

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 1351-XXXX

扫描探针显微镜校准规范

Calibration Specification for

Scanning Probe Microscope

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局 发布

扫描探针显微镜校准规范

JJF 1351-XXXX

Calibration Specification for

Scanning Probe Microscope

归口单位：全国几何量长度计量技术委员会

主要起草单位：

参加起草单位：

本规范委托全国几何量长度计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

目 录

引 言.....	II
1 范围.....	1
2 引用文件.....	1
3 术语和计量单位.....	1
3.1 扫描探针显微镜 Scanning Probe Microscope (SPM)	1
3.2 扫描探针显微镜 Z 向漂移 SPM Z-direction drift	1
4 概述.....	1
5 计量特性.....	2
5.1 扫描探针显微镜 Z 向漂移.....	2
5.2 X、Y 轴位移测量误差	2
5.3 Z 轴位移测量误差.....	2
5.4 扫描探针显微镜测量重复性	2
5.5 X、Y 坐标正交性误差	2
6 校准条件.....	2
6.1 环境条件.....	2
6.2 标准器.....	2
7 校准项目和校准方法.....	4
7.1 扫描探针显微镜 Z 向漂移.....	4
7.2 X、Y 轴位移测量误差	4
7.3 Z 轴位移测量误差.....	5
7.4 扫描探针显微镜测量重复性.....	6
7.5 X、Y 坐标正交性误差	7
8 校准结果表达.....	8
9 复校时间间隔.....	9
附录 A 扫描探针显微镜测量不确定度评定示例	10

引 言

JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本校准规范制定的基础性系列规范。

制定本规范的目的主要是解决工业中扫描探针显微镜校准问题。规范编制中参考了国际上纳米计量领域的一些研究理论性研究成果，并以实际纳米计量工作中的一些实验数据为基础制定了本规范。

本规范的历次版本发布情况：

JJF1351-2012。

扫描探针显微镜 校准规范

1 范围

本规范适用于以几何表面形貌为测量对象的扫描探针显微镜的校准。

扫描探针显微镜根据其设计原理不同，校准时需要根据实际情况选择相关的计量特性。

对有特殊要求的测量任务，如对溯源要求较高的测量，不在本校准规范的适用范围。

2 引用文件

本规范引用下列文件：

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

GB/T 19067.1—2003 产品几何量技术规范(GPS) 表面结构 轮廓法 测量标准

第 1 部分：实物测量标准

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 扫描探针显微镜 Scanning Probe Microscope (SPM)

具有扫描测量功能的探针显微镜的统称。主要包含原子力显微镜(AFM)、扫描隧道显微镜(STM)等。

3.2 扫描探针显微镜 Z 向漂移 SPM Z-direction drift

扫描探针显微镜定点测量时Z向测量值的漂移。

4 概述

扫描探针显微镜具有高分辨力、实时、原位成像等特征。对样品无特殊要求，不受样品的干燥度、形状、硬度、纯度等限制，可在大气、常温环境甚至是溶液中成像。广泛应用于纳米科技、材料科学、物理、化学和生命科学等领域。图 1 所示为扫描探针显微镜测量部分典型结构图。

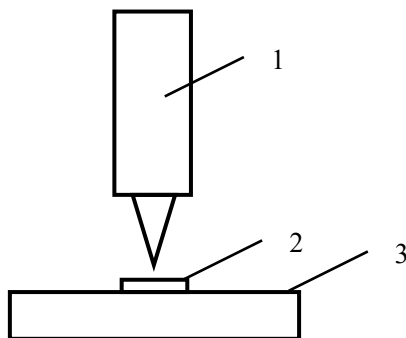


图 1 SPM 典型结构示例

1—测头；2—测量试样；3—工作台

一些扫描探针显微镜测头或工作台具备 X 、 Y 、 Z 方向扫描功能，实现二维或三维的形貌测量。

5 计量特性

5.1 扫描探针显微镜 Z 向漂移

5.2 X 、 Y 轴位移测量误差

5.3 Z 轴位移测量误差

5.4 扫描探针显微镜测量重复性

5.5 X 、 Y 坐标正交性误差

6 校准条件

6.1 环境条件

仪器使用允许的环境条件，测量过程中应测量和记录环境的温度、湿度。使用的标准样板应在测量环境中稳定不小于 2 小时。

6.2 标准器

扫描探针显微镜校准项目及采用的标准器见表 1。

表 1 校准项目及采用的标准器

序号	校准项目	标准器及技术要求	
		标准器具	技术要求
1	扫描探针显微镜 Z 向漂移	纳米级台阶样板	$U = 4 \text{ nm} + 5 \times 10^{-5} h$, $k=2$ h 为台阶高度
2	X 、 Y 轴位移测量误差	纳米线间隔样板	MPE: $\pm 1 \text{ nm}$
3	Z 轴位移测量误差	纳米级台阶样板	$U = 4 \text{ nm} + 5 \times 10^{-5} h$, $k=2$ h 为台阶高度
4	扫描探针显微镜测量重复性	纳米级台阶样板	$U = 4 \text{ nm} + 5 \times 10^{-5} h$, $k=2$ h 为台阶高度
5	X 、 Y 坐标正交性误差	二维纳米线间隔样板 (刻蚀)	MPE: $\pm 0.1^\circ$
		二维纳米线间隔样板 (原子沉积)	MPE: $\pm 0.05^\circ$

注：应用的纳米级台阶样板、纳米线间隔样板（一维、二维）的形貌图及三维轮廓图见图 2，图 3，图 4，其中图 3 为硅材料刻蚀制备的样板，图 4 为原子沉积方法制备的样板。

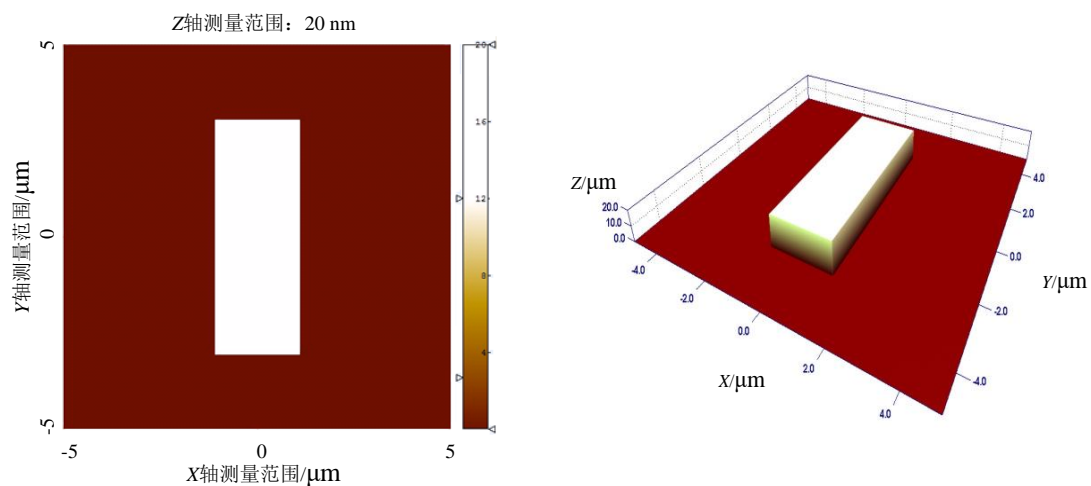


图2 纳米级台阶样板形貌图和三维图

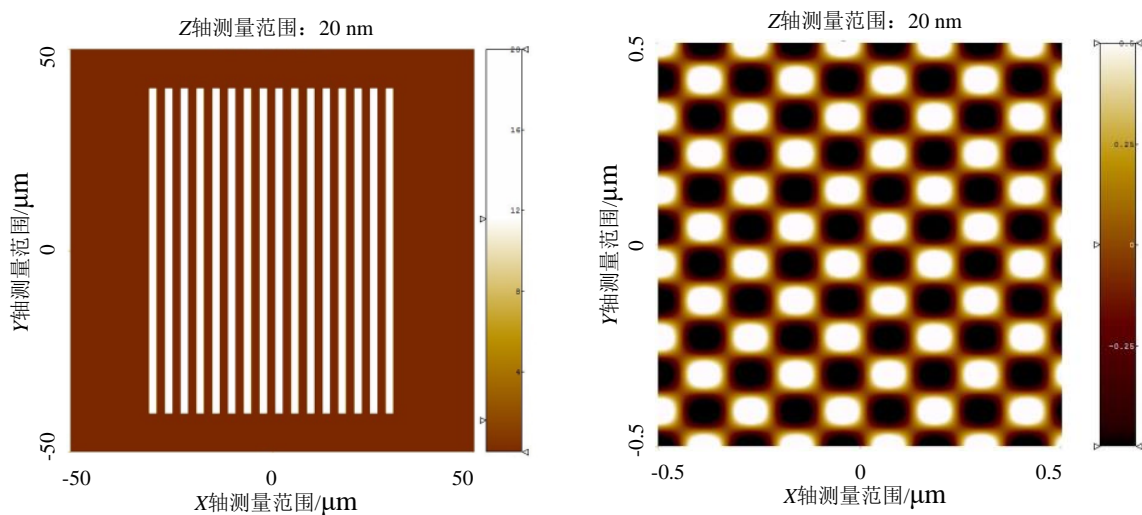


图3 一维和二维纳米线间隔样板（刻蚀）形貌图

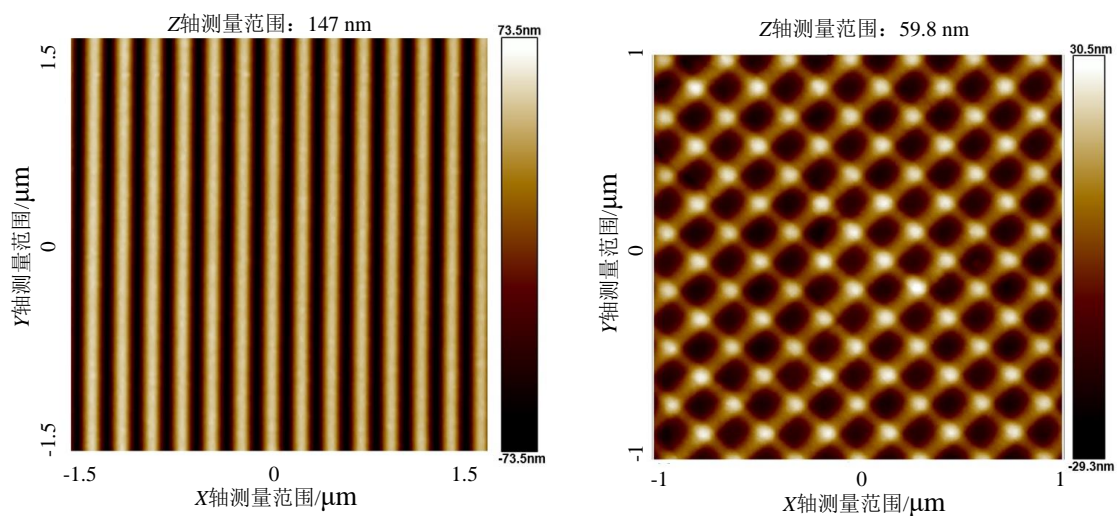


图4 一维和二维纳米线间隔样板（原子沉积）形貌图

7 校准项目和校准方法

7.1 扫描探针显微镜 Z 向漂移

用纳米级台阶样板中平面测量区域作被测对象，将扫描探针显微镜调整在测量状态。关闭扫描探针显微镜的 X 、 Y 扫描，仅保留 Z 向扫描功能，行扫描频率 1 Hz ，行扫描分辨力选取扫描探针显微镜的最大值，按约定的时间连续测量，以约定时间内测量数据的均方根（RMS）作为该项的校准结果，计算公式如下：

$$D = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N Z_i^2}{N}} \quad (1)$$

式中：

D — Z 向漂移， nm ；

N —测量点数；

Z_i — Z 轴测量值， nm 。

注：输出结果采用扫描探针显微镜形貌图或网格数据形式。记录结果同时需记录相应行扫描分辨力及测量时间等信息。

7.2 X 、 Y 轴位移测量误差

用纳米级线间隔样板进行扫描探针显微镜扫描器 X 、 Y 方向位移误差的测量。

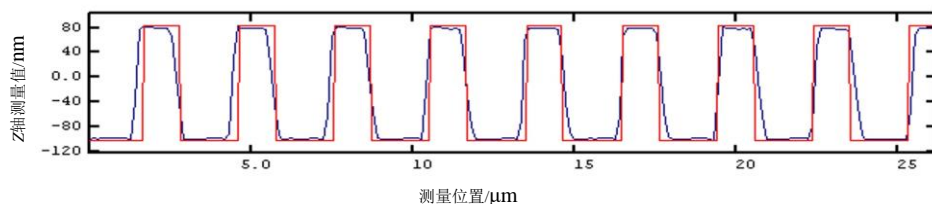


图 5 线间隔样板（刻蚀）扫描测量图像及分析数据

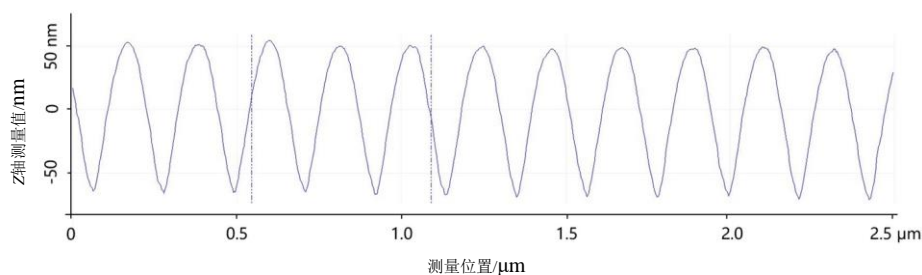


图 6 线间隔样板（原子沉积）扫描测量图像及分析数据

测量时通常在纳米级线间隔标准样板上选取 6 个间隔以上的周期并兼顾测量范围不小于扫描探针显微镜扫描器扫描范围的 $1/3$ 。

线间隔周期起点以延长边缘数据加权重心法确定。如图 5 所示，线间隔周期位移点

可由式（2）表示：

$$X_a = \frac{\sum_{i=1}^{N_e} (X_i * w_i)}{\sum_{i=1}^{N_e} w_i} \quad (2)$$

式中：

X_a —线间隔周期位移点，nm；

x_i — X 或 Y 向实测值，nm；

N_e —间隔测量点数，一般取外延 3 到 5 点。

w_i 由式（3）表示：

$$w_i = \sum_{j=1}^N (k_j * z_{i-m+j}) \quad (3)$$

式中：

N —加权维数，一般取 10 以下奇数；

m —通过 $m=(N+1)/2$ 计算；

z — Z 轴测量值，nm；

k_j —为权值。

其中， k_j 由下面公式表示：

$$k_1 = -(N-1)/2, k_2 = -(N-3)/2, \dots, k_{(N+1)/2} = 0, \dots, k_{N-1} = (N-3)/2, k_N = (N-1)/2$$

依次计算各测量周期的线间隔周期位移点，计算出起始与终止间隔的位移值并除以周期数以确定扫描探针显微镜的 X 、 Y 轴位移的测量误差，并记录相关加权系数的选取。

7.3 Z 轴位移测量误差

扫描探针显微镜 Z 轴位移测量范围小于等 $0.5 \mu\text{m}$ 时，采用 1 块纳米级台阶样板完成扫描探针显微镜扫描器 Z 方向位移误差的测量，纳米级台阶样板的高度值不小于扫描探针显微镜 Z 轴位移测量范围的 10%。扫描探针显微镜 Z 轴位移测量范围大于 $0.5 \mu\text{m}$ 时，用 2 块纳米级台阶样板完成扫描探针显微镜扫描器 Z 方向位移误差的测量，其中纳米级台阶样板的高度值最大值不小于扫描探针显微镜 Z 轴位移测量范围的 70%，最小值不小于该范围的 10%。如图 7 所示，以台阶标准样板 A 、 B 、 C 三个区域作为测量计算区域，测量台阶高度在条件允许时根据国标 GB/T 19067.1—2003 的通用规则，采取测量台阶（高度或深度）样板宽度的三倍进行测量，如果条件不允许则不适用本规范。

实际中由于测量条件的不同，根据情况可以采用特殊的台阶测量原则，如图 8 所示，

其中 W 代表台阶宽度, h 为台阶高度或深度, W_s 代表 A 、 C 的计算测区域宽度, W_d 代表边缘宽度, W_m 代表 B 段计算测量区域宽度。必要时可以选取 A 、 B 、 C 段为不同宽度来实现测量, 但必须在记录结果中标明不同宽度的采用值。

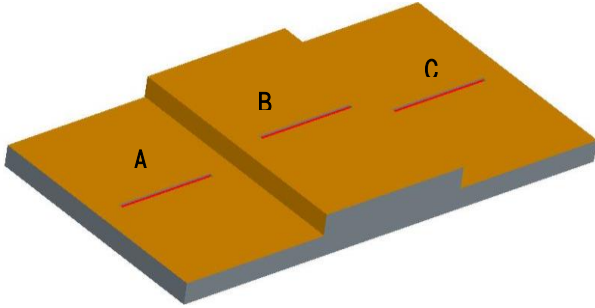


图7 台阶样板测量区域图

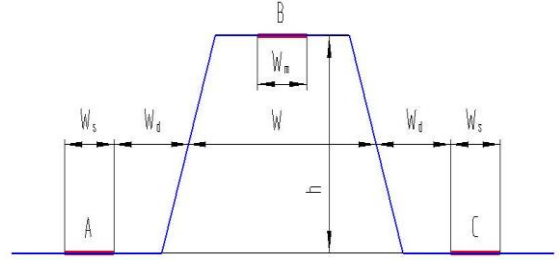


图8 台阶高度测量原则示意图

台阶高度值计算时采用 A 、 B 、 C 三个测量区域的全区域等权的代数和平均值的方法, 按式 (4) 计算台阶高度:

$$h = \sum_{i=1}^m B_i - \frac{\sum_{i=1}^n A_i + \sum_{i=1}^n C_i}{2} \quad (4)$$

式中:

h —台阶高度, nm;

A_i —区域 A 中 Z 轴位移测量值, nm;

B_i —区域 B 中 Z 轴位移测量值, nm;

C_i —区域 C 中 Z 轴位移测量值, nm;

m —区域 B 测量点数;

n —区域 A 、 C 测量点数。

在相同区域连续重复测量 10 次, 以 10 次测量值的平均值作为该项误差的测量结果, 2 块样板测量时, 以测量结果最大值作为结果。

7.4 扫描探针显微镜测量重复性

7.4.1 X 、 Y 轴测量重复性

用纳米线间隔样板作扫描探针显微镜的测量对象, 测量方法参见 7.2, 分别进行 X 、 Y 轴位移测量误差测量。以 10 次间隔测量值的实验标准偏差作为 X 、 Y 轴测量重复性的测量结果。记录结果的同时需记录相应测量扫描范围的信息。

7.4.2 Z轴测量重复性

用纳米级台阶样板作为扫描探针显微镜的测量对象，选取台阶高度不小于扫描探针显微镜的Z向扫描范围的20%；

在X和Y方向分别作扫描范围不小于扫描探针显微镜扫描范围的10%的台阶高度测量，测量方法及台阶高度测量参见7.3。

连续测量10次，以10次测量值的实验标准偏差作为该项的测量结果。记录结果同时需记录相应测量扫描范围的信息。

7.5 X、Y坐标正交性误差

扫描探针显微镜测量X、Y方向正交性误差采用二维纳米线间隔样板完成。用扫描探针显微镜进行测量时，在二维纳米线间隔样板有效测量区域采用面扫描或十字垂线的线扫描方式进行。选取测量间隔周期数及间隔周期长度的计算参见7.2，以计算线间隔周期最小值时的取样方向为该方向线间隔的垂线方向。通过测量的形貌图或网格图中的坐标值分别确定样板中行、列刻线的垂直线斜率，并计算出两垂线的夹角作为X、Y坐标正交角度，该正交角度与标准样板正交角度的差为扫描探针显微镜对应的X、Y坐标正交性误差，如此连续测量10次，以10次的平均值作为正交性测量结果，与纳米线间隔样板正交结果的差作为该项的测量结果。图9、图10分别给出在测量范围内的面扫描测量形貌图，通过提取测量二维纳米线间隔样板（刻蚀）和二维纳米线间隔样板（原子沉积）的行列信息，确定了一组该样板的行列的垂线如箭头所示。

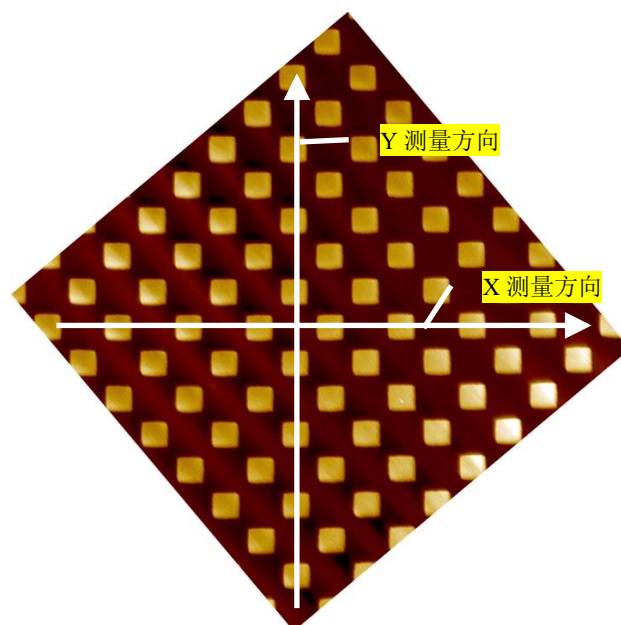


图9 二维纳米线间隔样板（刻蚀）正交性测量图

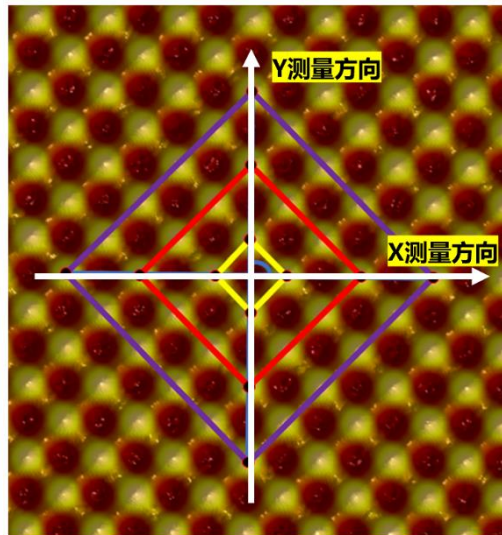


图 10 二维纳米线间隔样板（原子沉积）正交性测量图

8 校准结果表达

经校准的扫描探针显微镜出具校准证书。校准证书除包括 JJF 1071-2010 国家计量校准规范编写规则中所要求的内容外，还应包含计量特性校准的原则与环境条件及以下信息：

- a) 标题，如“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果与实验室的地址不同）；
- d) 证书或报告的唯一性标识（如编号），每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性和应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范偏离的说明（若有）；
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识、以及签发日期；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；

p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

由于复校时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。建议复校时间间隔为一年。

附录 A

扫描探针显微镜测量不确定度评定示例

扫描探针显微镜校准结果的测量不确定度评定

纳米尺度测量由于其测量的复杂性，诸多细微因素需要考虑（环境噪声、环境温度以及空气扰动等等）。校准扫描探针显微镜的X、Y、Z轴三个方向的测量不确定度除了受到其自身因素影响以外，还受被测量对象表面结构的质量、材料的热膨胀系数、污染程度等因素影响，另外测量的方法也直接影响测量结果。本附录中分别讨论扫描探针显微镜的X、Y和Z轴校准结果的测量不确定度。

A.1 扫描探针显微镜X、Y、Z轴位移测量误差的测量不确定度计算

A.1.1 测量模型

采用标准样板进行测量时，扫描探针显微镜的X、Y、Z轴的校准结果可以表示为：

$$I_i = I_s + \Delta I_r + \Delta I_e + \Delta I_t + \Delta I_p$$

式中：

I_i —扫描探针显微镜的X、Y、Z轴的校准结果；

I_s —标准样板的校准值；

ΔI_r —仪器测量重复性引入的测量误差；

ΔI_e —为样板膨胀引入的测量误差；

ΔI_t —为图像倾斜校正的引入误差；

ΔI_p —为扫描X、Y坐标正交性误差引入的测量误差。

A.1.2 合成方差

考虑以上各输入量是彼此独立的，其合成方差 $u_c^2(I_i)$ 可以表示为：

$$u_c^2(I_i) = u^2(I_s) + u^2(\Delta I_r) + u^2(\Delta I_e) + u^2(\Delta I_t) + u^2(\Delta I_p)$$

A.1.3 输入量的标准不确定度

$u(I_s)$ 标准样板引入的标准测量不确定度

$u(\Delta I_r)$ 仪器测量重复性引入的标准测量不确定度

$u(\Delta I_e)$ 样板膨胀引入的标准测量不确定度

$u(\Delta I_t)$ 图像倾斜校正引入的标准测量不确定度

$u(\Delta I_p)$ 扫描X、Y坐标正交性误差引入的标准测量不确定度

各项的灵敏系数均为1。

A.1.4 合成标准不确定度

$$u_c(I_i) = \sqrt{u^2(I_s) + u^2(I_r) + u^2(I_e) + u^2(\Delta I_e) + u^2(I_p)}$$

A.1.5 扩展不确定度

$$U = k u_c(I_i), \quad k=2$$

A.2 计算示例

A.2.1 扫描探针显微镜的Z轴位移测量误差校准测量不确定计算

使用两块纳米级台阶样板（标称：300 nm、800 nm）对扫描探针显微镜的Z轴位移测量误差校准时，扫描探针显微镜的Z轴测量范围为1 μm。测量温度20.3 °C，台阶高度测量中A、B、C三段取等长。

A.2.1.1 标准样板引入的标准不确定度

a) 纳米级台阶样板1，台阶高度校准值为292 nm，测量不确定度为2 nm， $k=2$ 。则有：

$$u(l_s)=1 \text{ nm}$$

b) 纳米级台阶样板2，台阶高度校准值为781 nm，测量不确定度为4 nm， $k=2$ 。则有：

$$u(l_s)=2 \text{ nm}$$

A.2.1.2 仪器测量重复性引入的标准不确定度

a) 对台阶样板进行10重复测量，测量的实验标准偏差为0.4 nm，则有：

$$u(\Delta l_r)=0.4 \text{ nm}$$

b) 对台阶样板进行10重复测量，测量的实验标准偏差为0.9 nm，则有：

$$u(\Delta l_r)=0.9 \text{ nm}$$

A.2.1.3 样板膨胀引入的标准不确定度

由于本校准纳米台阶标准样板高度为781 nm，材料为单晶硅热膨胀系数为 $6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ，考虑校准时温度变化控制在1 °C，因此本次校准该项不确定度分量可以忽略不计。

A.2.1.4 图像倾斜校正引入的标准测量不确定度

扫描探针显微镜形貌测量是由于测量试样安装绝对的倾斜性，因此测量数据必须进行消倾斜处理，根据仿真实验在倾斜角度小于 5° 的条件下，对于本例测量由于倾斜校正引入的测量标准不确定度 0.2 nm。

A.2.1.5 扫描X、Y坐标正交性误差引入的标准测量不确定度

X、Y坐标正交误差对扫描探针显微镜的Z轴测量结果无影响，故该项引入的测量不确定度分量可以忽略。

表A.1 测量不确定度汇总				
量 X_i	概率分布	灵敏系数 c_i	标准不确定度 $u(l_i)/\text{nm}$	
			300 nm	800 nm
l_s	均匀	1	2	2
Δl_r	正态	1	0.4	0.9
Δl_i	正态	1	0.2	0.2

A.2.1.6 测量不确定度结果

a) 当Z轴在300 nm时： $u_c(l_x)=2.1 \text{ nm}$ ， $U=4.2 \text{ nm}$ ， $k=2$

b) 当Z轴在800 nm时： $u_c(l_x)=2.2 \text{ nm}$ ， $U=4.4 \text{ nm}$ ， $k=2$

A.2.2 扫描探针显微镜的X轴位移测量误差校准测量不确定计算

扫描探针显微镜的X轴测量范围为 $50 \mu\text{m}$ ，使用纳米级台阶样板（标称：300 nm）、二维纳米线间隔样板（刻蚀，标称： $3 \mu\text{m}$ ）或二维纳米线间隔样板（原子沉积，标称：212.78 nm）对扫描探针显微镜的X轴位移测量误差校准，测量温度 20.2°C 。

A.2.2.1 标准样板引入的标准测量不确定度

二维纳米线间隔样板（刻蚀）：纳米级线间隔样板间隔周期校准值为 3001.4 nm ，间隔周期MPE为 $\pm 1 \text{ nm}$ ，按均匀分布估计，则有：

$$u(l_s)=0.58 \text{ nm}$$

二维纳米线间隔样板（原子沉积）：纳米级线间隔样板间隔周期校准值为212.78 nm，间隔周期MPE为 ± 0.5 nm，按均匀分布估计，则有：

$$u(l_s)=0.29 \text{ nm}$$

A.2.2.2 仪器测量重复性引入的标准不确定度

对纳米线间隔样板进行10重复测量，测量的实验标准偏差为0.8 nm，则有：

$$u(\Delta l_r)=0.8 \text{ nm}$$

A.2.2.3 样板膨胀引入的标准不确定度

二维纳米线间隔样板（刻蚀）：由于本校准纳米线间隔样板测量周期为8个，测量长度为24 μm ，材料为单晶硅热线膨胀系数为 $6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ，考虑校准时温度变化控制在1 $^\circ\text{C}$ ，因此本次校准该项不确定度分量可以忽略不计。

二维纳米线间隔样板（原子沉积）：由于本校准纳米线间隔样板测量周期为14个，测量长度为3 μm ，材料为单晶硅热线膨胀系数为 $6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ，考虑校准时温度变化控制在1 $^\circ\text{C}$ ，因此本次校准该项不确定度分量可以忽略不计。

A.2.2.4 图像倾斜校正引入的标准测量不确定度

扫描探针显微镜形貌测量是由于测量试样安装绝对的倾斜性，因此测量数据必须进行消倾斜处理，根据仿真实验在倾斜角度小于5 $^\circ$ 的条件下，对于本例测量由于倾斜校正引入的测量标准不确定度分量为0.12 nm。

A.2.2.5 样板正交性误差引入的标准测量不确定度

二维纳米线间隔样板（刻蚀）：对于扫描探针显微镜的X轴不确定度计算，样板的正交性误差引入不可忽略。由于使用的纳米线间隔样板正交性误差MPE为 $\pm 0.1^\circ$ ，按均匀分布估计，对于测量范围50 μm ，以最大影响计算，由于故样板正交性误差引入的测量不确定度分量为0.61 nm。

二维纳米线间隔样板（原子沉积）：对于扫描探针显微镜的X轴不确定度计算，样板的正交性误差引入不可忽略。由于使用的纳米线间隔样板正交性误差MPE为 $\pm 0.05^\circ$ ，按均匀分布估计，对于测量范围3 μm ，以最大影响计算，由于故样板正交性误差引入的测量不确定度分量为0.019 nm。

表A.2 测量不确定度汇总				
量 X_i	概率分布	灵敏系数 c_i	标准不确定度 $u(l_i)/nm$	
			刻蚀	原子沉积
l_s	均匀	1	0.58	0.29
Δl_r	正态	1	0.8	0.8
Δl_i	正态	1	0.12	0.12
Δl_p	均匀	1	0.61	0.19

A.2.2.6 测量不确定度结果

二维纳米线间隔样板（间接溯源型）：

$u_c(l_x)=1.2\text{ nm}$

$U=2.4\text{ nm},\ k=2$

二维纳米线间隔样板（直接溯源型）：

$u_c(l_x)=0.89\text{ nm}$

$U=1.9\text{ nm},\ k=2$

中华人民共和国
国家计量技术规范
XXXXXXXXX 校准规范
JJFXXXX—XXXX
国家市场监督管理总局发布