成大核心設施中心
Core Facility Center, NCKU

儀器設備技術手冊與訓練教材

多功能環境場發掃描式電子顯微鏡

Multi-function environmental field emission scanning electron microscope with EDS and EBSD(EFE-SEM)

撰寫人：劉彩芸

2022 年 10 月 31 日

目錄

1、前言簡介 1
2、背景知識與原理 2
2-1、SEM 工作原理 3
2-1-1、二次電子影像(SEI)成像原理 4
2-1-2、背向散射電子影像(BEI)成像原理 5
2-2、EDS 工作原理 6
2-3、EBSD 工作原理 7
3、機台介紹 8
3-1、外觀與硬體架構 8
3-2、儀器構造 9
3-2-1、電子槍 9
3-2-2、物鏡結構 9
3-2-3、偵測器 10
3-2-4、閃爍計數器 11
3-2-5、Velocity EBSD 相機 12
4、機台操作 13
4-1、機台操作參數選擇 13
4-2、基本操作步驟(SEM) 14
4-2-1、操作面板功能介紹 14
4-2-2、試片置入 15
4-2-3、操作視窗介紹確認機台真空效能 16
4-2-4、操作視窗介紹 17
4-3、基本操作步驟(EDS) 18
4-3-1、常用功能按鍵 18
4-3-2、啟用步驟 19
4-3-3、Mapping 功能 19
4-3-4、 Linescan 功能 20
4-3-5、數據收集完成 20
4-4、基本操作步驟(EBSD) 20
4-5、機台完全斷電之開關機程序 22
4-5-1、開機步驟 22
4-5-2、關機步驟 23
4-6、基本操作步驟(鍍金機) 24
4-7、注意事項 25
5、實驗應用資料 27

6、附件資料 32
7、參考文獻 40

圖目錄

圖 1.多功能環境場發掃描式電子顯微鏡(EFE-SEM) 1
圖 2.電子束和試片之交互作用 4
圖 3.電子束撞擊試片時，各種訊號產生範圍及空間解析度示意圖 5
圖 4.試片傾斜與偵測角度對影像訊號的影響 5
圖 5.錫球剖面圖 6
圖 6.X 光訊號產生之方式 6
圖 7.(A)電子背向散射繞射及菊池線產生之原理示意圖；(B)由每組菊池線結合所形成之電子背向散射繞射圖形；(C)多晶材料中每個晶粒的不同結晶取向 7
圖 8.EBSD 產生標定標定過程 7
圖 9.SEM 主要構造示意圖 8
圖 10.解析度與物鏡設計關係曲線 9
圖 11.EFE-SEM 之光學及檢測示意圖 10
圖 12.ET 偵測器示意圖 11
圖 13.電子背向繞射儀系統 12
圖 14.利用三條帶組算法，比較其夾角與數據庫结果得出所有可能的解 12
圖 15.利用五條帶共有 10 個三條帶組合，第一組解最為匹配 12
圖 16.若試片高低起伏較大，則須做多次不同角度鍍金 26
圖 17.以導電膠帶將樣品固定在穩固的金屬載台上 26
圖 18.粉末樣品均勻灑在導電膠帶上，適度加壓後用吹球將未黏在膠帶上的粉末吹掉 26

表目錄

表一.維修管道.....1
表二.各式電子槍之結構.....3
表三.機台廠牌型號及功能規格.....9
表四.三種物鏡結構示意圖.....10
表五.不同偵測器 LOWER DETECTOR 及 TOP DETECTOR 之影像差異 11

1、前言簡介

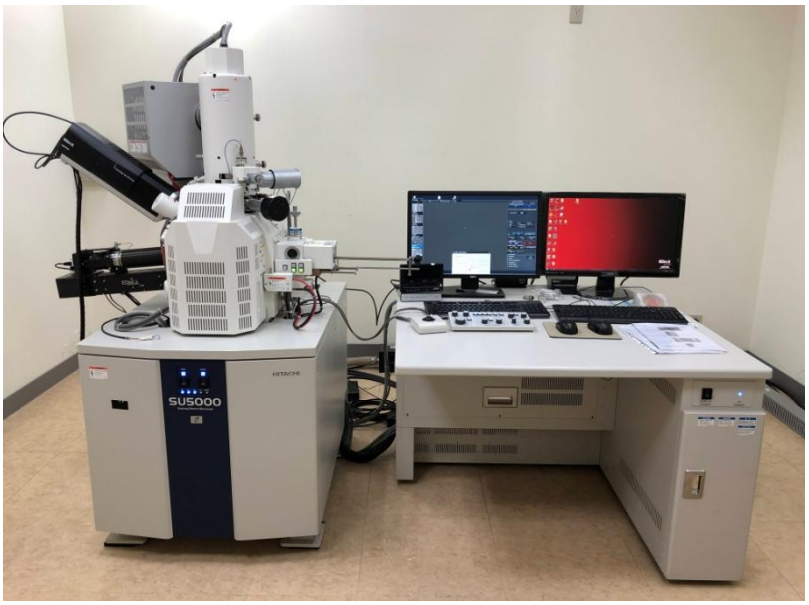


圖 1 多功能環境場發掃描式電子顯微鏡(EFE-SEM)

成大核心設施採購之多功能環境場發掃描式電子顯微鏡(EFE-SEM)，該型號為結合日本 HITACHI 所生產型號 SU-5000 熱場效型高解析場發射掃描式電子顯微鏡、美國 EDAX 能量散射光譜儀(Energy Dispersive Spectrometry，EDS)及高解析電子背向繞射儀(Electron Back-Scattered Diffraction，CCD-EBSD)，係 105 年度汰舊換新之儀器，於 105 年 10 月裝機完成，105 年 12 月開始服務，放置於自強校區儀器設備大樓二樓 0206 室，如圖 1 所示。

本儀器可做為各式材料表面影像及形貌觀察、快速元素定性、半定量分析、元素分布分析及 EBSD 晶體結構分析等，是目前最先進之複合型電子顯微鏡之一，在應用上極為廣泛。預約服務管理系統儀器代碼為 EM000700。

另外，由於半導體產業的製程技術提升，業界對於樣品分析的尺度及複雜度要求大幅增加，原配於 SU-5000 的 CCD-EBSD 因數據收集時間較慢，許多不導電材料如陶瓷氧化物、礦物、半導體封裝材料等，無法有效率地獲得分析結果，因此本單位於 110 年 11 月購入高速度電子背散射分析系統(CMOS-EBSD)，可使 EBSD 分析樣品較不受限，進而得到高品質分析結果。

益弘儀器股份有限公司為 HITACHI 原廠代理，聚嶸科技股份有限公司為 EDAX 原廠代理，工程師均受過能提供售後服務之訓練，服務項目包含機台安裝、保養、軟硬體支援、性能提升及移機等，維修連繫管道如表一所示。

表一. 維修管道

	工程師	連絡方式	
SEM	莊皓桓	0921801779	cx4@ehong.com.tw
	林武生	0963036518	wusheng@ehong.com.tw
EDS/EBSD	黃羿嘉	0953550652	neohuang@cohpros.com

2、背景知識與原理

電子顯微鏡的雛型早在 1930 年稍有規模，然而電子束是靜態的方式入射至試片上，掃描作用是在 1938 年才有的。第一部 SEM 於 1942 年為 Zworykin 等人所發展，但 SEM 真正的發展是在 1960 年，主要由 Everhart 和 Thornley 兩人完成有效的電子訊號偵測器，而使對比機構得以做更進一步的研究，因此第一部商用 SEM 於 1963 年問世。1990 年代的 SEM 其基本構造仍然不脫 1942 年第一部 SEM 的架構，比較不同的是增加了許多電腦數位化的影像處理與自動化操作等功能，操作更簡單影像品質更佳。另外在電子槍部分從鎢絲燈型的 SEM，發展到最新型的熱游離 LaB_6 電子槍及場發射型電子槍，隨之而來的是真空系統的改良，使得試片汙染機會減少。

掃描式電子顯微鏡主要是用來觀察物體的表面形貌，它的試片製備容易，影像解析度極高，放大倍率可輕易達到一萬倍以上(光學顯微鏡最高放大倍率為 1500 倍左右)，並具有景深長的特點，可以清晰的觀察起伏較大的樣品，如破斷面。而加裝能量散射光譜儀，可作微區的化學組成分析；加裝電子背向繞射儀，則可作晶體結構分析。此外，尚可加裝其它偵測器，如陰極發光(CL)、波長散射光譜儀(WDS)等，因此 SEM 已成為觀察材料奈米微結構之分析設備。

掃描式電子顯微鏡之電子束是由電子槍發射出來，發射之電子束品質則由電子槍之構造決定，電子槍依燈絲及發射方式之不同，其種類分為傳統的鎢絲燈型電子槍、LaB_6 六硼化鑭電子槍及場發射型電子槍。目前使用最普遍之高解析度場發射掃描式電子槍可細分成冷場發射式(Cold Field Emission)及蕭基發射式(Schottky Emission)。本儀器為蕭基發射型電子槍，其各式燈絲特點如下，圖示如表二。

<u>鎢燈絲型電子槍：</u>

由陰極的鎢燈絲、柵極或威氏罩、陽極構成，在燈絲兩端加偏壓使燈絲產生熱能至溫度 2700K 左右，即會有大量的電子經由熱游離效應自燈絲之尖端釋放出，這些電子通過威氏罩之電場被第一次聚焦成為電子束點，再經由陽極加速電壓之加速作用，形成帶高能量之電子束然後進入二至三組之電磁透鏡。優點為更換容易價格便宜；可提供穩定的大電流，適合 X-ray 微區分析；真空度要求不高，10^{-5} torr 即可；更換時間短，更換後立即可用等。缺點為解析度差放大倍率不高，約 20000X 以下；燈絲使用壽命短，約 40-100hr，更換後需要做電子光軸校正。

<u>Lanthanum hexaboride (LaB_6)電子槍：</u>

LaB_6 電子槍係在鎢燈絲之尖端架接上 LaB_6 單晶，以降低電子自材料釋放出來之功函數，故僅需加熱至 1800K 即可獲得較鎢燈絲大約 10 倍亮度之電子束。優點為亮度較鎢燈絲高約 10 倍，可提高影像訊號品質；使用壽命較鎢燈絲長，約 200-1000hr。缺點為燈絲價格較鎢燈絲昂貴，費用約數萬元台幣；更換燈絲較費時，更換後須慢慢加熱燈絲至穩定狀態後再做電子光軸校正；為延長燈絲壽命，真空度要求較高，約 10^{-7} torr。

<u>冷場發射電子槍：</u>

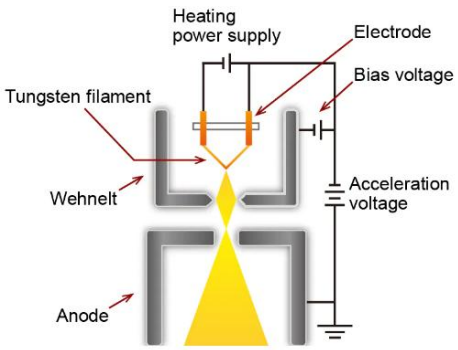
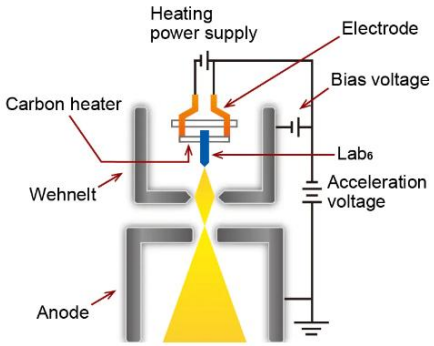
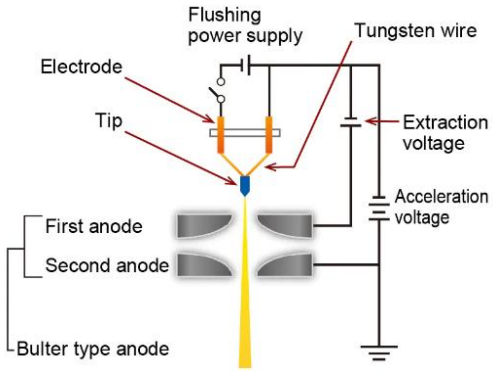
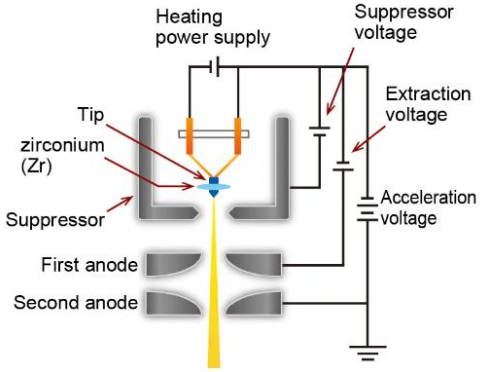
將高強度鎢材料，做成非常細尖之形狀，其直徑約 0.5um，架接在 V 字型鎢材料上，在針尖下方加高電壓。在室溫下，針尖端受到 10^8V/cm 大小的加速電場時，會有大量的電子發射出來。優點為電子束直徑最小，能量散佈最小，發射亮度最高。缺點為為避免針尖吸附氣體分子，而降低場發射電流，冷場發射式電子槍真空度要求極高，須達 10^{-10} torr，並且需要定時短暫加熱

燈絲至 2500K(flashing)，以去除所吸附的氣體分子；發射總電流最小，對於需要大而且穩定電流的一些應用則不適合；更換燈絲費用昂貴(約 25 萬元)，費時較長約需三天時間，新燈絲裝上後，電子槍室需做 baking，燈絲慢慢加電壓做 out gas 動作，然後做電子光軸校正等，完成後才可使用。

Schottky 發射電子槍：

將高強度鎢材料，做成非常細尖之形狀，其直徑約 1um，在其表面覆蓋一層很薄的 ZrO，以降低電子自針尖發射之功函數(4.5eV 降至 2.8eV)，架接在 V 字型的鎢材料上，外加一數伏特之偏壓，將燈絲加熱到 1800K，在針尖下方加高電壓約 3800-4500V 之引出電場，即會有大量電子發射。優點為發射電流穩定度佳，且發射的總電流大，其能量散佈小僅稍遜於冷場發射式電子槍；兼具冷場及熱場發射燈絲之優點。缺點為更換燈絲費用昂貴(約 45 萬元)，費時較長約需三天時間，新燈絲裝上後，電子槍室需做 baking，燈絲慢慢加電壓做 out gas 動作，然後做電子光軸校正等，完成後才可使用。

表二.各式電子槍之結構

Tungsten-type thermionic emission gun	Lab_6 thermionic emission gun
	
Cold Field Emission Gun	Schottky Field Emission Gun
	

2-1、SEM 工作原理：

SEM 工作原理為電子槍通過一高壓電(1-30 kV)產生電子束，再經過通常包含三個電磁透鏡所組成的電子光學系統，使電子束聚集成一微小電子束照射至試片表面。接著利用掃瞄線圈偏折電子束，使其在試片表面做二度空間的掃描，此掃描動作會與陰極射線管(CRT)上的掃描

動作同步。電子束與試片交互作用後，一般掃描式電子顯微鏡偵測系統，主要為偵測二次電子及背向散射電子，這些電子被偵測器偵測到後，經過訊號處理放大後即可傳至螢光幕上成像觀察，螢光幕上之亮度與對比，會根據所偵測之電子訊號的強度而改變，試片表面各點所產生之不同訊號強度，一一對應至螢光幕上，因此可將試片表面形貌、特徵等成像出來。

當入射電子束轟擊試片表面時產生的作用有兩類，一為彈性碰撞，幾乎沒有損失能量；另一為非彈性碰撞，入射電子束會將部分能量傳給試片，而產生二次電子、背向散射電子、毆傑電子、特性 X-ray、陰極發光等，如圖 2 所示。其中 SEM 主要偵測之訊號是二次電子及背向散射電子。

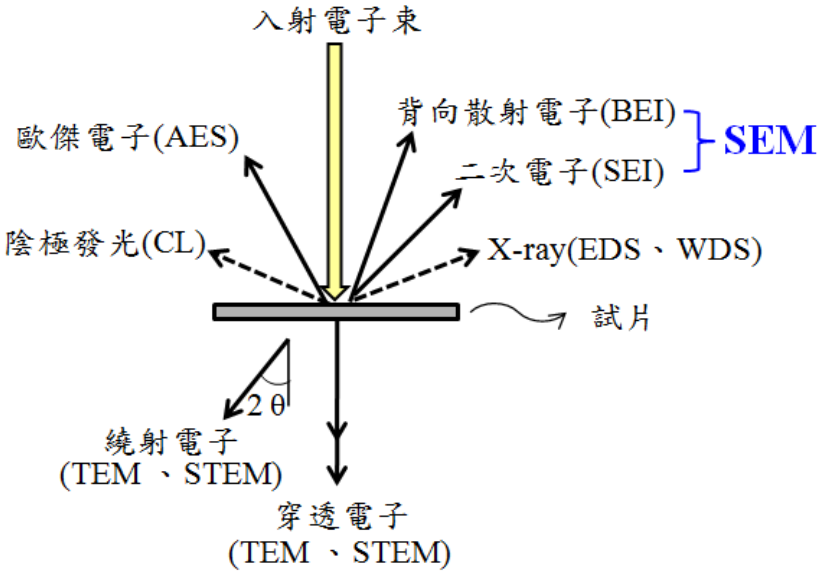


圖 2.電子束和試片之交互作用

2-1-1、二次電子影像(SEI)成像原理：

試片原子受到入射電子撞擊，釋放出弱鍵結電子(能量＜50eV)，因此距離試片表面≒50~500Å 深度範圍內所產生之二次電子，才有機會逃離試片表面被偵測到，如圖 3 所示，故二次電子產生之數量會受到試片表面起伏狀況的影響。凹凸不平的試片表面所產生的二次電子，用二次電子偵測器很容易全部被收集，所以二次電子影像無陰影效應。二次電子的激發量 $\delta \fallingdotseq K/\cos\theta$，K 為常數，$\theta$ 為入射電子與試片表面法線之間的夾角，θ 角越大，二次電子產量越高，代表二次電子對試片表面狀態非常敏感，如圖 4 所示。由於二次電子主要係發射自試片表面(生成面積與入射電子束面積接近)，故成像解析度高，因此被用來產生高空間解析度的影像。二次電子激發量隨入射電子能量強而大，但到達一定值會開始遞減，主要原因是入射電子能量增加，穿透深度加大，所激發出的二次電子逃離表面的路徑增長，不易達試片表面，故使其激發量漸減。因此，二次電子的產量除了和電子入射角、樣品表面狀態有關外，還與電子束加速電壓、試片組成等有關。

＊二次電子屬於低能量電子，對試片的表面非常敏感，故能有效的表現試片之微觀形貌特徵。

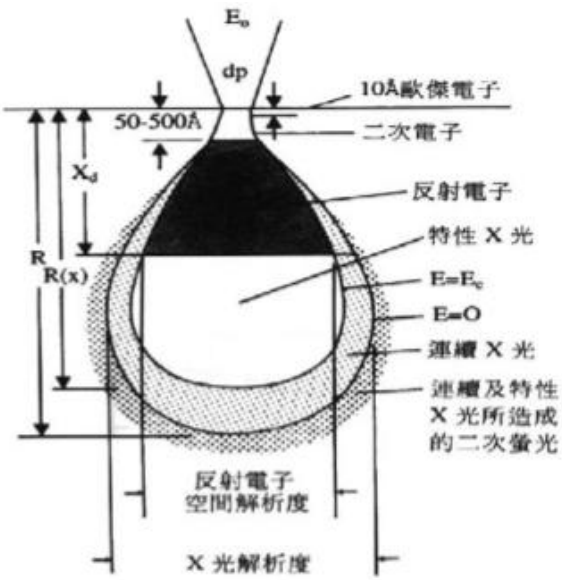


圖 3.電子束撞擊試片時，各種訊號產生範圍及空間解析度示意圖

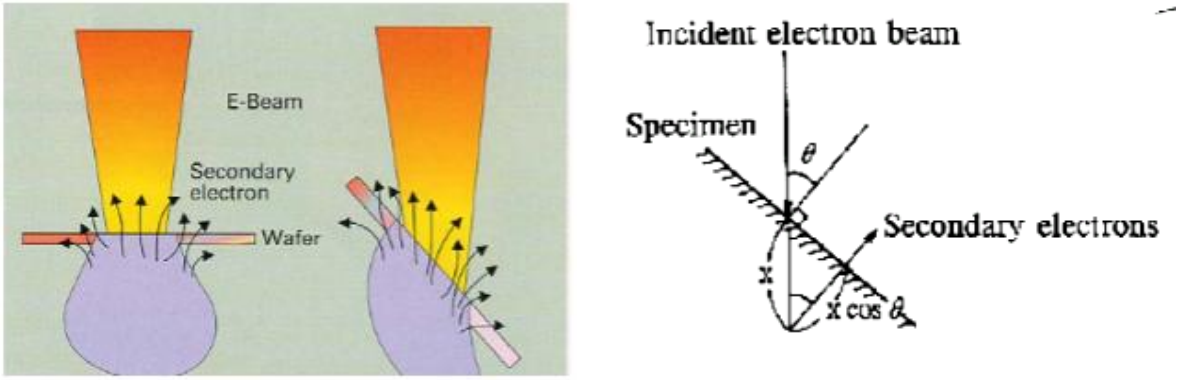


圖 4.試片傾斜與偵測角度對影像訊號的影響

2-1-2、背向散射電子影像(BEI)成像原理：

入射電子與試片原子發生彈性碰撞，而逃離試片表面之高能量電子，其動能等於或略小於入射電子的能量。背向散射電子影像受試片表面形貌之影響不如試片組成元素之影響來的大，即背向散射電子的數量會因試片元素種類不同而有所差異，試片中原子序越高的區域，釋放出的反射電子越多，因此背向散射電子影像也就越亮，因此背向散射電子影像又稱為原子序對比影像，故能充分用以觀測不同元素之組成相及成份元素分布情形，如圖 5 所示。背向散射電子產生於距離試片表面≒5000Å 的深度範圍內，由於入射電子進入試片內部較深，電子束已被散射開來，故解析度不及二次電子影像。

＊背向散射電子→觀察表面平滑無明顯特徵，但卻有微區化學組成差異之試片

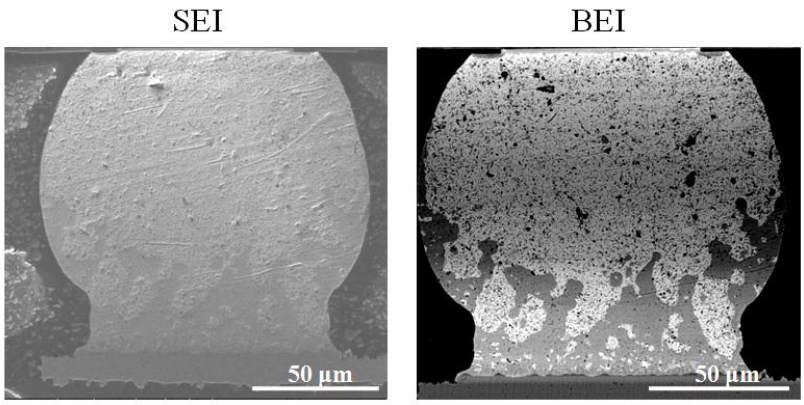


圖 5.錫球剖面圖

2-2、EDS 工作原理：

EDS 由 Fitzgerald、Keil 和 Heirich 於 1968 年發展至今，因為偵測速度很快，可以同時測得試片所有元素，所以 EDS 已為極普遍的 SEM 附屬分析儀器，原理為當原子的內層電子受到外來能量(如電子束、離子束)的激發而脫離原子時，此時原子處於不穩定的狀態，因此原子的外層電子將很快的遷移進入內層電子的空穴，並釋放出兩能階差能量(或稱位能差)，被釋出的能量可能以特性射線螢光的形式釋出，或者此釋出的能量將轉而激發另一外層電子使其脫離原子，如圖 6 所示。由於各元素之能階差不同，因此透過此特性射線螢光的能量，經由軟體測量計算即可鑑定待測樣品的各個組成元素，進而得到材料的成份組成。

EDS 在成分分析中的應用分為三種，一為點分析，用於測量試片上某個指定點的化學成分，EDS 中的多道分析器可使樣品中所有元素的特徵 X-ray 信號同時檢測和顯示。二為線分析(line scan)，用於測定某種元素呈現直線分佈的情況，亦即電子束沿著指定的方向做直線軌跡掃描，便可得到該元素沿直線特徵 X-ray 強度的變化，從而反映了該元素沿直線的濃度分佈情況。三為面分析(mapping)，通過逐點測定的 X-ray 信號，就可以得到試片特定區域內某元素的分佈圖像，並賦予各區間一定的顏色，就像是一幅假的彩色圖像。

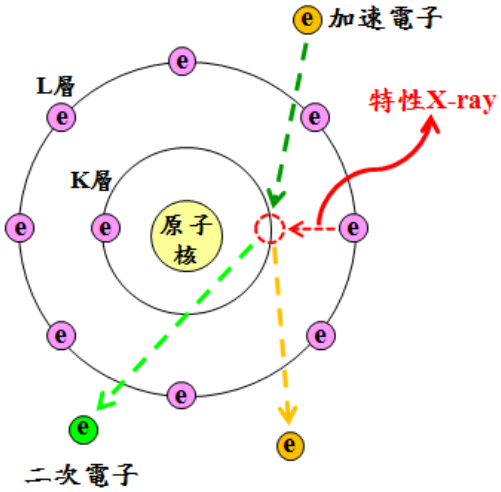


圖 6. X 光訊號產生之方式

2-3、EBSD 工作原理：

1928 年 Seishi Kikuchi 第一次發現電子衍射形成的 kikuchi pattern，1954 年 Alam 於國際期刊指出背反射條件下的衍射花樣，1967 年 Coates 第一次發表在 SEM 下觀察到 kikuchi pattern，之後 80~90 年代經優化算法、攝影技術及計算機技術發展使 EBSD 技術實用化。EBSD 原理為利用 SEM 中的背向散射電子對結晶材料進行彈性的繞射行為，再利用繞射時所獲得的資訊來進行結晶學方面的分析。首先試片表面與電子束方向傾斜角度為 70 度，當電子束撞擊試片時會在各方向散亂的產生背向散射電子，某些背向電子的散射方向剛好會與該結晶材料的特定晶格平面之夾角符合布拉格定律($n\lambda = 2d\sin\theta$)，因而產生了繞射的現像，因為散亂各方向的電子只要與此特定晶格平面形成 θ 都會產生繞射，因此在三度空間中便形成了半角為 90-θ 的兩個圓錐，但由於電子形成繞射的 θ 角極小，所以兩個圓錐幾乎可以看成是兩個平行的圓盤，當用螢光幕與兩圓錐交截時便形成了一對平行線，即為菊池線(Kikuchi Line)，如圖 7(a)(b)所示，其攜帶著試片表面晶粒方位的資訊，進入探測器中，藉此判斷每一顆晶粒的方向性(Inverse Pole Figure，IPF)，如圖 7(c)所示，因此不同晶體取向會對應不同的 kikuchi pattern，即使 kikuchi pattern 相似，仍然可以根據帶寬、帶間夾角計算得到的晶面間距細微差別來鑑別。標定過程為先取點進而採集 kikuchi pattern，之後透過圖像處理及 kikuchi band 鑑別，會與數據庫進行相及取向的比對，最後校對並得到標定結果，即可輸出相及取向之結果，如圖 8。

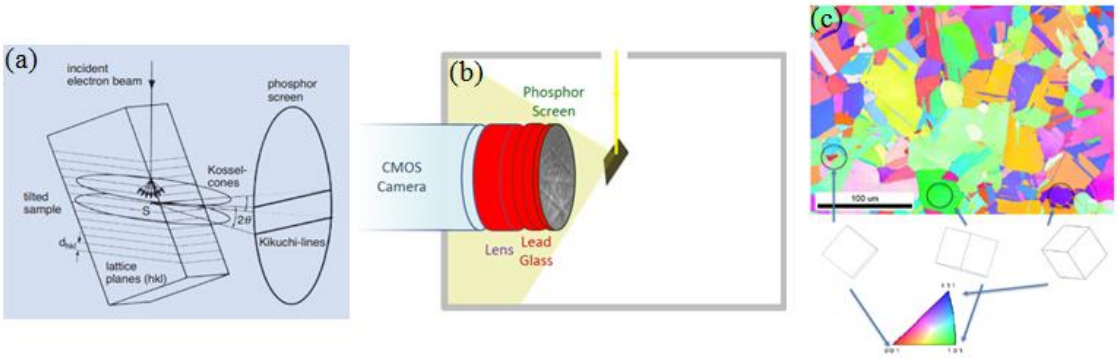


圖 7.(a)電子背向散射繞射及菊池線產生之原理示意圖；(b)由每組菊池線結合所形成之電子背向散射繞射圖形；(c)多晶材料中每個晶粒的不同結晶取向

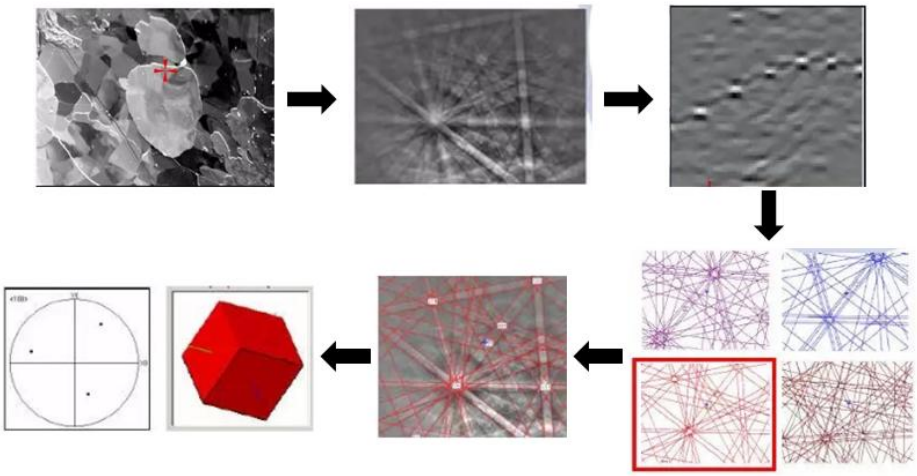


圖 8.EBSD 產生標定標定過程

3、機台介紹

3-1、外觀與硬體架構：

掃描式電子顯微鏡主要構造為電子槍(electron gun)、聚焦鏡(condenser lens)、掃描線圈(deflection coils)、物鏡(objective lens)及樣品座(specimen chamber)組成。成像過程為在真空室中由電子槍發射電子束，經過一組電磁透鏡聚焦鏡聚焦後，利用遮蔽孔徑選擇電子束的尺寸後，通過一組控制電子束的掃描線圈，再透過物鏡更進一步的把電子束縮小並聚焦在試片上面，聚焦點越小解析度越高，最後在試片的上側裝有訊號接收器，用以選擇二次電子或背向散射電子影像。工作距離(WD)為物鏡底部到試片表面的距離，一般該值常在 5-15mm 之間。當中電磁透鏡通常採用多重聚光鏡裝置，可隨意調整電子束聚集後之光點大小(spot size)，以便達到適當範圍的照明區域，減少對樣品破壞的程度，聚焦鏡上並有一可選擇不同孔徑大小之可變孔徑，以及用來校正聚焦鏡磁場對稱性的像散校正器(stigmator)。當電流通過纏繞鐵心的線圈會產生磁場，電磁透境即是利用此種磁場來偏折電子束，因此電子束穿過電磁透境就好像光線穿過玻璃透境一樣，能產生聚焦或是放大的效果。圖 9.為 SEM 主要構造示意圖。

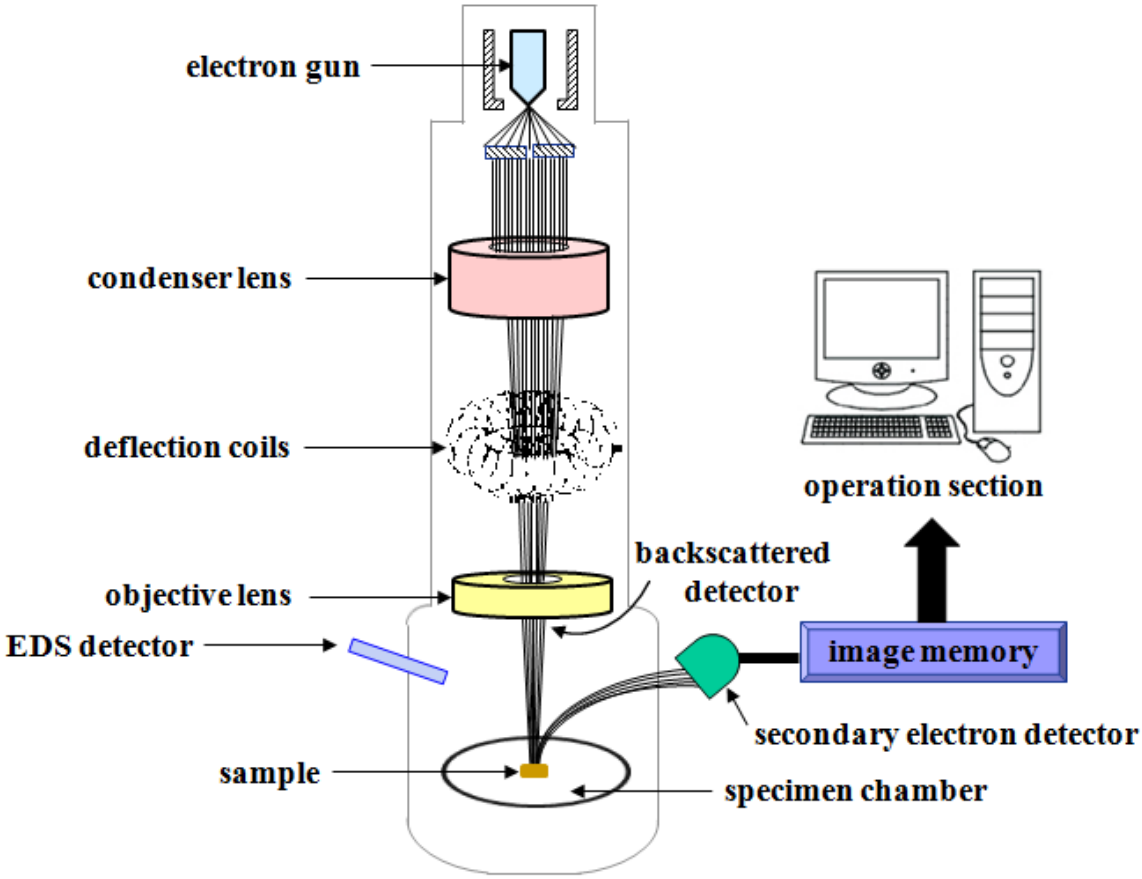


圖 9. SEM 主要構造示意圖

本機台之廠牌型號及功能規格如表三，整合場發射掃描式電子顯微鏡本體，及其附件 EDS 與 EBSD 分析系統，影像及分析檔案資料均能數位化存檔，並透過網路安全傳輸至使用者。

表三. 機台廠牌型號及功能規格

	廠牌	型號	規格
SEM	HITACHI	SU-5000	• 電子光源：Schottky emitter • 二次電子像(SEI)解析度：2.0 nm at 1 KV • 加速電壓：0.5 KV~30 KV • 電子束電流：≧200 nA
EDS	EDAX	ELITE	• 偵測範圍：5≦原子序≦95 • 解析度：125ev • 有效面積：70mm^2
EBSD	EDAX	Velocity Plus	• 快速型 CMOS sensor EBSD • 每秒可蒐集 3000 點 • 解析度：640 × 480 • 角分辨率 0.1 度

3-2、儀器構造：

3-2-1、電子槍：

電子槍相當於光學顯微鏡中的光源，目的是提供直徑小、亮度高且電流穩定的電子束，根據燈絲的材料和產生電子的方法，會產生不同特性的電子束。本儀器為蕭基發射型(Schottky emitter)電子槍，詳細說明可見第二部份背景知識與原理，說明不同電子槍之構造及特點。

3-2-2、物鏡結構：

物鏡是圖像聚焦之最重要的鏡頭，根據樣品的位置和極片的形狀，物鏡主要分為 Out-of-lens type、In-lens type、Semi in-lens 三種類型。各物鏡結構設計與解析度之關係如圖 10、表四所示，而本儀器屬 Out-of-lens type。

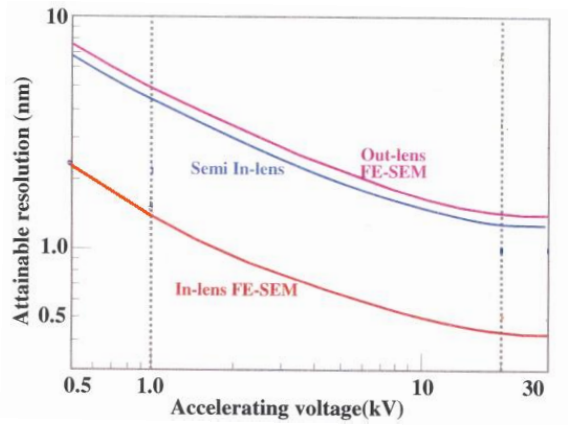
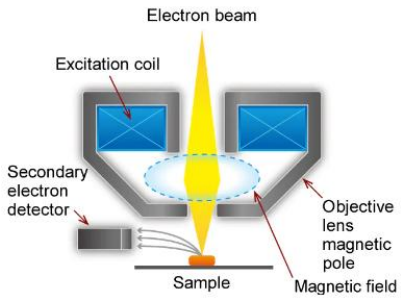
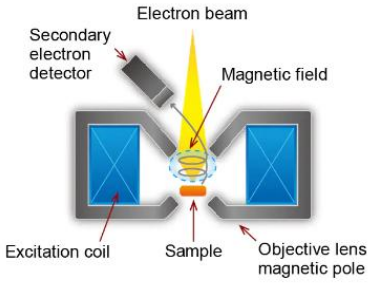
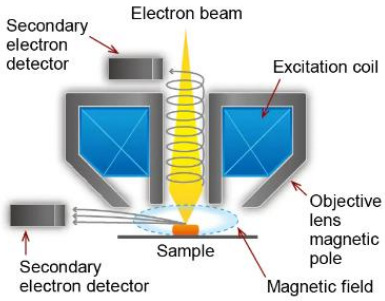


圖 10. 解析度與物鏡設計關係曲線

表四. 三種物鏡結構示意圖

Out-of-lens type	In-lens type	Semi in-lens
		
此為最常見之物鏡結構設計。磁場位於鏡頭內部，而樣品放在物鏡下遠離磁場，由於漏磁場小於其他物鏡，因此可以觀察包括磁性材料在內的多種樣品。因樣品被放置在鏡頭下方約 10 mm 或更遠的位置，因此可以在大傾角下進行觀察。	該物鏡設計具有非常低的像差，因為樣品放置在由物鏡極片產生的強磁場中。雖然很難觀察大型樣品和磁性材料，但可得到超高解析度。	此為介於 Out-of-lens 和 In-lens 系統之間的物鏡設計，透過極片設計及漏磁場，可以使用比 Out-of-lens 更短的工作距離進行觀察。由於樣品放置在鏡頭外，因此可以處理大型樣品，但因樣品被放置在鏡頭中的強磁場中，因此不適合觀察磁性材料。

3-2-3、偵測器：

本儀器 EFE-SEM 搭載兩支訊號偵測器，一為 Lower detector(SE)，做為收集二次電子訊號，可得到具立體感之表面凹凸形貌影像觀察；另一為 Top detector(HA-BSE)，做為高角度背向散射電子影像觀察，可得到高解析成份對比之組成像。如以下圖 11、表五所示。

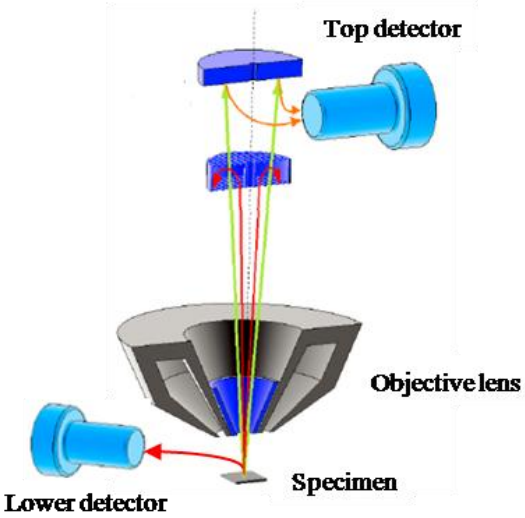
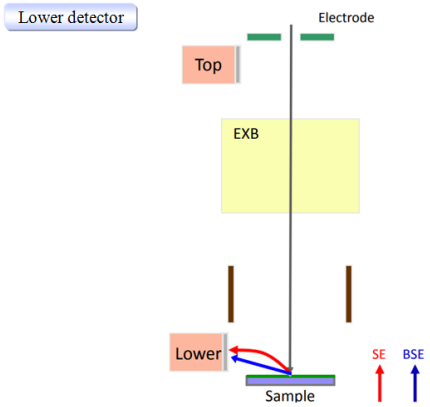
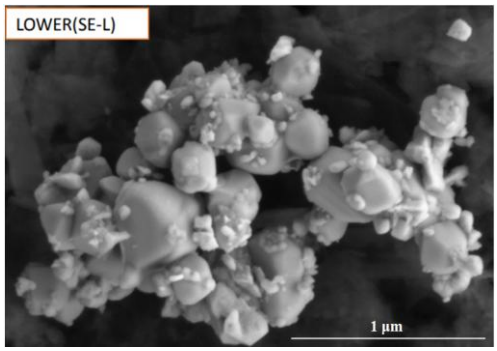
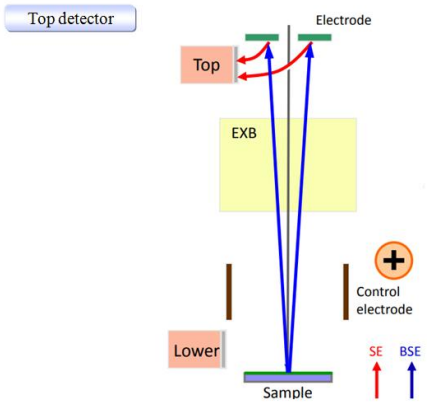
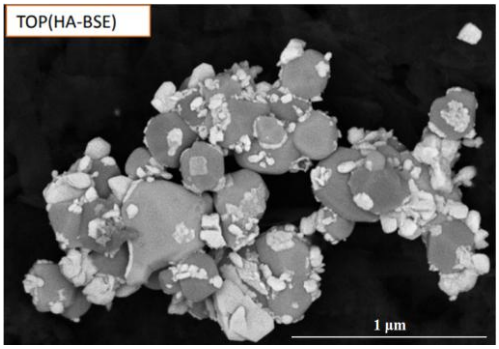


圖 11. EFE-SEM 之光學及檢測示意圖

表五. 不同偵測器 Lower detector 及 Top detector 之影像差異

	 Topographical information
	 Compositional+Crystal information (Less topographical information)

3-2-4、閃爍計數器：

又稱 Everhart-Thornley 偵測器(簡稱 ET 偵測器)，包括閃爍器(scintillator)、光導管(optical waveguide)、光電倍增管(photocathode)、法拉第籠(faraday cage)，如圖 12 所示。閃爍器為加上 10 kV 的正電壓來加速電子，當二次電子、反射電子受到正極的吸引而撞擊閃爍器時會產生光子，這些光子經過光導管，至光電倍增管轉換成電子脈衝放大訊號送到顯示器，為避免閃爍器上的正偏壓使入射電子束偏移或造成散光像差，閃爍器會以法拉第籠包起來，其前端為金屬網可讓電子進入。

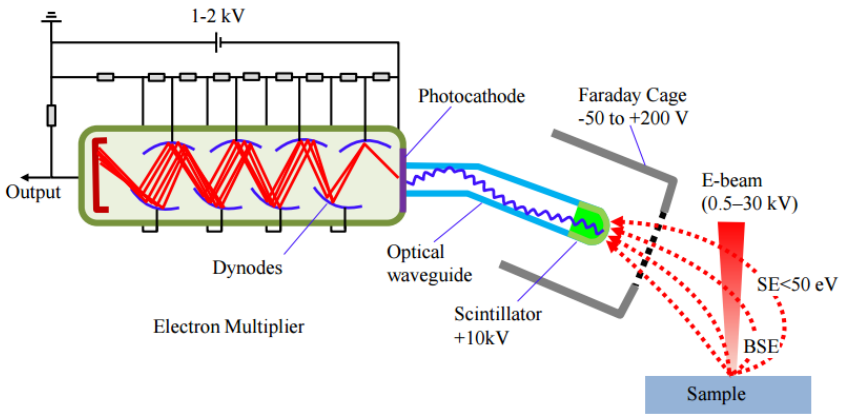


圖 12. ET 偵測器示意圖

3-2-5、Velocity EBSD 相機：

電子背向繞射儀(EBSD)設備的基本要求是一台掃描式電子顯微鏡和一套 EBSD 系統，而 EBSD 採集的硬體包括一台靈敏的相機，和一套用來花樣平均化和扣除背底的圖像處理系統，如圖 13 所示。本儀器的相機鏡頭為 Velocity Plus EBSD，每秒可蒐集 3000 點，同時提供高達 99%的超高標定成功率的真實樣品高速採集面分佈圖，通過 CMOS 傳感器，結合高靈敏性、低噪聲以及快速採集為一體，實現了快速採集與優化數據質量。另外 EDAX 結合獨創的三條帶組算法及置信度因子，提供精確的取向結果，取向精度優於 0.1 度，達成對真實樣品的精準標定，如圖 14、15。此外 Velocity 相機還可與 EDAX EDS 聯用以實現 EDS-EBSD 的同步採集，得到精準的相區分數據。

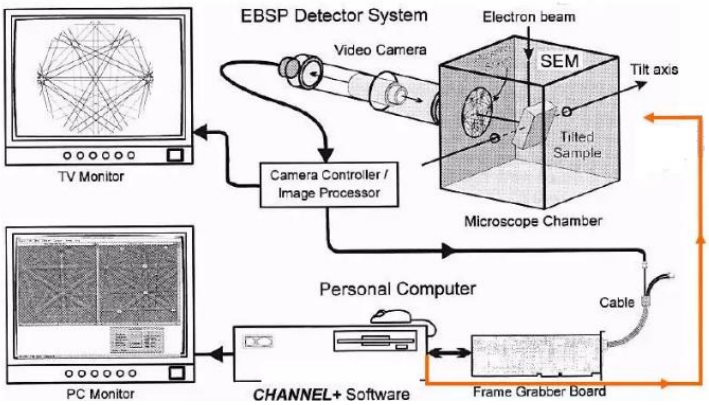


圖 13. 電子背向繞射儀系統

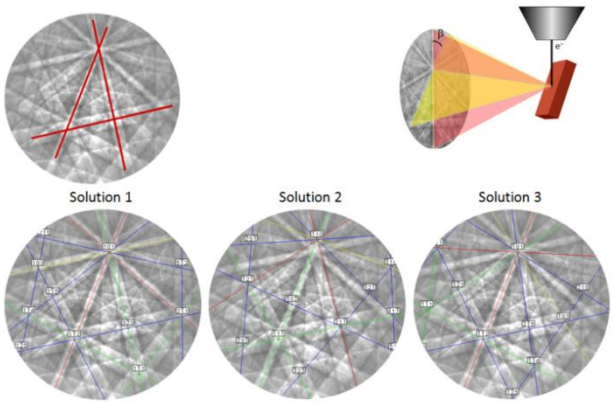
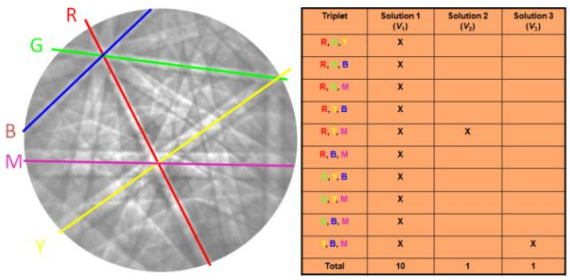


圖 14. 利用三條帶組算法，比較其夾角與數據庫結果得出所有可能的解



Triplet	Solution 1 (V_1)	Solution 2 (V_2)	Solution 3 (V_3)
R, G, Y	X		
R, G, B	X		
R, G, M	X		
R, , B	X		
R, , M	X	X	
R, B, M	X		
G, , B	X		
G, , M	X		
G, B, M	X		
, B, M	X		X
Total	10	1	1

圖 15. 利用五條帶共有 10 個三條帶組合，第一組解最為匹配

4、機台操作

4-1、機台操作參數選擇：

SEM 影像觀察之操作參數選擇：

欲拍攝品質好之 SEM 照片影像，必須依試片的種類及想要達到的結果，來決定調整觀察之條件、使用之參數及前處理方式，如試片製備、調整加速電壓、電子束電流、工作距離、擺置方向及選擇適當的偵測器等等，皆對影像品質具有決定性之影響。

試片製備：試片需要固定在導電及穩固的載台上，需具有良好的導電性，避免粉塵、水氣、指紋及油氣等污染。

調整加速電壓：影像解析度與加速電壓波長有關，選擇較高之加速電壓，電子束波長短，影像解析度高，但較高之加速電壓會深入試片內部較深，其二次電子量會減少，而選用較低之加速電壓則其表面效果較佳，但太過低則影像對比較不足。

電子束電流：較平坦或組織結構較不明顯之試片，可選用較大的 beam spot size，較大的 beam spot size 電子束能量較強，可激發出較多的二次電子訊號，使影像亮度較亮，但因深入試片，表面影像解析度較差。反之小的 spot size 影像亮度低，但解析度較佳。導電性質稍差的試片可使用小的 spot size，以降低電荷過度累積，但其缺點為影像訊號較弱，會有亮度不夠之情形。

工作距離：短的工作距離，訊號較佳，可以得到較佳的解析度，但是景深相對縮短。

影像不佳之處理：掃描觀察時，影像出現不規則線條、移動現象、影像亮度不穩定或類似燒熔現象，這些現象為試片導電性質不良，需再次蒸鍍導電金膜。若上述情形不明顯，可選用較小的 spot size 稍做改善，但選用較小的 spot size 常會造成影像亮度不夠之情形，因此在進行拍照時，可選用較慢的掃描速度，或增加對比使亮度不足之現象稍加改善。

像差調整：將影像調至 just focus 之模糊像，再利用像散修正器調整修正量大小，調至最好之影像。可由低倍率修正好後，再往高倍率修正，直到將影像調至最佳狀態。

EDS 使用條件選擇及參數調整：

進行 EDS 元素定性及半定量分析時，需依照偵測試片考慮加速電壓設定、是否有 overlap 問題、試片表面平坦度影響及分析區域或點之選擇等等之影響。

加速電壓設定：加速電壓設定，以能量光譜中最高特性 X-ray 之 Kev 值的 2-2.5 倍為宜。

overlap：Pt、Au 之特性 X-ray 能量為 2.050 Kev、2.123 Kev，若鍍的太厚會與 P(2.010)、Zr(2.044)、Nb(2.168)元素形成 overlap 之情形，若 P、Zr、Nb 的含量很少時更不適合鍍 Pt 或 Au，以免造成很大誤差量之分析結果。另外 EDS 測元素成份分析時，會有很多元素因不同軌域層發生 overlap 之情形造成分析上之困擾，因此可經由不同加速電壓的設定激發 K、L、M 層，觀察是否有 overlap 之情形。

試片表面平坦度：試片之製備應儘量讓表面平坦，若試片表面不平整或以粉末做分析時，試片的凹陷面或背向 EDS 偵測器方向之區域，會使能量較低之特性及連續 X-ray 光譜不易被接收到，因此檢測到的量會比實際量少。

分析區域：使用 EDS 做微區成份分析時，其最小區域以 1μm 以上為宜，尤其分析小於 1μm 之小顆粒或薄層試片影響較大，因分析點過小容易激發分析點附近之光譜造成誤判之情形。分析薄膜試片通常會選用較低之加速電壓，但需留意 K, L, M 層分析之選擇及是否有 overlap 情形。

製作 EBSD 試片條件：

EBSD 試片製備要求較高，若試片沒有處理好後續上機操作就無法獲得良好數據。一般製備 EBSD 試片的方法有機械拋光、電解拋光、化學拋光及離子拋光等。製備 EBSD 試片需符合以下條件：導電性良好、試片表面應平整、乾淨、無刮痕、無較大應變、結晶完整性要求高。

試片導電性：若試片導電性不好便無法產生背向散射電子。另外在 SEM 的試片中，為了增加導電性所鍍得 Au 或 Pt 對 EBSD 的試片則不適用，因為表面的鍍層會影響資料判斷的正確性。

平整度：EBSD 來源於試片表面數十奈米深度，因此試片表面需要平整、乾淨、無刮痕、無較大應變、無殘留硬力等，試片表面不能是凹凸不平整的，不能有汙染物或雜質，也不能有氧化層，另外製備試片的關鍵為表面殘留應力沒有消除掉，或是表面殘留應力比較大，這些都會降低菊池線的清晰度，對繞射圖譜造成影響。

結晶度：EBSD 對試片結晶完整性極為敏感，需去除樣品製備時造成表面的任何損傷。

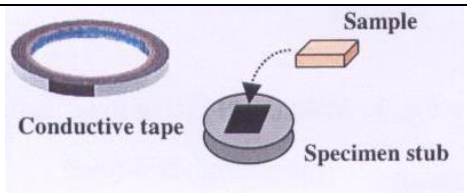
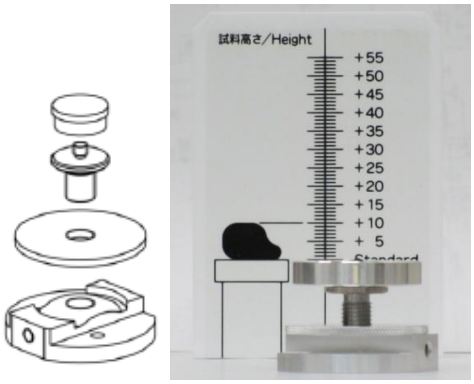
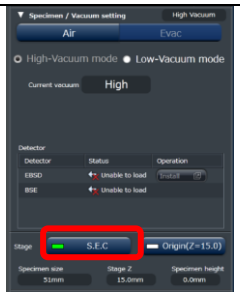
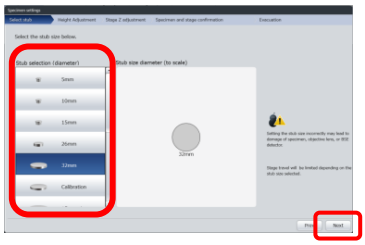
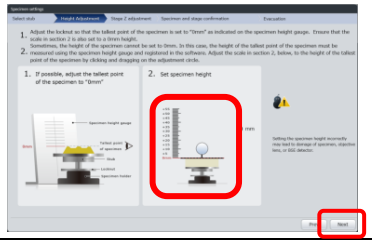
4-2、基本操作步驟(SEM)：

4-2-1、操作面板功能介紹：

轉鈕及按鍵	功能
X IMAGE SHIFT（X 影像移動）	X 方向影像微移動
Y IMAGE SHIFT（Y 影像移動）	Y 方向影像微移動
BRIGHTNESS（明暗度鈕）	影像明暗度調整
CONTRAST（對比鈕）	影像對比度調整
MAGNIFICATION（倍率鈕）	影像縮小放大
X STIGMATOR/ALIGNMENT （X 像差調整鈕/軸調整）	X 方向影像像差調整 電子束軸調整
Y STIGMATOR/ALIGNMENT （Y 像差調整鈕/軸調整）	Y 方向影像像差調整 電子束軸調整
FOCUS-COARSE（聚焦鈕-粗調）	影像焦距粗調整
FOCUS-FINE（聚焦鈕-微調）	影像焦距微調整

LOW MAG（最低倍率）	直接變更至能聚焦之最小倍率
SCAN SPEED（掃描速度）	四段可選擇之掃描速度
AUTO（自動明暗設定）	自動明按設定
MODE（校正模式）	進入校正模式
RECORD（存檔）	直接存檔或掃描後存檔

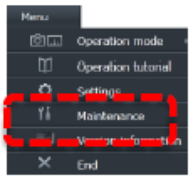
4-2-2、試片置入：

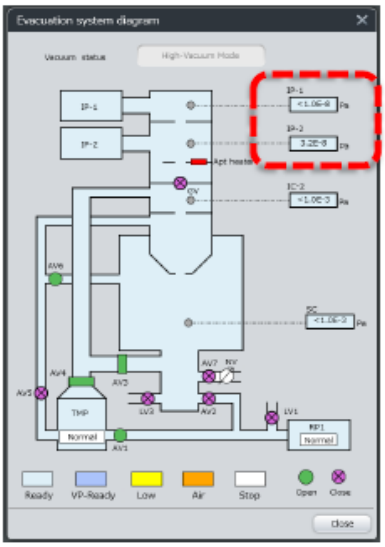
	將試片利用碳膠帶固定於樣品鋁台上。
	將樣品鋁台安置於樣品支撐座上。 利用標準樣品高度計量器，量測試片高度及大小。 ※放入試片以最高點量測，需介於 0-5mm 之間。
  	軟體部分： 點選 S.E.C 按鍵 → 選擇樣品載台大小，按下 next 按鍵 → 設定樣品高度，再按下 next 按鍵 → 最後點選 close 鍵 → Origin

   	硬體部分： 按 AIR 腔體破真空 → 輕拉開將樣品載台插入桿子，lock 後再輕蓋上 → EVAC 抽真空至嗶一聲 → 按 OPEN 閥門打開 → 桿子推入至亮藍燈，unlock 將桿子退出 → 再 close 關閥門

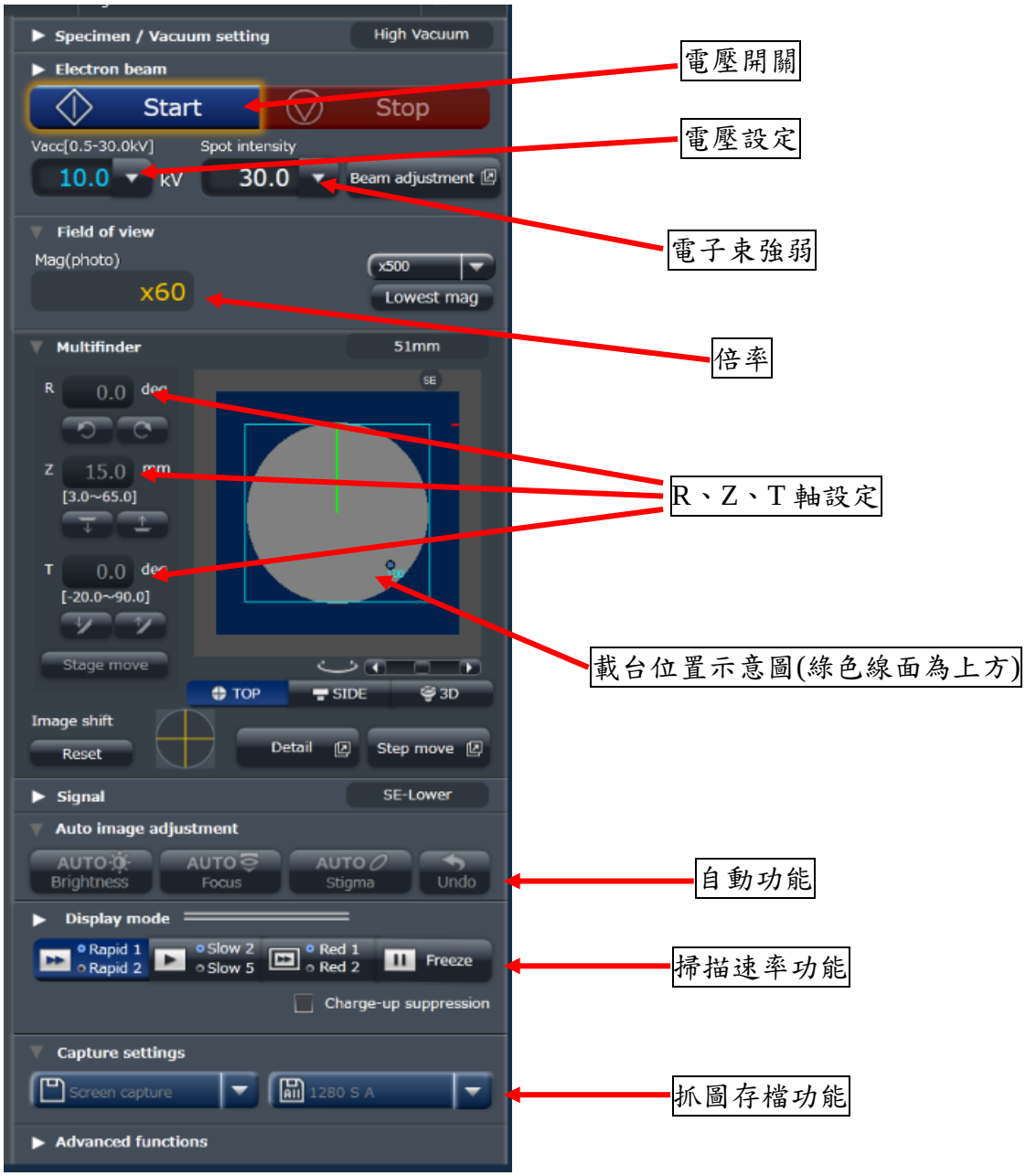
4-2-3、操作視窗介紹確認機台真空效能：

選擇 Menu → Maintenance → Evacuation system diagram



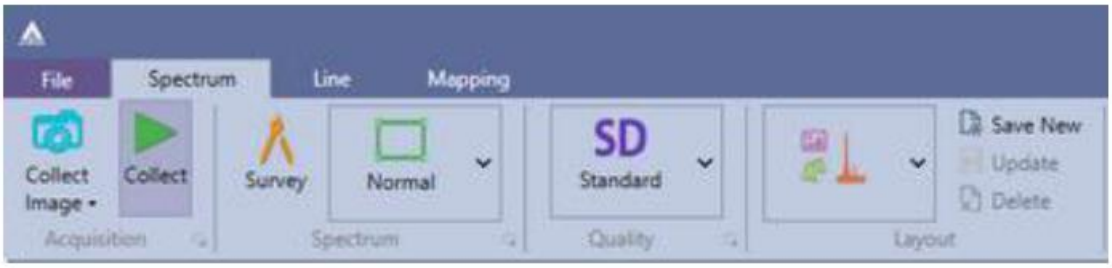


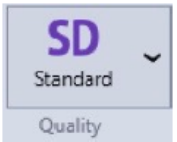
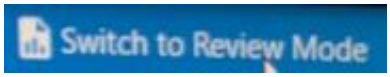
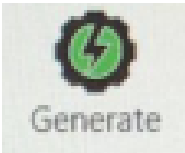
4-2-4、操作視窗介紹：


Specimen / Vacuum setting
High Vacuum
Electron beam
Start
Stop
Vacc[0.5-30.0kV]
Spot intensity
10.0
kV
30.0
Beam adjustment
Field of view
Mag(photo)
x500
x60
Lowest mag
Multifinder
51mm
R
0.0
deg
Z
15.0
mm
[3.0~65.0]
T
0.0
deg
[-20.0~90.0]
Stage move
TOP
SIDE
3D
Image shift
Reset
Detail
Step move
Signal
SE-Lower
Auto image adjustment
AUTO Brightness
AUTO Focus
AUTO Stigma
Undo
Display mode
Rapid 1
Rapid 2
Slow 2
Slow 5
Red 1
Red 2
Freeze
Charge-up suppression
Capture settings
Screen capture
1280 S A
Advanced functions
電壓開關
電壓設定
電子束強弱
倍率
R、Z、T 軸設定
載台位置示意圖(綠色線面為上方)
自動功能
掃描速率功能
抓圖存檔功能

4-3、基本操作步驟(EDS)：

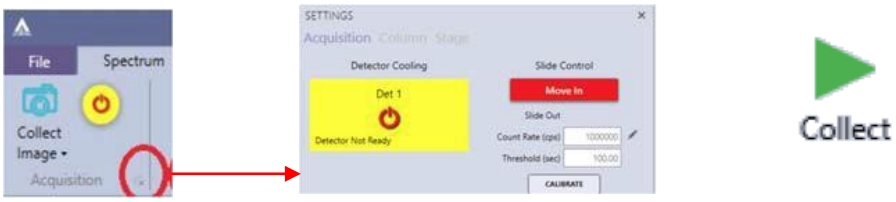
4-3-1、常用功能按鍵：



	影像收集鍵
	探頭冷卻鍵
	訊息收集開始/停止
	訊息收集模式分頁
	訊息收集品質切換
	收集視窗&數據視窗模式切換
	產生報告

4-3-2、啟用步驟：

1. 桌面點選 APEX EDS 應用程序圖示啟動軟體。
2. 當 EDS detector 未冷卻時，下拉三角形，先按 Move in 伸入，再按 Detector Cooling 圖示開啟冷卻。冷卻完成會顯示綠色三角形即可使用。



3. 點擊工具欄上的相機圖示 開始或停止影像收集。

4. 收集圖像後，單次點擊圖像區域內，以點或區域收集元素光譜(取消：在分析點上再點一下)，接著按 Collect Icon 開始光譜收集。收集光譜時可按 選擇要分析之元素。

5. 收集完成後，點選右上角 切換收集視窗或數據視窗。

6. 點選左側最新一筆檔案，再按 產生報告。

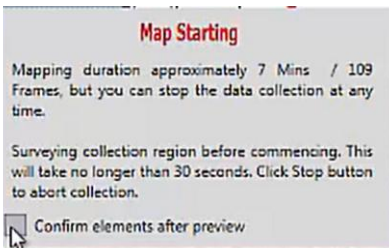
(若需更改元素，可先點選 重新選擇所需要分析之元素 → 重新分析成份比例 → 資料暫存 → 產生報告即可)

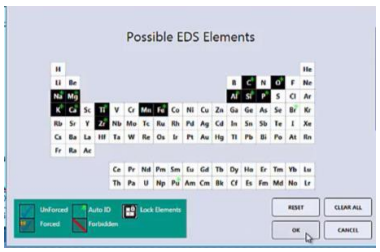
4-3-3、Mapping 功能：

1. 點選 Mapping 面掃描模式，按 掃描整個圖像，也可以更改區域。

2. 點選 開始收集訊號，軟體將預掃描所選區域並確定存在哪些元素。

3. 掃描前會彈出框要求確認元素，使其添加或刪除所需的元素，確認完後按 OK，即開始收集訊號。





4. 若要停止 mapping 數據收集，點選

4-3-4、 Linescan 功能：

1. 點選 linescan 線掃描模式，於圖像上畫一條線定義掃描範圍，以收集線上資訊。

2. 點擊

開始線掃描，軟體將預掃選定的線，並確定存在哪些元素。

3. 使用者可自行選擇收集的每個點之間的距離(resolution)。
4. 掃描前會彈出框要求確認元素，使其添加或刪除所需的元素，確認完後按 OK，即開始收集訊號。

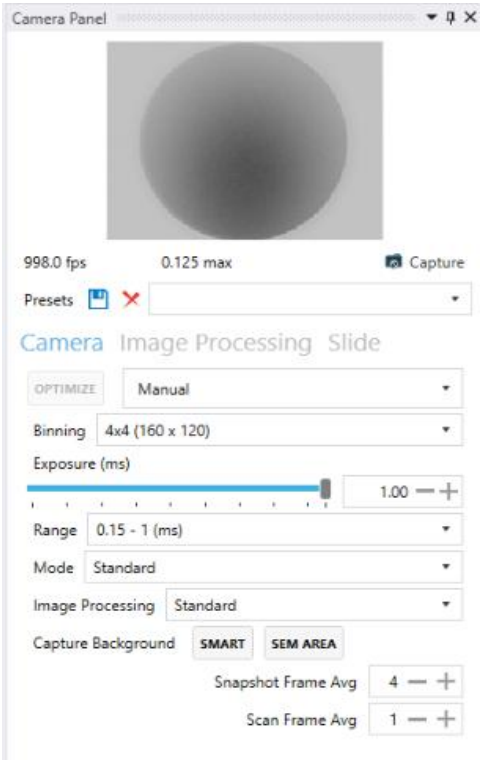
4-3-5、數據收集完成：

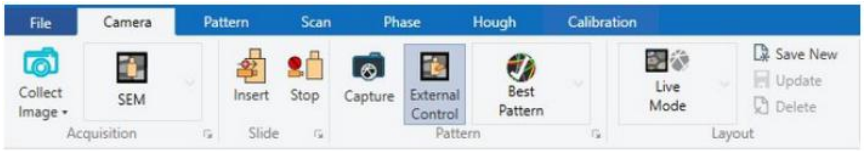
1. 點擊光譜下拉選單中的 cooling off，將 EDS detector 設為待機。
2. 回溫後，點選 move out 按鈕，收回 EDS detector。

4-4、基本操作步驟(EBSD)：

1. 試片放置使用 15mm 的載台，將試片黏在邊緣，進入高度要為 0
2. 將 EBSD detector 伸入：開 camera → SEM 軟體 specimen → install → next (按照順序按 next，確認不能再按且試片已傾斜 70 度) → 拔掉 SEM 白色連接線，70 度會鎖死 → 再按 EBSD 軟體 insert

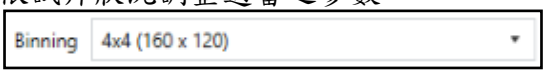
，將偵測器伸入 → 關 camera
3. 選擇 SEM 電壓 20~30 KV，spot intensity 60~70





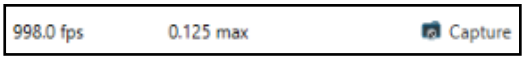
常用功能按鍵

4. 依試片狀況調整適當之參數：



像素可選 1x1、2x2、4x4、8x8

調整曝光時間



相機處理速度建議在 0.2max 左右

Image Processing 下拉選 NONE → 點選 SEM AREA 扣背景 → 再 Image Processing 下拉選 Standard

5. 主選項

取 SEM 影像過來

6. 選擇材料的相，按主選項 Phase → 按 Load 選材質套入(Windows(C)→Program Files→TexSEM→TSL Database)

7. Hough Hough 參數標準配置：Binned pattern size = 96、Theta step size = 1、Max peak count = 7、min peak count = 3、mask = 9*9

8. 取 pattern Pattern 觀測 kikuchi Line 與相是否相符

- 若材料與相符合
  - 試片製備完整，則 CI > 0.8，可做分析
  - 試片製備普通，則 CI = 0.3~0.8，可做分析
  - 試片製備較差，則 CI = 0.1~0.3
- 若材料與相不符合，則 CI < 0.1，不做分析

9. 選擇掃描區域 Scan，框設定掃描區塊大小 X-size、Y-size，及掃描解析度 step size→掃圖

。若要重新掃下一區域，則需點選

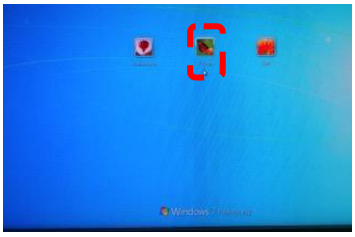
影像放回 SEM

10. 退 EBSD detector

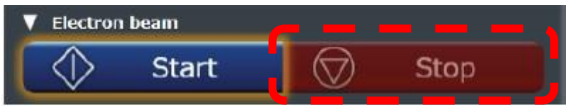
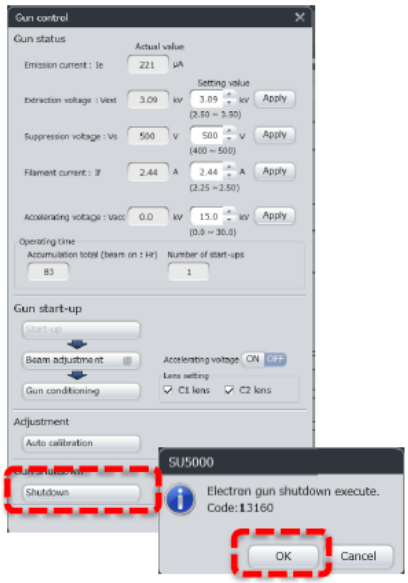
，白色連接線裝回去，stage 會自動回到系統原來的位置

4-5、機台完全斷電之開關機程序：

4-5-1、開機步驟：

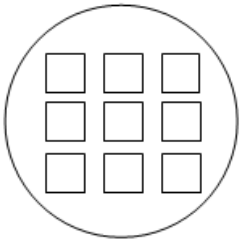
	依序開啟 SEM 主體開關 EVAC POWER 和 STAGE POWER，使其抽真空。 確認 EVAC、STAGE、IP1、IP2、FEL 燈亮。
	打開機台右邊 DISPLAY POWER 電源，電腦會自動啟動。
	Windows 開啟後，選擇中間 PC-SEM 登入，即可進入 Win7。
	SU5000 的操作系統會自動開啟，然後出現啟動視窗畫面，選擇左邊 Operation mode 進入系統。 ＊一開始會問是否要破真空，選 close 先不要破，看真空圖此時 IP2 真空會有點差，待 IP2 與 IP1 值不要差太多，之後再開燈絲。
	待 IP1 與 IP2 真空值穩定後，便可以開後側 HV SW 開關 ON，做燈絲加熱及加高壓。 步驟：軟體 Menu → Maintenance → Gun control，此時 Gun start-up 反白無法啟動，則要重新開電腦。 開機之後一樣軟體會先要你破真空，先不要破，按 close。 接著同樣步驟至 gun start-up 開始燈絲加熱，約 4hr 達到穩定電壓及電流。
如果真空度數值低於下列數值，建議做 baking IP1：2×10^{-7} Pa IP2：1×10^{-5} Pa	

4-5-2、關機步驟：

	Stop 按下將加速電壓關掉，取出樣品。 關閉 SEM/EDS 軟體及電腦。
	選擇軟體介面 Menu → Maintenance → Gun control 視窗，按下 shutdown 按鍵關閉電子槍。
	確認電腦關閉後，再將 DISPLAY POWER 關閉。
	關閉後側 HV SW 開關 OFF
	關閉 SEM 主體開關 EVAC POWER 和 STAGE POWER。 關閉 EVAC 及 STAGE 便無抽真空，但 IP1、IP2 仍有作動藍燈亮，停電時即會關閉。

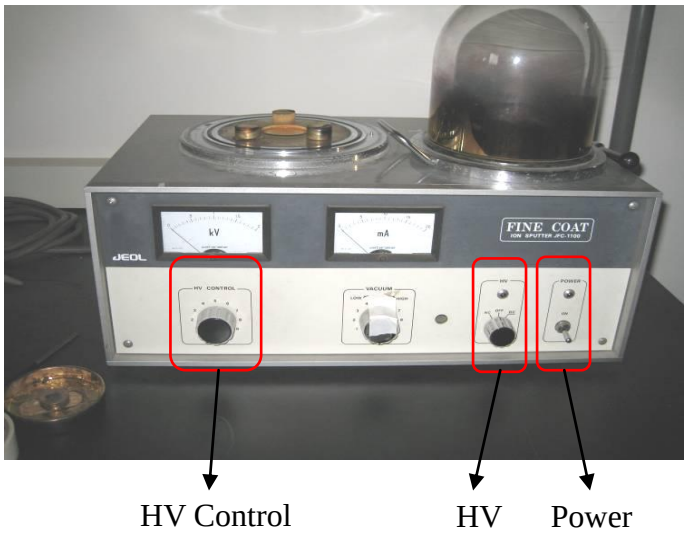
4-6、基本操作步驟(鍍金機)：

1. 試片直徑最好在 10mm 以內，最大高度 10mm 內為宜，底部要平整，頂部要同高，需以導電之金屬載台(最大不超過 50mm)依序整齊黏貼固定好。



2. 試片盡可能集中一次放進，避免再次破真空，影響儀器性能及減少等待抽真空時間。
3. 將試片載台以雙面膠黏貼於玻璃皿內，打開玻璃罩蓋，將玻璃皿反蓋於鍍金架上。

4. 蓋上玻璃罩蓋，將 Power 開關 On，抽真空至少 10 分鐘以上(抽愈久鍍金效果愈好)。
5. 將 HV 開關旋至 DC 位置，HV Control 旋鈕慢慢轉到電流 4mA 處(電壓約在 1KV 附近)，平面樣品鍍金時間約 2~3 分鐘，粗糙面約 5~7 分鐘。
   ※鍍金中請勿離開，以免試片掉下燒壞儀器。
6. 鍍金完成後，HV Control 旋鈕旋回“0”處，HV 開關旋回 Off 位置， Power 開關 Off。
7. 待 30 秒後，才可打開玻璃罩蓋，取出試片，並蓋回玻璃罩蓋。



4-7、注意事項：

<u>樣品製備條件要求：</u>

- 請戴無粉手套處理試片，將試片顯露出所欲分析的位置。
- 試片表面導電性需良好，能排除電荷。若為非導體樣品，表面需鍍金或白金。若試片較粗糙高低起伏較大，則須做多次不同角度鍍金，如圖 16 所示。
- 使用雙面導電膠帶(如導電碳膠帶或銅膠帶)將樣品牢固在樣品座上，如圖 17 所示。
- 如果試片表面帶有油份或水份，需完全去除。
- 不得有鬆動的粉末或碎屑，需確定完全固定，以避免抽洩真空時粉末飛揚污染電子槍的部份，造成解析度不良，如圖 18 所示。
- 需耐熱，不得有熔融蒸發的現象。高分子樣品需能耐 200℃以上。
- 不能含液狀或膠狀物質，以免揮發。
- 不得為高揮發性、污染性、磁性(鐵、鈷、鎳)等物質。
- 若需觀看高低不同的樣品，則須墊成接近同等高。

<u>進入 SEM 室請配合遵守：</u>

- 非實驗必要人員請勿進入。(每時段建議至多 1-2 人)
- 非實驗必要物品請勿攜入。(貴重物品外，請放於樣品準備室)
- 未經實驗室管理人同意，不得任意從事與申請無關之實驗，並嚴禁非分內之操作。
- 使用儀器前應熟悉操作程序，並應依儀器操作程序進行，否則造成損壞應予賠償。
- 進入儀器室請放低聲量，禁止喧嘩。
- 禁止攜帶食物、水及飲料入內。
- 拉門請關閉，且勿頻繁進出，減少冷氣外洩。

<u>開機使用前檢查與注意事項：</u>

- 冷氣機溫度設定為 22℃以下，溼度為 70%以下。
- 樣品台的傾斜角度確定在 0°。
- Monitor 畫面上是否出現異常訊息。
- 是否有試片掉落在樣品室。
- 背反散射電子偵測器(BSD)是否在定位。
- EDS 偵測器是否正常。
- Turbo Pump 起動運轉時是否有雜音或聲音過大。

註：若有發現任何異常現象，請立即予以紀錄，並設法通知儀器操作人員。

<u>上機檢查及注意事項：</u>

- 將試片置入樣品室前，請先檢查試片高度，高低差距在 2mm 以內。
- 先量測試片高度，以最高試片為基準，高度限制在 0mm-5mm。
- 樣品室前蓋閉合時請輕輕將其推閉。
- 儀器運轉中，儀器工作平台不可重壓或碰撞。

- 試片盡量一次放進，且導電膠帶以可黏住樣品導電就好，不宜用太多。
- IC-2 真空值至 3＊e^{-3}Pa 以下才可加高壓(START)。
- 若 IP-1 真空值大於 4.0＊e^{-8} Pa 時必須關高壓(STOP)、抽真空停用，以免燈絲燒壞。
- 使用中 CCD 必須關閉，以免紅外線干擾正常訊號。
- 使用中若有參數改變，需確實回復；不確定的步驟及設定按鍵，請勿任意變動。
- 電腦軟硬體設定值未經許可請勿任意更改。
- 嚴禁使用隨身碟拷貝檔案，以免電腦中毒影響儀器運作。

<u>當日最後一個時段工作結束處理事項：</u>

- 樣品台的傾斜角度確定在 0°。
- 儀器電腦主畫面 Electron beam 要在 Start 狀態。
- 取出試件並抽真空後,儀器主體 EVAC 及 STAGE 燈亮,樣品交換室 CLOSE 及 EVAC 燈亮。
- 檢查冷氣機在 ON 位置，溫度設定在 22℃。
- 清理 Holder，取下多餘導電膠帶。儀器室日光燈熄燈，離開實驗室時確實將門關上。

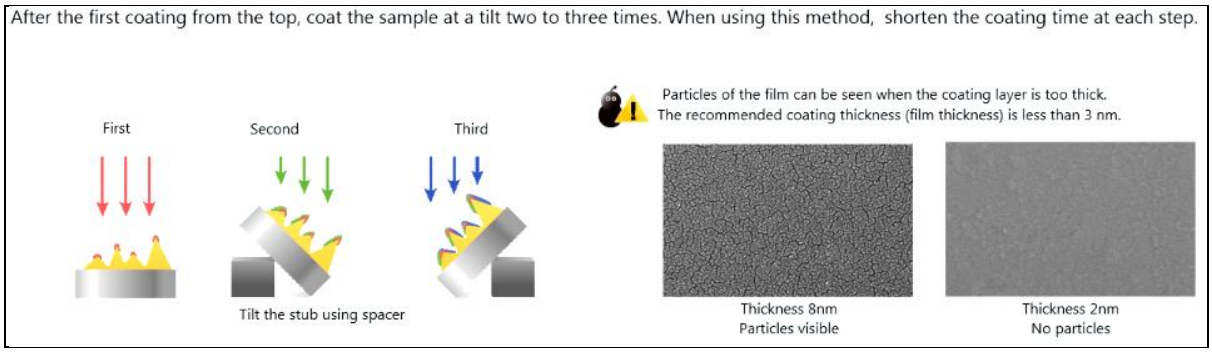


圖 16.若試片高低起伏較大，則須做多次不同角度鍍金

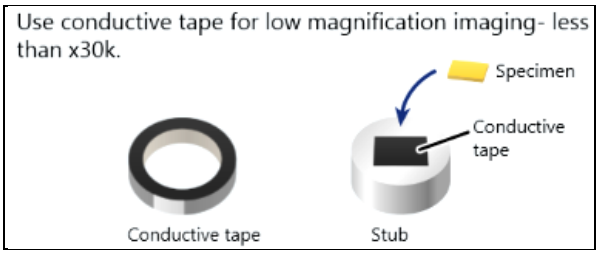


圖 17.以導電膠帶將樣品固定在穩固的金屬載台上

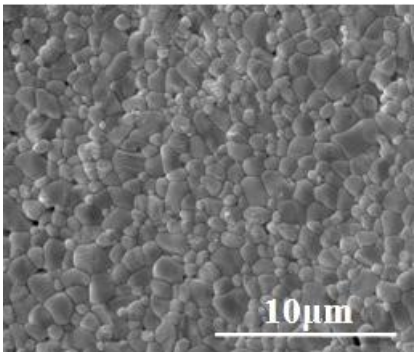
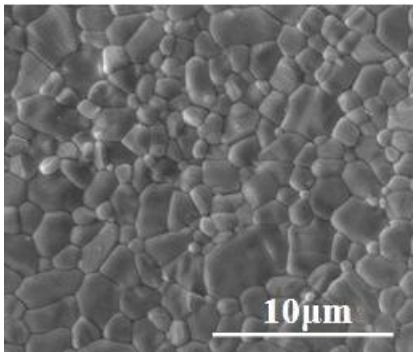
圖 18.粉末樣品均勻灑在導電膠帶上，適度加壓後用吹球將未黏在膠帶上的粉末吹掉

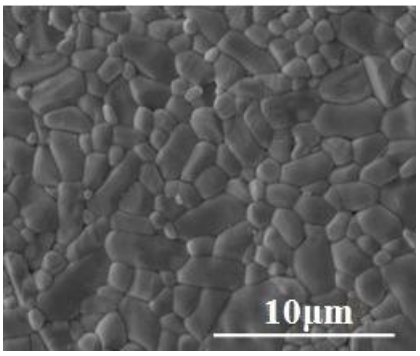
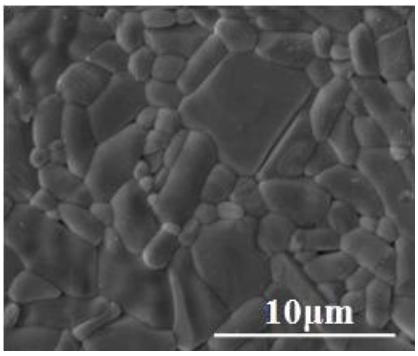
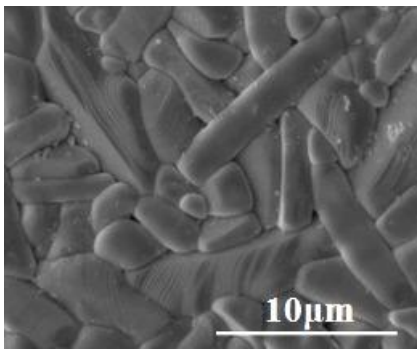
5、實驗應用資料：

實際範例-形貌分析：

目的→經球磨、煅燒、加入黏劑、過篩、壓模成型、去黏劑及燒結使其成型，觀察不同燒結溫度下，晶粒成長情形。

結果→在相同倍率下觀看晶粒大小，是否隨著燒結溫度不同而有趨勢。在 1150 度時，還是有看到孔洞；到 1210 度的時候，有最緻密、晶粒大小平均的情形；而 1270 度時，晶粒快速成長。

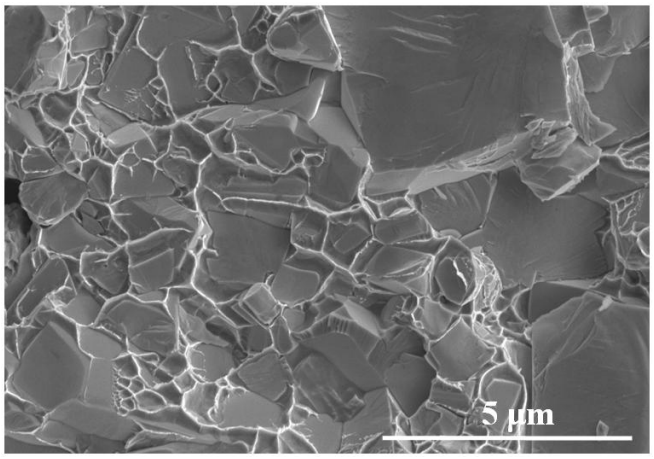
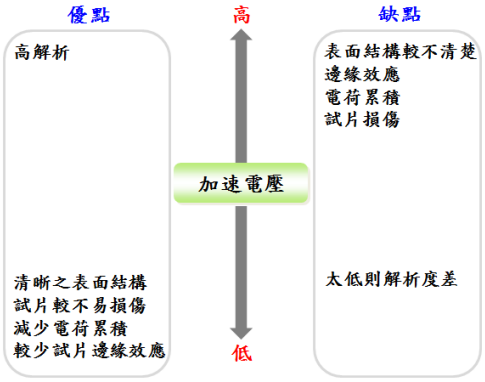
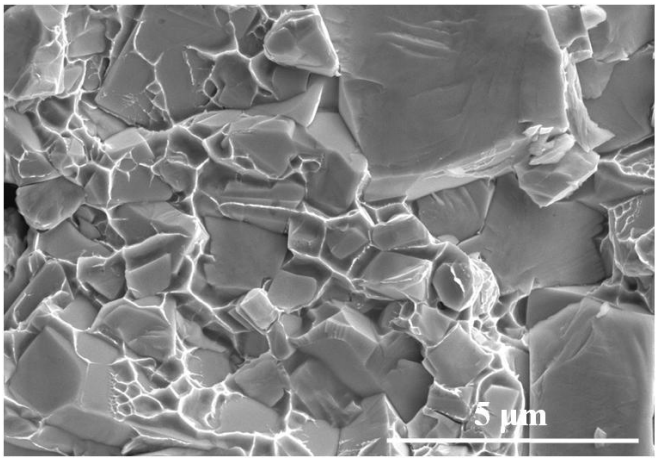
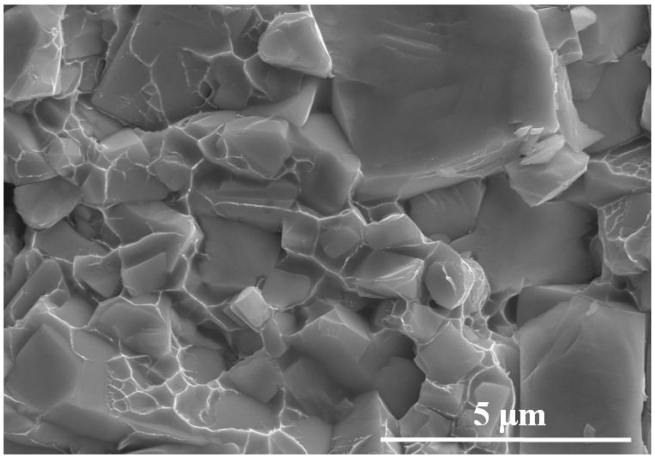
	
1150 度	1180 度

		
1210 度	1240 度	1270 度

實際範例-形貌分析

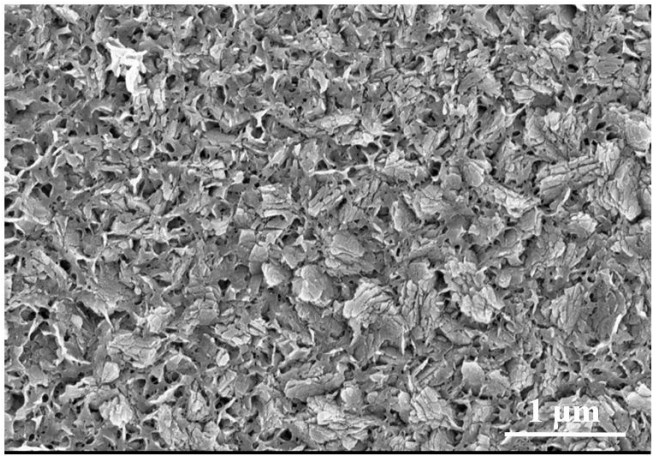
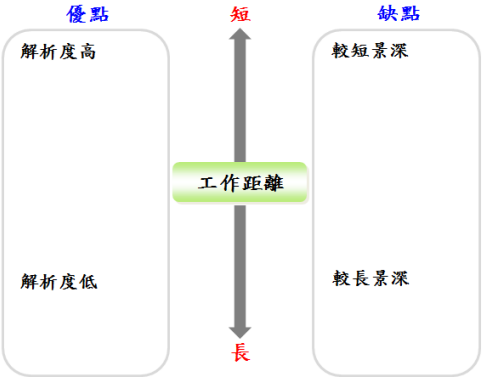
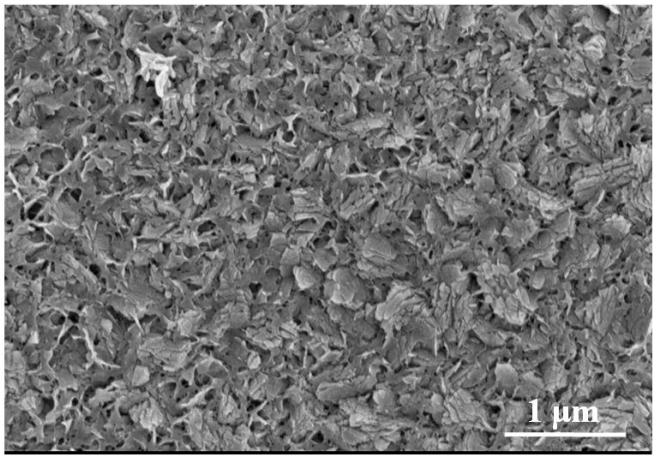
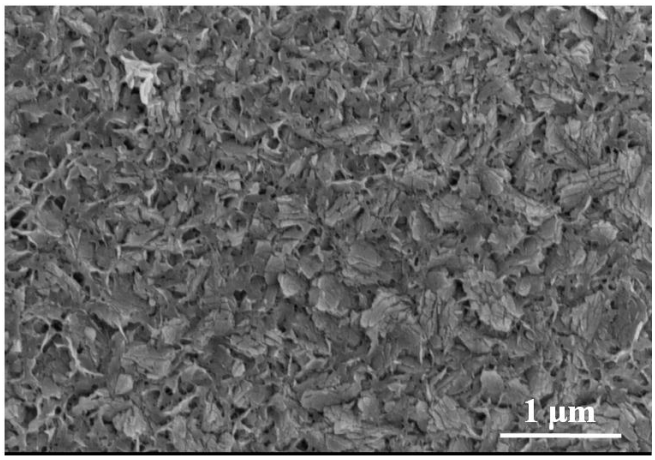
目的→經由調整機台加速電壓對影像之影響。

結果→影像解析度與加速電壓之波長約≒$\frac{1.226}{\sqrt{V}}(nm)$有關，選擇較高之加速電壓，電子束波長短，影像解析度高；但較高之加速電壓會深入試片內部較深，其二次電子的量會減少，影像景深亦較短；而選用較低之加速電壓則其表面效果較佳，但太過低則影像對比度較不足。SEM 發展歷程一直是增加電壓以提高成像分辨率，但近幾年各 SEM 廠家開始致力於提高低電壓下的成像分辨率。

3kV		
10kV		
20kV		

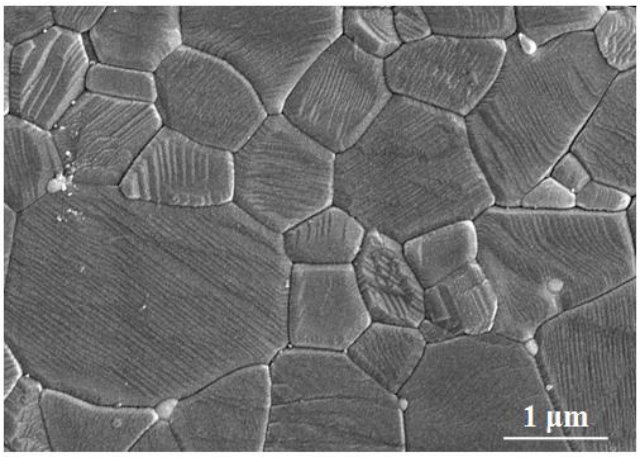
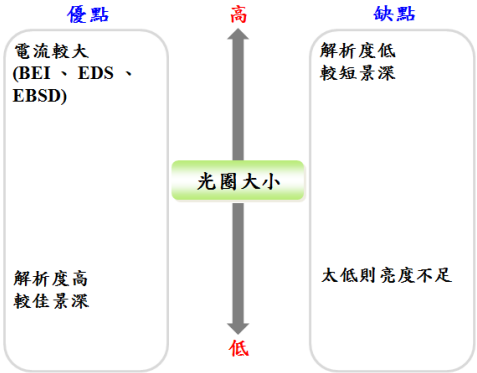
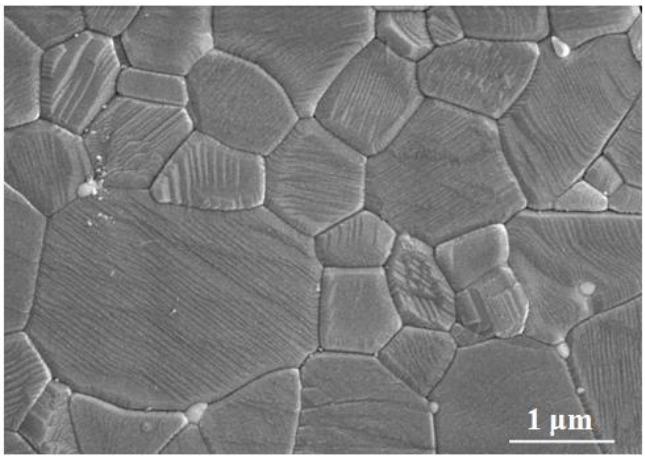
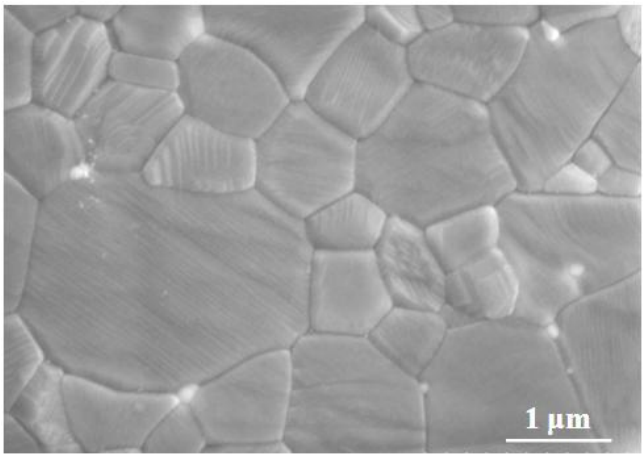
目的→經由調整機台工作距離對影像之影響。

結果→短的工作距離訊號較佳，可以得到較佳的解析度；較長的工作距離，解析度較差。表面起伏較大的樣品可得到較均勻的影像。

<table>
<tr><td>5mm</td><td> 
</td><td rowspan="3"> 
</td></tr>
<tr><td>10mm</td><td> 
</td></tr>
<tr><td>15mm</td><td> 
</td></tr>
</table>

目的→經由調整機台光圈大小對影像之影響。

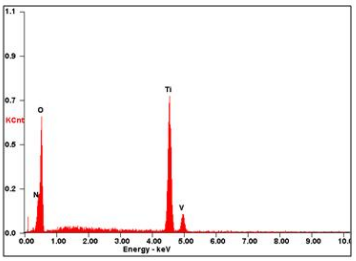
結果→較平坦或組織結構較不明顯之試片，可選用較大的 beam spot size，較大的 beam spot size 電子束能量較強，可激發出較多的二次電子訊號，使影像亮度較亮，但因深入試片表面影像解析度較差。反之，小的 spot size 影像影像亮度低，但解析度較佳。

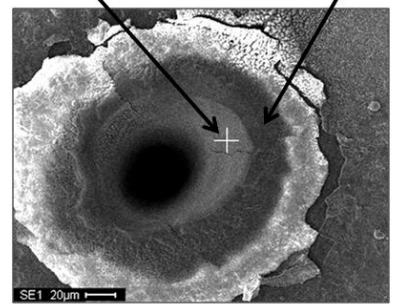
30μm		
70μm		
150μm		

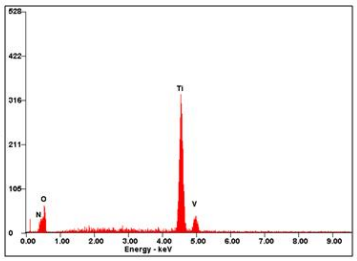
實際範例-材料 EDS 成分分析：

目的→觀察試片不同區域不同顏色間之成份比例。

結果→在不同區域上各打一點做 EDS，藉由分析試片所釋出的特性 X 光，可得到試片的微區顯微成份之定性及半定量分析。如圖所示，電子束轟擊至試片上會得到一光譜圖，之後經由計算換算之間的比例。







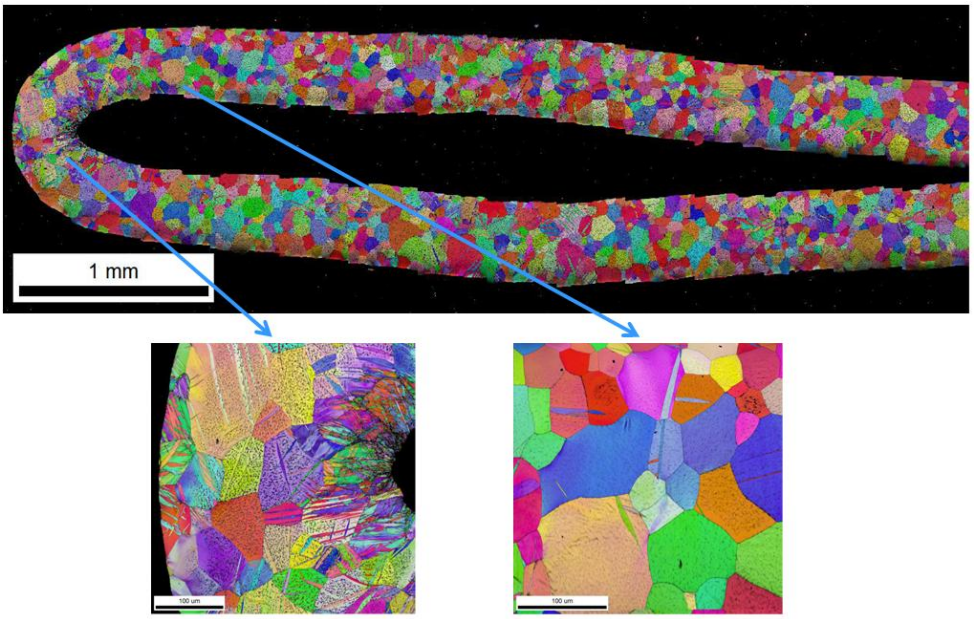
Element	Wt%	At%
NK	6.73	10.79
OK	48.64	68.29
TiK	44.10	20.68
VK	0.53	0.23

Element	Wt%	At%
NK	3.45	7.56
OK	23.91	45.89
TiK	71.85	46.07
VK	0.80	0.48

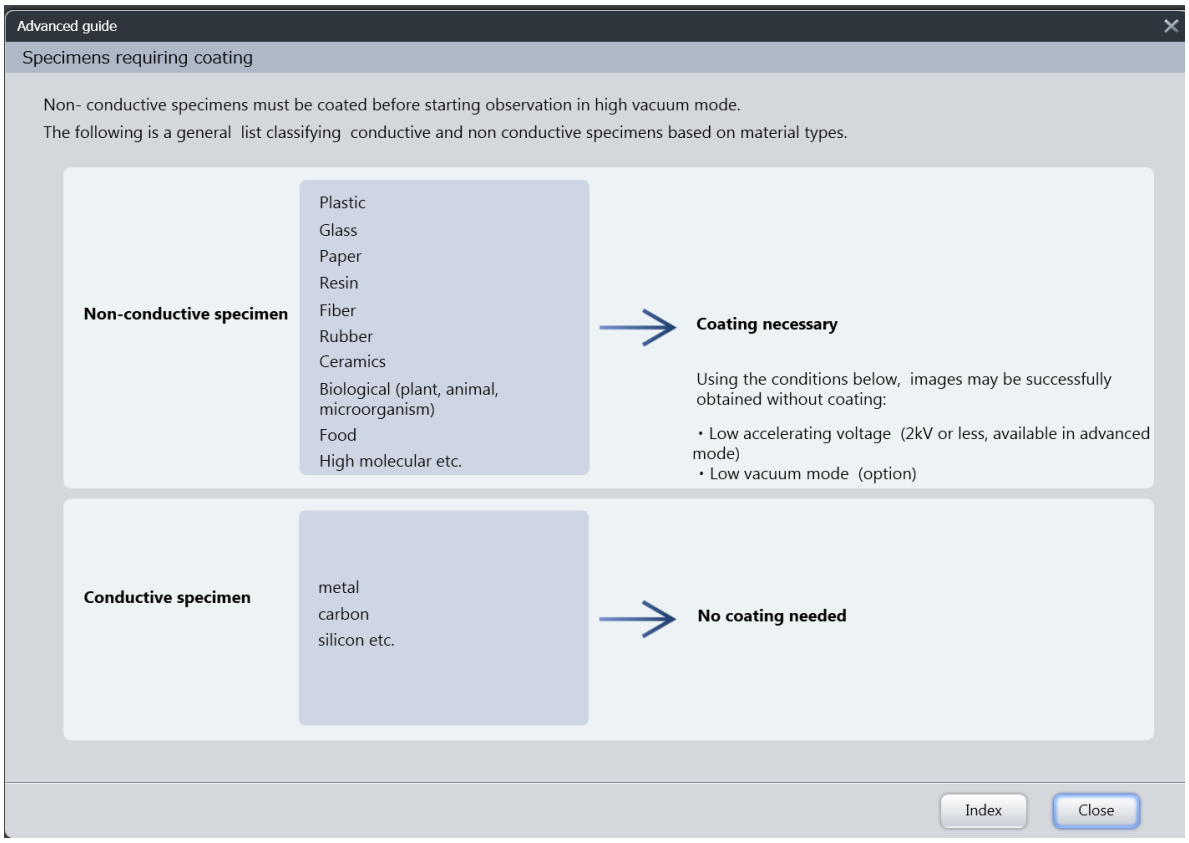
實際範例-EBSD 結構分析：

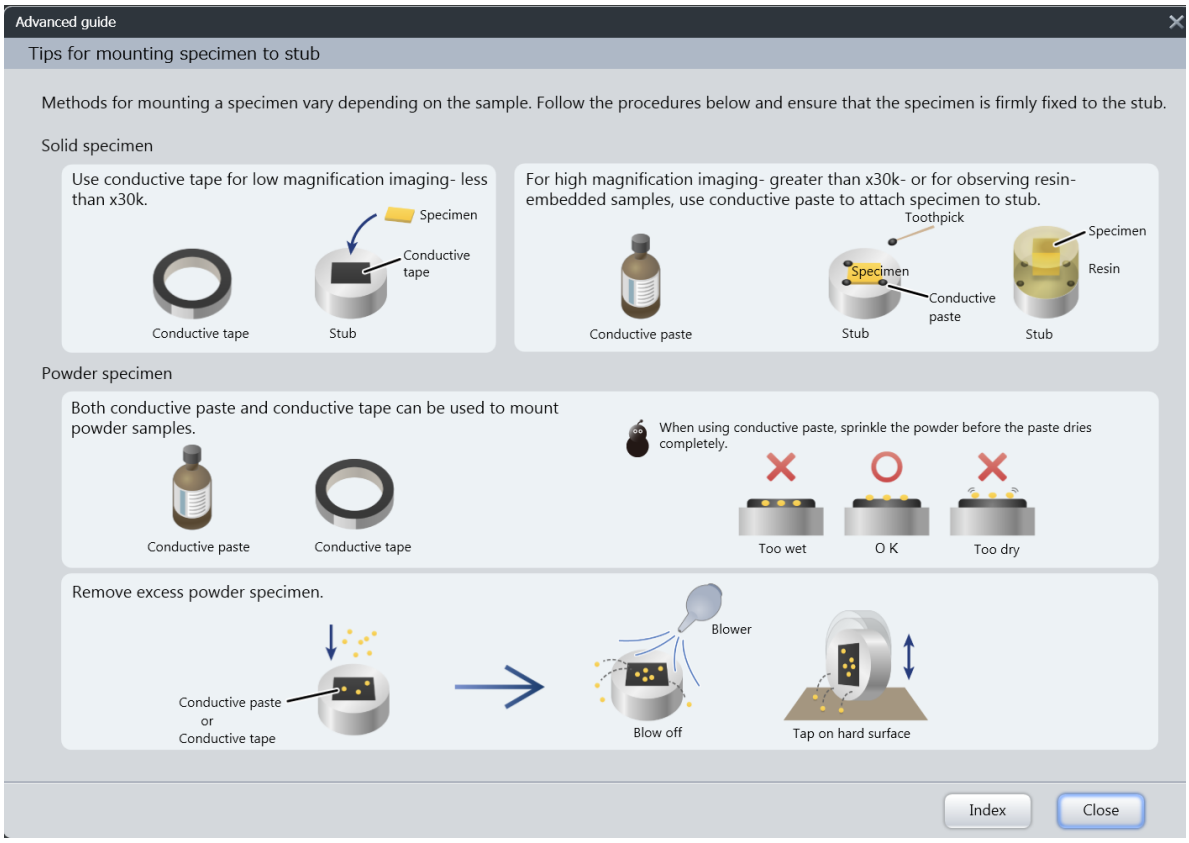
目的→下方試片為應用於生醫領域的彎曲鈦金屬線，藉由 EBSD 可分析其受力及未受力區的 IPF map。

結果→在直線及彎曲區域各取一區塊進行掃描，經由高精密的量測可掌握局部結晶取向的狀況，可以提供微結構塑性變形或破壞預測，在應用及設計材料上更能掌握材料的特性。



6、附件資料：


Advanced guide
Specimens requiring coating
Non- conductive specimens must be coated before starting observation in high vacuum mode.
The following is a general list classifying conductive and non conductive specimens based on material types.
Non-conductive specimen
Plastic
Glass
Paper
Resin
Fiber
Rubber
Ceramics
Biological (plant, animal, microorganism)
Food
High molecular etc.
Coating necessary
Using the conditions below, images may be successfully obtained without coating:
• Low accelerating voltage (2kV or less, available in advanced mode)
• Low vacuum mode (option)
Conductive specimen
metal
carbon
silicon etc.
No coating needed
Index
Close


Advanced guide
Tips for mounting specimen to stub
Methods for mounting a specimen vary depending on the sample. Follow the procedures below and ensure that the specimen is firmly fixed to the stub.
Solid specimen
Use conductive tape for low magnification imaging- less than x30k.
Specimen
Conductive tape
Conductive tape
Stub
For high magnification imaging- greater than x30k- or for observing resin-embedded samples, use conductive paste to attach specimen to stub.
Toothpick
Specimen
Conductive paste
Resin
Conductive paste
Stub
Stub
Powder specimen
Both conductive paste and conductive tape can be used to mount powder samples.
Conductive paste
Conductive tape
When using conductive paste, sprinkle the powder before the paste dries completely.
Too wet
O K
Too dry
Remove excess powder specimen.
Conductive paste
or
Conductive tape
Blower
Blow off
Tap on hard surface
Index
Close

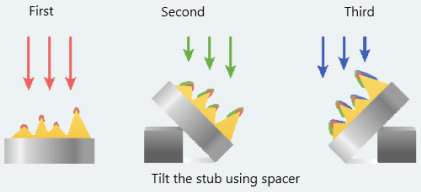
Advanced guide

Tips for coating

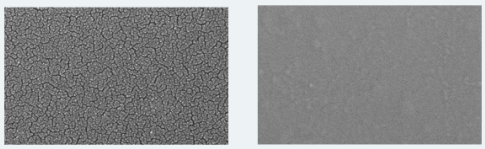
The following tips can be used to prepare uneven or thick non-conductive samples and avoid charge-up.

Uneven specimen surface

After the first coating from the top, coat the sample at a tilt two to three times. When using this method, shorten the coating time at each step.



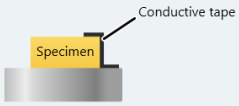
Particles of the film can be seen when the coating layer is too thick.
The recommended coating thickness (film thickness) is less than 3 nm.



Thickness 8nm
Particles visible

Thickness 2nm
No particles

Thick specimen



Fix the specimen to the stub with conductive tape or paste.
Then connect the top of specimen surface and the stub with conductive tape to make a conductive channel between the specimen and the stub.
This should be done before the coating procedure.

Refer to the "Operation tutorial" in the menu for details.

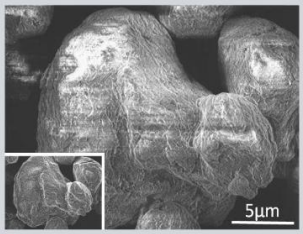
Index Close

Advanced guide

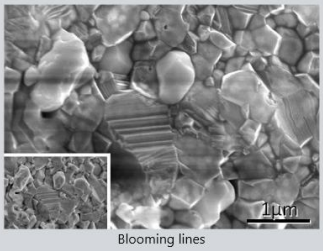
Charge-up phenomenon

During SEM observation, specimens are irradiated by electrons. If the specimen is non-conductive, electrons cannot dissipate and accumulate on the specimen.

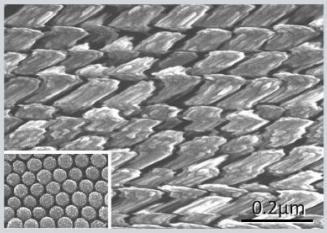
This is the "Charge-up phenomenon" or "Charge-up". The charge-up phenomenon can significantly impact image quality, especially when scan speed is slow or magnification is high.
Below are examples of the charge-up phenomenon, with normal images shown in inset.



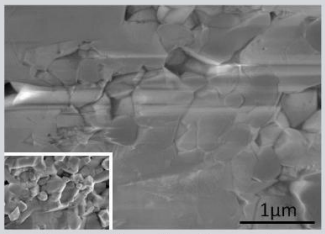
Uneven brightness



Blooming lines



Distortion



Compressed image/ Loss of topography

Scanning speed becomes slower in order 1, 3, and 2.

Index Close

Advanced guide

Addressing charge-up in high vacuum mode

Charge-up can be alleviated by switching to low vacuum mode. Refer to the "Operation tutorial" in the menu for details.

Image improvement can be seen by switching from high vacuum mode to low vacuum mode

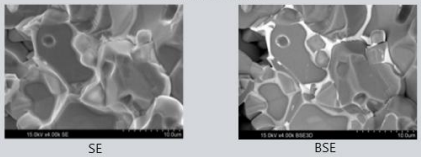
High vacuum
(Charge-up)

Low vacuum
(Optimum for this sample)

Specimen: Rubber
Accelerating voltage: 15kV

In high vacuum mode, both secondary electron (SE) and backscattered electron (BSE) images can be captured. In low vacuum mode, only BSE imaging is possible. In BSE imaging, different signal intensities correspond to different material density in the sample. Generally, materials with a higher atomic number appear brighter in a BSE image.

SE vs. BSE images



SE
(Surface topography emphasized)

BSE
(Material composition emphasized)

Specimen: Fracture surface
Accelerating voltage: 15kv

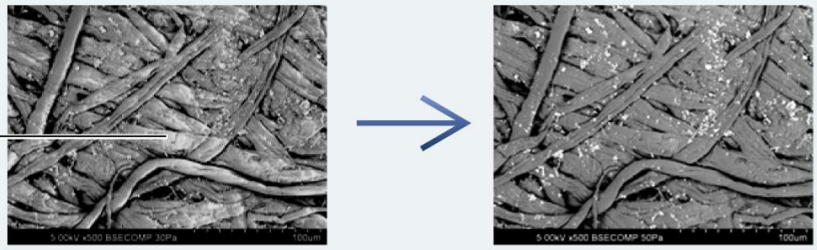
Index Close

Advanced guide

Addressing charge-up in low vacuum mode

While operating in low vacuum mode, charge up may still occur if a high vacuum setting is used.

Charge-up can be eliminated by changing variable pressure vacuum settings from standard to reduced.



Standard (30Pa)
(Charge-up)

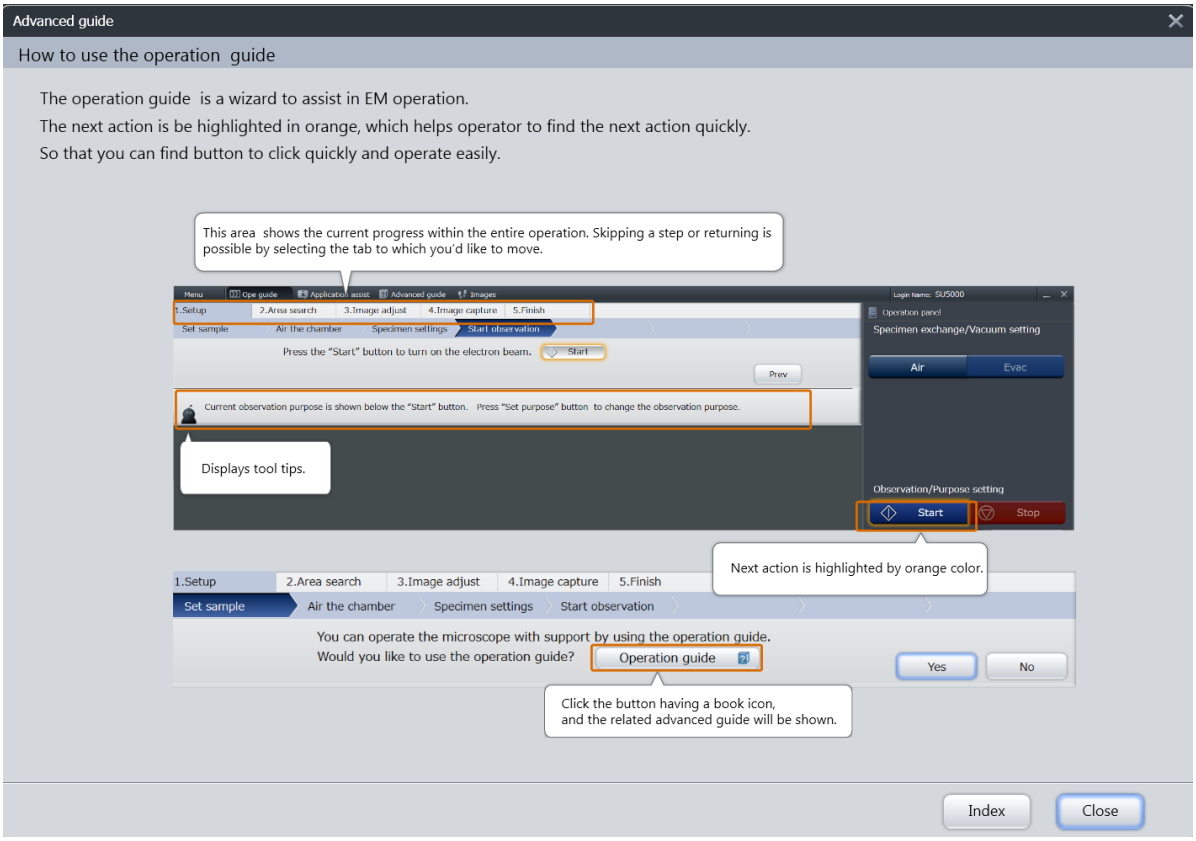
Reduced (50Pa)
(Optimum for this sample)

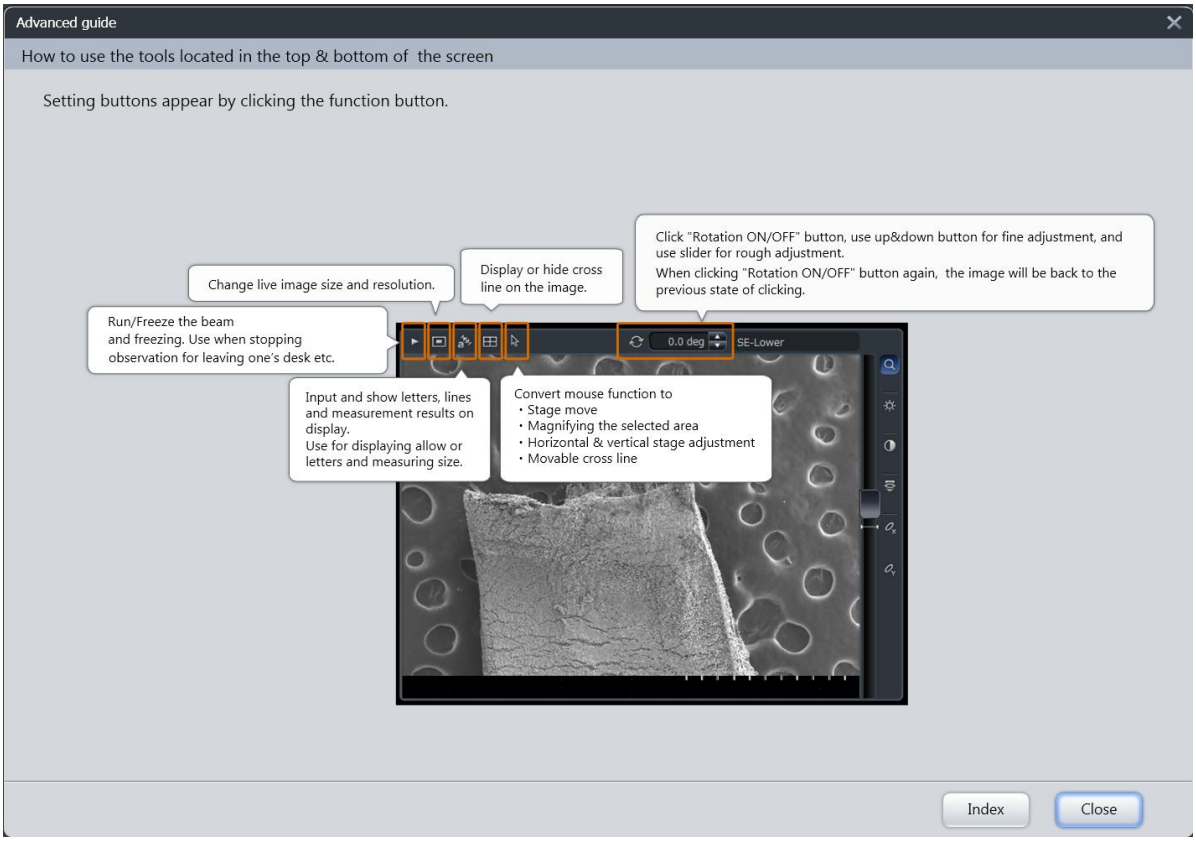
Specimen: Plain paper
Accelerating voltage: 5kV

When charge-up occurs in "Standard (30Pa)", changing to "Reduced (50Pa)" suppresses the charge-up.

Refer to the "Operation tutorial" in the menu for details.

Index Close

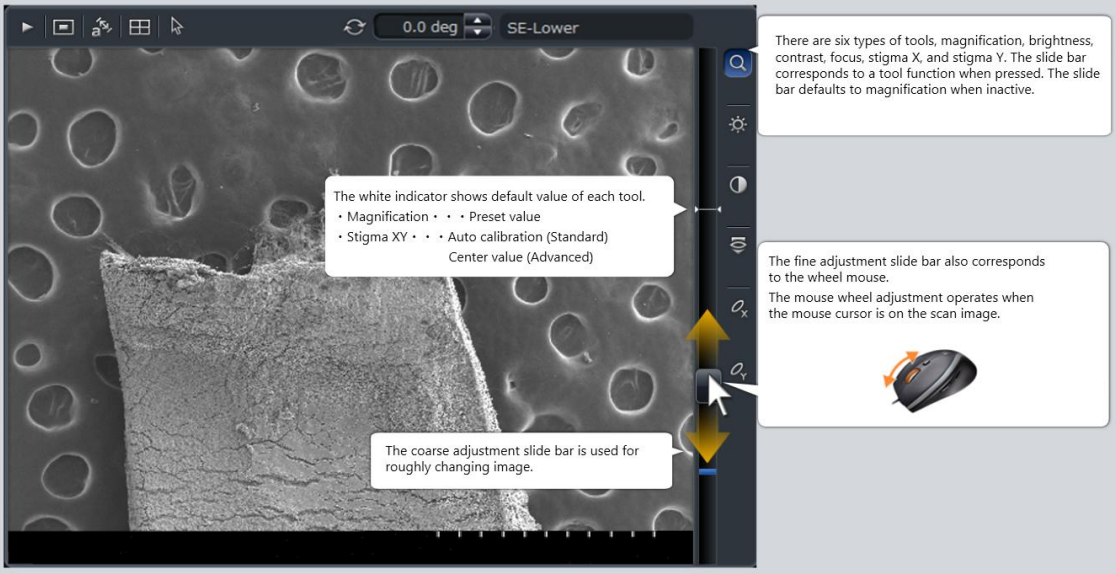

Advanced guide
How to use the operation guide
The operation guide is a wizard to assist in EM operation.
The next action is be highlighted in orange, which helps operator to find the next action quickly.
So that you can find button to click quickly and operate easily.
This area shows the current progress within the entire operation. Skipping a step or returning is possible by selecting the tab to which you'd like to move.
Displays tool tips.
Next action is highlighted by orange color.
1.Setup
2.Area search
3.Image adjust
4.Image capture
5.Finish
Set sample
Air the chamber
Specimen settings
Start observation
You can operate the microscope with support by using the operation guide.
Would you like to use the operation guide?
Operation guide
Yes
No
Click the button having a book icon, and the related advanced guide will be shown.
Index
Close


Advanced guide
How to use the tools located in the top & bottom of the screen
Setting buttons appear by clicking the function button.
Change live image size and resolution.
Display or hide cross line on the image.
Click "Rotation ON/OFF" button, use up&down button for fine adjustment, and use slider for rough adjustment.
When clicking "Rotation ON/OFF" button again, the image will be back to the previous state of clicking.
Run/Freeze the beam and freezing. Use when stopping observation for leaving one's desk etc.
Input and show letters, lines and measurement results on display.
Use for displaying allow or letters and measuring size.
Convert mouse function to
• Stage move
• Magnifying the selected area
• Horizontal & vertical stage adjustment
• Movable cross line
0.0 deg
SE-Lower
Index
Close

Advanced guide

How to use the scroll bar

The scroll bar located on the right-hand side of the image viewer is used to adjust the magnification, brightness, contrast, focus, stigma X, and stigma Y. Magnification, brightness, contrast, focus, stigma X, and stigma Y are adjustable.
Adjustment action is executed by moving the slide bar at the right of the screen or using the mouse wheel.



Index Close

Advanced guide

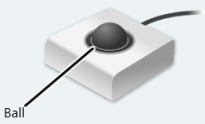
How to move the stage

Two methods for stage moving.

Trackball

Trackball is helpful to move the stage long distances. Roll trackball in the direction of stage movement.
Use trackball.

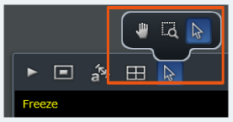
Stage moves in the same direction as trackball moves.



Mouse

1. Operation on the observation screen

Click the " " on the upper side of screen and select a tool from displayed tools to operate.



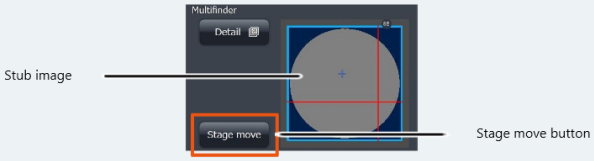
When select :
The point moves to the center of screen by clicking.

When select :
The screen moves with drag and dropping.

When select :
The scope image expands with dragging to select.

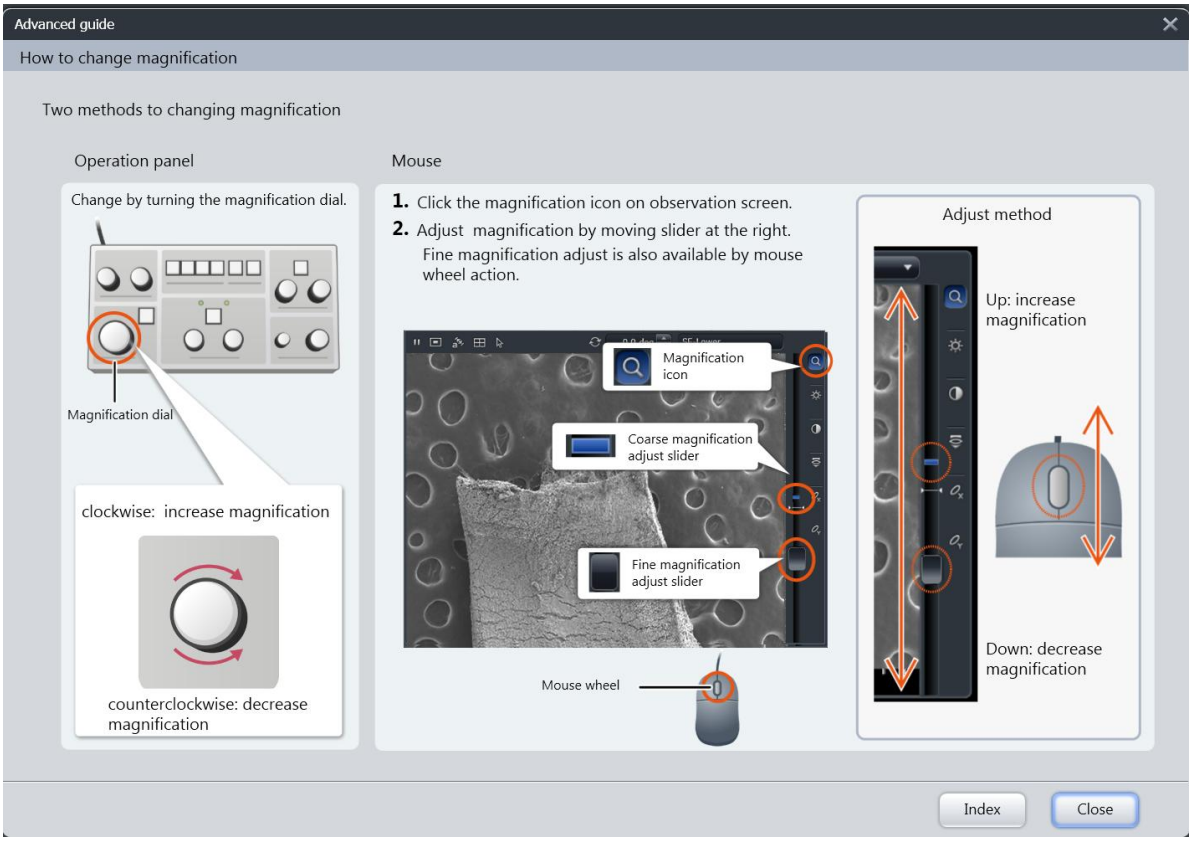
2. Operation on the operation panel

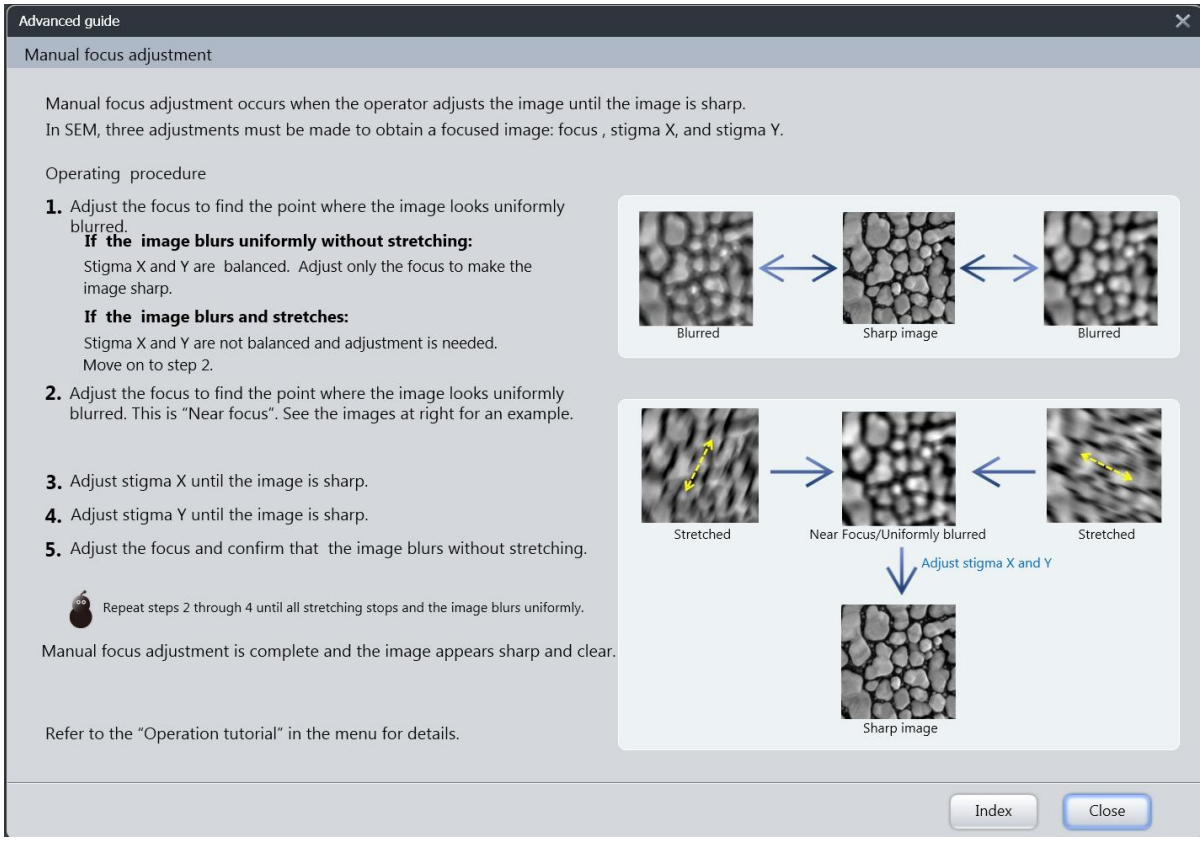
Double click on a point on the stub image in the multifinder to move the stage to that point. Single clicking on a point and pressing the "Stage move" button will also move the stage.



There is also a function to return to the stage position of a captured image. Select the image in captured image thumbnail window.
・Click the "Stage move "button located in the thumbnail window.

Index Close


Advanced guide
How to change magnification
Two methods to changing magnification
Operation panel
Mouse
Change by turning the magnification dial.
Magnification dial
clockwise: increase magnification
counterclockwise: decrease magnification
1. Click the magnification icon on observation screen.
2. Adjust magnification by moving slider at the right.
Fine magnification adjust is also available by mouse wheel action.
Magnification icon
Coarse magnification adjust slider
Fine magnification adjust slider
Mouse wheel
Adjust method
Up: increase magnification
Down: decrease magnification
Index
Close


Advanced guide
Manual focus adjustment
Manual focus adjustment occurs when the operator adjusts the image until the image is sharp.
In SEM, three adjustments must be made to obtain a focused image: focus , stigma X, and stigma Y.
Operating procedure
1. Adjust the focus to find the point where the image looks uniformly blurred.
If the image blurs uniformly without stretching:
Stigma X and Y are balanced. Adjust only the focus to make the image sharp.
If the image blurs and stretches:
Stigma X and Y are not balanced and adjustment is needed.
Move on to step 2.
2. Adjust the focus to find the point where the image looks uniformly blurred. This is "Near focus". See the images at right for an example.
3. Adjust stigma X until the image is sharp.
4. Adjust stigma Y until the image is sharp.
5. Adjust the focus and confirm that the image blurs without stretching.
Repeat steps 2 through 4 until all stretching stops and the image blurs uniformly.
Manual focus adjustment is complete and the image appears sharp and clear.
Refer to the "Operation tutorial" in the menu for details.
Blurred
Sharp image
Blurred
Stretched
Near Focus/Uniformly blurred
Stretched
Adjust stigma X and Y
Sharp image
Index
Close

Advanced guide

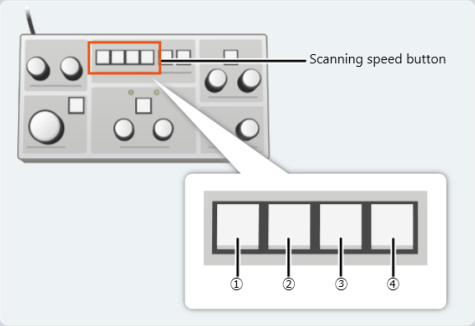
How to control the beam scan

There are four types of beam scan modes, fast, slow, reduce and freeze.

Beam scan modes are switched automatically to an optimal scan when operating in "Operation guide".
Beam scan modes are switched manually to an optimal scan when "Operation guide" is not used.

Operation panel

Manual operation panel



1. Fast
   Suitable for searching the area of interest while moving the stage.
   The image refresh interval is very short but image is snowy
   because the electric beam scans fast.

2. Slow
   Suitable for image confirmation before capturing.
   High quality image is generated but image refresh interval is very slow.

3. Reduce
   Suitable to adjust focus and astigmatism.
   Image projection area is scaled-down and eye point was fixed so it is comfortable
   for focus and stigma adjustment operation.

4. Freeze
   Stops the scan to freeze the present live image.
   "Freeze" button changes to "Run" button when the scan stops.
   "Run" starts the scan to show the live image.

Index Close

Advanced guide

Characteristics of "Surface information" observation purpose

The factors listed below are benefits when changing from "Standard" observation purpose.

- Less charge-up artifact
- Enhanced surface topography

In "Surface information" observation purpose, accelerating voltage and capturing method are changed as follows from "Standard" mode;

Observation purpose	Vacc	Capturing method
Standard observation	15kV	Slow scan (standard capturing method)
Surface information	5kV	CSS (suppressing charge-up capture method)

Index Close

Advanced guide

How to improve image resolution

As accelerating voltage increases ,resolution is improved and a sharp image can be obtained at higher magnification.

In "Standard" observation purpose, accelerating voltage and capturing method were changed as follows from "Surface information" mode.

Observation purpose	Vacc	Resolution
Surface information	5kV	Low
Standard observation	15kV	High

Observation purpose should be changed from "Elemental + Surface information" to "Elemental information" for improving image resolution.

Observation purpose	Vacc	Resolution
Elemental + Surface information	5kV	Low
Elemental information	15kV	High

Observation purpose should be changed from "Surface information" to "Structure information" for improving image resolution.

Observation purpose	Vacc	Resolution
Surface information	5kV	Low
Structure information	15kV	High

Generally, surface information is obscured at high accelerating voltages.

Refer to the "Operation tutorial" in the menu for details.

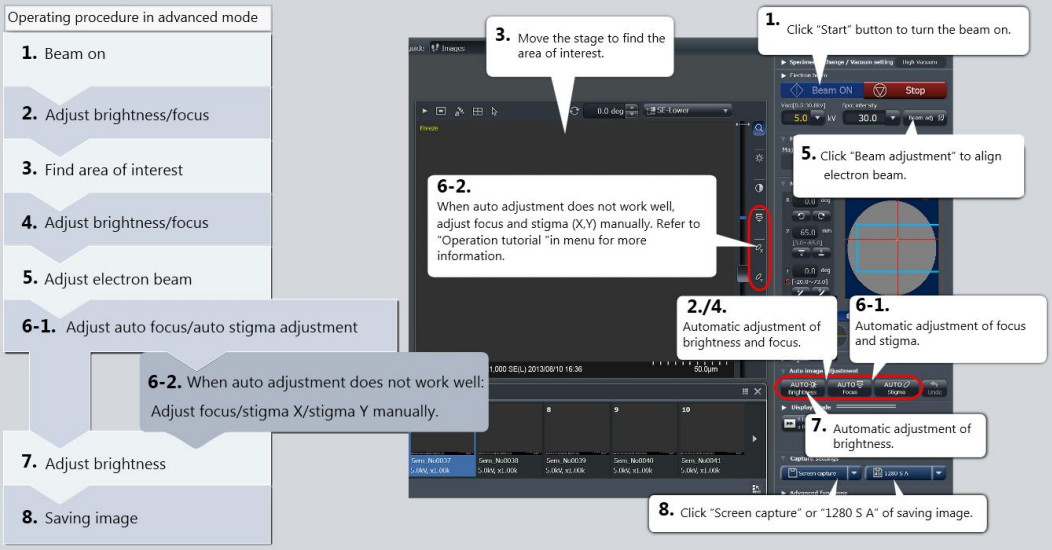
Index Close

Advanced guide

Advanced mode

Open "Observation/Analysis" in "Menu" and switch to "Advanced mode" allows to change to the operation screen. Microscope parameters such as accelerating voltage/spot intensity/observation signal etc, can be changed according to observation purposes.

Perform "Beam adjustment" as needed.



Index Close

其餘紙本原廠使用說明書，請至儀器室翻閱

7、參考文獻：

[1]. 陳力俊，材料電子顯微鏡學，行政院國家科學委員會精密儀器發展中心，2003

[2]. 汪建民，材料分析，中國材料科學學會，2001

[3]. 黃宏勝、林麗娟，FE-SEM/CL/EBSD 分析技術，檢測技術在奈米材料之應用專題，2003

[4]. 楊永盛、楊慶宗，電子顯微鏡原理與應用，1984

[5]. AkiraYoshida, YutakaKaburagi, YoshihiroHishiyama, Chapter 5 - Scanning Electron Microscopy, Materials Science and Engineering of Carbon：Characterization, 2016, 71-93.

[6]. Yimei Zhu, Hiromi Inada. Scanning Electron Microscopy, Encyclopedia of Nanotechnology, 2016, 3499-3507.

[7]. Matsusada Precision technical knowledge, basic knowledge of SEM.