

## 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「場發射電子微探儀」。

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

※ 帳號申請、繳費流程等相關資訊詳見「清華大學貴重儀器中心」網頁說明。

2. 本儀器於每月 20 日上午 8:00 開放各實驗室及廠商預約下個月份之委託操作。(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 個工作日**將樣品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. 若實驗室有 EPMA holder，請將樣品放入 holder 中，並將樣品固定，以利分析。

7. 請事先將樣品或裝好樣品之 holder 自行抽真空，俾樣品的潔淨度良好，將有效獲致在 FE-EPMA 抽真空的時間縮短，進而使委託操作的時間有效地應用在實際的分析上。

8. 欲利用 FE-EPMA 分析之樣品，原則上應為自己實驗相關的樣品，請使用者事先徹底瞭解該樣品的種類、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(寄信討論)，確認樣品進 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三人次。

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. 若送樣者與預約者不同人，請在送樣者欄位確實填寫當天會到達實驗室的人員姓名、電話、電子郵件，以便有臨時狀況時可緊急通知。

13. 因故取消預約請於**5 個工作日前取消**，並告知技術員，**5 個工作日內不得取消**，指定預約時間已到卻未出席者將酌收儀器基本使用費。

14. 本實驗室不負責數據分析研判工作，僅提供簡易諮詢。

## 二、自行操作辦法

1. 開放自行操作時間：週一至週五 18:00~22:00，開放委託服務之時段(9:00~12:00、14:00~17:00)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「場發射電子微探儀」。

<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) 操作考試經技術員評定合格時，會予以考試合格者之**本人學生證**開卡，限本人使用，使用者應妥善保管，請勿任意將有開門權限之學生證借與他人使用。

(4) 請確實填寫使用記錄本所訂定之內容。

(5) 自行操作完畢後，將電腦、儀器及照明之電源關閉後，方可離開。

(6) 預約後時間如有變動，請於 3 個工作日前向技術員報備，否則將酌收儀器基本使用費。

(7) **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，則須重新接受上機訓練 3 小時並再次鑑定，方能再取得資格。

## 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) 修過本系所開之一門相關課程及格者：電子顯微鏡微分析。

(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. 訓練與考核程序：

(1) 在一個月內觀摩已有執照使用者(或技術員)的操作兩次以上(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，實際上機操作訓練四次，技術員在旁監督之預習操作一次，表現優良者始可參與上機操作考試。

(訓練期間仍視為委託操作，須收取費用。)

(4) 操作考試經技術員評定合格者。考試未通過者，須再經技術員在旁監督，操作兩次，無不良記錄者，且至少相隔一個月，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、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，進入後請脫鞋。
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。

#### 五、樣品準備須知

##### **(一) 禁止進入 FE-EPMA 之樣品：**

1. 不接受具磁性之樣品，請先消磁再進入 FE-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樣品。
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) 樣品規格：**

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

樣品尺寸須大於 1cm(長)\*0.5 cm(寬)\*0.5 cm(高)，若樣品無法達成此要求，請聯絡技術員討論。

### (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，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，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。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 (可與技術員或助教討論)。

※ 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。此導電層可為碳或金或白金之連續薄膜。為將鍍膜對定量結果之影響降至最低，通常選用碳膜。

#### (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。

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。若導電性不佳，須鍍覆適當厚度之均勻導電薄膜。

##### 2. 觀測 cross-section view：

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。

若為此項，請先與技術員聯絡(寄信告知)。

若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。
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) 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。

若須委託鍍碳，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 個工作日**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 給技術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。）

## 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

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)