

一种新型扫描电子显微镜校准标样系统的研制

魏强^{1*}, 王曼璐¹

(四川大学 华西口腔医学(学)院, 四川省 成都市 610041)

摘要: 传统扫描电镜校准标样多为金属材质, 热膨胀系数较大, 受环境影响显著, 开发一种新型校准标样系统很有必要。基于此, 在实验室设计、合成了一种以纳米球形二氧化硅为支撑内核, 非金属碳为导电壳层的新型校准标样。同时利用树脂 3D 打印技术设计、打印了与之相配套的标样载样台, 用于承载校准标样。最后对上述新型校准标样系统进行上机测试、统计与分析, 结果显示新型非金属导电碳纳米球在电子束的反复轰击下, 图像分辨率较高, 稳定性良好 (测试数值 $p>0.05$), X/Y 轴的线性失真度分别为 0.012% 以及 0.082%。这将有望取代传统市售标样。

关键词 扫描电子显微镜; 校准标样; 非金属; 碳纳米球; 树脂 3D 打印技术

Development of a new calibration standard system for scanning electron microscopy

Wei Qiang^{1*}, Wang Manlu¹

(School of Stomatology, Sichuan University, Chengdu, Sichuan 610041, China)

Abstract: Traditional scanning electron microscope calibration standards are mostly made of metal, due to their large coefficient of thermal expansion and susceptibility to environmental influences, it is necessary to develop a new calibration standard system. Based on this, a new type of calibration standard was designed and synthesized in the laboratory with nano-spherical silica as the supporting core and non-metallic carbon as the conductive shell layer. Meanwhile, the resin 3D printing technology was utilized to design and print a matching standard sample carrier. Finally, the stability and linearity distortion of the calibration standard system were tested and analyzed under different accelerating voltages and magnifications. The results showed that the new non-metallic conducting carbon nanospheres had high image resolution and good stability ($p>0.05$ for the tested values) under repeated bombardment by the electron beam, and the linear distortion in the X/Y-axis was 0.012% and 0.082%, respectively. This will be promising to replace the traditional commercially available standards.

Keywords: Scanning electron microscope, Calibration standard, Non-metallic; Carbon nanospheres; Resin 3D printing technology

引言

扫描电子显微镜具有放大倍数连续可调、拍摄分辨率高以及超大景深等优点，在生命科学、材料科学以及微电子科学等领域应用广泛。由于扫描电子显微镜采用电子束进行逐行扫描，久而久之会出现图像放大倍率以及图像畸变等问题^[1]。这就需要利用校准标样定期对设备的分辨率以及成像质量等性能指标进行校准。目前市售的校准标样主要有金纳米标样、碳基金标样以及铜栅网标样，这些标样多为金属材质，易受温度以及湿度影响而出现校准失常等问题^[2]。因此，在实验室层面上设计合成一种具有同等校准效果，且廉价易得易保存的非金属校准标样就显得尤为必要。

经查阅相关文献，发现空心碳球具有良好的导电性，这能够满足校准标样所需要的优良导电性^[3]。同时校准标样还应满足较强的机械强度，众所周知，二氧化硅具有良好的机械强度与精准可控的球状结构^[4]，当其作为空心碳球的内核时，能够在很大程度上提高空心碳的机械强度。所以通过适当的策略设计合成出导电碳包覆的二氧化硅纳米微球，可以同时满足扫描电镜校准标样对于导电性与机械强度的双重需求。

本文的研究重点包括以下四方面，第一、设计合成所需的非金属导电纳米碳球，第二、对碳球进行相应的结构表征，第三、利用树脂 3D 打印技术设计打印与校准标样相匹配的载样台，第四、以《中华人民共和国国家计量技术规范》之《扫描电子显微镜校准规范》（编号：JJF 1916-2021）为准则，对纳米碳球的稳定性以及线性失真度进行测量、统计与分析。综合结果证明非金属导电纳米碳球能够满足扫描电子显微镜校准标样需求。

1 材料和方法

1.1 校准标样制备

首先量取 25%的氨水 1 ml，99.5%的无水乙醇 12 ml 以及去离子水 80 ml，搅拌 30 min，将 1 ml 四乙氧基硅烷逐滴加入，剧烈搅拌 30 min。其次加入 50 mg/ml 的多巴胺 8 ml，搅拌 24 h 进行氧化自聚合，抽滤后得到深棕色前驱体聚多巴胺包覆的二氧化硅纳米球。最后将前驱体在真空干燥箱中干燥 60 min，并在氮气的保护下，利用可程序升温的管式炉进行碳化处理，其中升温速率为 5°C/min，升高温度为 800°C，保温时间为 120 min，最后进行研磨即可得到最终产物导电纳米碳球。

1.2 校准标样结构表征

使用 TECNAI G2 F20 型（美国 FEI 公司）高分辨透射电子显微镜进行核-壳结构表征。

1.3 标样载样台树脂 3D 打印