

有色金属行业计量技术规范项目建议书

建议项目名称	原子力显微镜校准规范		
制定或修订	<input checked="" type="checkbox"/> 制定 <input type="checkbox"/> 修订	被修订计量技术规范号	
计量技术规范性质	<input type="checkbox"/> 检定规程 <input checked="" type="checkbox"/> 校准规范	计量技术规范类别	<input checked="" type="checkbox"/> 重点 <input type="checkbox"/> 基础
主要起草单位	国合通用测试评价认证股份公司		
联系人	杨银	联系电话	18611199816
任务年限	2024-2026	申请经费	5 万元
参加单位	国标（北京）检验认证有限公司 国家纳米科学中心 西安交通大学		
目的、意义和必要性	<p>原子力显微镜是一种可以用来研究包括绝缘体在内的固体材料表面结构的分析仪器。它可以对样品的表面形貌起伏、结构变化进行表征，获得样品表面的形貌、粗糙度和结构尺寸等信息。原子力显微镜可以在真空、超高真空、气体、溶液、电化学环境、常温和低温等环境下工作，在科学研究中的应用非常广泛，目前被认为是在纳米尺度上可视化和量化结构的不可或缺的工具，也是有色金属领域材料科学和纳米技术等多学科研究使用到的最重要的检测设备之一，其量值的准确性对于有色金属材料的研发、生产和应用具有重要意义。以有色金属纳米铜粉为例，纳米铜粉可作为导电浆料应用于微电子领域等，其表面形貌、结构尺寸等对材料导电性能影响较大，纳米铜粉尺寸通常在 30nm 以下，尺寸小要求测量精度高，微小表面形貌、结构尺寸测量差别将直接影响材料的研发、生产和应用，对原子力显微镜校准进行规范，保证设备测量的准确性，将推动有色行业纳米铜粉等有色金属新材料产业进步。</p>		

	<p>原子力显微镜测量表面形貌、结构尺寸的过程中具有随机和系统误差，设备性能应进行定期校准和校验，评估这些误差影响数据的程度。目前，国内外尚无完全适用的检定规程或校准规范等指导性文件用于指导原子力显微镜的校准和校验，在设备检定/校准中通常采用多个校准规范、测试方法标准中相关校准和校验部分的内容和要求进行校准，原子力显微镜的相关计量规范的缺失对于设备在使用中风险的控制、校准工作的有效开展实施造成了较大的难度。因此，有必要制定《原子力显微镜校准规范》，为有效指导和开展原子力显微镜的校准工作提供详尽的技术指标，保证量值的准确。</p>
产业链应用	<p>原子力显微镜校准规范主要用于锂电池和光伏产业链中。光伏产业用半导体材料的关键参数包括表面抛光缺陷、图形化结构、薄膜表面形貌以及定量的表面粗糙度数据和深度信息、表面缺陷（比如结构缺陷、晶格错位、缺陷密度等）以及表面阻抗、电势分布、介电常数、掺杂浓度等。新能源产业氢能发生器用纳米铜粉、航空航天助燃剂用纳米铝粉、船舶导电涂料用纳米铝粉材料的关键参数包括形貌、缺陷、空位能、聚集能及各种力的相互作用。这些关键参数直接影响半导体材料、纳米材料的可靠性、批次稳定性，进而决定了产品竞争力，而上述关键参数的测量离不开计量校准的支撑，但是目前有色金属行业还存在新材料检测设备溯源链缺失的严重问题。</p> <p>原子力显微镜主要测量材料表面的 3D 形貌、表面粗糙度和高度等信息，而且可以获得材料表面物理性质分布的差异，是半导体材料和纳米材料的关键参数测量的重要仪器设备，但是目前校准规范内容的缺失，计量对于日新月异发展的新材料研发和生产需求的支撑明显滞后。本规范的制订增加了影响原子力显微镜测量准确度的关键计量特性 Z 向纳米高度校正比例因子、Z 向噪声与 X、Y 轴位移测量误差等技术内容，有利于完善光伏、锂电池及新能源、海洋船舶产业链 NQI 体系。</p>

范围 and 主要 计量特性	1.本规范适用于以几何表面形貌为测量对象的原子力显微镜的校准。																																		
	2.主要计量特性																																		
	(1) Z 向漂移和噪声																																		
	(2) Z 向亚纳米高度校正比例因子																																		
	(3) Z 向纳米高度校正比例因子																																		
	(4) Z 向位移测量误差																																		
	(5) 原子力显微镜测量重复性																																		
	(6) X、Y 轴位移测量误差																																		
	(7) X、Y 坐标正交性误差																																		
	3. 校准项目及采用的标准器																																		
<table><tr><th rowspan="2">序号</th><th rowspan="2">校准项目</th><th colspan="2">标准器具及技术要求</th></tr><tr><th>标准器具</th><th>技术要求</th></tr><tr><td>1</td><td>Z 向漂移和噪声</td><td>纳米级台阶样板</td><td>U=4nm+5×10³H, k=2 H 为台阶高度</td></tr><tr><td>2</td><td>Z 向亚纳米高度校正比例因子</td><td>具有测量值的原子台阶样品</td><td>测量范围: (0.1~10)nm, 不确定度: U=0.09 nm,k=2</td></tr><tr><td>3</td><td>Z 向纳米高度校正比例因子</td><td>纳米级台阶样板</td><td>测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H, k=2, H 为台阶高度</td></tr><tr><td>4</td><td>Z 向位移测量误差</td><td>纳米级台阶样板</td><td>测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H,k=2 H 为台阶高度</td></tr><tr><td>5</td><td>原子力显微镜测量重复性</td><td>纳米级台阶样板</td><td>测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H, k=2 H 为台阶高度</td></tr><tr><td>6</td><td>X、Y 轴位移测量误差</td><td>纳米线间隔样板</td><td>MPE: ±1nm</td></tr><tr><td>7</td><td>X、Y 坐标正交性误差</td><td>二维纳米线间隔样板</td><td>MPE: ±0.1°</td></tr></table>		序号	校准项目	标准器具及技术要求		标准器具	技术要求	1	Z 向漂移和噪声	纳米级台阶样板	U=4nm+5×10³H, k=2 H 为台阶高度	2	Z 向亚纳米高度校正比例因子	具有测量值的原子台阶样品	测量范围: (0.1~10)nm, 不确定度: U=0.09 nm,k=2	3	Z 向纳米高度校正比例因子	纳米级台阶样板	测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H, k=2, H 为台阶高度	4	Z 向位移测量误差	纳米级台阶样板	测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H,k=2 H 为台阶高度	5	原子力显微镜测量重复性	纳米级台阶样板	测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H, k=2 H 为台阶高度	6	X、Y 轴位移测量误差	纳米线间隔样板	MPE: ±1nm	7	X、Y 坐标正交性误差	二维纳米线间隔样板	MPE: ±0.1°
序号	校准项目			标准器具及技术要求																															
		标准器具	技术要求																																
1	Z 向漂移和噪声	纳米级台阶样板	U=4nm+5×10³H, k=2 H 为台阶高度																																
2	Z 向亚纳米高度校正比例因子	具有测量值的原子台阶样品	测量范围: (0.1~10)nm, 不确定度: U=0.09 nm,k=2																																
3	Z 向纳米高度校正比例因子	纳米级台阶样板	测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H, k=2, H 为台阶高度																																
4	Z 向位移测量误差	纳米级台阶样板	测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H,k=2 H 为台阶高度																																
5	原子力显微镜测量重复性	纳米级台阶样板	测量范围: (10~1000)nm, U=4nm+5×10²H, k=2 H 为台阶高度																																
6	X、Y 轴位移测量误差	纳米线间隔样板	MPE: ±1nm																																
7	X、Y 坐标正交性误差	二维纳米线间隔样板	MPE: ±0.1°																																
水平	<div><input type="checkbox"/>国际先进</div> <div><input checked="" type="checkbox"/>国内先进</div>																																		
国内外情况 简要说明	<p>1.原子力显微镜测量原理及装置</p> <p>原子力显微镜装置及工作原理如图 1 所示, 通过针尖检测待测样品表面和一个微型力敏感元件之间的极微弱的原子间相互作用力来研究物质的表面结构及性质, 当针尖接近样品时, 针尖受到力的作用使悬臂发生偏转或振幅改变。悬臂的这种变化经检测系统检测后转变成电信号传递给反馈系统和成像系统, 记录扫描过程中一</p>																																		

系列探针变化，从而得到样品表面原子级的三维立体形貌图像。

原子力显微镜有多种操作模式，常用的有以下三种：接触模式、非接触、轻敲模式。根据样品表面不同的结构特征和材料的特性以及不同的研究需要，选择合适的操作模式。(1)接触模式：针尖始终与样品保持轻微物理接触，以恒高或恒力的模式进行扫描。扫描过程中，针尖在样品表面滑动。(2)非接触模式：针尖在样品表面上方振动，始终不与样品接触，探针监测器检测的是范德华力和静电力等对成像样品无破坏的长程作用力。(3)轻敲模式：微悬臂在其共振频率附近作受迫振动，振荡的针尖轻轻的敲击样品表面，间断的和样品接触。

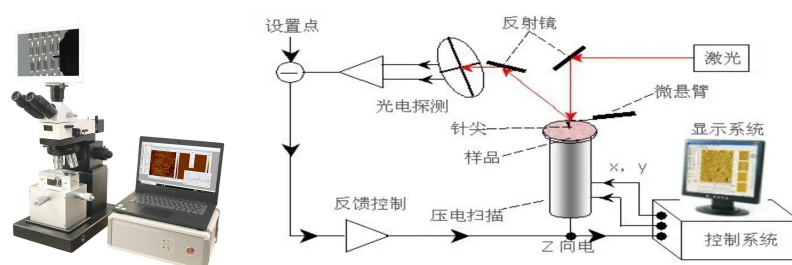


图 1 原子力显微镜装置及工作原理图

2.原子力显微镜国内外生产企业

原子力显微镜生产企业包括 Bruker、Park、日立科学仪器、岛津等国外仪器厂家和本原、微仪光电等国内仪器厂家。

3.标准样品/标准物质研制情况

国内用于 Z 向校准的校准器具为纳米级台阶样板和原子级台阶样板，用于 X 向、Y 向校准的校准器具为一维二维纳米线间隔样板。纳米级台阶样板主要有 GBW13950、GBW13951、GBW13952、GBW13953、GBW13954、GBW13975、GBW13976、GBW13977、GBW13978 等国家标准物质，研制单位主要为中国计量科学研究院、国家纳米科学中心、西安交通大学等。原子级台阶样板主要有 GBW(E)136709 钛酸锶单原子台阶高度标准物质，主要研制单位为常州检验检测标准认证研究院、中国计量科学研究院及国成仪器（常州）有限公司。一维二维纳米线间隔样板主要有

	<p>GBW(E)130695、GBW13956、GBW(E)130696、GBW(E)130697、GBW(E)130698 、 GBW(E)130699 、 GBW(E)130698762 、 GBW(E)130764、GBW(E)130765、GBW(E)130766 等国家标准物质，研制单位主要为中国计量科学研究院、西安交通大学等。</p> <p>4.原子力显微镜校准规范研制情况及存在问题</p> <p>目前国内外尚无针对该仪器完全适用的相关检定规程或校准规范，在设备检定校准中通常采用多个校准规范、测试方法标准中相关校准和校验部分的内容和要求进行校准。</p> <p>现有校准规范中与原子力显微镜相关的有 JJF1351-2012《扫描探针显微镜校准规范》和 JJF(苏) 236-2020《原子力显微镜校准规范》，JJF1351-2012《扫描探针显微镜校准规范》规定了 Z 向漂移、Z 轴位移测量误差、Z 轴测量重复性的校准方法，未对 Z 向噪声、Z 向亚纳米高度校正比例因子等进行校准规定。JJF(苏) 236-2020《原子力显微镜校准规范》，规定了 Z 向噪声、Z 向亚纳米高度校正比例因子等校准方法，涉及 X、Y 向校准需参考其他校准规范，且在此规范中未规定 Z 向纳米高度校正比例因子。</p> <p>现有测试方法标准包含 ASTM 及国家标准等，分别为：ASTM E 2859《Standard Guide for Size Measurement of Nanoparticles Using Atomic Force Microscopy》、ASTM E 2530《Standard Practice For Calibrating The Z-Magnification Of An Atomic Force Microscope At Subnanometer Displacement Levels Using Si(111) Monatomic Steps》、GB/T 27760《利用 Si（111）晶面原子台阶对原子力显微镜亚纳米高度测量进行校准的方法》。以上标准中建议应定期校验设备性能和评估误差，校准方法为测量已知标准光栅或利用测量 Si（111）晶面原子台阶高度来校准实现，然而，相关内容对于技术指标、评价方法等规定不全面，主要如下：</p> <p>（1）相关方法标准中只对纳米高度精度校准提出了校准建议，未提出纳米高度的计量特性及适用范围；</p> <p>（2）标准中仅对原子力显微镜亚纳米高度测量进行了校准规</p>
--	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

		<p>定，对纳米高度测量校准未进行说明；</p> <p>(3) 标准中未详细说明 Z 向噪声与 X、Y 轴位移测量误差等校准规定。</p> <p>综上，原子力显微镜的校准规范未涉及知识产权问题，亟需予以立项起草，保证原子力显微镜的几何表面形貌的数据准确。</p>			
推荐意见		<p>本规范规定了以几何表面形貌为测量对象的原子力显微镜的校准的内容，增加了 Z 向纳米高度校正比例因子的校准方法，处于国内领先水平，建议立项。</p>			
主要起草单位	(签字、盖公章) 月 日	技术委员会	(盖公章) 月 日	部委托支撑单位	(盖公章) 月 日

填写说明：1.表中第 2，3，10 行，请在选定的内容上填写“■”的符号。

2.填写制定或修订项目中，若选择修订则必须填写被修订计量技术规范号。