内的非磁性金属网格、光栅的

复型(或其上具有明显特征的两个参考点)作为标样;放大倍率大于 10 万倍时,采用如同测试晶格分辨能力的单晶作为标样,拍摄其放大照片,计算标定的放大倍率及其与仪器示值的相对误差。

$$M_1 = \frac{S}{M_2 \cdot a} \quad (2)$$

式中 M_1 —— 电镜的放大倍率;

M_2 —— 光学放大倍率;

S —— 从照片上测量的光栅条纹(或两参考点)或晶格条纹的平均间距;

a —— 光栅复型(或参考点间)或单晶标样的条纹平均间距。

放大倍率示值误差 Δ :

$$\Delta = \frac{|M_1 - M_0|}{M_0} \quad (3)$$

其中 M_1 —— 电镜标定的放大倍率;

M_0 —— 电镜显示的放大倍率。

表 5 透射电镜的放大倍率检测结果

检定项目	检定条件	示值	实测值	示值误差%
放大倍率	加速电压(kV) 标准样品 放大倍率× 最低倍率			
	最高倍率			
	加速电压(kV) 放大倍率× 最低倍率			
	最高倍率			
	加速电压(kV) 放大倍率× 最低倍率			
	最高倍率			

5.5.4 图像畸变量

采用方格光栅的复型作为标样,选取电镜低倍三档(含最低放大倍率)各拍摄一张照片,在不大于最大像幅 80% 范围内,测量 x 、 y 两个方向的畸变量 Δx 和 Δy ,如图 1 所示,然后计算图像的综合畸变量(包括放大畸变和旋转畸变),取其中最大值作为测试结果。

$$\Delta x = x' - x \quad (4)$$

$$\Delta y = y' - y \quad (5)$$

然后计算图像的综合畸变量(包括放大畸变和旋转畸变) $D_1 \sim D_4$:

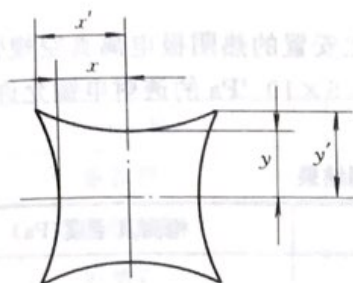


图1 图像畸变示意图

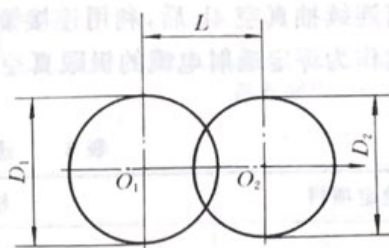


图2 样品污染和漂移示意图

$$D_1 = \frac{\Delta x}{x}$$

$$D_2 = \frac{\Delta x}{y}$$

$$D_3 = \frac{\Delta y}{y}$$

$$D_4 = \frac{\Delta y}{x}$$

(6)

取其中最大值作为测试结果。

5.5.5 样品污染和漂移速率

电镜处于如拍摄分辨能力的最佳状态。采用微孔碳膜作为测试样品,选一个较圆整的微孔并将其移至荧光屏的中心,放大到 20mm~30mm 为宜;在物镜正焦状态下,在同一张底片上两次曝光。冲印照片后,按下式计算样品的污染率和漂移率:

表6 透射电镜的像畸变量检测结果

检定项目	检定条件	畸变量%
像畸变量	加速电压(kV) 标准样品:方格光栅复型 低倍最低倍率 低倍中间倍率 低倍最高倍率	

$$Q_c = \frac{D_1 - D_2}{2M \cdot t} \quad (7)$$

$$Q_D = \frac{L}{M \cdot t} \quad (8)$$

式中: Q_c 、 Q_D 分别为样品的污染率和漂移率,习惯上常用(nm/min)表示; D_1 、 D_2 分别为间隔时间 t 前后曝光的照片上测得的微孔直径; M 为照片的总放大倍率; t 为两次曝光时间间隔,一般取 10min; L 为 D_1 、 D_2 微孔中心的距离。

表7 透射电镜的污染速率和漂移速率检测结果

检定项目	检定条件	污染、漂移速率(nm/min)
污染速率	加速电压(kV) 束斑尺寸(μm) 标准样品:微孔碳膜	
漂移速率	加速电压(kV) 束斑尺寸(μm) 标准样品:微孔碳膜	

5.5.6 真空度

镜筒连续抽真空 4h 后,利用连接镜筒的主真空管道上安置的热阴极电离真空规管,测量的真空度作为评定透射电镜的极限真空度。真空度高于 $1.5 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 的透射电镜允许抽真空 24h 测量。

表 8 透射电镜的真空度检测结果

检定项目	检定条件	检测真空度(Pa)
真空度	镜筒连续抽真空 4h~24h 后在连接镜筒的主真空管道上用热阴极电离真空计测量	

6 计量管理

6.1 检定结果的处理

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。

6.2 检定周期

透射电镜的检定周期一般定为 3 年。但在仪器大修或镜筒清洗、重新装配后应重新进行检定。

新安装的透射电镜,分辨能力、样品污染和漂移速率等三项技术指标 5 年内免检。

使用 5 年或 5 年以上的透射电镜,可选择与仪器具体状况相应的等级技术指标进行检定。晶格分辨能力和点分辨能力,只需检测其中一项。

附录 A

常用的单晶标样

标样名称	晶面指数	晶面间距(nm)
铜钽青	(001)	1.260
亚氯铂酸钾	(100)	0.699
叶蜡石	(020)	0.445
石墨化碳黑	(002)	0.343
金	(200)	0.204
	(220)	0.144

Address: _____
 Name: _____
 Manufacturer: _____
 Instrument: _____
 Verification conclusion: _____

Signature of Verifier: _____
 Signature of Responsible Person: _____
 issued date: _____
 Valid date to: _____
 issued by: _____
 (stamp)
 (a) _____
 (b) _____
 (c) _____
 (d) _____

附录 B

检定证书(正面)

Verification Certificate

证书编号:

Certificate No.:

申请单位 Applicant

名称:

Name:

地址:

Address:

计量器具 Measuring Instrument

名称:

Name:

制造者:

Manufacture:

型号:

Type:

编号:

No.:

检定结论 Verification conclusion

检验人(签字):

Signature of Verifier

校核人(签字):

Signature of Responsible leader:

发证单位(公章):

issued by:

(stamp)

发证日期:

issued date

有效期至:

Valid date to

年

(y)

年

(y)

月

(m)

月

(m)

日

(d)

日

(d)

检定证书(背面)

检测结果

检定项目	技术指标	检测结果
1 晶格分辨能力(nm)		
2 点分辨能力(nm)		
3 放大倍率示值误差%		
4 像畸变量%		
5 污染速率(nm/min)		
6 漂移速率(nm/min)		
7 真空度(Pa)		

JJG(教委) 012 1996

1997-01-23 发布

1997-04-01 实施