

清大貴儀場發射電子微探儀 樣品準備須知

一、**禁止**進入 FE-EPMA 之樣品：

1. 具磁性之樣品，消磁後請提出測試報告，再進入 FE-EPMA。
2. 具有毒性/輻射性/易燃性/腐蝕性之樣品。
3. 在電子束照射下會分解或釋出氣體或成為液體之樣品
(例：有機物、高分子材料等)。
4. 未經正確處理的粉末樣品。

※為了避免對真空系統造成污染，樣品以低揮發性物質為限。

※本系統之準備腔不提供作為抽除揮發性物質之用。

二、樣品規格：

1. 樣品置入之 holder 有兩種規格：

➤ 內徑 35 mm、內高 20 mm 的圓柱型 holder

➤ 內徑 25 mm、內高 20 mm 的圓柱型 holder

※建議樣品高度在 14 mm 以內，避免超出 holder

樣品尺寸須大於 10 mm(長)*5 mm(寬)*5 mm(高)，如樣品無法達成此要求，請聯絡儀器管理員討論。

※本實驗室非 EPMA 樣品製備單位，除導電性不佳之樣品須進行的【鍍覆導電層】前處理以外，請自行準備可分析之 EPMA 樣品以進行量測。

三、塊材：

利用 FE-EPMA 進行分析的樣品必須具有可垂直入射電子束的平面，表面越光滑分析越準確，如樣品無法站立或屬不規則形狀，則必須經鑲埋製作出二個平行的平整面，再經研磨、拋光得一無刮痕之鏡面。

➤ 塊材樣品之製備可分成下列數個步驟，分述如下：

1. Cutting (切割)：holder 直徑為 35 mm 及 25 mm、高度 20 mm，以此為限切割出尺寸合適之樣品。
2. Mounting (鑲埋)：凡須得到完美之邊緣保護，或須保護各內層之材料，均須鑲埋。其方式有二：
 - (1) 熱鑲埋：將粉末狀的樹脂原料與樣品一同放入模內加熱並加壓成形，待冷卻硬化後，由模中取出。
 - (2) 冷鑲埋：將樣品放入模具中，再將樹脂及硬化劑之混合劑倒入模具，在常溫、常壓之下硬化後取出。經過冷鑲埋之樣

品，請務必使樣品與 epoxy(環氧樹脂)的比例愈小愈好，否則當 epoxy 過多時，將使得抽真空的時間過長。冷鑲埋對機台有所危害，為避免破壞儀器，冷鑲埋樣品原則上只允許使用 Struers EpoFix / Buehler 系列 epoxy (可與儀器管理員或助教討論)。

※ 第一次請提供冷鑲埋劑廠牌總類等資料，以供確認。

※ 為求最佳的鑲埋效果，樣品在鑲埋前應先洗淨，表面不可有任何油脂與其他污染物，如此樹脂黏著到樣品的程度才能達到最佳效果。完成後再將鑲埋後之樣品切割出適合尺寸。

※ 鑲埋體高度須大於或等於 7mm。

※ 冷鑲埋之樣品，須要鍍碳以蓋住冷鑲埋的樹脂，增加導電性，防止電荷累積，並維護真空度。

※ 若委託鍍碳之樣品經過鑲埋，鑲埋時請添加適量硬化劑，使樹脂能緩慢自然硬化。硬化劑不宜過多，亦不能選用速乾型環氧樹脂或壓克力或易於真空中釋氣之鑲埋材料，以避免碳膜附著性不佳。(建議使用 Struers EpoFix 系列 / Buehler 系列冷埋材料，其中環氧樹脂:硬化劑=15:2，注滿樣品後宜靜置八小時以上，以達較佳之硬化效果。)

3. Grinding (研磨): 目的為獲得一個僅有極輕微磨損的平整表面，而在研磨期間造成的輕微磨損必須能在隨後的拋光過程中移除。研磨可分成粗磨及細磨兩階段，粗磨後樣品表面均相似，而細磨後的樣品表面須僅剩少量[在拋光期間可移除之變形]。

不同硬度之樣品須使用不同材質之砂紙：

- (1) 軟質材料 (維氏硬度 $HV < 150$) 通常使用 SiC 砂紙，可依以下號數進行粗磨與細磨：

240→400→600→800→1200→2400→4000。

- (2) 較硬的陶瓷材料或燒結碳化物 (維氏硬度 $HV > 150$ ，如 WC)，則改用鑽石砂紙。

- (3) 氧化鋁砂紙適用於鐵系金屬之研磨。

4. Polishing (拋光): 拋光時採用磨粒依次變細的步驟，可移除在研磨階段造成的磨損。

通常利用下列兩種拋光液將樣品拋至鏡面 (在 OM 下無刮痕):

- (1) 鑽石懸浮液: 將鑽石當作能最快移除材料與獲得最佳平面性的磨粒，鑽石顆粒硬度極高，對於所有材料的切割性能極佳。

- (2) 氧化鋁粉懸浮液: 對於軟質具延展性的材料，如銅、鋁等金屬，鑽石顆粒的高切割性反而不易拋出無刮痕的鏡面，這類材料較適合利用氧化鋁粉拋光。

5. Cleaning (清洗): 目的為去除研磨拋光階段留於樣品上的研磨粉末以免干擾分析結果, 須將樣品依次序浸泡於酒精及去離子水中, 以超音波震盪器振洗。若非高分子材料或鑲埋樣品, 建議可先浸於丙酮內振洗一次後, 再以去離子水振洗。
6. Coating (鍍導電膜): 不導電的陶瓷材料與鑲埋之 epoxy 均須鍍覆導電層, 以防止電荷累積。此導電層可為碳之連續薄膜。為將鍍膜對定量結果之影響降至最低, 通常選用碳膜。如導電層為金或白金之連續薄膜, 將會遮蔽元素訊號, 導致能量損失。

四、薄膜:

使用 FE-EPMA 進行分析時, 分析面必須為一平整無刮痕之鏡面, 且薄膜樣品之膜厚須大於 500 奈米。

薄膜樣品之分析可分為 top view 及 cross-section view 兩種方向, 分述如下:

1. 觀測 top view :
樣品經切割及清洗後, 將樣品以碳膠及金屬塊固定於 holder 上。
如導電性不佳, 須鍍覆適當厚度之均勻導電薄膜。
2. 觀測 cross-section view : 請先與儀器管理員聯絡(寄信告知)。
一般僅須經過切割及清洗, 即可將樣品以碳膠及金屬塊垂直固定於 holder 內。
如樣品難以固定或欲得到最佳之截面形貌, 可將切割好的樣品先經過鑲埋、再切割、研磨及拋光, 鍍覆均勻導電膜後固定於 holder 內。

五、粉末及纖維:

粉末樣品在高電流之 FE-EPMA 中進行分析, 若缺乏完善的樣品準備過程, 經常會因電荷累積而造成影像模糊甚至破壞樣品, 進而影響分析結果。即使是導電性良好的金屬粉末, 也常因為與導電基板接觸面積小, 使得入射電子之電荷與熱能容易聚積。為防止此問題, 請依下列方法進行粉末樣品製備。

- 導電性佳之粉末 (例: 金屬粉體): 先將少量流體碳膠平鋪於導電基板上, 在碳膠乾燥前取少量粉末鋪平於碳膠上, 以氣槍吹除多餘粉體。
(此時已沾上碳膠者將附著於基板上, 未浸入碳膠者易被吹除。)
- 導電性不良之粉末 (例: 氧化物粉體): 有三種製備方式
 1. 將粉末壓成錠狀後 (不得掉落粉屑), 以流體碳膠固定粉錠於 holder 上後, 除了欲分析之位置以外, 其餘表面塗覆流體碳膠。

2. 將粉末置入鑲埋劑內，研磨拋光得到平整表面後，均勻鍍覆導電薄膜。
3. 經【導電性佳之粉末的上述步驟】，均勻鍍覆導電薄膜。

六、鍍碳服務：

當樣品處理完畢後，導電性不良或鑲埋之樣品須鍍覆導電膜。

如須委託鍍碳，請詳閱以下注意事項：

1. 請至「國科會 基礎研究核心設施預約服務管理系統」網頁登入後，預約「電子微探儀-真空鍍碳機」。<https://vir.nstc.gov.tw>
2. 請依據預約的 FE-EPMA 分析時段，提前 7 天將樣品與委託鍍碳預約申請表送達或郵寄至本實驗室。
3. 請隨樣品附上 FE-EPMA 申請表或註明 FE-EPMA 實驗日期。
4. 若委託者使用郵寄將樣品送至[新竹市東區光復路二段 101 號 國立清華大學材料科技館 112 室]，請寄 E-mail 給儀器管理員確認是否有收到樣品。
5. 欲鍍碳之樣品，請於背面或空白處標示編號。
6. 請將樣品放至藥膏盒/試片盒/塑膠培養皿中，切勿使用夾鏈袋或衛生紙等包裝樣品，以免破壞碳膜，影響分析。
7. 鍍碳收費採件數計算，若樣品數目過多，可貼於金屬塊或矽基板上，以避免搞混樣品及節省成本。(注意樣品規格，請參照二、樣品規格。)