

## 一、委託操作申請服務辦法

1. 請至「國科會 基礎研究核心設施預約服務管理系統」網頁登入後進行線上預約。

<https://vir.nstc.gov.tw/>

2. 本儀器於每月 20 日上午 8:00 開放預約下月份之委託操作。(如有變動，將會提前在網頁公佈變更後的預約日期。)

3. 本儀器採時段預約，上下午各有一個時段：上午 9:00~12:00、下午 14:00~17:00

4. 委託人於所預約之量測時段，攜帶待測樣品與經指導教授(主管)簽名之線上預約申請單，準時至清華大學材料科技館 112 室(FE-EPMA 儀器室)，進行量測。

※ 若樣品導電性不佳，須先**鍍碳**者，請依據預約的 FE-EPMA 分析時段，**提前 7 個工作天**將試片與委託鍍碳預約申請表送達或郵寄至本實驗室。**實驗當天，本人一樣必須要到達實驗室。**

5. 之前已利用本 FE-EPMA 做過分析之使用者，請務必攜帶上次分析之操作參數，以節省操作時間。

6. 若貴實驗室有 EPMA holder，請將試片放入 holder 中，並將試片固定，以利 EPMA 分析。

7. 請事先將試片或裝好試片之 holder 自行抽真空(利用鍍金機、鍍碳機或其他儀器等)，俾試片的潔淨度良好，將有效獲致在 FE-EPMA 抽真空的時間縮短，進而使委託代操的時間有效地應用在實際的分析上。

8. 欲利用 FE-EPMA 分析之試片，原則上應為自己實驗相關的試片，請使用者事先徹底瞭解該試片的種類、製備方法以及欲利用 FE-EPMA 進行的分析方式。

9. 從未使用本儀器者，請先與技術員聯絡，確認試片進 FE-EPMA 是否合適，再進行網路預約。

10. 每人預約以六個時段為限，每位教授或研究單位預約上限為兩人次。

11. 本實驗室嚴格執行：委託操作限本人預約，不可用他人名字頂替。避免造成一人佔多次名額，使用不公平的情況。

12. 因故取消預約請於 7 個工作日前取消，並告知技術員，未取消者或當日未到者一個時段將酌收基本費(新台幣參千元)。

13. 一年內取消次數超過 3 次者，禁止再預約。

## 二、樣品準備須知

### (一) 禁止進入 EPMA 之樣品：

1. 不接受具磁性之試片，請先消磁再進入 EPMA。消磁後須提出測試報告，證

明無污染之虞。

2. 不接受具有毒性或輻射性之試片。
3. 在電子束照射下會分解或釋出氣體之樣品（例：有機物、高分子材料等）。
4. 未經正確處理的粉末樣品。
5. 為了避免對超高真空系統造成污染，樣品以低揮發性物質為限，在置入真空腔後，15 分鐘內真空度能達  $4.5 \times 10^{-3}$  Pa 為準。本系統之準備腔不提供作為抽除揮發性物質之用。

## (二) 塊材：

利用 FE-EPMA 進行定量/定性分析的試片必須具有可垂直入射電子束的平面，如試片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 22 mm，高度 15 mm，以此為限切割出尺寸合適之試片。

2. Mounting（鑲埋）：凡需得到完美之邊緣保護，或需保護各內層之材料，均需鑲埋。其方式有二：

(1) 冷鑲埋：將試片放入模具中，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。經過冷鑲埋之試片，請務必使試片與 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。為避免破壞儀器，冷鑲埋試片原則上只允許使用 Struers EpoFix / Buehler 系列 epoxy (可與技術員或助教討論)。

(2) 熱鑲埋：將粉末狀的樹脂原料與試片一同放入模內加熱並加壓成形，待冷卻硬化後，由模中取出。

※ 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試片切割出適合尺寸。

※ 鑲埋體高度須大於或等於 7mm。

※ 冷鑲埋之試片，需要鍍碳以蓋住冷鑲埋的樹脂，增加導電性，防止 charging，並維護真空度。

※ 若委託鍍碳之試片經過鑲埋，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，注滿試片後宜靜置八小時以上，以達較佳之硬化效果。)

### 3. Grinding (研磨):

此步驟的目的是要獲得一個僅有極輕微磨損的平整表面，而這些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，粗磨後所有試片表面均相似，而細磨後的試片表面需僅剩少量在拋光期間可移除之變形。

不同硬度之試片需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試片拋至鏡面 (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，它對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):

為去除研磨拋光階段留於試片上的研磨粉末以免干擾分析結果，須將試片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試片，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 均需鍍覆導電層，以防止電荷 charging。此導電層可為碳或 Au 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。

#### (三) 薄膜:

使用 FE-EPMA 進行定量/定性分析時，分析面必須為一平整無刮痕之鏡面。

薄膜試片之分析可分為 top view 及 cross-section view 兩種方向，分述如下：

#### 1. 觀測 top view:

試片經切割及清洗後，將試片以碳膠及金屬塊固定於 holder 上。若導電性不

佳，需鍍覆適當厚度之均勻導電薄膜。

## 2. 觀測 cross-section view：

一般僅須經過切割及清洗，即可將試片以碳膠及金屬塊垂直固定於 holder 內。若試片難以固定或欲得到最佳之截面形貌，可將切割好的試片先經過鑲埋、再切割、研磨及拋光，鍍覆均勻導電膜後固定在 holder 上。

### (四) 粉末及纖維試片：

粉末試片在高電流之 FE-EPMA 中進行分析，若是沒有完善的試片準備過程，經常會因電荷累積而造成影像模糊甚至試片破壞，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試片製備。

※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（直徑為 22 mm）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，如下列所述。

1. 經【導電性佳之粉末的上述步驟】，以流體碳膠將粉末分散固定於導電基板上之後，均勻鍍覆導電薄膜。
2. 將粉末壓成錠狀後鍍覆導電薄膜，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。
3. 將粉置入鑲埋劑內，研磨拋光得到平整表面後，均勻鍍覆導電薄膜。

(五) 當試片處理完畢後，導電性不良之試片請事先**鍍碳**，鍍碳注意事項如下所示：

1. 請先至「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「EPMA-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 個工作天**將試片與委託鍍碳預約申請表送達或郵寄至本實驗室。
3. 若委託者使用郵寄將試片送至[新竹市光復路二段 101 號 清大材料科技館 112 室]，請隨試片附上 FE-EPMA 申請表或註明 FE-EPMA 實驗日期，並寄 E-mail 給技術員確認是否有收到試片。未確實執行者，如無特殊理由，不予鍍碳。
4. 請將試片放至試片盒中，切勿使用夾鏈袋或衛生紙等包裝試片，以免破壞碳膜，影響 EPMA 分析。
5. 鍍碳收費採件數計算，若試片數目過多或為 silicon 小破片，可貼於一

holder(塑膠培養皿、藥膏盒)上，節省成本以及避免試片搞混。

6. 欲鍍碳之試片，請於背面或空白處標示編號。

### 三、自行操作執照考試規則

1. 自行操作申請資格：

- (1) 校內博士班學生、校內材料系研究助理或博士後研究員。
- (2) 修過本系所開之二門相關課程及格者：電子顯微鏡微分析、掃瞄式電子顯微鏡技術與分析。
- (3) 自行操作執照的申請表格須請指導教授在欄位中簽名認可。
- (4) 不限每間實驗室執照數目。

2. 報名繳交：

- (1) 校內博士班學生繳交學生證影印本。
- (2) 校內材料系研究助理或博士後研究員繳交研究計劃收支明細表之資格證明。
- (3) 經指導教授簽名的自行操作執照申請表格。

3. 訓練與考試程序：

- (1) 在一個月內觀摩已有執照使用者(或技術員)的操作五次以上(以不打擾正常操作為原則)。
- (2) 通過筆試。
- (3) 通過筆試者始可申請操作練習，由技術員或助教指導(訓練)三次，資深使用者在旁監督之預習操作四次以上(每週一次)，表現優良者始可參與上機操作考試。
- (4) 操作考試經技術員及助教評定合格者。考試未通過者，須再經技術員或助教在旁監督，操作三次，無不良記錄者，始能再申請操作考試。
- (5) 考核三次未通過者，則永久失去自行操作考核資格。

### 四、自行操作辦法

1. 開放自行操作時間：週一至週五 17:00~21:00，開放委託服務之時段也可以。

2. 預約方式：

(1) 請至「國科會 基礎研究核心設施預約服務管理系統」網頁登入後進行線上預約。

<https://vir.nstc.gov.tw/>

(2) 下載線上預約申請單，請指導教授簽名後交給技術員。

- (3) 請於操作當天傍晚前向助教拿取鑰匙，並於完成實驗後及時交回，不得任意借與他人使用。
- (4) 預約後時間如有變動，請於三日前向技術員報備，否則費用照計。
- (5) 逾三個月皆未曾使用儀器者，吊銷使用執照。如欲再自行操作，則須再經過正規之測驗。
- (6) 收費標準：新台幣壹千元/時段。
- (7) 領有執照者，有義務讓欲取得執照者觀摩；資深使用者須監督兩位(以上)欲取得執照者操作 12 小時以上。

## 五、FE-EPMA 管理辦法

1. 儀器室為乾淨之環境，請使用者共同協助維護，進入前請先脫鞋。
2. 使用設備完畢後，應將相關工具置回原位，切實收拾清潔乾淨。
3. 儀器室內禁止飲食，請保持儀器室整潔。
4. 未經許可不得擅自將公物帶出實驗室。
5. 實驗中如遇任何儀器突發狀況，請盡速與技術員或儀器助教聯絡。
6. 本儀器禁止使用隨身碟進行檔案之傳輸，實驗當日請攜帶空白光碟以存取數據。
7. 使用者因忽略規定或常識而造成損壞時，取消使用權，並負賠償之責。
8. 若因違反規定而造成儀器污染或損壞時，所隸屬單位及其指導教授須負責賠償，賠償費用由工程師評估，並暫停儀器之使用權。
9. 具自行操作資格人員，若擅自放入有害之試樣於本儀器者，將被吊銷操作資格。

## 六、操作突發狀況排除聯絡人

技術員聯絡資訊：

蕭筑云小姐

Tel：03-5715131 #35414

Mobile：0975771321

E-mail：epma\_nscric@my.nthu.edu.tw

cy\_hsaio@mx.nthu.edu.tw

技術人員上班時間：週一至週五 08:30~12:00、13:30~17:00 (依勞動基準法規定)