



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

高解析穿透式電子顯微鏡

撰寫人：朱紋慧/曾湜雯

2022年5月31日

目錄

一、	前言簡介	1
1.	儀器名稱.....	1
2.	儀器廠牌型號.....	1
3.	代理商與維修廠商聯繫方式.....	1
4.	儀器規格.....	1
5.	服務項目.....	2
6.	機台建置過程.....	6
二、	背景知識與原理	7
1.	前言.....	7
2.	穿透式電子顯微鏡基本構造.....	7
3.	電子束與試片的交互作用.....	10
4.	像差來源.....	11
5.	穿透式電子顯微鏡成像原理.....	12
6.	掃描穿透式電鏡與高分辨高角環形暗場像.....	15
7.	搭載球面像差修正器的掃描穿透式電鏡.....	16
8.	成分分析.....	17
三、	機台介紹	20
1.	儀器外觀.....	20
2.	儀器週邊設備.....	21
3.	儀器廠務(水、氣)需求.....	22
4.	破真空用鋼瓶.....	23
5.	儀器硬體簡介.....	24
6.	控制面板簡介.....	25
7.	移動樣品軌跡球.....	26
8.	五軸樣品座介紹.....	27
9.	軟體介面.....	27
10.	真空狀態顯示介面	28
11.	樣品載具的選擇	29

四、	穿透式電子顯微鏡機台操作	30
1.	操作前確認.....	30
2.	放入 Specimen Holder 之確認.....	31
3.	放入 Specimen Holder.....	31
4.	電子束校正.....	32
5.	資料分析.....	37
6.	樣品退出前，須確認.....	38
7.	樣品退出.....	38
五、	搭載球面像差修正器之掃描穿透式電子顯微鏡(Cs-STEM)	40
1.	儀器軟體介面.....	40
2.	Cs-STEM 操作	41
六、	能量散佈分析儀(EDS)	46
1.	儀器軟體介面.....	46
2.	EDS 操作	47
七、	其他事項	61
1.	TEM 常用之檢測技術	61
2.	注意事項.....	70
3.	操作時，常見時十大問與答.....	72
八、	附件資料	75

一、前言簡介

本套儀器設備性能，是中南部唯一具球面像差修正電子顯微鏡，本套 JEOL-2100F Cs Corrector STEM 儀器性能，具高解像力為特色的一台場發射球面像差修正型掃描穿透式電子顯微鏡，可提供材料科學研究原子級分析水準的全方位功能，規格配備有 200KV 蕭基場發射式電子光源，CEOS 球面像差修正功能，Oxford EDS System 能量分散光譜分析儀，Gatan Enfina EELS 電子能量損失光譜分析儀，HAADF 和 STEM 偵測器，直徑可小至 0.12nm，觀測解析度可達 0.1nm，針對目前奈米級材料的各種觀測及化學分析或是化合物結晶構造的解析，各種晶格的缺陷結構，晶界間或相與相之間的原子級顯微結構分析研究，可藉由本套儀器設備來完成。

於 2021 年加入國科會尖端服務－臨場液態電顯設備，提供液態樣品實際動態觀察影像，實現原位表面或者相結構變化之動態研究，並透過後續功能擴充升級，建立中南部「多功能臨場電顯即時影像應用技術平台」，突破目前常態下觀察之電顯影像，以因應尖端研究的之需求。

1. 儀器名稱

高解析穿透式電子顯微鏡-搭載球面像差修正器的掃描穿透式電鏡(Ultrahigh Resolution Transmission Electron Microscope- Cs Corrector STEM)。

2. 儀器廠牌型號

日本/JEOL JEM-2100F+Cs Corrector STEM。

3. 代理商與維修廠商聯繫方式

- 代理商: 日本/JEOL/台灣總代理商為捷東公司代理購置與維修。
- 廠商聯繫方式: 台北總公司，聯絡電話:02-23952978。

4. 儀器規格

(1) 儀器配備功能：

- 搭載球面像差修正器之掃描穿透式電子顯微鏡(Cs Corrector STEM)
- 明場探測器(bright-field detector)
- 高角環形暗場像(Hight-Angle Annular Dark-Field, HAADF)
- 能量散佈分析儀(Energy Dispersive Spectrometer, EDS)
- 電子能量損失光譜分析儀(Electron Energy Loss Spectrometer, EELS)
- 數位影像系統(Digital Imaging System, CCD)

(2) 儀器規格，如表一所示。

表一、JEM-2100F+Cs Corrector STEM 配備規格

儀器功能項目	規格
電子槍(Electron Gun)	ZrO/W (100) Schottky type
加速電壓(Accelerating Voltage)	200 kV
解析度(Resolution)	Point Resolution $\leq 0.23\text{nm}$
	Lattice Resolution $\leq 0.10\text{nm}$
試片傾斜角度	X 軸 $\pm 35^\circ$ ；Y 軸 $\pm 30^\circ$
TEM 模式下放大倍率	X50~X1.5M

(TEM mode magnification)	
STEM 模式下放大倍率 (STEM mode magnification)	X20K~X15M
電子束大小(Spot Size)	TEM Mode:2~5nm
	EDS Mode: 0.5~2.4nm
	NBD Mode:0.5~2.4nm
	CBD Mode:0.5~2.4nm
	CL Apertures:200, 100, 40, 10 μ m
	OL Apertures:120, 60, 20 & 5 μ m
聚束電子束繞射 (Convergent Beam Electron Diffraction, CBED) 繞射角度	1.5~20 mrad
STEM CS CORRECTOR Resolution	0.12 nm at 200 kV
數位影像系統(CCD)	2k x 2k CCD sensor (each pixel 14 microns x 14 microns)
EDS	sensor size \geq 80mm ²
	Energy resolution: Mn 127eV
	Spatial resolution \geq probe size
	Chemical information: Good for element with Z > 13
EELS	Energy resolution: 0.8 eV
	1340 x100 pixels,20 x20 micron pixels
	Maximum frame rates: 200-300 FPS
	Chemical information: Sensitive to light elements such as C, N, and O

5. 服務項目

本儀器目前具備基礎研究與尖端服務之需求性，可依據實驗屬性不同加以規劃，如表二所示，為服務需求內容。

- 尖端服務實驗:由於尖端服務著重客製化實驗，該儀器除了擴充多功能(加熱、電化學等)外，亦提供完整實驗設計流程為理念，以服務多元客製化各項需求，提供各項

研究所需之尖端服務平台，探索研究上所有的可能性，提供前瞻研究之水準與亮點學術期刊產出。

- 基礎研究服務之需求性，觀察奈米級材料的各種顯微結構或是化合物結晶構造，各種晶格的缺陷結構，晶界間或相與相之間的原子級顯微結構及化學元素組成或分布。

表二、基礎研究與尖端服務需求列表

服務 運作平台	基礎研究	尖端服務
	高解析穿透式電子顯微鏡 儀器代碼[EM000800]	高解析穿透式電子顯微鏡-液態樣品 儀器代碼[EM013500]
服務項目	<ul style="list-style-type: none"> • 明、暗視野像(BF/DF image) • 選區電子繞射(SAED) • 奈米束繞射(NBED) • 收斂電子束繞射(CBED) • 掃描式穿透式影像(STEM)、高角度環形暗場像 (HAADF) • EDS 能譜分析(點、線、面分析) • 電子能量損失能譜分析 	<ul style="list-style-type: none"> • 臨場液體樣品(靜止狀態)觀察 • 臨場液體樣品(流動狀態)觀察 • 臨場電化學觀察(已規劃購買,建置中) • 臨場加熱觀察(已建置, 參數測試中, 待開放委託)
支援研究	<ul style="list-style-type: none"> • 金屬、陶瓷、半導體等試片之微細結構、缺陷、結晶構造、相變化靜態觀察 	<ul style="list-style-type: none"> • 臨場狀態下, 過渡相生成、成長動力學及缺陷等動態觀察 • 提供液態樣品客製化服務委託
儀器 預約方式	<p>序號預約</p> <ul style="list-style-type: none"> • 於國科會預約網站預約, 每月 28 日中午 12:30 開放校內、校外序號 • 成大”後補預約”系統每月序號預約不到者, 可至成大核心設施貴重儀組網頁”使用者預約儀器後補登記”進行後補 	<p>序號預約</p> <ul style="list-style-type: none"> • 於國科會網站預約, 尖端服務需先提出簡易計畫申請書至委託單位, 再經由國科會進行最後審核 • 因需了解液態樣品材料性質, 申請前需與負責人-朱紋慧 博士(Mail: Z11005046@ncku.edu.tw)討論實驗細節

成大核心設施中心於國科會基礎研究核心設施預約服務管理系統開放三台穿透式電子顯微鏡加入委託服務，表三列出三台穿透式電子顯微鏡儀器簡介。

表三、成大核心設施中心於國科會儀器服務預約之三套穿透式電子顯微鏡儀器

單位	儀器名稱	儀器代碼	型號	儀器性能	開放服務
貴重儀器組	高解析穿透式電子顯微鏡	[EM000800]	JEM-2100F Cs STEM	加速電壓 200 KV	2010 年
				解析度 0.1 nm	

貴重儀器組	軟物質穿透式電子顯微鏡	[EM000900]	JEM-1400	加速電壓 80-120 KV	2007 年
				解析度 ~15nm 粒徑大小	
微奈米組與 貴重儀器組	穿透式電子顯微鏡	[EM012300]	JEM-2010	加速電壓 200 KV	2021 年 加入貴儀 開放服務
				解析度 0.2 nm	

針對三台穿透式電子顯微鏡其委託服務項目、性能比較簡要說明如表四所示，委託者可依照樣品需求，選擇不同解析度、不同檢測需求之穿透式電子顯微鏡檢測。

表四、三台穿透式電子顯微鏡其委託服務項目

儀器代碼	型號	儀器服務項目	目前該儀器缺乏之功能	預約方式	注意事項
高解析穿透式電子顯微 [EM000800]	JEM-2100F Cs STEM	<ul style="list-style-type: none"> ✓ 高解析晶格影像 ✓ 明、暗場像 ✓ 繞射(SAED、NBED) ✓ STEM/HAADF 影像 ✓ EDS 元素分析 ✓ EELS 能譜 	<ul style="list-style-type: none"> ➢ 低電壓高解析 (低於200KV) ➢ EELS 無影像 Mapping 功能 	序號	<ul style="list-style-type: none"> • 高分子裂解溫度需達 350°C 以上 • 強磁性材料 • 具揮發、易分解、釋出氣體之樣品
高解析穿透式電子顯微鏡-液態樣品 [EM013500]	Poseidon Select	<ul style="list-style-type: none"> ✓ 即時動態影像輔助修正軟體 ✓ 臨場液體樣品(靜止狀態)觀察 ✓ 臨場液體樣品(流動狀態)觀察 ✓ 臨場電化學觀察 (已規劃購買，建置中) ✓ 臨場加熱觀察-於 (已建置，參數測試中，待開放委託) 	<ul style="list-style-type: none"> ➢ 動態數位影像擷取系統 ➢ 液態樣品粒徑大小 20nm~450nm ➢ 溶劑(有關設備相容性問題，需先討論實驗條件) ➢ 加熱溫度只到 100°C 	序號	該液態載具通用於 JEOL 機台，可依照樣品條件需求選擇[EM000800]與[EM012300]機台拍攝
軟物質穿透式電子顯微鏡 [EM000900]	JEM-1400	<ul style="list-style-type: none"> ✓ 影像形貌 ✓ 軟性、高分子材料 ✓ 不含水分過多之 	<ul style="list-style-type: none"> ➢ 高解析晶格影像 ➢ 明、暗場像 ➢ 繞射 	序號	樣品如有高解析晶格、繞射、元素分析，其拍

		生物樣品 ✓ 磁性物質	➤ EDS 元素分析 ➤ 粒徑<15nm 不易拍攝 ➤ EELS 能譜		攝需求不適用
穿透式電子顯微 [EM012300]	JEM-2010	✓ 高解析晶格影像 ✓ 明、暗場像 ✓ 繞射(SAED) ✓ 動態數位影像擷取系統	➤ EDS 元素分析 ➤ EELS 能譜	序號	樣品如有元素分析需求不適用

一般而言，初階使用者常用 TEM 檢測分析技術如下(TEM 其他檢測分析技術需求與實例將列於”七、其他事項”中舉例說明):

(1) 明場像與暗場像(以金奈米粒子為例)：如圖 1 所示，為振幅對比影像。

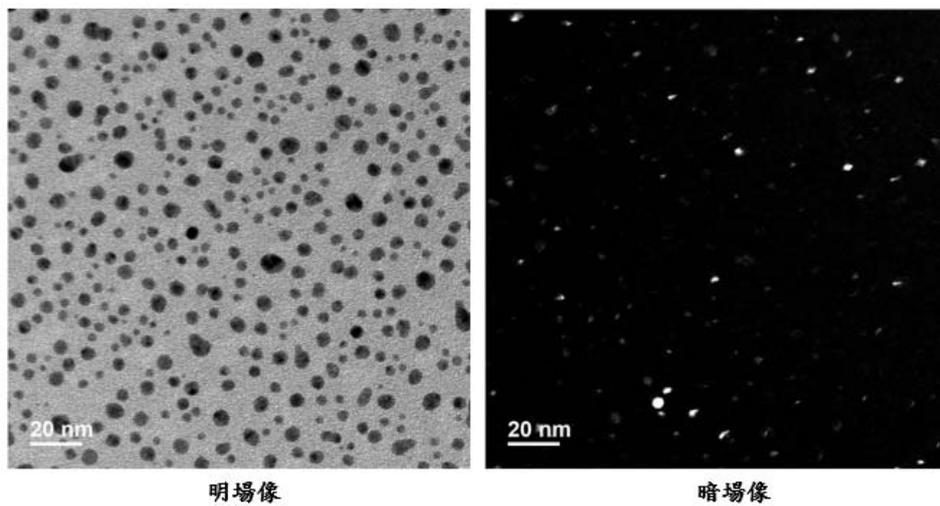
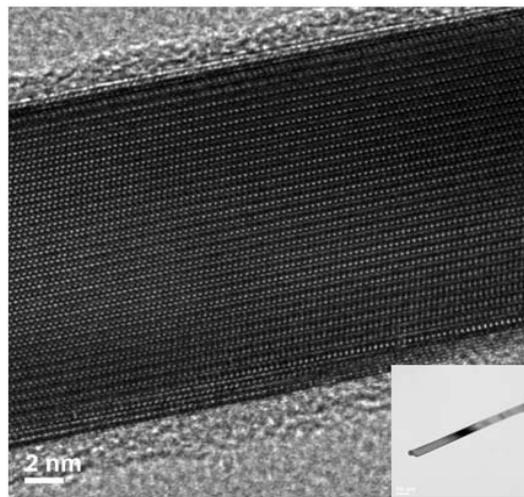


圖 1、金奈米粒子明暗場像

(2) 高解析影像(以氧化鋅奈米線為例)：如圖 2 所示，為相對比影像。



高解析晶格影像

圖 2、為氧化鋅奈米線高解析晶格影像圖

(3) 繞射圖形：

選區繞射(Selected Area Electron Diffraction Pattern, SAED)：適用於 0.2 微米到數十微米的分析區域。多晶呈現環狀圖形；單晶呈現點狀對稱結構，如圖 3 所示。

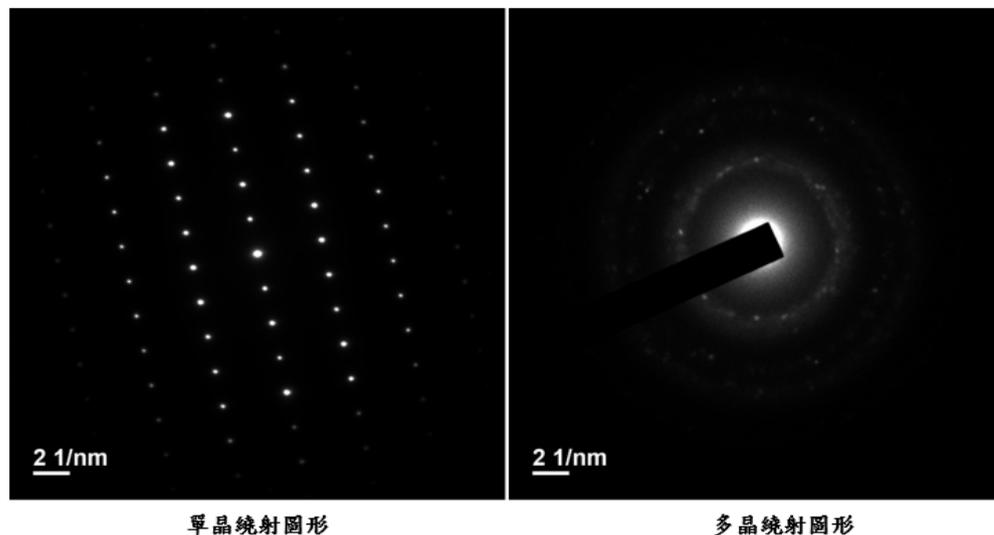


圖 3、單晶與多晶繞射圖形

6. 機台建置過程

本套儀器其空間、環境於符合儀器量測規格下建置，溫濕度控制(恆溫恆濕)，噪音(<60dB)，氣流(<1Pa)皆符合儀器要求標準。高解析穿透式電子顯微鏡由頂尖大學計畫經費、國科會貴儀計畫經費、建教經費補助，於 2009 年 12 月裝機完成，並於 2010 年納入貴重儀器中心運作服務，其儀器建置如表五所示：

表五、高解析穿透式電子顯微鏡設備一覽表

儀器與週邊設備	規格、功能	單位	數量	購置時間/置放地點	經費來源
高解穿透式電子顯微鏡	具有200 kV加速壓，球面像差修正功能，可觀察高解析穿透電子像，晶格繞射，原子級明、暗場影像分析	套	壹	98年12月 儀設大樓B109室	一流大學計畫
能量分散光譜分析儀	英製 Oxford EDS system，可做特定區域化學元素組成定性與半定量及分佈圖譜分析	套	壹	98年12月 儀設大樓B109室	一流大學計畫及建教經費

電子能量損失能譜分析儀	美製 Gatan-Model 776 Enfina 1000 型，可做特定區域化學元素定性與半定量、分佈圖譜及原子鍵結電子組態分析	套	壹	98年12月 儀設大樓 B109 室	國科會
數位影像系統	美製 Gatan CCD Camera 2K×2K Pixel Ultrascan 1000 型 Software for Cs Corrector FE-TEM	套	壹	98年12月 儀設大樓 B109 室	一流大學 計畫
高效能等離子清潔機	美製 FISCHIONE 1020 型 PLASMA CLEANER改善觀察樣品的積碳效應。	套	壹	99年12月 儀設大樓 B109 室	國科會及 建教經費

二、 背景知識與原理

1. 前言

受制於可見光之波長，一般光學顯微鏡之解像極限僅達 0.2 mm，不能滿足當代科學研究的需求，因而才有穿透式電子顯微鏡(transmission electron microscopy, TEM) 的發展。穿透式電子顯微鏡的理論起源於 1924 年 de Broglie 首先發表之粒子波動說，考慮高速下之相對論效應，當加速電壓為 100 kV 時電子束波長約為 0.037 Å，加速電壓為 200 kV 時電子束波長約為 0.025 Å。由於電子物質波的波長遠短於可見光之波長範圍，大幅提升了顯微解像能力。第一架實用穿透式電子顯微鏡由德國 Ernst Ruska 於 1934 年發明，而第一架商用穿透式電子顯微鏡由德國的 Siemens 公司 1938 年生產。穿透式電鏡的應用使科學研究的領域提升至超顯微的世界，大幅加速了生物、醫學及材料科學等領域的進展，也讓 Ruska 於 1986 年得到諾貝爾物理獎⁽²⁾。

2. 穿透式電子顯微鏡基本構造

基本的穿透式電子顯微鏡構造如圖 4 所示，可大致分為六部分⁽⁴⁾：

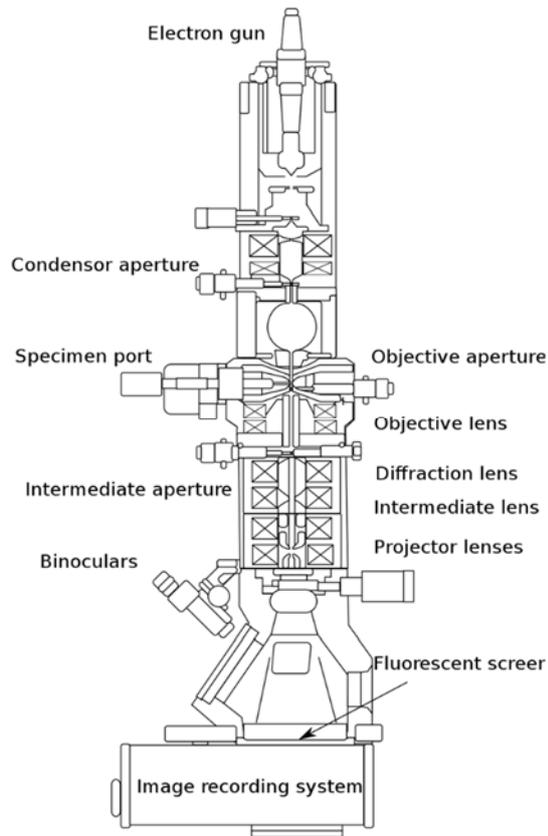


圖 4、基本的穿透式電子顯微鏡結構圖⁽¹⁾

- (1) 電子槍一功能在於產生電子束，提供一高能量、足夠亮度，且穩定光源，有鎢絲、六硼化鏷(LaB₆)、場發射式三種類型。鎢絲與六硼化鏷都屬於熱游離發射型(thermionic emission)，如圖 5 所示，鎢絲屬於直接加熱型，而六硼化鏷單晶屬於間接加熱型。

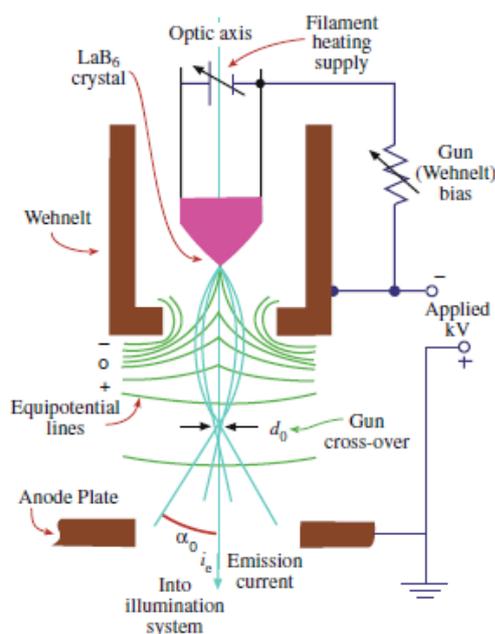


圖 5、電子槍基本構造意識圖⁽³⁾

場發射電子槍(FEG)其操作溫度可分為冷場發射電子槍(Cold FEG)、熱場發射電子槍(Thermal FEG)，和蕭基場發射槍(Schottky FEG)三種。冷場發射電子槍有最小的電子束，適宜高解析掃描式影像；成分分析需要大量的光源，較偏好熱場發射電子槍；蕭基場發射槍利用氧化鋯(ZrO)薄膜改善鎢絲燈表面性質，所以操作溫度介於冷場發射電子槍和熱場發射電子槍之間，是目前最普遍使用的型式，如圖 6、圖 7 所示。

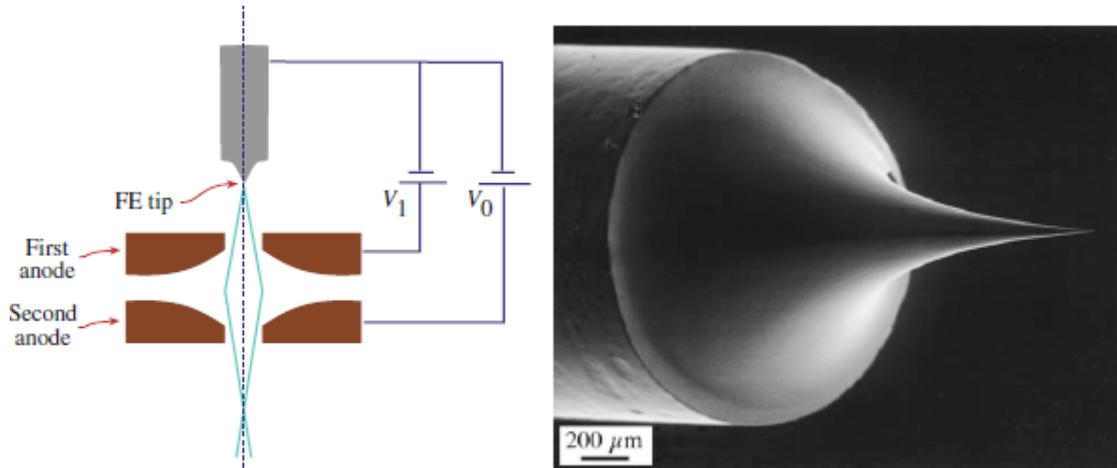


圖 6、場效型電子槍示意圖，有兩個陽極；圖 7、為場效型電子槍尖端前緣⁽³⁾

(2) 電磁透鏡系統—功能在於偏折電子束，使之聚焦。TEM 內的電磁透鏡組從上到下主要有四組：聚光鏡(Condenser lens)、物鏡(Objective Lens)、中間透鏡(Intermediate Lens)、和投影射透鏡(Projective Lens)。

- 聚光鏡:功能在於調整電子槍發出的電子束，使其均勻地或集中地，垂直或傾斜射入試片。先進的 TEM 在電子槍後通常有兩組聚光鏡，簡稱 C1 透鏡和 C2 透鏡。第一組聚光鏡(C1)的功能主要在於縮小從電子槍發射出來的電子束；第二組聚光鏡(C2)的功能主要在於改變落於試片上的電子束收縮與發散狀態。
- 物鏡:物鏡為 TEM 中最主要的透鏡組，功能在使通過試片的電子凝聚形成繞射圖案和放大影像。
- 中間透鏡:功能在於將電子繞射圖案或影像放大，並傳送至投射透鏡，如圖 8 所示。在影像模式時，中間透鏡屬於強激發狀態，聚焦短，所以「物」是較靠近中間透鏡，第一成像面上的「第一影像」，「像」則是放大的影像。切換至繞射模式時，中間透鏡轉到弱激發狀態，聚焦較長，所以「物」是位於後聚焦面上的「繞射圖案」，「像」則是放大的繞射圖案。

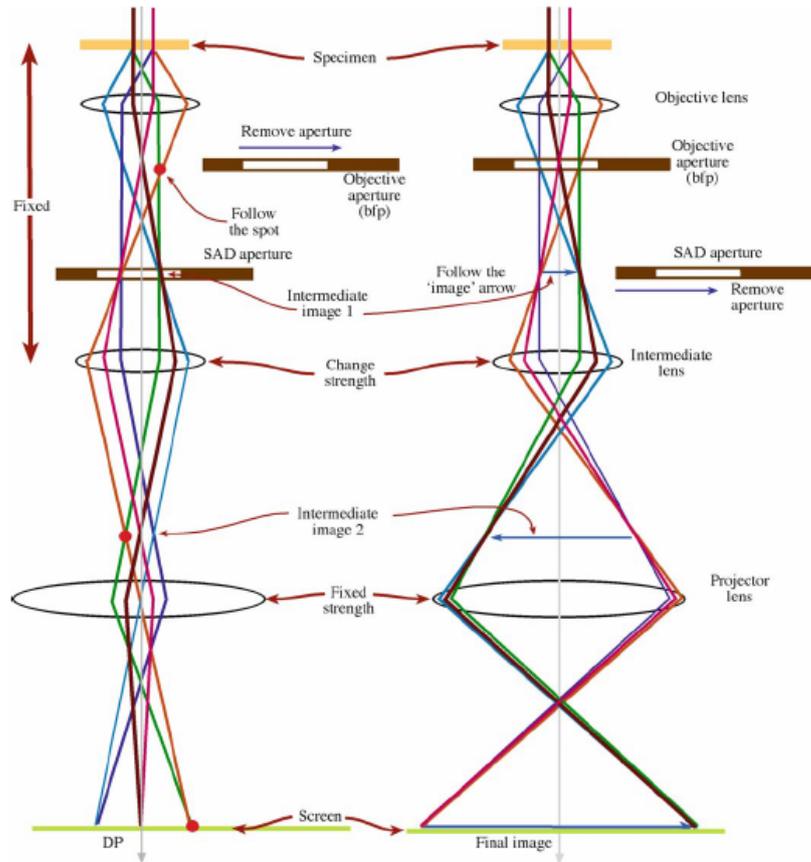


圖 8、繞射模式電子束路徑示意圖 圖為影像模式電子束路徑示意圖⁽³⁾

• 投射射透鏡:以中間透鏡的「像」做為「物」,放大並投射於螢光屏或其他影像偵測器上。

(3) 光圈—功能如下:

- a. 過濾偏離物鏡光軸太遠的電子,改善影像聚焦狀況
- b. 提高影像對比
- c. 選擇只有直射電子束或單一繞射電子束,形成明場像或暗場像。

(4) 螢光屏—螢光屏上塗有螢光物質(ZnS),當電子束打到螢光物質時,會激發螢光物質使其放出綠色的可見光,因此可將投射透鏡放大的電子影像或繞射圖案轉換成可見光影像。

(5) 試片室—試片基座 (Sample Holder) 可分兩類:側面置入 (Side Entry) 和上方置入 (Top Entry),若需作臨場實驗則可依需要配備可加熱、可冷卻、可加電壓或電流、可施應力、或可變換工作氣氛的特殊設計基座。

(6) 數位相機—目前安裝於 TEM 的數位相機,以慢速掃描電荷耦合裝置(slow scan charged-coupled device,SS CCD)為主,以無透鏡是為主要使用,最上層為一厚度的鋁箔薄膜,其作用在於做為鍍磷的載體和反射光子,將穿過的旅魔高能電子換成光子,經過光纖傳至 CCD,CCD 再將光子轉換成低能量電子傳至後續迴路中處理。

3. 電子束與試片的交互作用

電子與物質作用所產生的訊號如圖 9 所示，可分為三大類：

- (1) 電子訊號-穿透電子(包括直射電子、彈性散射電子、非彈性散射電子)、反射電子(背向散射電子)、被吸收電子、激發電子(包括二次電子及歐傑電子(Auger electron))。
- (2) 電磁波訊號-X 光射線(包括特性及制動輻射)、可見光(陰極發光)。
- (3) 電動勢-由半導體中電子-電洞對的產生而引起。

根據電子與物質作用所產生的訊號，穿透式電子顯微鏡的分析主要可分為三種：

- (1) 擷取穿透物質的直射電子(Transmitted Electron) 或彈性散射電子 (Elastic Scattering Electron) 成像。
- (2) 作成電子繞射圖樣 (Diffraction Pattern, DP)來作晶體結構的判定。
- (3) 搭配 x-ray 能譜分析儀(EDS) 或電子能量散失分析儀(Electron Energy Loss Spectroscopy, EELS) 作化學成份分析。

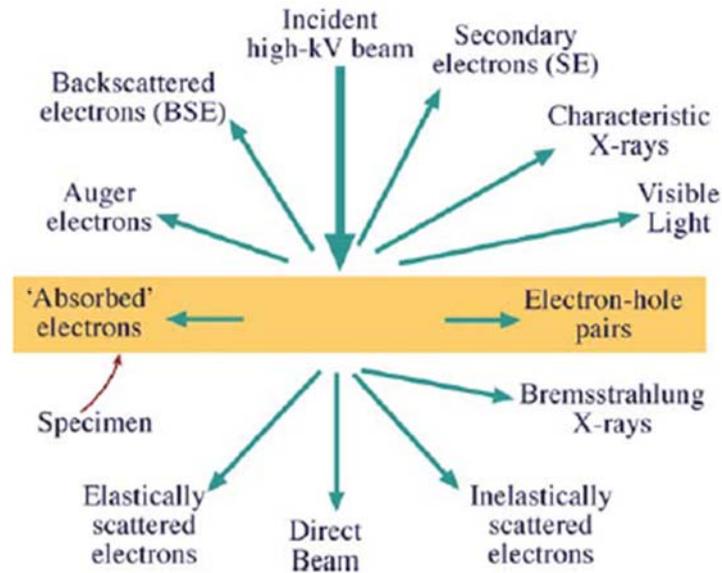


圖 9、電子束與試片作用所產生的各項訊號⁽³⁾

4. 像差來源

穿透式電子顯微鏡的解析度主要與電子的加速電壓（亦即波長）和像差 (Aberration) 有關。加速電壓愈高，波長愈短，解析度也愈佳，同時因電子動能增高，電子對試片的穿透力也增加，所以試片可觀察的厚度也能相對增加。另外影響解析度的因素是像差，像差的來源大致有四種⁽⁴⁾：

- (1) 繞射像差 (Diffraction Aberration) — 這是物理光學的基本限制。
- (2) 球面像差 (Spherical Aberration) — 來自物鏡的缺陷，不易校正。如圖 10 所示。

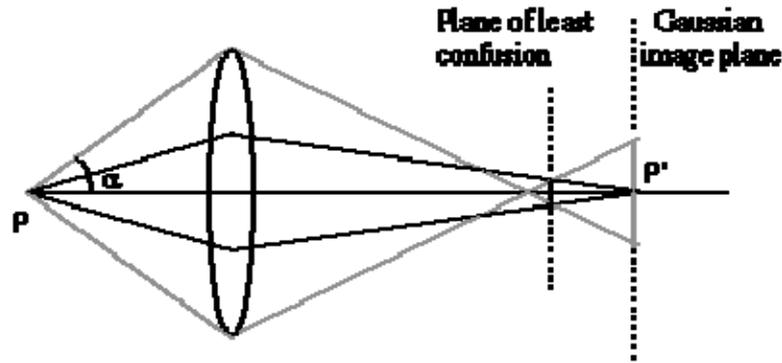


圖 10、球面像差示意圖

- (3) 散光像差 (Astigmatism) — 這是由物鏡磁場不對稱而來，因為圓形對稱軟鐵磁片製作時精度控制困難，同時顯微鏡使用中，污染的雜質附於極片上也導導致像差，一般用像差補償器 (Stigmator) 產生與散光像差大小相同方向相反的像差來校正。如圖 11 所示。

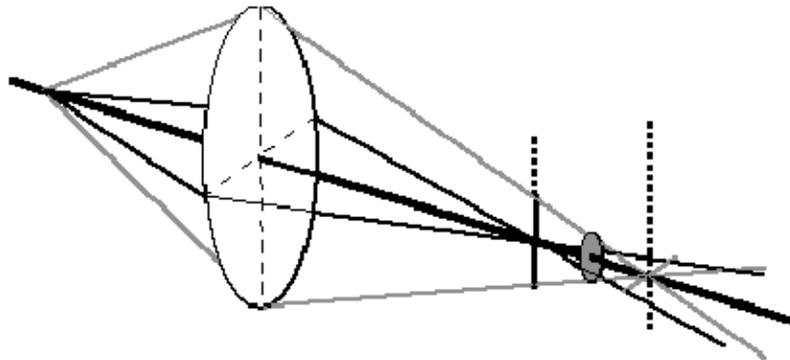


圖 11、散光像差示意圖

- (4) 波長散佈像差 (Chromatic Aberration) — 因為電子的波長會隨著加速電壓或透鏡電流不穩而改變，也可能與試片作非彈性碰撞喪失能量，所以電磁透鏡的焦距變化與入射電子能量有關，可以據此導出影像模糊的半徑與波長散佈像差係成正比。如圖 12 所示。

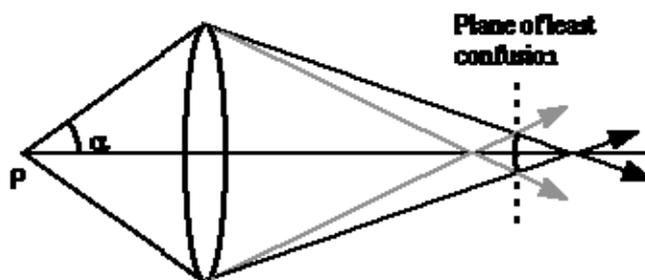


圖 12、波長散佈像差示意圖

5. 穿透式電子顯微鏡成像原理

穿透式電子顯微鏡 (TEM) 主要是使用電子束讓樣品成像。使用高能量電子束，讓超薄樣品的圖像分辨率可以達到 1\AA 以下的解析度。和掃描式電子顯微鏡 (SEM) 相比，TEM 具有更好的空間解析度，並且能夠作額外的分析測量。TEM 不僅可

以獲得較好的圖像解析度，也可以得到晶體結構特性、結晶取向(藉由繞射圖形)、元素圖譜(使用能量散射能譜(Energy Dispersive Spectroscopy, EDS)或電子能量損失光譜(Electron Energy Loss Spectroscopy, EELS)，並且得到明顯的元素對比圖(暗場模式)，這些方式都可在精確地定位到奈米等級的區域來進行分析。

電子束穿透樣品所得到的透射電子束的強度及方向均發生了變化，由於試樣各部位的組織結構不同，因而透射到螢光屏上的各點強度是不均勻的，這種強度的不均勻分佈現象就稱為對比，所獲得的電子像稱為透射電子對比影像。其形成的機制有兩種：

(1) 相位對比影像(Phase contrast image)

相位對比由直射與繞射電子束經透鏡系統重合，相互干涉而生成。對鑑別率較佳之電子顯微鏡而言，由直射與繞射電子束干涉所生成之干涉條紋常與繞射電子束對應晶格平面投影有一定關係，稱為晶格像(lattice image)。而在適當條件下，由多電子束干涉情況可觀察到原子結構(atomic structure) 影像。

(2) 振幅對比影像(Amplitude contrast image)

振幅對比是由於入射電子通過樣品時，與樣品內原子發生相互作用而發生振幅的變化，引起反差。振幅對比主要有質量厚度對比和繞射對比兩種，分述如下。

a. 質量厚度對比(mass-thickness contrast)

質量厚度對比源於試片對入射電子束之散射程度不同而產生之對比。當入射電子束經過試片時，因為入射電子與試片之原子核產生彈性碰撞(拉賽福散射，Rutherford scattering)，使電子束散射而偏離入射光軸。相對於沒有被原子核散射之原子而言，產生散射而偏離入射光軸之電子束，造成螢幕上單位面積內之光子數減少，強度降低而形成對比。拉賽福散射與彈性散射截面積(cross section)及平均自由路徑(mean free path) 有關，也就是說與原子序 Z 、密度 ρ (或質量厚度 t) 有關。當試片之質量厚度(原子序、密度或厚度) 越大時，其產生之電子散射程度也越多，而越多被散射的電子偏離入射軸，在螢光幕下所呈現出來之對比也愈明顯，以致在明視野產生強度的不同而觀察到影像如圖 13 所示；在明視野像中黑暗區域是較高散射的區域。由於通常試片厚度之變化不大，所以質量厚度對比可視為原子序對比(Z contrast)。

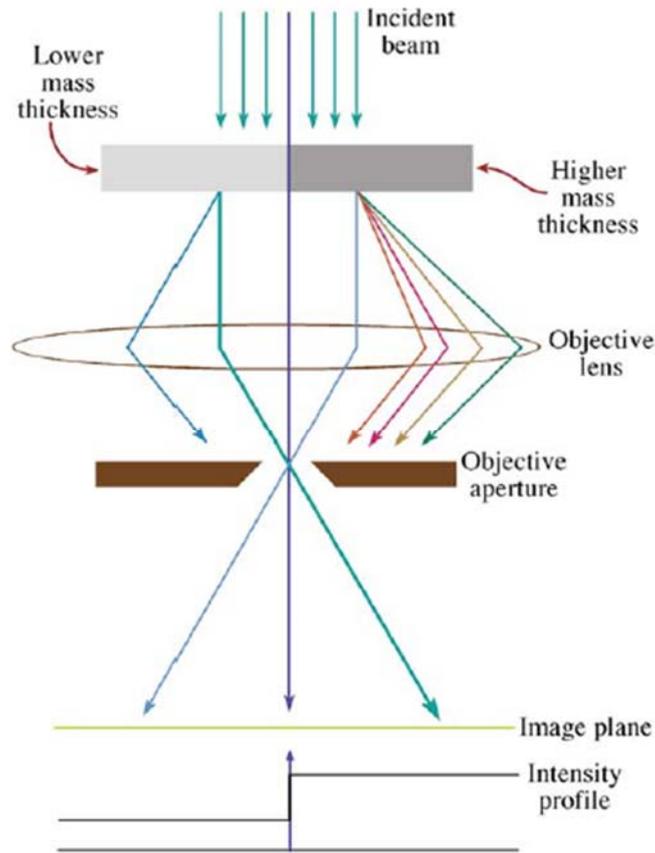


圖 113、在明視野成像之質量厚度對比機制。因試片為厚或高的原子序區域(深色)比薄或低的原子序區域(淺色)有較多被散射的電子偏離入射軸，所以在螢光幕下呈現較暗區域⁽³⁾

b. 繞射對比(diffraction contrast)

繞射對比是由電子束照射試片各部分之繞射條件不同而生成的兩種成像方式，即明視野(bright-field,BF)影像，如圖 14(A)，與暗視野(dark-field,DF)影像，如圖 14(B)。BF 影像是由物鏡光圈擋住繞射電子束，僅讓直射電子束通過而成像；DF 影像則由物鏡光圈擋住直射電子束，僅讓繞射電子束通過成像。在觀察暗視野像時，因偏離透鏡軸方向球面像差較大，常用傾斜入射電子束方法使得繞射電子束方向與透鏡軸方向重合，稱為中心暗視野(centered dark-field,CDF)影像，如圖 14(C)。對於結晶材料來說，當晶格面和電子束的夾角為布拉格(Bragg)角度時，會產生強烈的繞射，繞射電子束和直射電子束的夾角往往比散射的角度還要大，因此置入物鏡光圈後，產生強烈繞射的晶粒的成像電子數目就相對減少，形成影像中較暗的區域⁽⁴⁾。

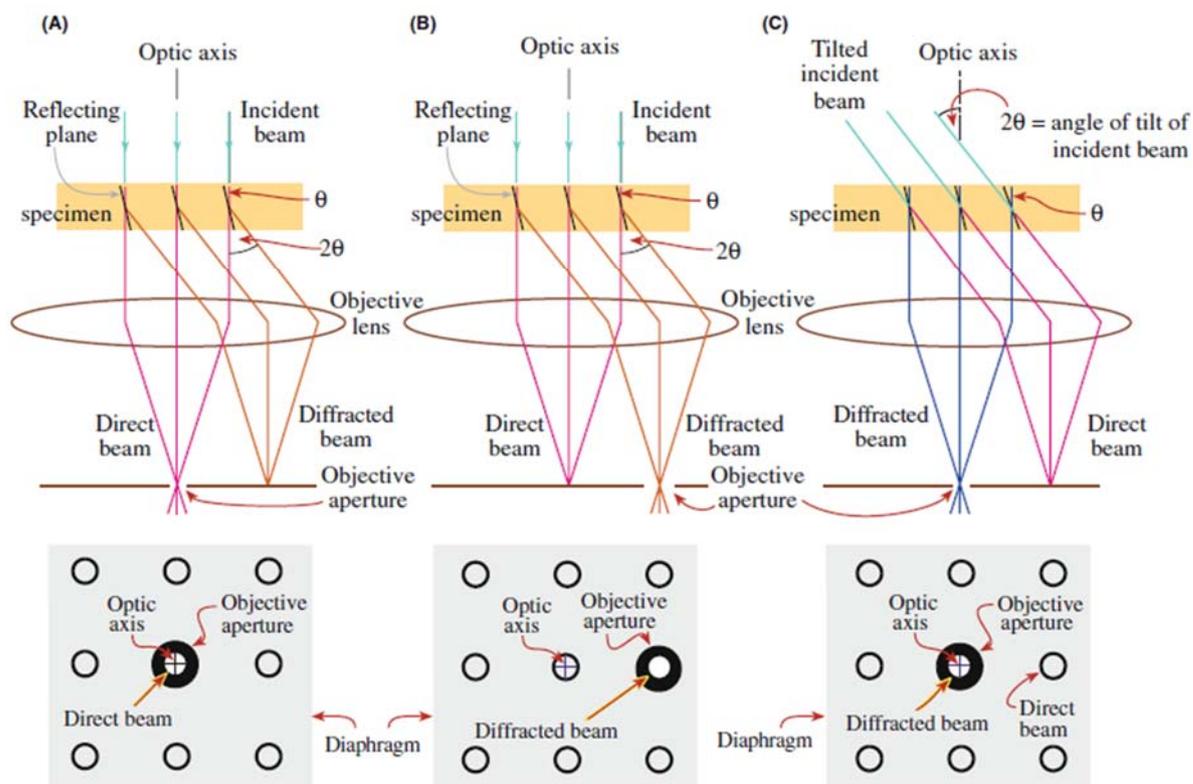


圖 14(A)繞射對比的明視野像(BF) 與圖 14(B)暗視野像 (DF)分別由直射及繞射電子束成像，其餘電子束則由物鏡光圈擋住。圖 14 (C)為中心暗視野 (centered dark-field,CDF)影像，是利用傾斜入射電子束的方法使得繞射電子束方向與透鏡軸方向重合來獲得的暗場影像⁽³⁾

6. 掃描穿透式電鏡與高分辨高角環形暗場像

掃描穿透式電鏡(Scanning Transmission Electron Microscope, STEM)利用掃描線圈將電子探束(electro probe)在試樣表面做往覆掃描的動作，並收集不同散射角度的電子後成像的探測器，如明場探測器(bright-field detector)或環形暗場探測器(Annular Dark-Field detector)，形成的影像稱之為明場(BF)影像或環形暗場(ADF)影像。假使將環形暗場探測器的內環孔徑相對增大(即收集電子的散射角度相度增大)，則會接收相對大角度的散射電子，而形成所謂的高角環形暗場像(Hight-Angle Annular Dark-Field, HAADF)像，如圖 15 所示為掃描穿透式電鏡探測器成像示意圖⁽⁴⁾。

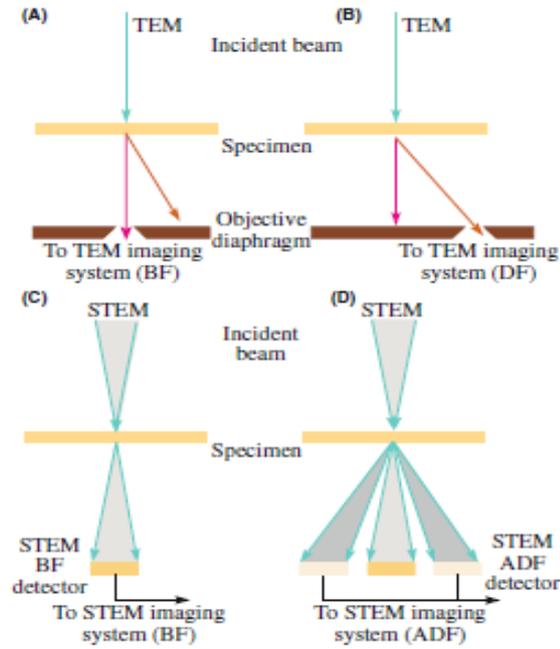


圖 15、穿透式電子影像與掃描穿透式電鏡中掃描線圈與電子束作用，環形暗場探像、明/暗場像示意圖⁽³⁾

STEM 的 HAADF 影像為一種非相干影像。影像中的每一個亮點反映真實晶體結構中的原子柱(atomic column)，且亮點的強度與原子序的 1.7 次方成正比。所以該影像對於原子序的差異敏感，可稱為原子序對比(Z-contrast)影像。

7. 搭載球面像差修正器的掃描穿透式電鏡

由於一般電磁透鏡其電磁場為一種旋轉對稱關係，使得電子束再經過電磁透鏡邊緣與接近光軸位置受到不同偏折力而導致球面像差的產生，球面像差的存在限制了形成最小電子探束尺寸的能力與電子探束電流強度，繼而影響影像的分辨率與影像的雜訊比。因此，其修面像差修正器的設計為利用兩個六極(Hexapole)電磁透鏡與兩組附加傳遞雙合圓形透鏡所組成，如圖 16 所示⁽³⁾。

本套儀器為外加搭載球面像差修正器的掃描穿透式，Cs 屬早期 Cs 功能，只能修正 C3 無法修 C5 功能，隨目前機型推陳出新，其 Cs 成熟技術已能到達 $<1\text{\AA}$ 的影像解析度。

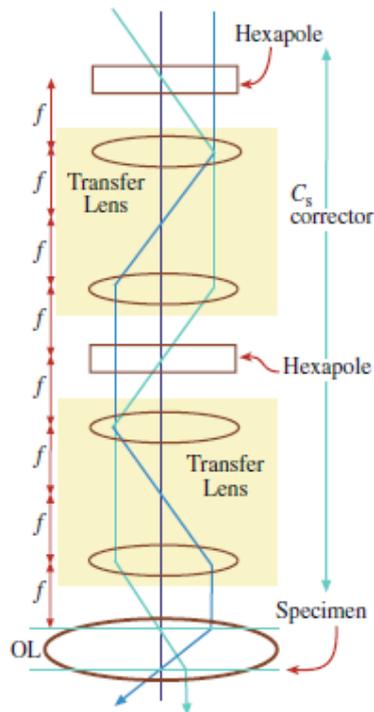


圖 16、具有球面像差修正器的透鏡組成示意圖⁽³⁾

其光學原理為:

- 由第一組六極電極電磁透鏡所產生的非旋轉對稱的二階像差，可被第二組六極電極電磁透所補償。
 - 由於六極電極電磁透鏡具有非線性繞射本質，其會產生附屬的旋轉對稱三階球差，但這附屬的三階球差係數的符號“+”與物鏡係數的符號“-”相反，可以利用改變通過球面像差修正器的電流來完全補償物鏡的球面像差。
8. 成分分析

於 STEM 中加裝能量散射能譜儀(EDS)和電子能量損失能譜儀(EELS)，收集特性 X-ray 的訊號或透過試樣的彈性散射(elastic scattering)與非彈性散射(inelastic scattering)電子訊號，可用來做進一步的成分、元素的化學鍵結情形與材料電子組態的分析。

能量散射能譜儀(EDS)其原理為高能電子撞入材料組成員數的原子內層，將內層電子撞擊出時，該原子處於高位能的激發狀態，為降低系統的能量，外層電子必須跳入內層電子，並將多餘的能量以 X-光的形式釋出。由於每一種元素原子的電子軌道都有特定能階，所以釋出的 X-光的能量由其特定的值，稱之為特性 X-光，可用來鑑定元素的種類。

電子軌道從最靠近原子核的內層軌道往外，依序被命名為 K 層、L 層、M 層等，如圖所示。如電子從 L 層掉落 K 層，釋放出的特性 X-光稱為 K_{α} ；從 M 層掉落 K 層，釋放出的特性 X-光稱為 K_{β} 。電子從 M 層掉落 L 層，釋放出的特性 X-光稱為 L_{α} ，依序類推，如圖 17 所示⁽⁴⁾。

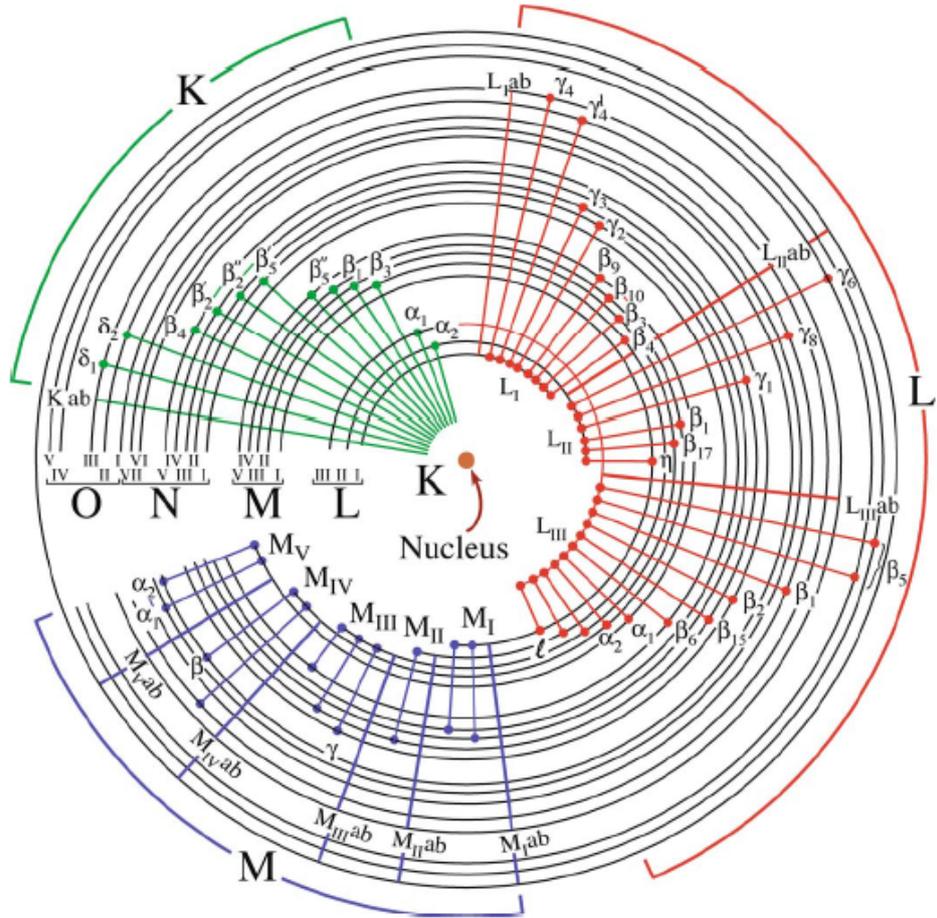


圖 17、特性 X-光產生示意圖⁽³⁾

EDS 主要構造，如圖 18 所示，當電子撞擊樣品後產生 X 光訊號，經過保護窗（通常是 Be 窗 或高分子超薄窗）進入 Si(Li) 偵測晶體，產生的電子電洞對經由逆向偏壓將電荷脈衝送至場效電晶體 (FET) 後，轉換成電壓脈衝訊號，再經主放大器作濾波及放大，隨後多通道分析儀 (multi-channel analyzer, MCA) 依各電壓脈衝大小分類於不同能量位置通道上，而由電腦軟體將光譜結果以能量(單位為 keV)對計數量(單位為 counts) 的型式顯示⁽⁸⁾。

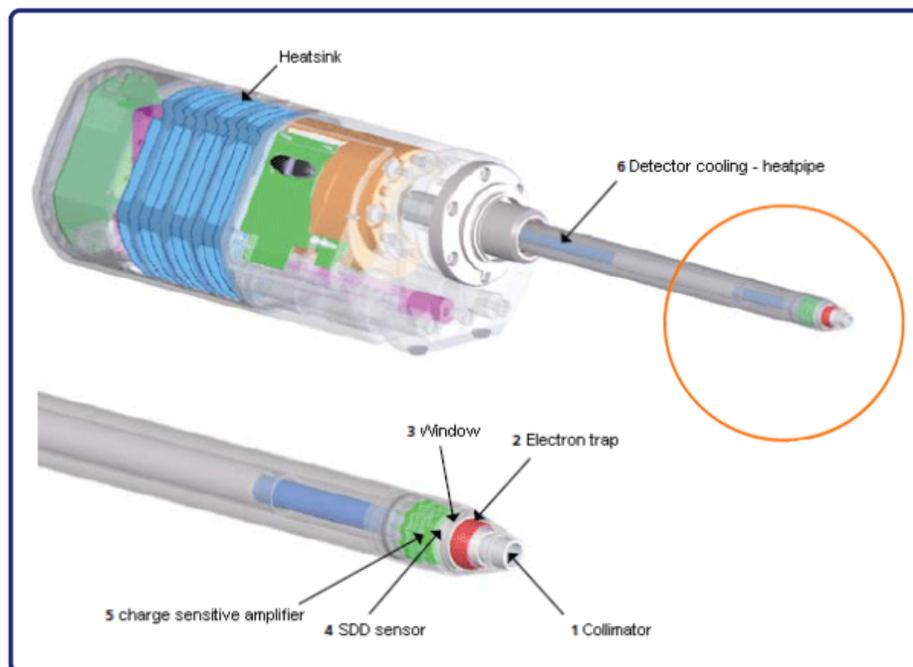


圖 18、EDS 構造示意圖⁽⁹⁾

EDS 主要構造說明如下:

- 散熱片(Heatsink):排除產生之熱能，散熱用。
- 準直管(Collimator):排除產生自試片以外的 X 光訊號。
- 電子訊號捕捉器(Electron Trap):用於捕捉 X 光訊號。
- 視窗(Window):該視窗功能用於盡可能讓所有 X 光訊號進入，又必須有足夠的機械強度維持真空，目前常使用鈹窗取代，這類薄窗稱之為超薄窗。
- 矽漂移偵測器 (silicon drift detector, SDD):SDD 偵測晶體設計如圖 19 所示，在上方 X 光接收端設計了大面積的 p-type Si，下方則將 n-type Si 縮小在中心，此外下方設計許多條狀的 p-type Si，整個晶體施予逆向偏壓 (p-type 接負電、n-type 接正電)，但條狀的 p-type Si 的負電壓則由外圍往中心遞減。當 X 光在本質區形成電子電洞對時，電洞上方陰極移動，而電子則順著電位漏斗往陽極移動，由於上下都有負電位，因此各電子群將在被侷限在一定的範圍內依序前進，遠比 Si(Li)的平板設計更能控制電子群之路徑⁽⁸⁾。

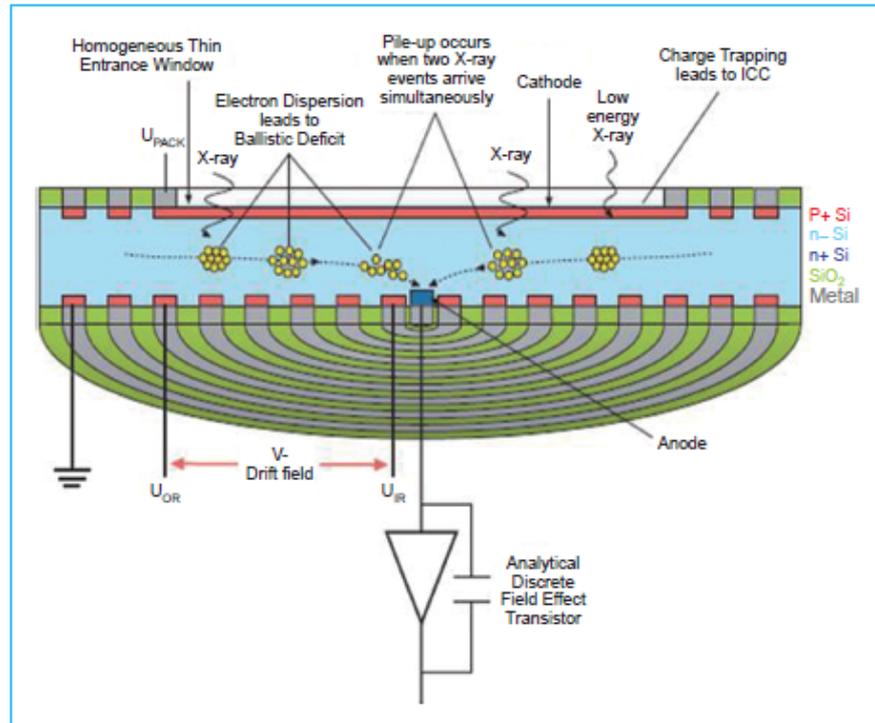


圖19、SDD偵測晶體構造示意圖⁽⁹⁾

- 電荷靈敏放大器(Charge sensitive amplifier):將產生電子流向正極，形成一電流脈衝，經鄰場效電晶體(FET)放大後，傳入主放大器，將電流脈衝轉換電壓脈衝，並將大訊號送入復頻分析器，將進入的類比訊號轉換成數位訊號⁽⁸⁾。
- 偵測器降溫之導熱管(Detector cooling-heatpipe): 由於 SDD 的低雜訊特性，使得並不需太低的溫度來降低雜訊，因此已用電子冷卻取代液氮冷卻，工作溫度在 -20°C 至 -40°C 之間⁽⁸⁾。

三、機台介紹

1. 儀器外觀

如圖 20 所示，為高解析穿透式電子顯微鏡整體外觀。

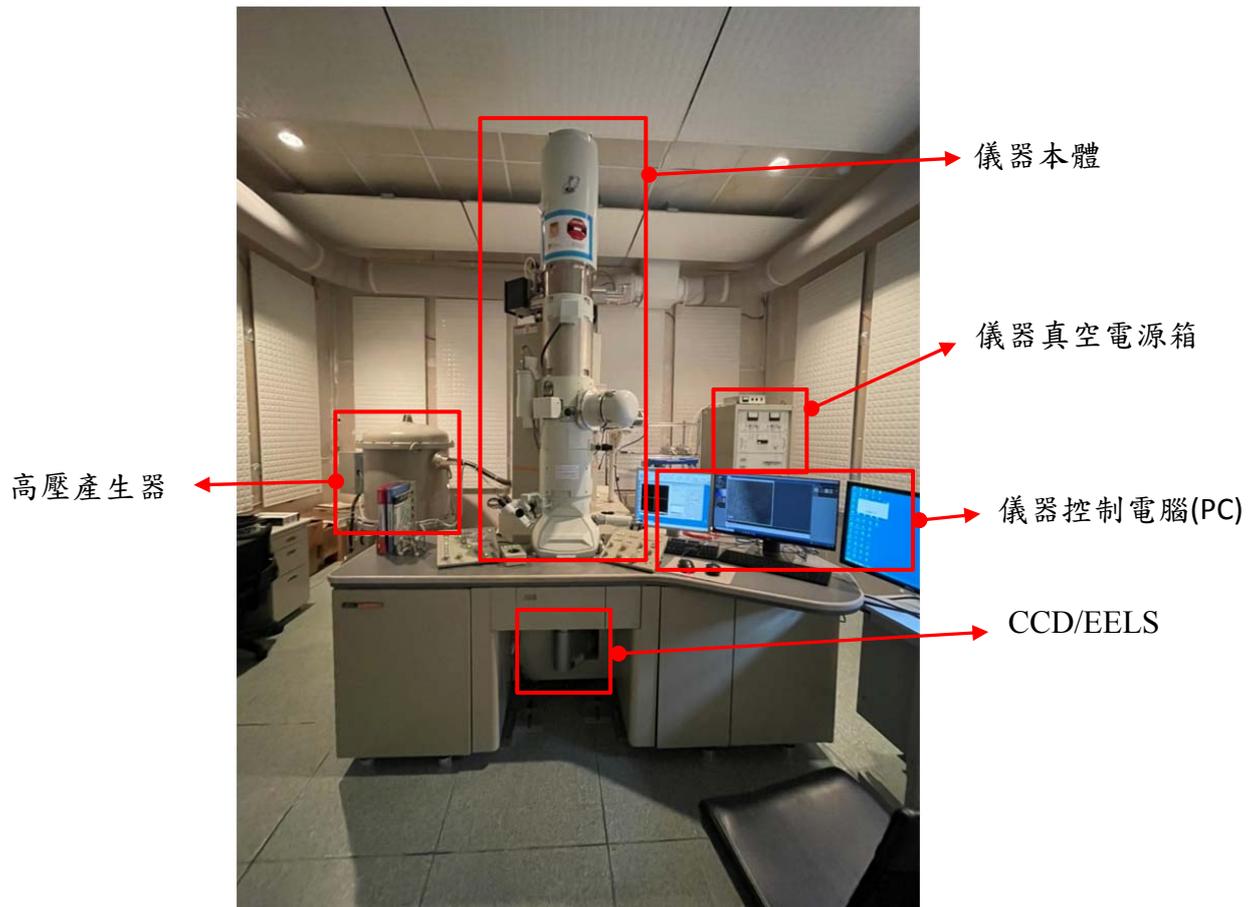


圖 20、高解析穿透式電子顯微鏡整體外觀

2. 儀器週邊設備

(1) 影像擷取控制器與 EELS 控制器，如圖 21 所示。

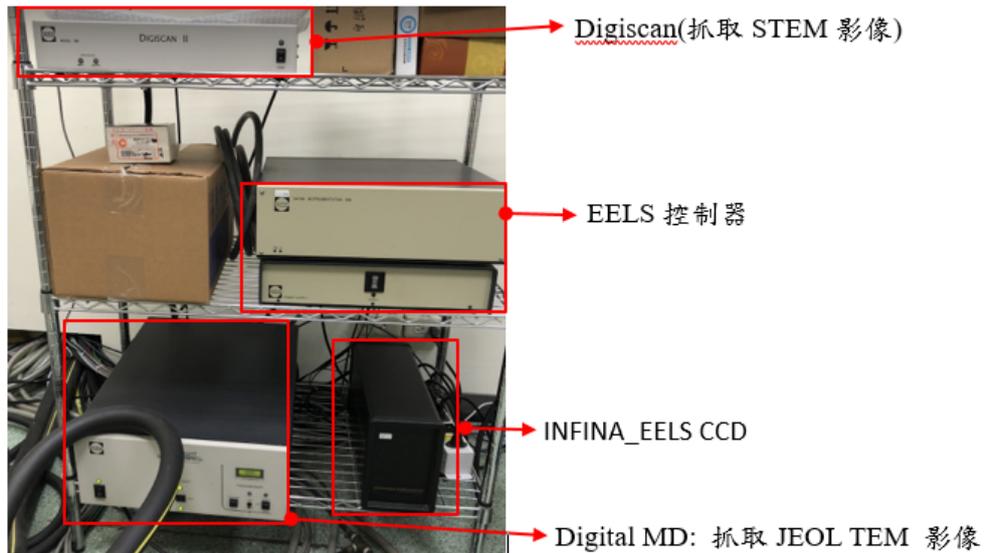


圖 21、影像擷取控制器與 EELS 控制器

(2) 球面像差修正器電源控制箱，如圖 22 所示。

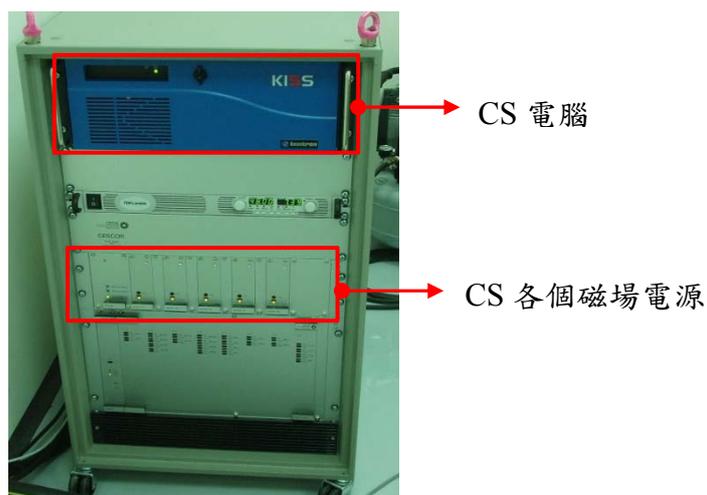


圖 22、球面像差修正器電源控制器

3. 儀器廠務(水、氣)需求

1. 冰水機：溫度維持 $18^{\circ}\text{C}\sim 20^{\circ}\text{C}$ ，主要協助 Lens 熱能轉換，如圖 23 所示。



圖、23 冰水機面板

2. 冷卻水循環系統：為冰水機出水流至各個須冰水冷卻之管路，如圖 24 所示。

- 一入口進 (從冰水機出水,流至 DP/LENS/GATA Cs)。
- 四出口(由 DP /LENS /GATE/Cs 流回至冰水機)。

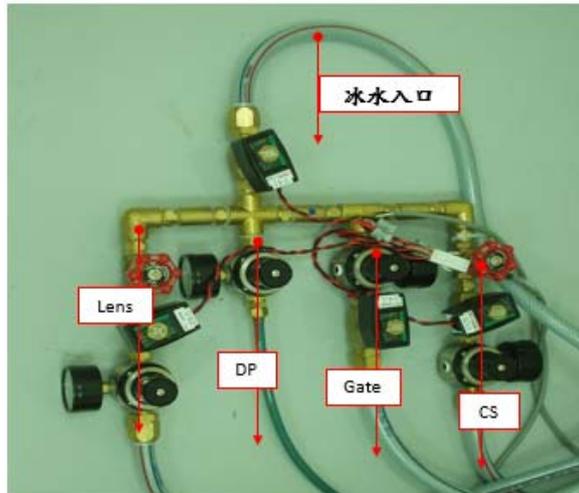


圖 24、冷卻水循環系統管路

3. 供氣系統：空壓機，其主要功能為推動各真空閥門、防震台，如圖 25 所示。



圖 25、空壓機

4. 破真空用鋼瓶

氮氣鋼瓶，其主要功能為協助 TEM 載具拿出時，破真空用，如圖 26 所示。



圖 26、氮氣鋼瓶

5. 儀器硬體簡介

儀器各功能簡介，如圖 27 所示；其儀器剖面圖，如圖 28 所示。

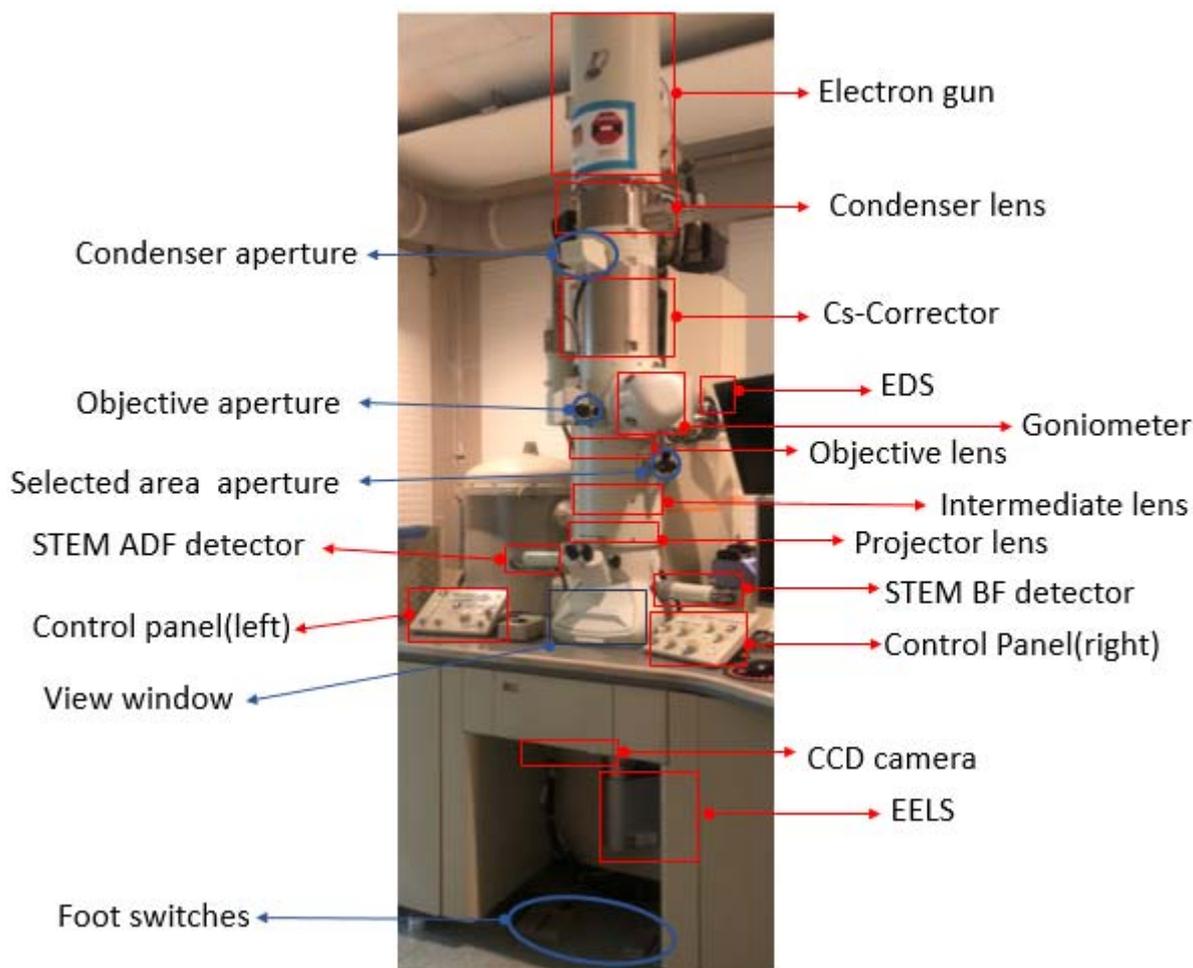


圖 27、儀器各功能簡要圖

- Electron gun(電子槍)：用於產生電子束，提供高能量、足夠亮度且穩定光源。
- Condenser lens(聚光鏡)：調整電子槍發出的電子束，使均勻或集中射入試片。
- Condenser aperture(聚光鏡光圈)：改變電子束大小與過濾偏離光軸的電子。
- Cs-Corrector(球面像差修正器)：修正球面像差功能。
- Objective lens(物鏡)：熱射圖形與放大影像功能。
- Objective aperture(物鏡光圈)：過濾偏離物鏡光軸太遠的電子、提高對比影像等功能。
- Selected area aperture((選區繞射光圈)：選擇為區形成電子繞射圖形。
- Intermediate lens(中間透鏡)：用於將電子繞射圖形或影像放大，並傳送至投射透鏡。
- EDS(能量散射能譜儀)：用於成分分析功能。
- Goniometer(樣品座)：為五軸樣品座。
- Projector lens(投射透鏡)：為強激發透鏡，故電子射通過投射透鏡後，部陰影像模式或繞射模式而有明顯改變。
- STEM BF/ADF detector(掃描穿透式電子顯微鏡明場像與暗場像偵測器)：收集不同散射角度的電子後成像，形成明場(BF)影像與環形暗場像(ADF)。

- Control panel(控制面板)：用於調整電子束、校正功能等功能按鍵。
- View window(觀察視窗)：觀看電子束、試片之視窗。
- CCD camera(影像擷取器)：擷取影像用。
- EELS(電子能量損失能譜儀)：收集非彈性散射電子之能量損失變化。
- Foot switches(腳踏板)：用於控制傾斜樣品用。

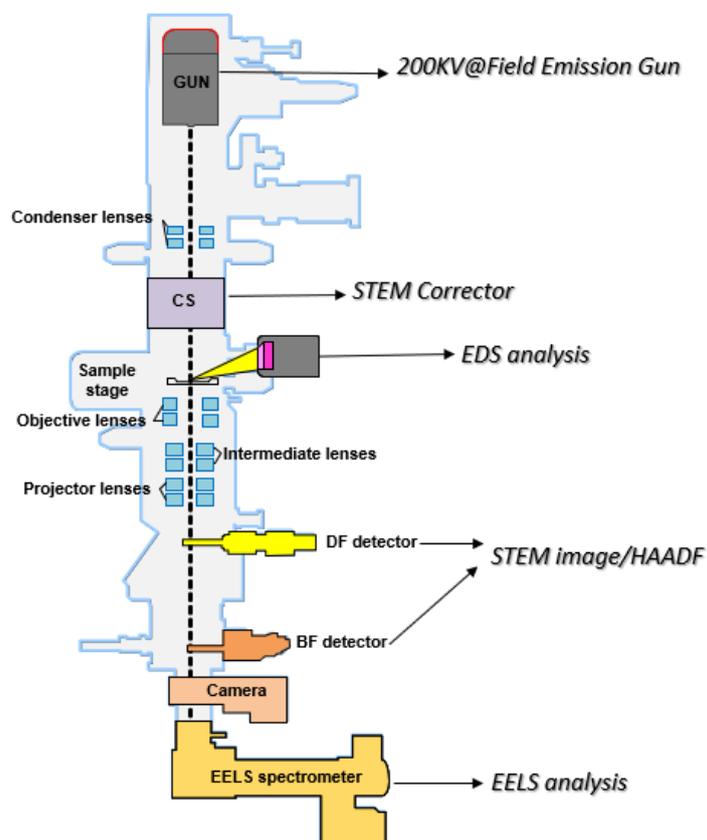


圖 28、儀器剖面示意圖⁽⁶⁾

6. 控制面板簡介

分為左、右操作控制面板，如圖 29、圖 30 所示。

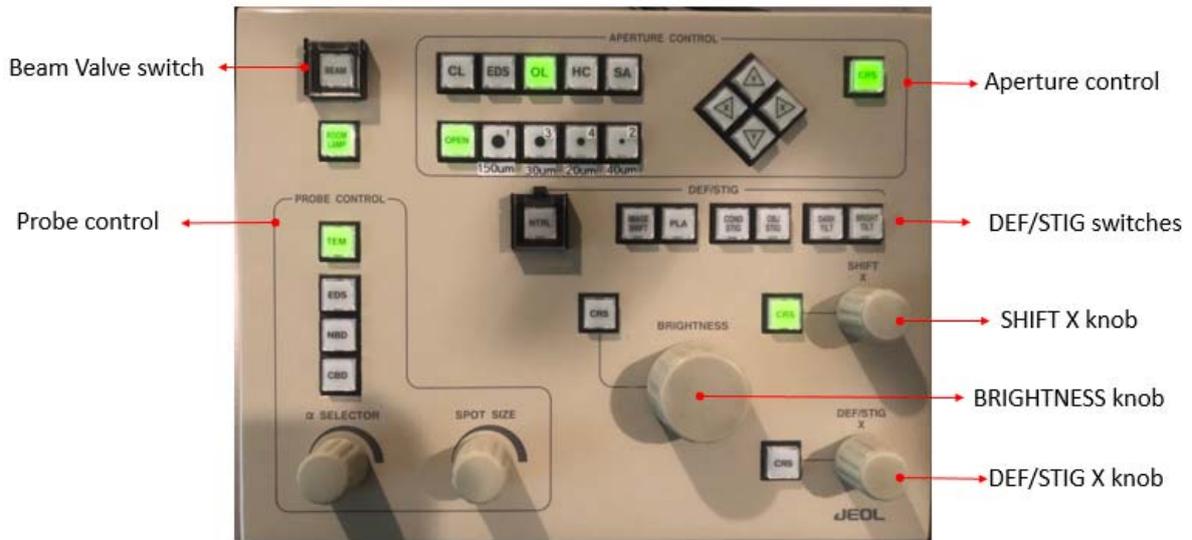


圖 29、左操作控制面板

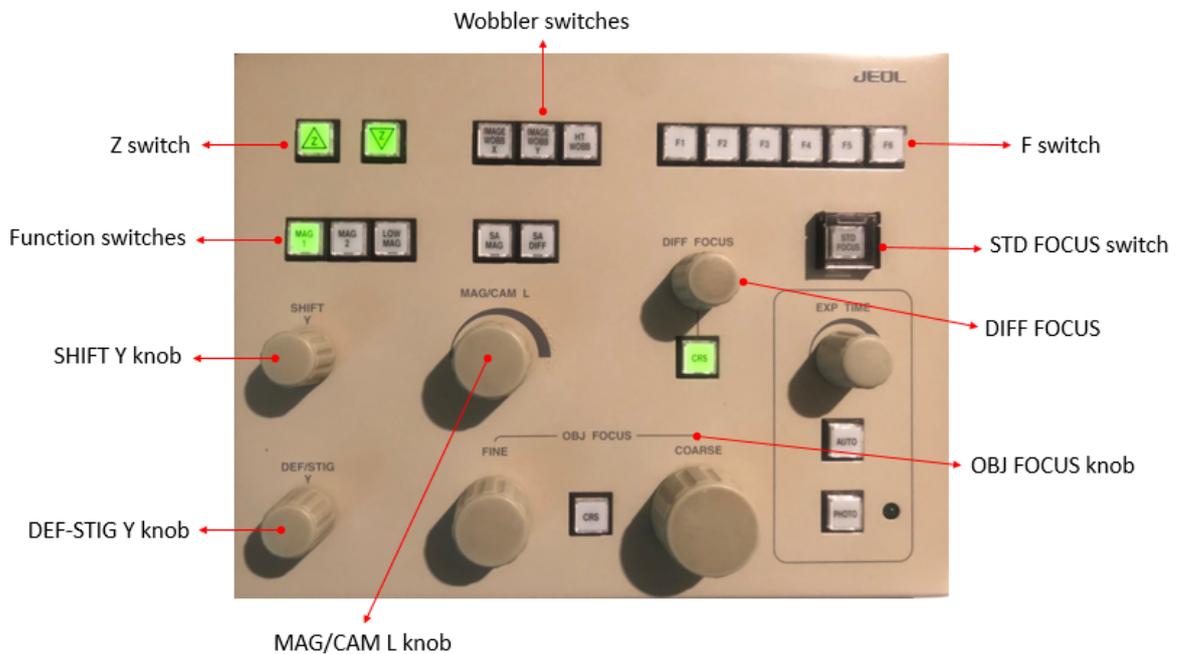


圖 30、右操作控制面板

7. 移動樣品軌跡球

移動軌跡球(Control Panel_SPEC control)可控制樣品移動方向；具有拍攝高倍率時，可使用 PIEZO 功能，微區移動樣品，如圖 31 所示。



圖 31、移動樣品軌跡球

8. 五軸樣品座介紹

五軸樣品座(Goniometer)X、Y、Z、tilt X、tilt Y 控制樣品座，如圖 32 所示。

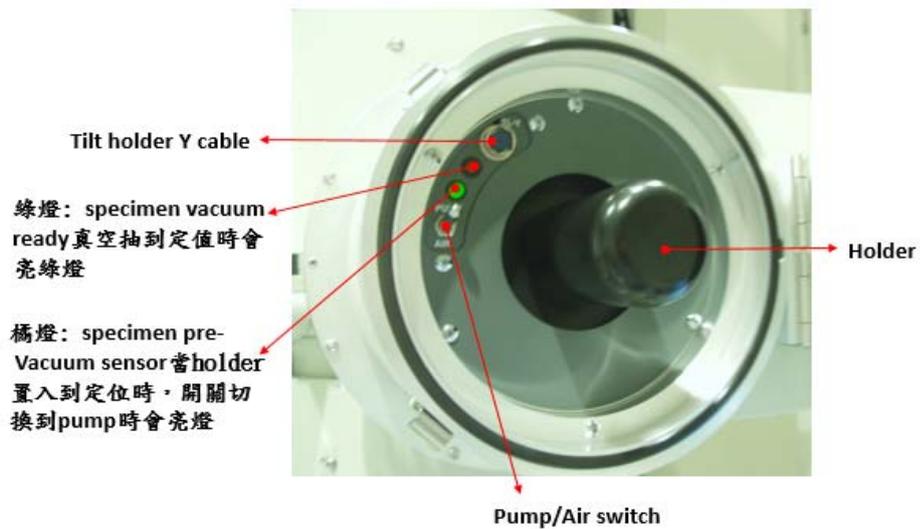


圖 32、五軸樣品座

9. 軟體介面

(1) TEM Controller：如圖 33 所示，為 TEM 主要執行軟體捷徑(TEMCON)。



圖 33、TEM 執行軟體捷徑

(2) TEM Controller window：如圖 34 所示，為 TEM 主要控制軟體操作介面。

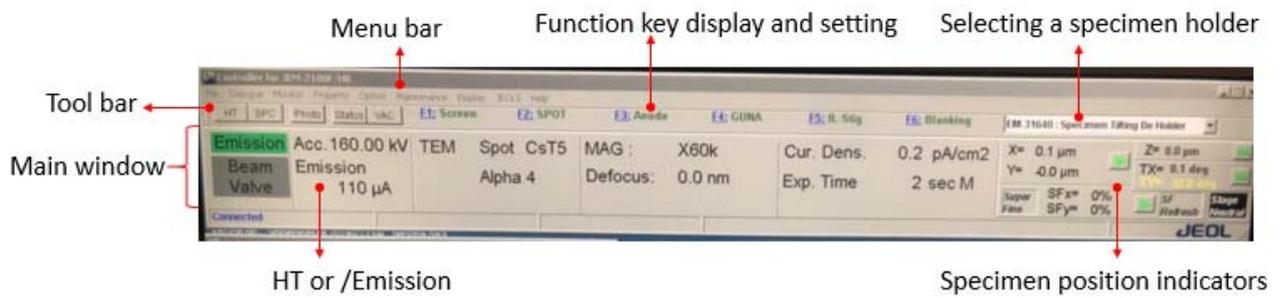


圖 34、TEM 軟體操作介面

(3) Gatan 影像擷取軟體: 如圖 35 所示，為 TEM 影像拍攝軟體介面。

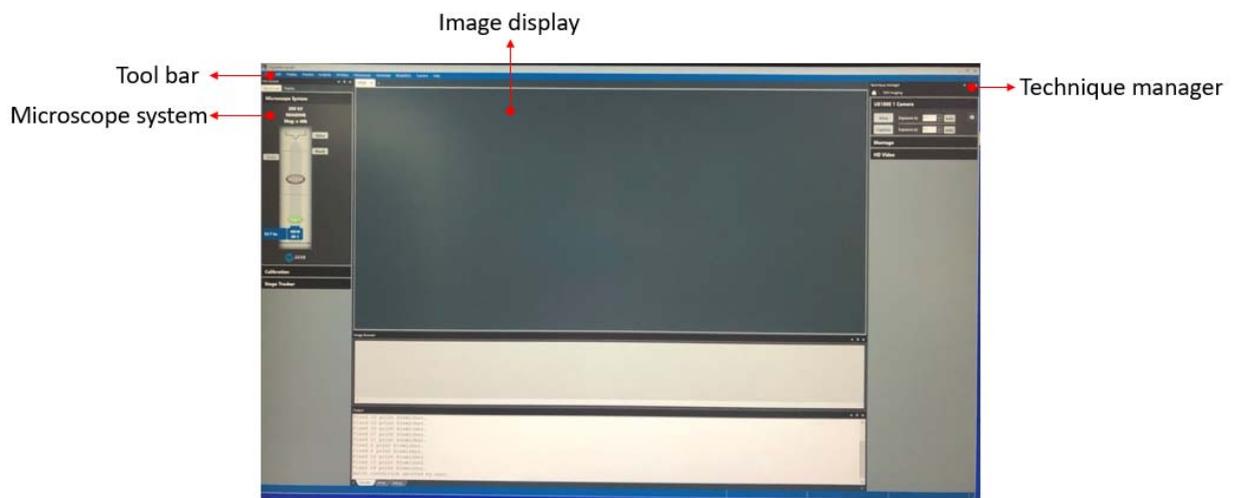


圖 35、TEM 影像拍攝軟體介面

10. 真空狀態顯示介面

如圖 36 所示，可查看各閥門切換與觀察各閥門真空度數值。

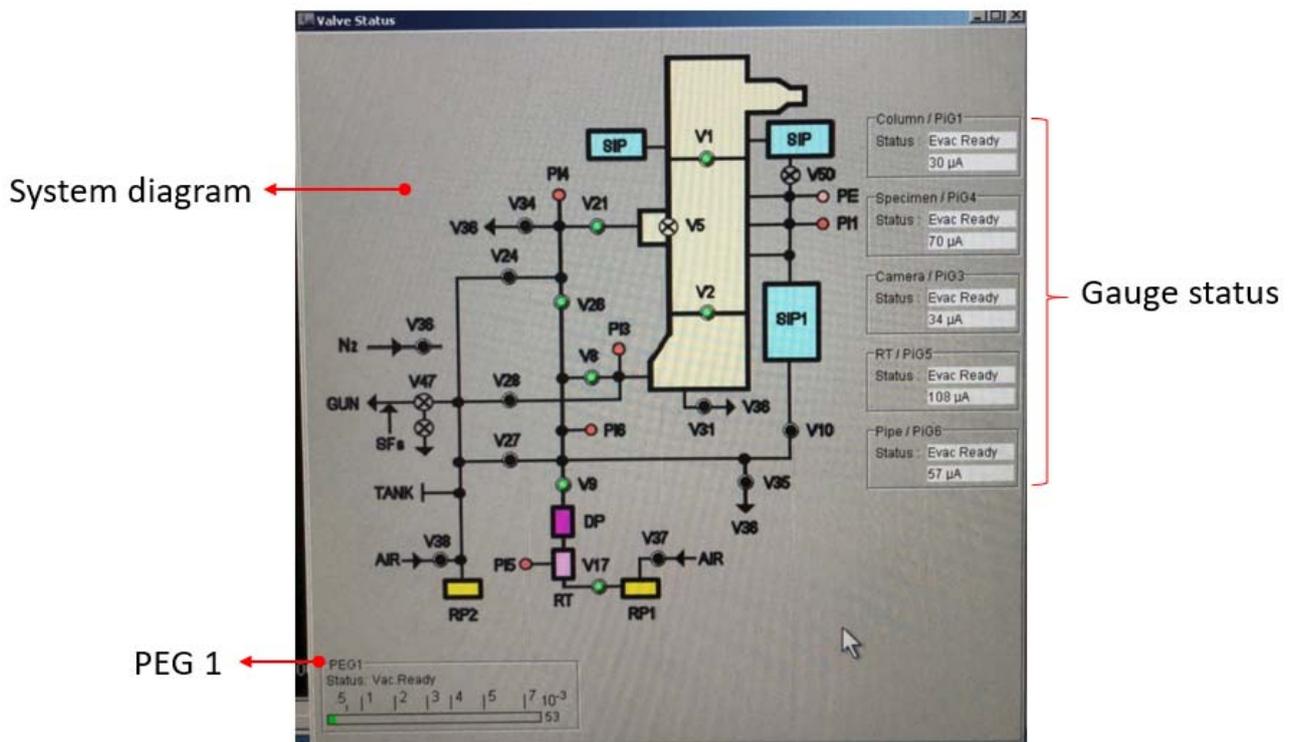


圖 36、真空狀態顯示介面

11. 樣品載具的選擇

如圖 37 所示，共有三種樣品載具(sample holder)選擇(signal tilt、double tilt、EDS/Be double tilt holder)。

- (1) Signal tilt：樣品僅單一傾斜(X tilt)，較為少用。
- (2) Double tilt：樣品可雙傾斜(X tilt and Y tilt)。
- (3) EDS/Be double tilt holder：樣品可雙傾斜(X tilt and Y tilt)、具 Be 材質 holder，與前端利於 EDS 收集傾斜角設計，通常偵測如：具有銅材料要避免銅產生散射訊號之干擾使用。

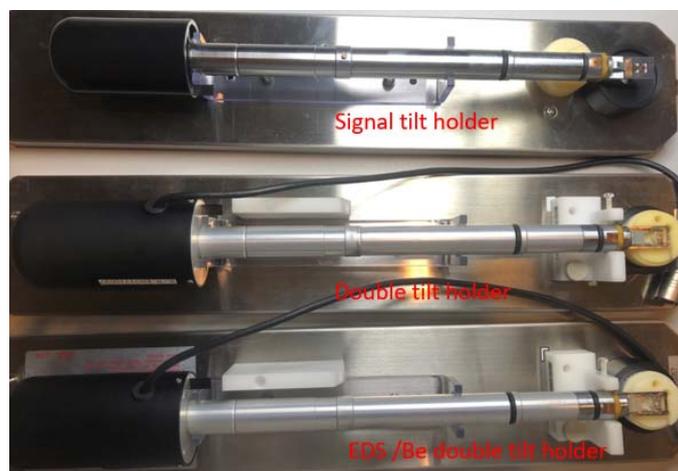


圖 37、三種類型的樣品載具

四、 穿透式電子顯微鏡機台操作

1. 操作前確認

- (1) 確認 SIP Column 真空度 $< 5.5 \times 10^{-5} \text{Pa}$ ，如圖 38 所示。



圖 38、SIP 真空數值顯示器

- (2) 確認 Column Cold Trap 是否有添加液氮，如圖 39 所示，為液氮加滿呈現霜狀狀態。



圖 39、Column Cold Trap

- (3) 確認氮氣鋼瓶是否打開?(TEM holder 取出時，協助破真空用)。
(4) 開啟影像擷取控制器(Controller Power On)。

➤ Digital scan

➤ Digital CCD controller

- (5) 開啟 TEM 執行程式、影像擷取軟體。
(6) 執行升壓步驟：

於執行軟體中點選 Dialogue→High Voltage Control→點選 Normal，如圖 40 所示，加速電壓由 160KV 加至 200KV(約 13 分鐘)。

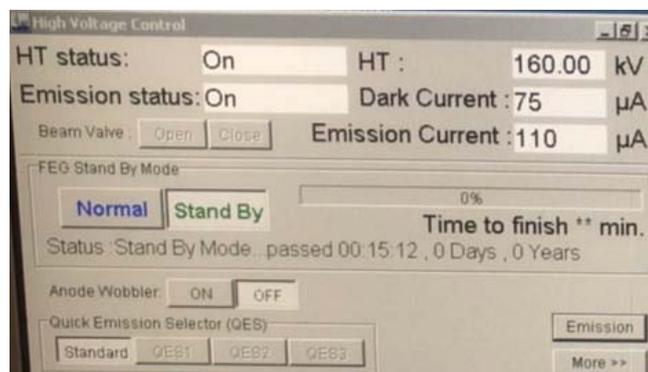


圖 40、升壓執行軟體

(7) 開啟影像拍攝軟體

於 GATAN 電腦桌面點選 GMS 程式軟體→於 CCD 圖示中按右鍵，點選 CCD insert，如圖 41 執行步驟。

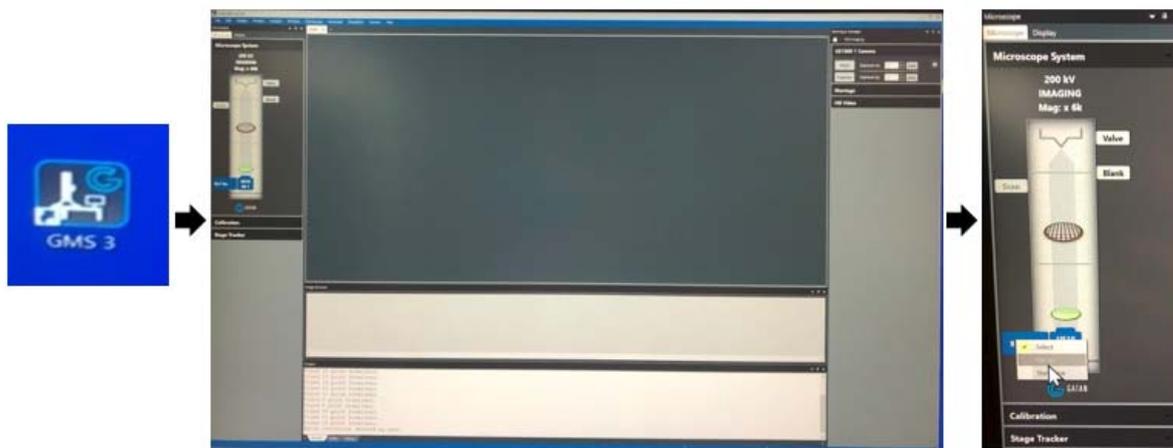


圖 41、執行影像拍攝軟體

2. 放入 Specimen Holder 之確認

(1) 確認 Specimen Holder 之選擇，如圖 42 所示，需選擇使用的 holder。

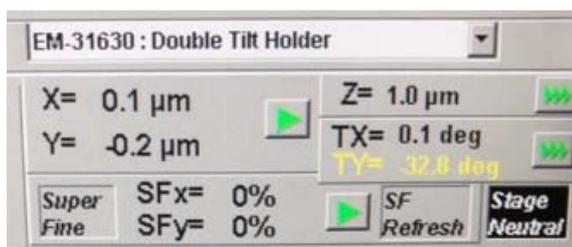


圖 42、選擇使用的 holder(此圖以選擇 Double tilt holder 為例)

(2) 確認 CLAP1(Aperture 1)，選 150μm 光圈。

3. 放入 Specimen Holder

Specimen Holder 置入 Goniometer，聽到”答聲”後，將開關先拉再扳上後橘色燈會亮，待真空抽好(約 5 分鐘內)，綠色燈亮，將 Specimen Holder 先順時鐘轉 10 度後前進一點停止，再順時鐘轉 80 度到底後慢慢前進直到 holder 完全進入，holder 轉入示意圖如圖 43 所示，此時會聽到”答聲”。

【注意:若放 holder 時，順序不對或進入太快導致外氣進入，則 SIP Column 真空變差甚至燈熄滅】。

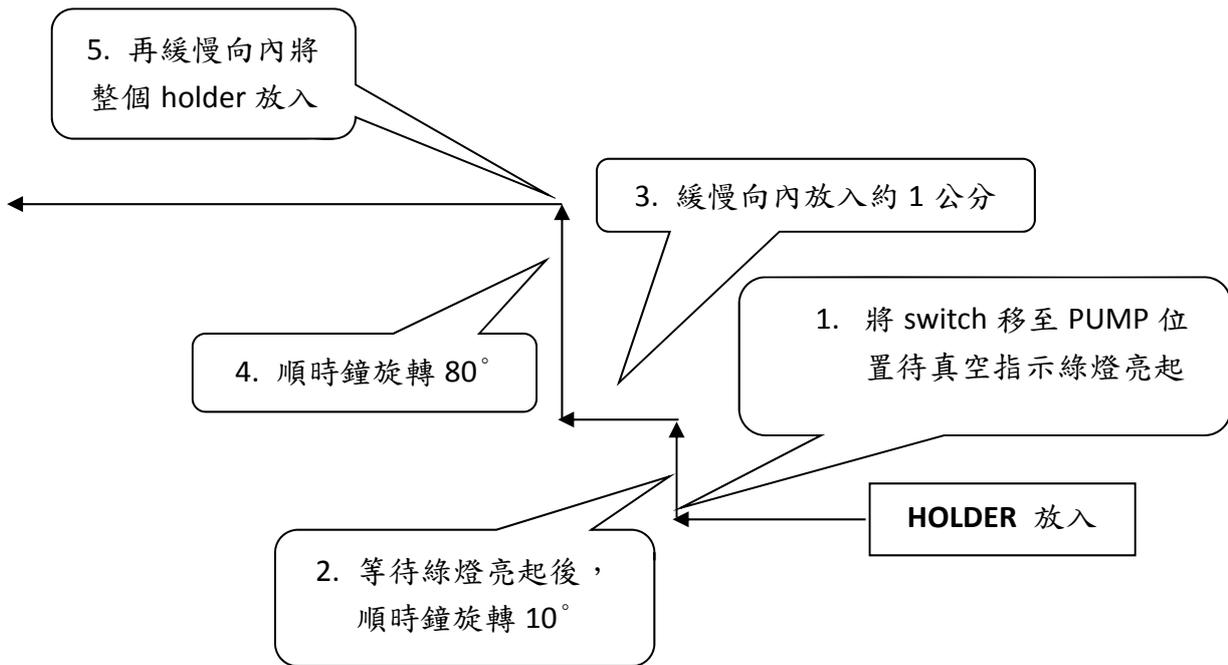


圖 43、Specimen Holder 放入 Goniometer 之示意圖

4. 電子束校正

(1) 聚焦鏡與光圈調整(Condenser and Aperture Alignment)-中低倍率: 40K~100K

按下[STD OBJ FOCUS] 鍵，使物鏡電壓回歸設定 3.60V

a. 打開電子束閥門[Beam On]

- 按下 Beam On。
- 按 [CL] 鍵，選擇 Aperture 1 置入
- 於 LOW MAG 尋找樣品後再切至 MAG1，調整 Brightness 找出電子束，選擇倍率 40K~100K，調整 [CL] Aperture、Shift X、Y 鈕，將電子束 Beam 置中。
- 尋找樣品處，調整 Z 軸上/下鍵，初步針對樣品對焦。
- 確認 CL AP 是否置中?(電動步進馬達調整)
- 確認電子束是否置中?(調整 Shift X、Y)

b. 聚焦鏡像差調整(Condenser Stigmatism):確認電子束圓不圓?按 [COND STIG] 鍵，調整 DEF X、Y 鈕。

c. 影像搖擺調整(Wobbler):按下 [Anode Wobbler] 鍵及 [GUN] 鍵，調整 DEF X、Y 鈕，使 Beam Spot 原地改變，重覆調整至原地放大縮小(用 Brightness 鈕調整看 Cross Over 點變化方向)。

- 從 maintenance 下點選 alignment 視窗，點選 Compensator [Tilt] 及點選 Wobbler [Tilt X]，按下 [Bright Tilt] 鍵，調整 DEF X 鈕，使 Beam 擺動最小，點選 Wobbler [Tilt Y]，調整 DEF Y 鈕，使 Beam 擺動最小(每項做完都需再點一下使其功能鍵回歸)。

步驟簡化:

- Compensator [Tilt] + tilt X → 調整 DEF X 鈕

- Compensator [Tilt] + tilt Y → 調整 DEF Y 鈕
 - Check beam 置中 (Shift X、Y)
- (2) 物鏡調整(Object lens alignment)-高倍率: 300K~800K
- 移動試片至欲觀察區域。
 - 調整適當倍率(300K~500K)，若樣品無對焦，可利用 Z 軸、image WOBBX、image WOBBY 之上、下鍵影像對焦。
 - 電壓中心校正(High Voltage center)
 - 確認 CLAP 是否置中?(電動步進馬達調整)
 - 確認電子束是否置中(調整 Shift X、Y)
 - 按下 [HT WOBB] 鍵及 [Bright Tilt] 鍵，利用 Brightness 鈕調整適合觀察之晃動程度。
 - 調整 DEF X、Y 鈕使 Image 在螢幕中心上下晃動為最小程度。
 - 再次確認:
 - 確認 CLAP 是否置中?(電動步進馬達調整)
 - 確認電子束是否置中?(調整 Shift X、Y)
- (3) 電子束中心位置調整(得到最大亮度)
- 按下 [GUN] 或 F4，用 Brightness 鈕調整看 Cross Over 點變化方向(可先用 COND STIG-DEF X、Y 鈕調整 caustic regular)，用 DEF X、Y 鈕移往偏移同方向再用 Shift X、Y 鈕拉回置中)，將電子束調整至以下圖形，如圖 44 所示。

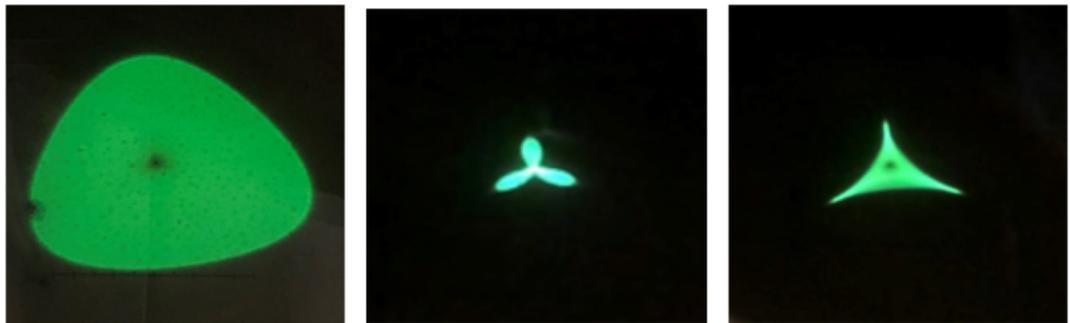
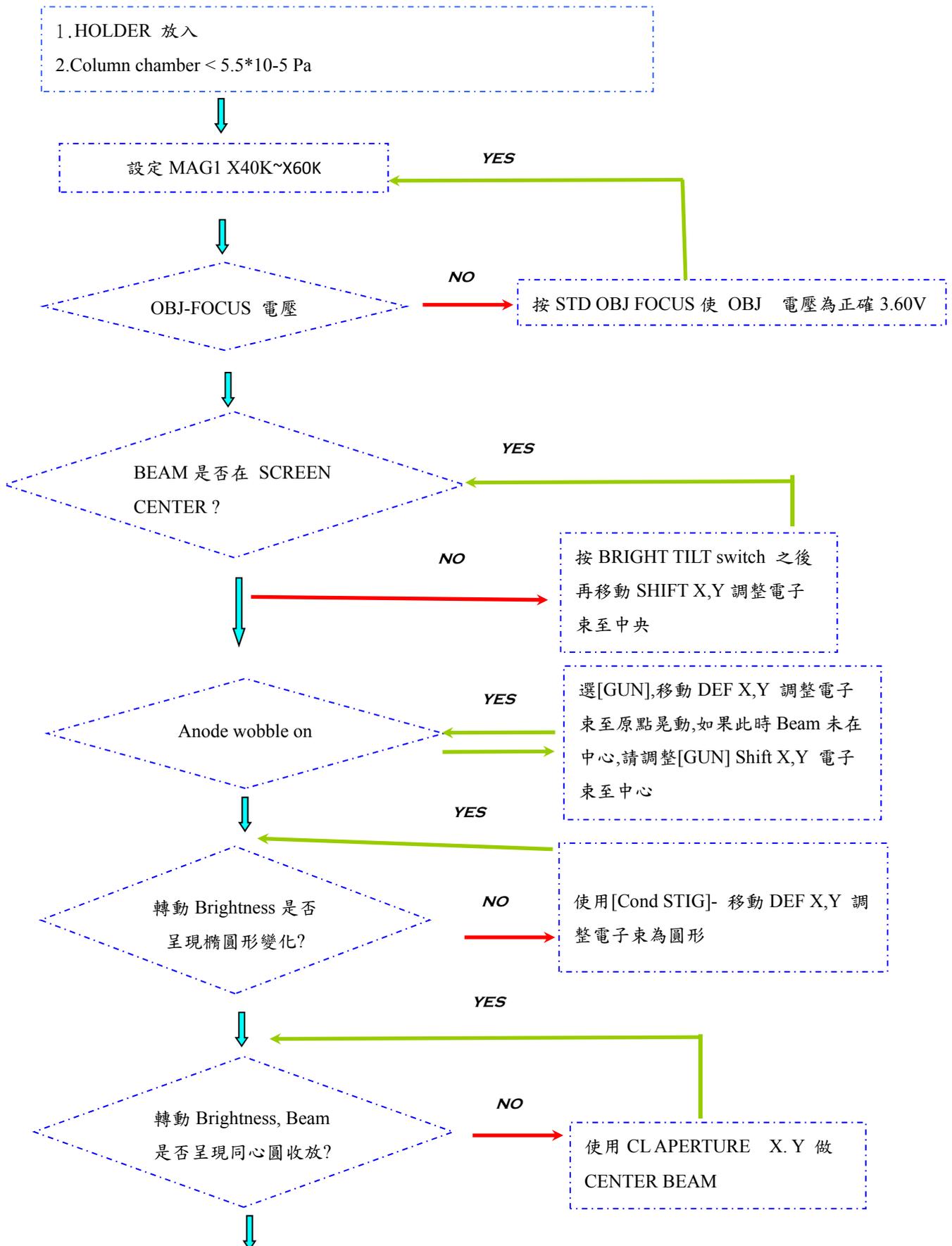


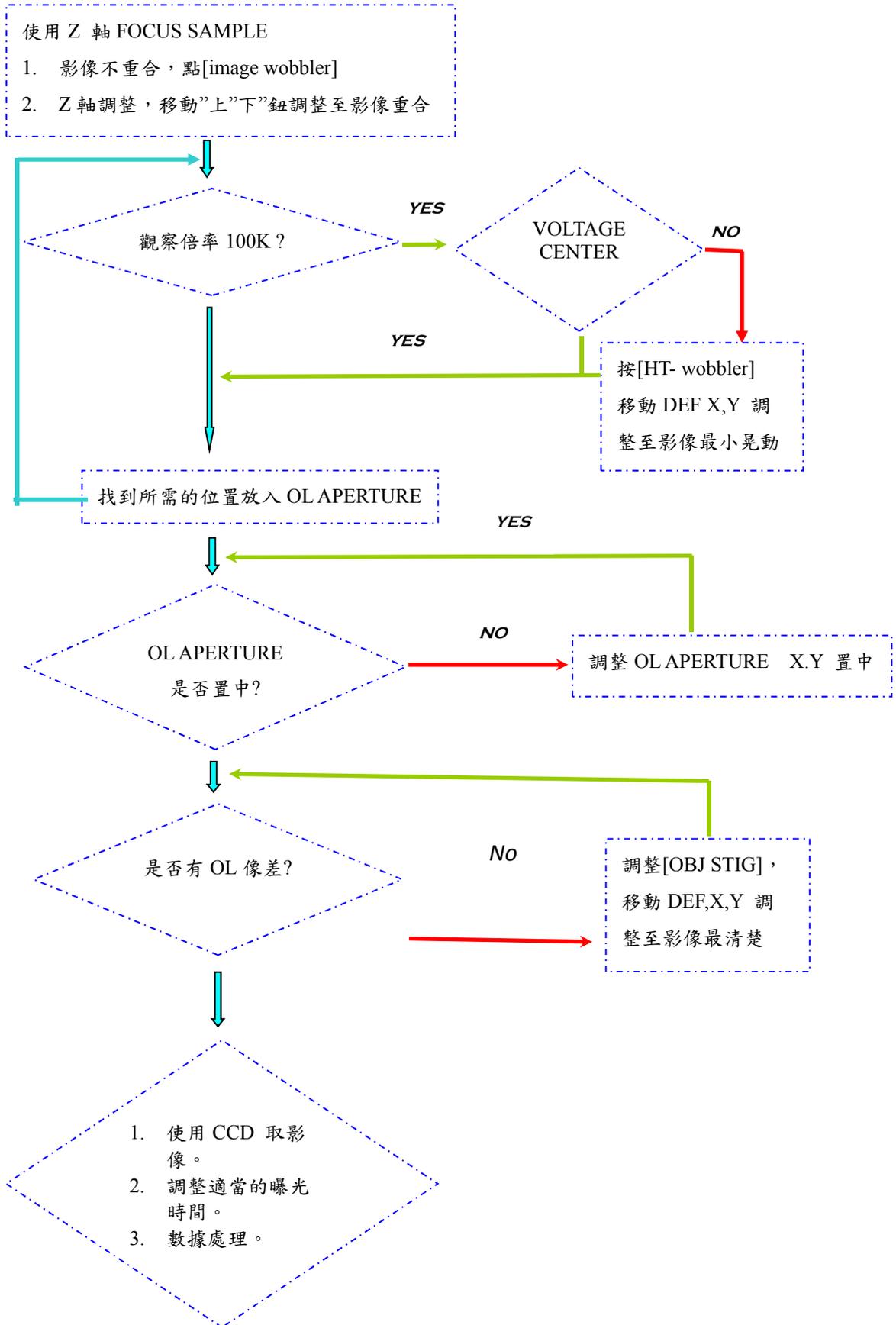
圖 44、電子束調整後於不同發散程度之電子束對稱之圖形

- (4) 散光(像差)調整(Astigmatism correction)
- 選取拍攝附近位置非結晶區(如碳膜)，若樣品無對焦，可利用 Z 軸、image WOBBX、image WOBBY 之上、下鍵影像對焦。
 - 於小螢光板內調整 Focus Image，按下 [OBJ STIG] 鍵，調整 DEF X、Y 鈕，使影像在 under focus 狀態，此時試片邊緣會產生一道亮(白)線，旋轉 DEF 鈕，使該道白線距離試片邊緣為等距離。
 - 旋轉 Focus 鈕，觀察試片在 in-focus 時該道白線是否均勻消失。若否，則繼續調整 DEF，直至 in-focus 時白線同時消失。
 - 可使用 GATAN 軟體 Process-Live FFT 調整 Image 光暈成圓形)。
- (5) 繞射模式校正(Diffraction Alignment)

- 選取拍攝樣品，若樣品無對焦，可利用 Z 軸、image WOBBX、image WOBBY 之上、下鍵影像對焦。
- 選擇 SA DIFF 鍵，選擇 Camera Length 30cm(原倍率鈕切換)。
- 調整 Diff Focus IL 1 = 1.69~1.71V。
- 調整 PLA 鍵，DEF X、Y 鈕置中。
- a. 繞射模式拍攝
 - 移至欲拍攝區域，按 SAMAG 鍵，調整 Brightness 至分析區域產生菊池線(Kikuchi lines)，利用腳踏 Tilt 踏板(X 軸、Y 軸)，調整晶向位置(on Zone)。
 - 圈選最小 SAED 光圈(退出 OBJ Aperture)，按 SA DIFF 鍵，調整 PLA-DEF X、Y 鈕使其中心置中，如中心點位置拍攝繞射時，CCD 強度過強，可使用指針將中心點遮蔽。
- b. 明場像/暗場像拍攝
 - 確認明場(Bright tilt 鍵)與暗場(Dark Tilt 鍵)其中心點位置兩者相同位置置中，若無，使用 Shift X、Y 鈕置中。
 - 移至欲拍攝區域，按 SAMAG 鍵，調整 Brightness 至分析區域產生菊池線，利用腳踩 Tilt 踏板(X 軸、Y 軸)，調整晶向位置(on Zone)。
 - 圈選最小 SAED 光圈(退出 OBJ Aperture)，按 SA DIFF 鍵，調整 PLA-DEF X、Y 鈕使其中心置中，得到繞射圖譜。
 - 明場像：將 Diffraction Pattern 中心穿透束以 PLA-DEF X、Y 鈕使其置中，中心點置中，即為入射電子束，利用 OBJ 光圈圈選涵蓋中心點繞射位置(OBJ3)，切回 MAG1，退出 SAED 光圈，切至 Bright tilt 鍵呈像為明場像。
 - 暗場像：沿用明場像之繞射圖形，用 DEF X、Y 鈕調整要做的繞射點位置置中，利用 OBJ 光圈圈選涵蓋中心點繞射位置(OBJ3)，切回 MAG1，退出 SAED 光圈，切至 Dark tilt 鍵呈像為暗場像。

(6) 電子束校正操作步驟流程簡化圖





5. 資料分析

(1) 尺寸與晶格間距量測

- a) 於 TEM 影像中點滑鼠右鍵→選取 line with length label→拉取距離即顯示尺寸，如圖 45 所示。

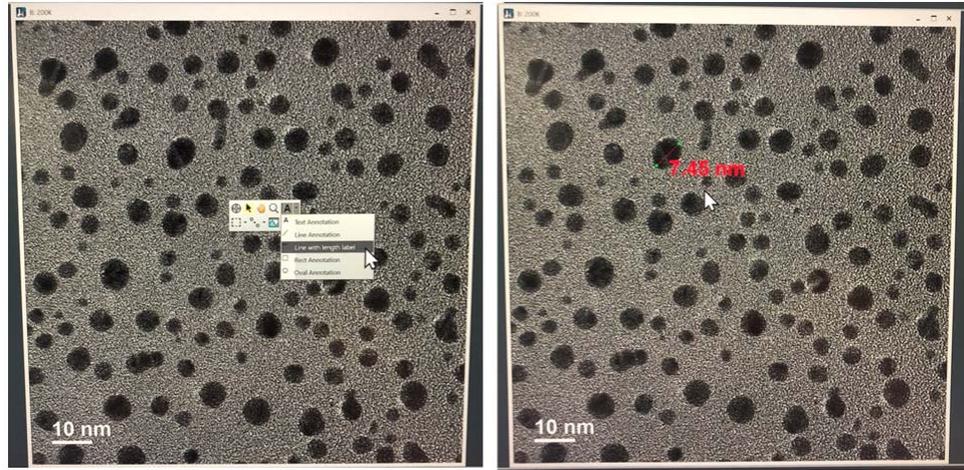


圖 45、尺寸量測(以奈米金顆粒尺寸量測為例)

- b) 於 TEM 影像中點滑鼠右鍵→點選 Profile→拉取距離並調整寬度(integration width)→於 live Profile 拉取距離即顯示尺寸，如圖 46 所示。

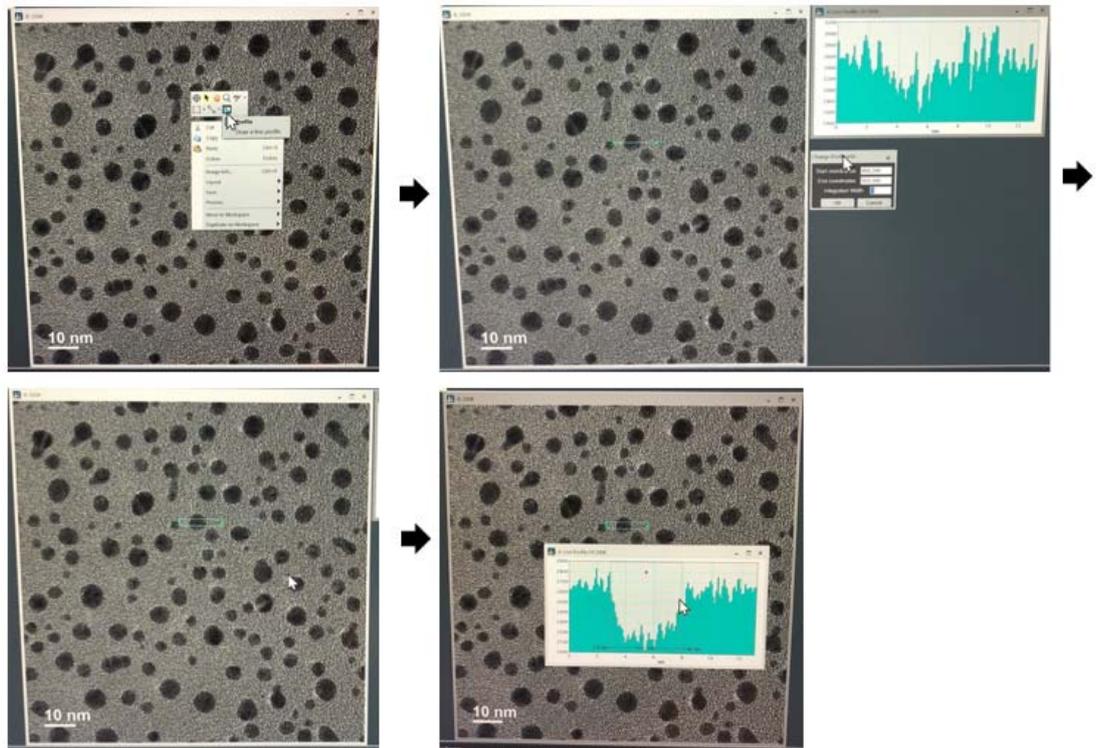


圖 46、間距量測(以奈米金顆粒量測為例)

(2) 繞射影像間距量測

- 於繞射影像中點滑鼠右鍵→選取 DifPack，於繞射影像點選兩個對稱點設中心點 (direct beam)→選取 DifPack，於繞射影像點選欲量測之繞射點，即顯示繞射點間距，如圖 47 所示。

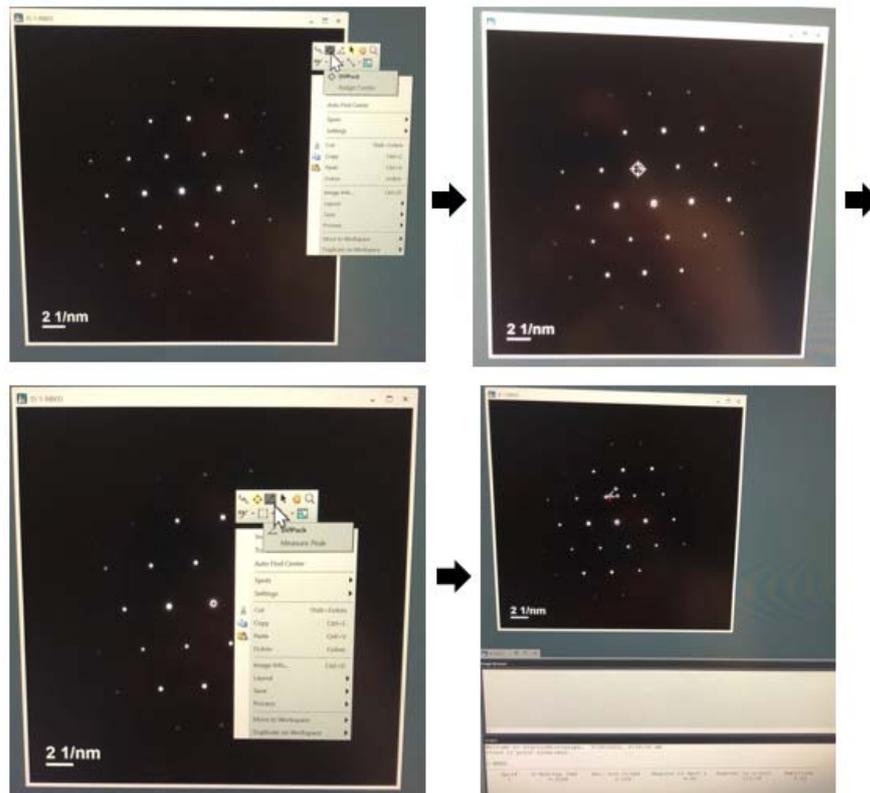


圖 47、繞射間距量測

6. 樣品退出前，須確認

(1) 按下 Beam Switch Off 樣品退出前，需先確認：

- 確認 CL AP 是否置中？(電動步進馬達調整)
- 確認電子束是否置中？(調整 Shift X、Y)
- 確認 OBJ AP 是否全開？
- 確認 SAED AP 是否全開？

(2) 按下[Beam Switch Off]。

(3) 點選軟體 Stage Neutral 兩下，將 Specimen Holder 歸零。

7. 樣品退出

(1) 開啟真空圖，以隨時留意退片之真空度。

(2) 退出 Specimen Holder(先直拉 Holder 到停止位置再逆時鐘轉至停止位置，再直小拉一點逆時鐘轉至停止位置，holder 轉出示意圖如圖 48 所示，正確位置橘色燈會亮，將開關先拉再扳下，等綠色燈熄滅，開啟真空圖其 PiG4→210 μ A 以後，再將 Holder 拉出)。

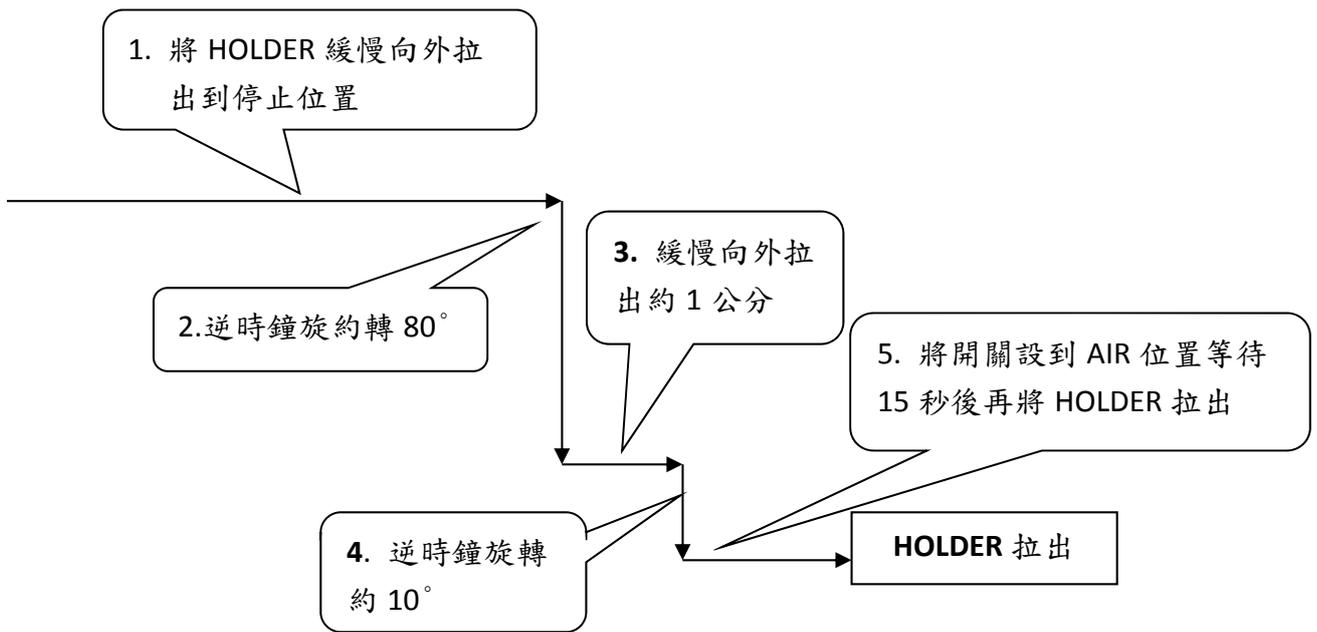


圖 48、Specimen Holder 拉出 Goniometer 之示意圖

- (3) 退出 GATAN 軟體功能。
- (4) 將 JEOL 軟體 HT 視窗下點選 STAND BY(高壓降至 160KV)。
- (5) 插入 ACD Heater，於 maintenance 下點選 ACD Bake 視窗開啟→ACD ON，將 Cold Trap 液氮移除動作。
- (6) 將電腦螢幕關閉。
- (7) 關閉影像擷取控制器(Controller Power OFF)。
- (8) 確認氮氣鋼瓶是否關閉？

五、 搭載球面像差修正器之掃描穿透式電子顯微鏡(Cs-STEM)

1. 儀器軟體介面

以下為儀器各功能簡介⁽¹⁰⁾。

a. STEM Controller：如圖 49 所示，ASID 為 STEM 主要執行軟體捷徑。



圖 49、STEM 執行軟體捷徑

b. STEM Controller window：如圖 50 所示，為 STEM 主要控制軟體操作介面。

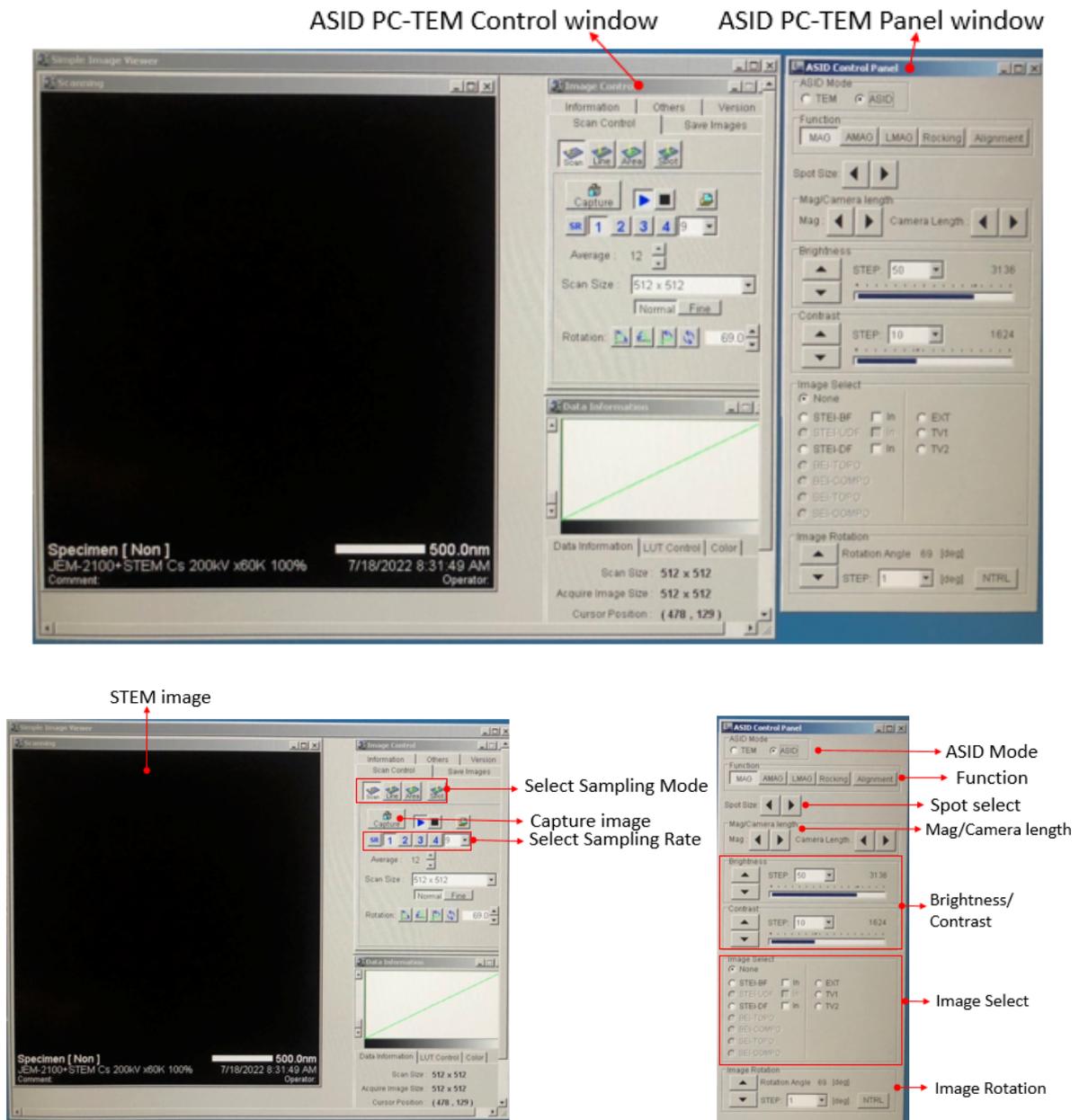


圖 50、STEM 主要控制軟體操作介面

- Select Sampling Mode:不同形式之掃描模式(Scan、Spot、Line、Area)設定。
 - Select Sampling Rate:不同速度之掃描模式設定。
 - ASID Mode :為 TEM 模式與 STEM 模式之切換。
 - Function:常使用為 MAG 功能(高解析影像觀測用)
 - Spot select:電子束大小之改變，電子束大小由大至小為數字 1C-10C，通常 6C-10C 為拍攝高解析影像；1C-5C 為 EDS 使用。
 - Mag/Camera length:倍率與相機長度改變。
 - Brightness/Contrast:亮度與對比調整設定。
 - Image Select:影像輸出設定，可選擇 STEM-BF 或 STEM-DF 影像。
 - Image Rotation:可旋轉影像。
- c. CS Controller：如圖 51 所示，為 CS 主要執行軟體捷徑(VNC)，球差校正器(CESCOR)軟體(C3 stemgui)。



圖 51、VNC 執行軟體捷徑、球差校正器(CESCOR)軟體

d. CS Controller window：如圖 52 所示，為 CS 主要控制軟體操作介面。

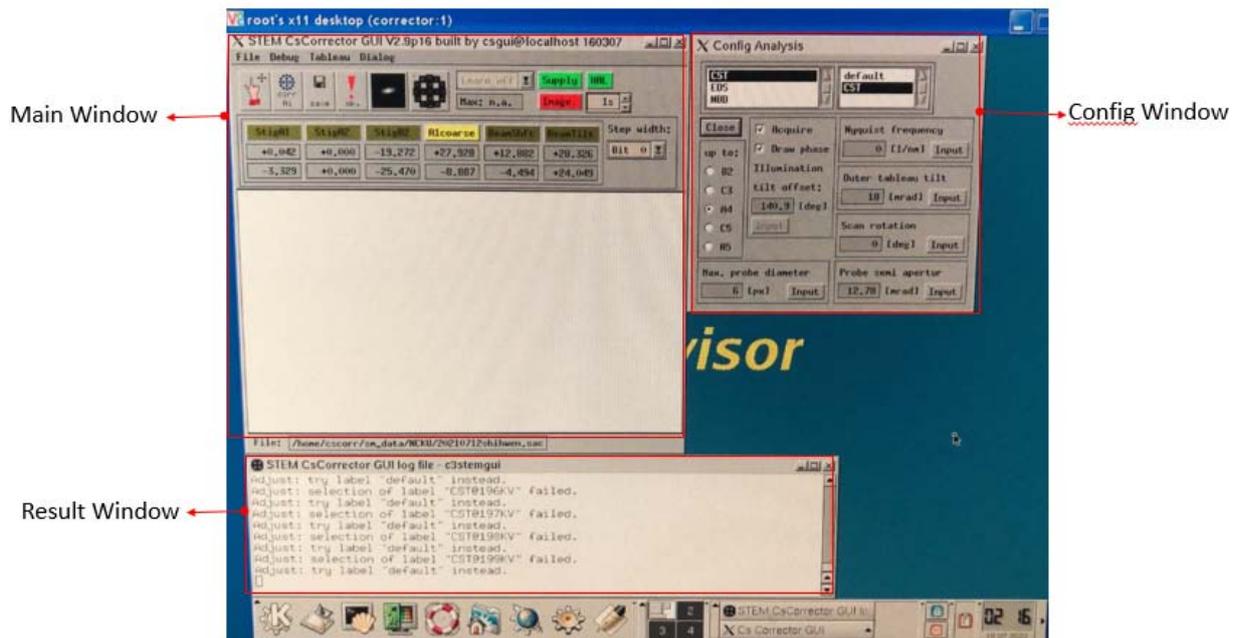


圖 52、CS 主要控制軟體操作介面

- Config Window:球差校正功能選項、參數調整等設定。
- Main Window:六極電磁透鏡(Hexapole corrector)、像差(adjustable aberrations)參數調整等設定。
- Result Window:校正過程、操作過程之結果記錄。

2. Cs-STEM 操作

a. 操作前確認

- I. 由 TEM 模式切換到 STEM 模式，因需先消除磁滯效應，電子束電流過大有損傷試片的可能，建議按控制面板”F6”使電子束於切換模式過程中偏折。
- II. 確認 ASID 模式中，是否 Alignment mode 切換至 MAG mode？
- III. 選取適合之 Spot select 與 Camera length，常用如下：
 - 高解析影像、EDS point analysis: Spot 8C/Camera length 8cm。
 - EDS Linescan、Mapping: Spot 6C/Camera length 8cm。
- IV. 選擇 spot mode (無掃描)，確定軟體中的 SPOT 在中心，如圖 53 所示，該模式下才進行校正。

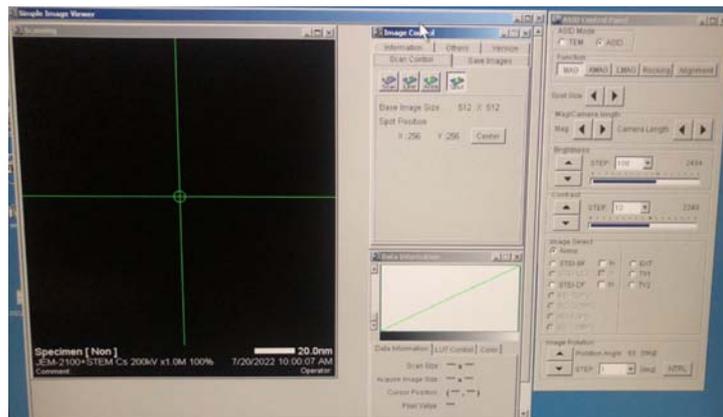


圖 53、軟體中的 SPOT 在中心位置

b. 儀器操作

- I. 選擇觀察區域旁 Amorphous 處，按下 [STD OBJ FOCUS] 鍵，使電壓回歸設定 3.60V，調整 Beam 置中，按下 [CL] 鍵，選擇 Aperture 1 放入並調整置中。
- II. 開啟 JEOL 主機桌面 ASID MDI 及 Dialog 下 ASID Control Panel 視窗，分別點選 Spot mode 及 ASID mode。
- III. 選擇 Spot 8C、倍率 800K、Camera Length 8 cm(欲使用 BFI 選擇 20~40cm)。
- IV. 觀察 Ronchigram 影像並調整 PLA- DEF X、Y 鈕使其置中，改變一下 OBJ-Fine Focus 鈕，觀察 Ronchigram 影像變化情形(先逆時鐘轉看看中央是否浮起，再順時鐘轉看看是否原地浮起，如果不是，需要調整 CLA2(Bright Tilt-DEF X、Y 鈕)使其拉近至原地浮起，如果 Ronchigram 太小，先試調看看 Bright Tilt-DEF X、Y 鈕那一個能將 Ronchigram 調至最大)，如圖 54 為 A、B、C 放射狀圖形(radial patterns)，找到中心點並調整至中心位置。

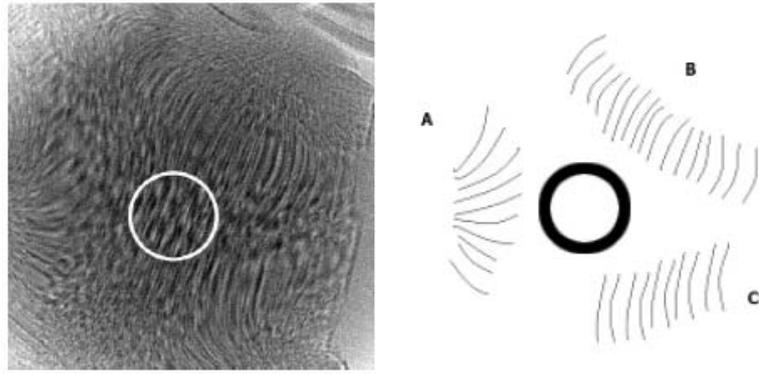


圖 54、為 Ronchigram 影像 A、B、C 放射狀示意圖

- V. 出現Ronchigram時，點選Anode wobble調整Gun DEF X、Y使Ronchigram原地跳動。
- VI. 調整PLA DEF X、Y，使Ronchigram置中。
- VII. 稍為改變 OBJ-Fine Focus 鈕，找出 Ronchigram 影像條紋相交變化的中間，有一點浮起現象，調整 A1 Coarse 使其 HEX 形狀最大而不出現條紋(將游標置於 CS 視窗內調整方向鍵，試看看調整那一個方向鍵可以使得中間變為無限大)，如圖 55 為不同對焦影響。

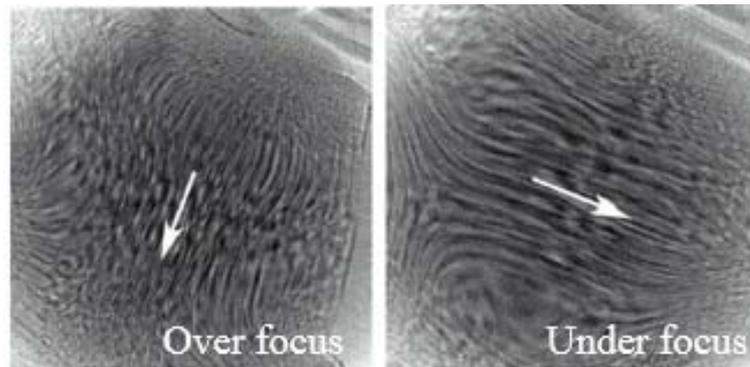


圖 55、Over focus 與 Under focus 對焦

- VIII. 順時鐘轉 OBJ-Focus 鈕使觀察區域變大，利用 Track Ball 移動分析區域置中，按[STD FOCUS]調回 Ronchigram，如調整好的 Ronchigram 會形成六角形中間具有平坦區域，如圖 56 所示，再圈入 CL Aperture No.3 並置中。

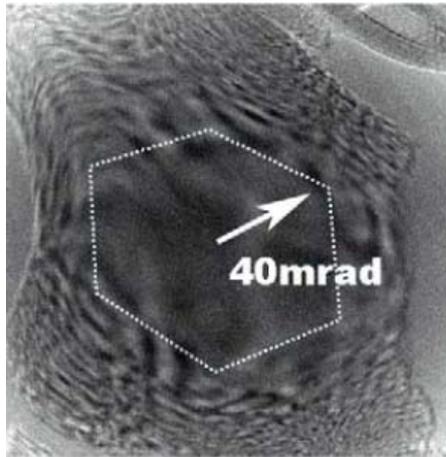
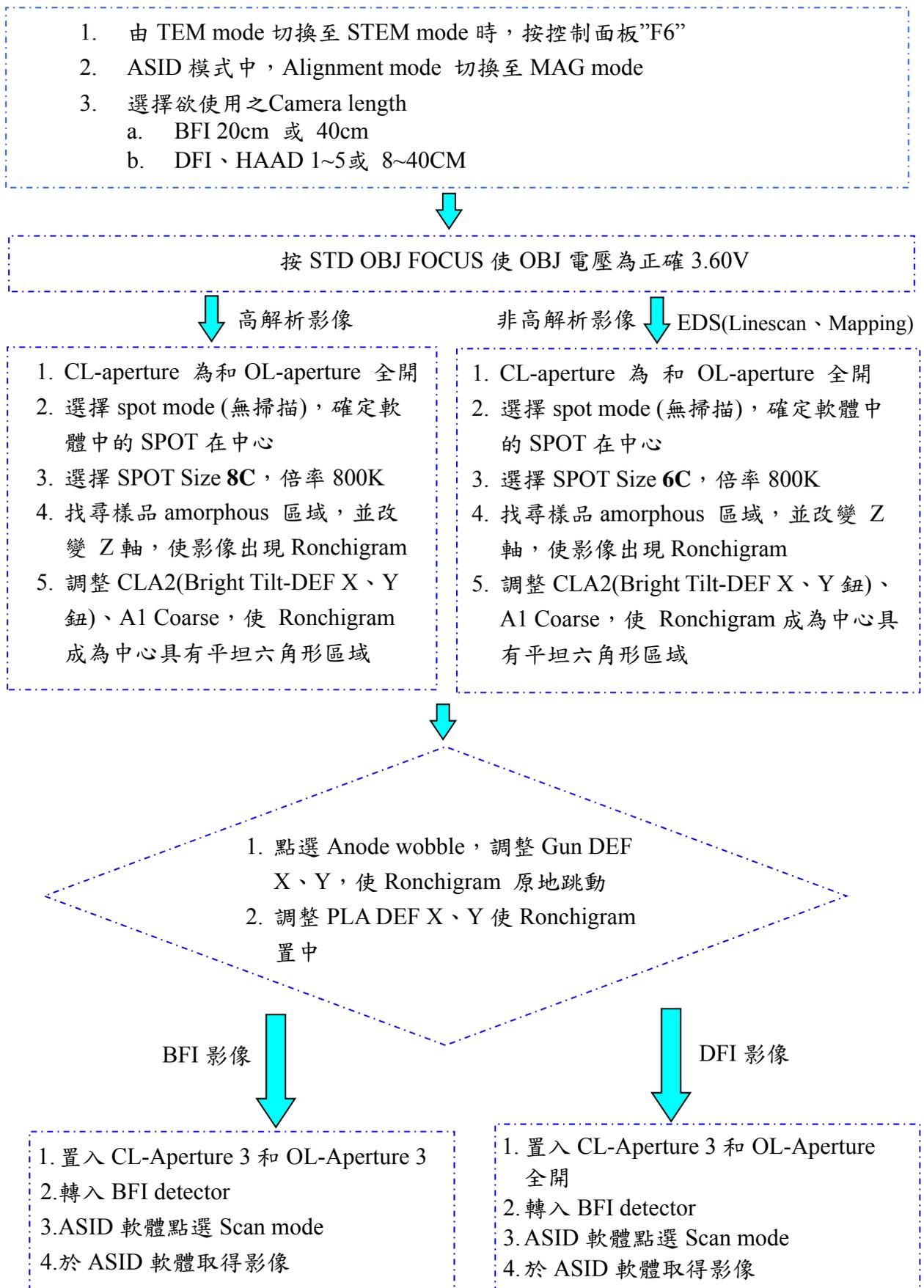


圖 56、調整後之 Ronchigram

- IX. 轉入 HAADF Detector，並點選 ASID 下 Image Select 中 STEI-DF IN(也可選擇轉入 STEM Detector 並圈入 OL Aperture3 置中，並點選 ASID 下 Image Select 中之 STEI-BF IN)(注意 Image Select 之 DEFAULT 為 none)，點選 Scan mode(切換掃描速度 SR~S4)，調整 OBJ-Focus Image(以 ASID Control 下之 Δ ∇ 調整 Brightness 及 Contrast 之 Scale Bar 改善影像品質)，可調整降低倍率以利找尋觀察位置。
- X. 使用 GATAN Digiscan 或 JEOL ASID MDI 軟體攝取影像紀錄儲存。
- XI. 做完或需重找位置時，將 Detector 轉出並點選 ASID 下之 Image Select none 以去除 STEI 的功能。
- XII. 點選 ASID Control Panel 視窗之 TEM 返回 TEM mode。

c. Cs-STEM 操作步驟流程簡化圖



六、 能量散佈分析儀(EDS)

1. 儀器軟體介面

以下為儀器各功能簡介⁽⁹⁾。

a. EDS Controller：如圖 57 所示，為 EDS 主要執行軟體捷徑(AZtec)。



圖 57、AZtec 執行軟體捷徑

b. EDS Controller window：如圖 58 所示，為 EDS 主要控制軟體操作介面。

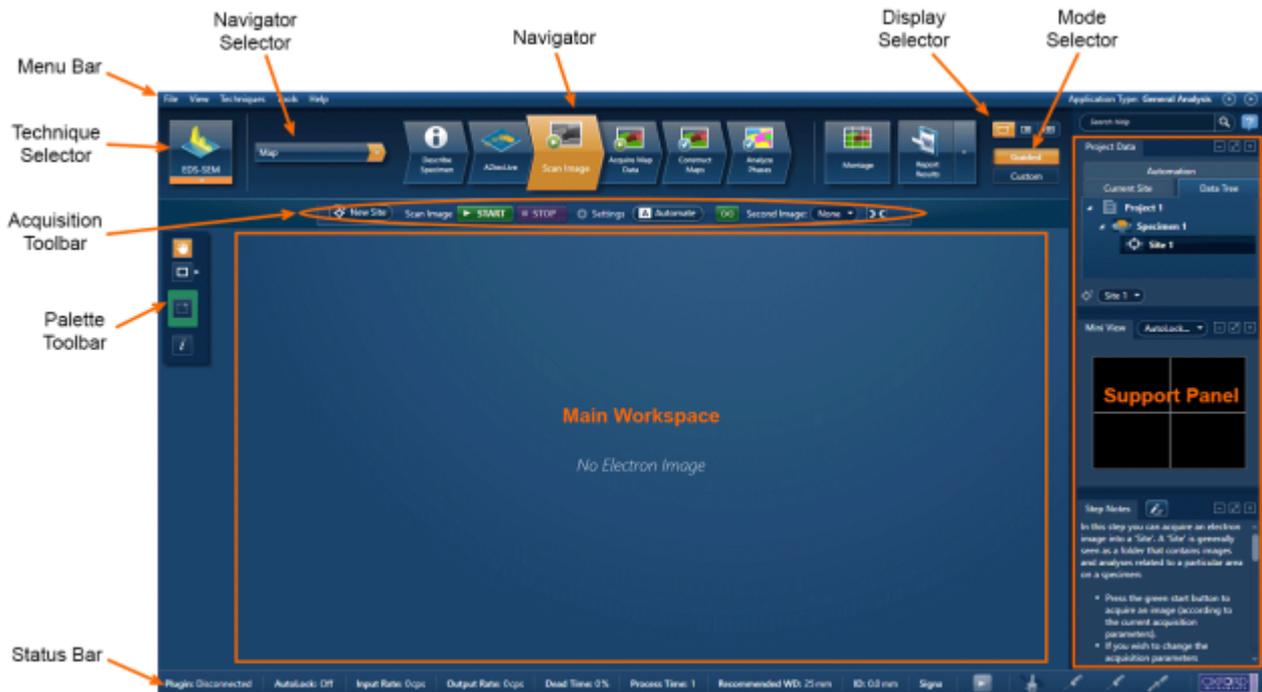


圖 58、EDS 主要控制軟體操作介面

- Menu Bar:操作模式、檔案儲存、使用模式等設定。
- Navigator Selector:可選擇 TEM 模式或 STEM 模式下做分析，例如面分析 (Mapping)、線掃描(Linescan)等分析模式。
- Navigator:選擇分析模式後，可按照該簡化流程(由右到左)流程分析。
- Display Selector:選擇欲呈現分析畫面(全螢幕、分割畫面等)。
- Mode Selector:使用者可選擇一般模式或自我客製化流程。
- Acquisition Toolbar:執行分析模式時，可設定分析參數，例如影像解析畫素、分析時間、分析點數等之控制。
- Palette Toolbar:選取分析實用的工具列，如選取區域、打點分析等。
- Support Panel:分析中結果可及時呈現或分析時可同時顯示前幾次分析結果等多項選擇功能呈現。
- Status bar:為偵測訊號之強度、使用條件等狀況即時呈現。

2. EDS 操作

a. 操作前確認:

- I. 於軟體右下方，點選Detector圖形，將”EDS Detector Control”打開，於Thermal 切換到 Operate 模式(當Dead time由100%降到0%)，Operating Status會由Cooling顯示Cool，如圖59所示。

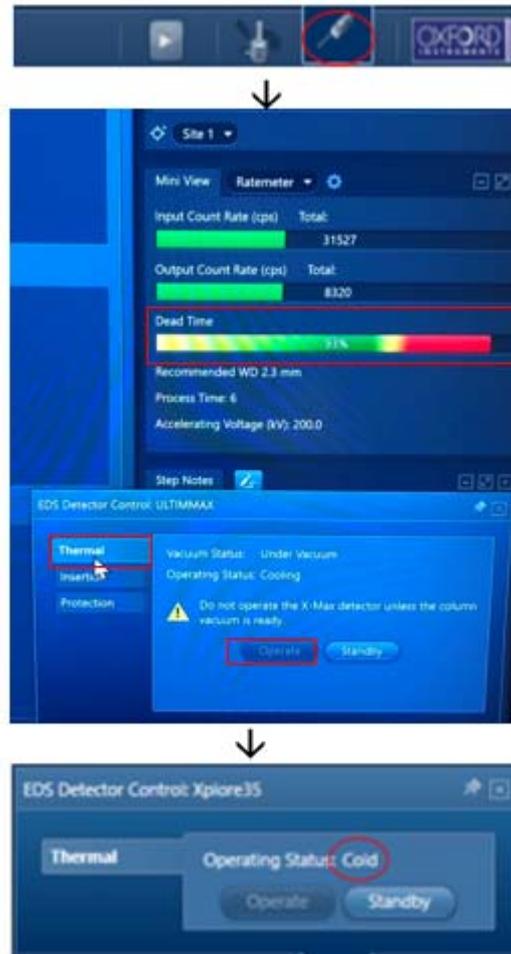
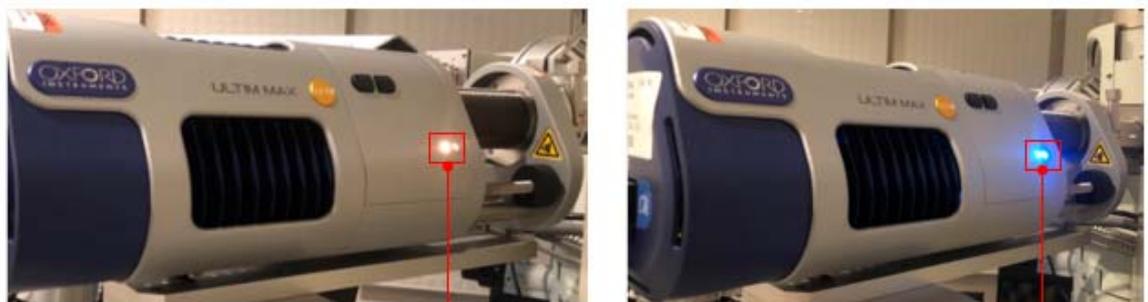


圖59、Detector顯示狀態

- II. EDS外觀訊號顯示狀態，如圖60所示。



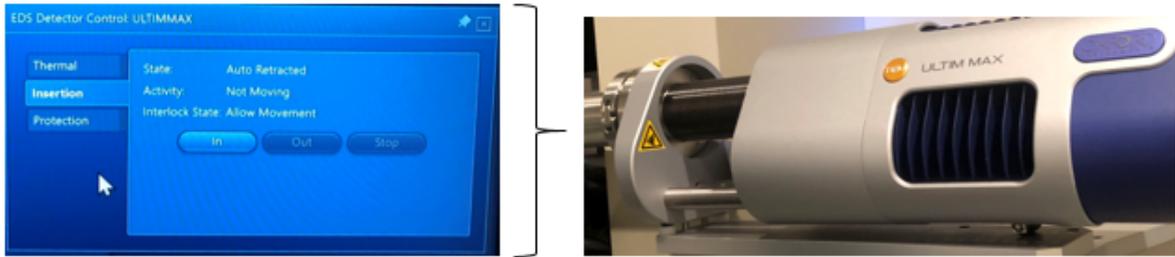
紅燈代表EDS Standby狀態

綠燈代表EDS Cold狀態

圖60、EDS外觀訊號顯示狀態

- III. EDS Detector伸入(In)/伸出(Out)狀態，如圖61所示。

EDS detector 尚未伸入狀態



EDS detector 伸入狀態

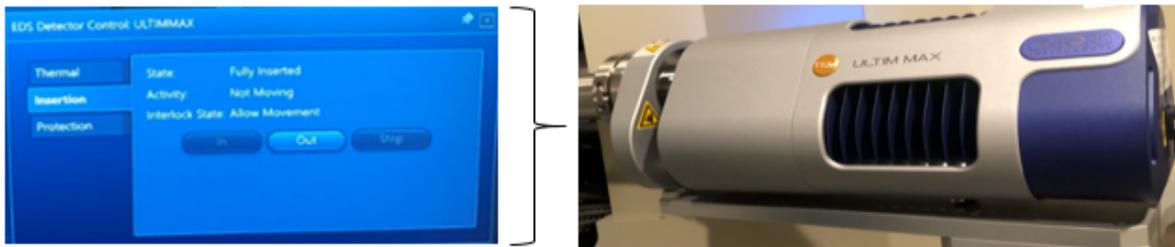


圖61、Detector伸入(In)/伸出(Out)外觀狀態

b. 軟體介面細節

EDS掃描模式選擇: TEM模式的Analyzer (點分析)與STEM模式的Point&ID (點分析), Linescan (線分析)和Mapping (面分析)。

- I. TEM模式的Analyzer (點分析), 該模式無TEM影像, 僅呈現EDS圖譜, 如圖62所示。

Analyzer Function

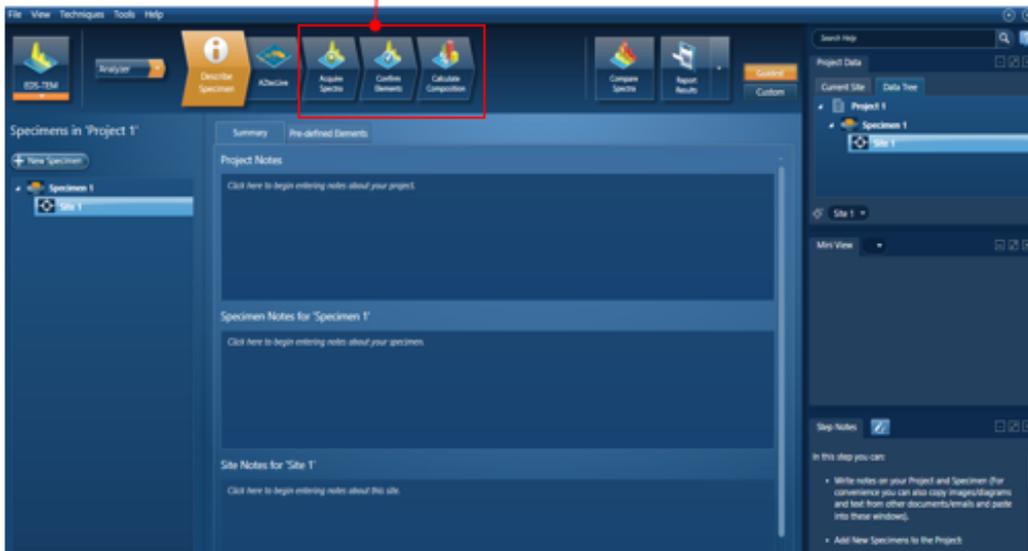


圖62、Analyzer (點分析)流程圖

- II. Acquire Spectra: 為圖譜條件設定、圖譜擷取, 如圖63所示。



EDS Acquire Spectrum Settings

- Energy Range (keV): Auto 20
- Number of Channels: Auto 2048
- Process Time: Default 4
- Acquisition Mode: Auto
- Pulse Pile Up Correction

EDS能量範圍(0~40KeV)

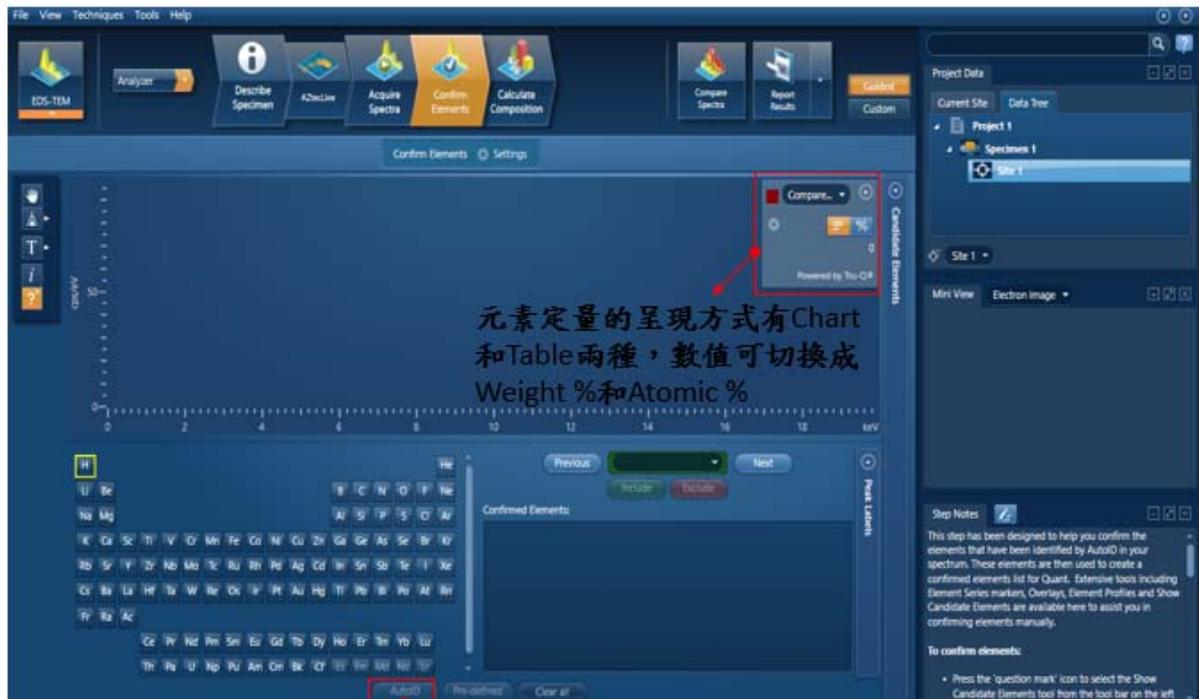
每個channel 的解析(1024~4096)

數值為1~6

- 一般定性, 定量分析可設5或6(解析能力好)
- Mapping或Linescan分析可設1或2(解析能力差)

圖63、圖譜條件設定

III. Confirm Elements: 為元素定量或半定量結果呈現，如圖64所示。



由軟體自動顯示所有存在的元素(綠色顯示為加入定量；紅色顯示為加入定量)



切換Chart或Table

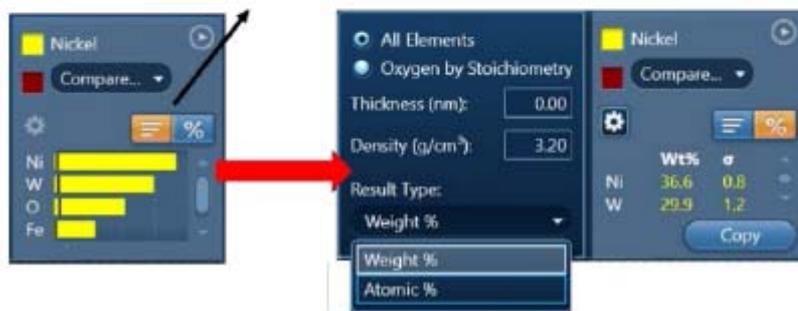


圖64、元素定量或半定量結果呈現

IV. 按"Compare"的下拉式選單，可選擇欲比較之spectrum (一次僅能選擇一個spectrum進行比較)，按None即可取消，如圖65所示。

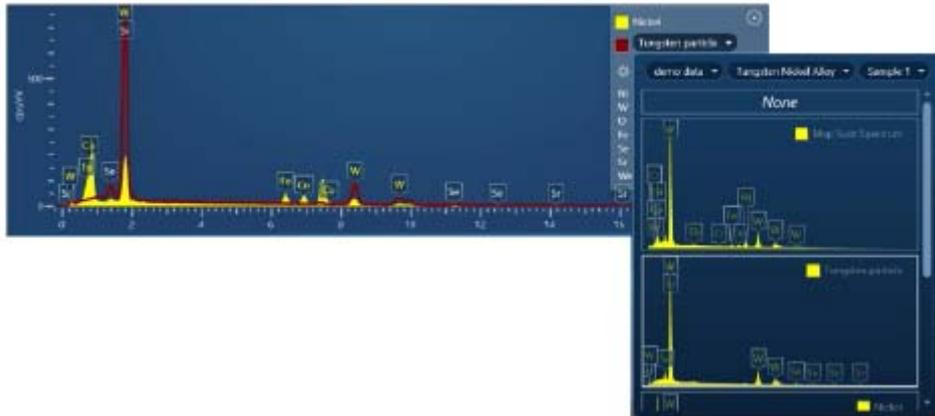


圖65、Compart圖譜呈現

VI. 針對兩個spectrum中的某個Peak進行Normalize，如圖66所示，只要在欲Normalize的Peak以Point或是Region的方式進行點擊即可。

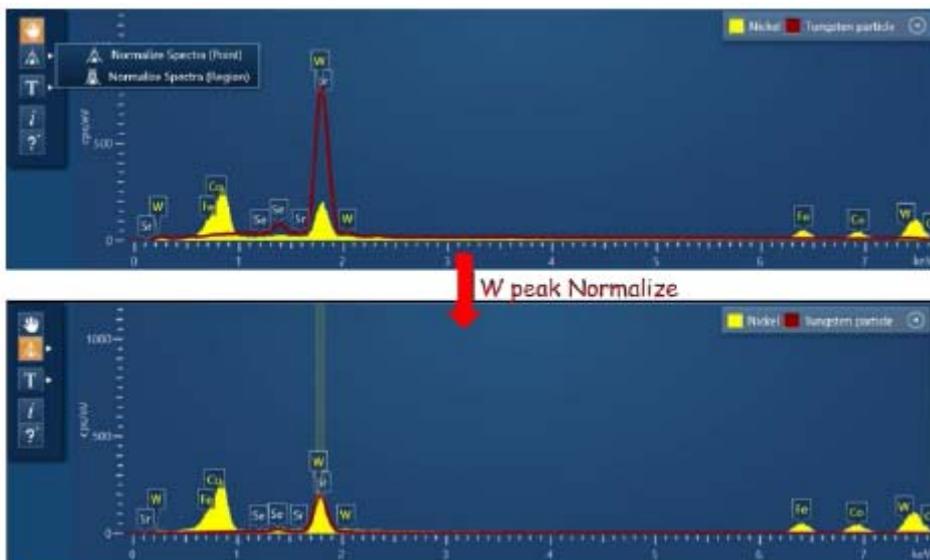


圖66、針對兩個spectrum中的某個Peak進行Normalize

VII. Calculate Composition: 將多點元素之定量或半定量結果整合輸出，如圖67所示。



圖67、多點元素之定量或半定量結果整合輸出

VIII. Report Result: 多種不同形式的Report (doc、xml檔)，如圖68所示，選定後按 Save as存檔。



圖68、Report途徑

IX. 於”Report Result”，可選擇”Report Templates”，即有內建不同分析模式輸出格式，如圖69所示。

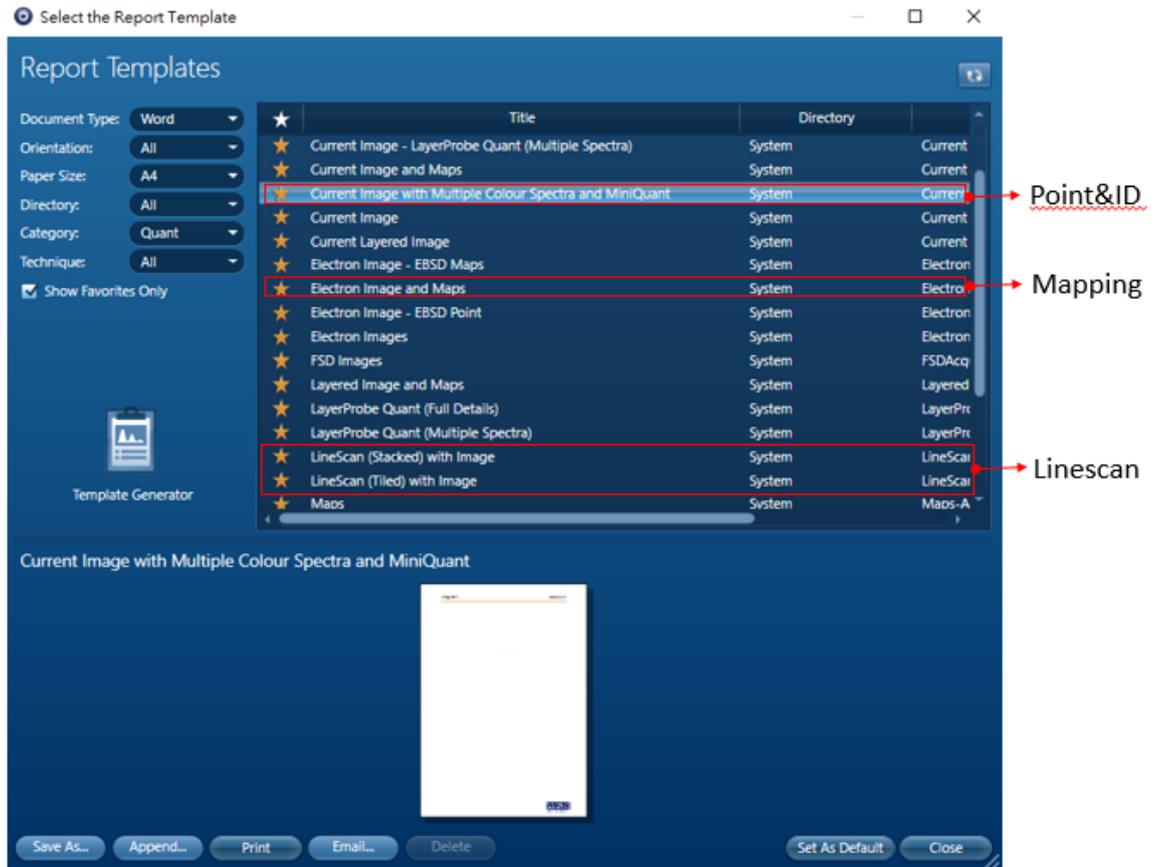


圖69、不同分析模式輸出格式

c. 操作步驟

- 於TEM模式下EDS取得EDS圖譜分析
 - I. 於TEM模式下，將欲分析區域移至螢光屏中間位置，將選取CL光圈(CL 1→CL 4最小)涵蓋分析區域，於EDS軟體中，將Detector伸入，點選”Insertion”→”In”。
 - II. 選取EDS分析流程

“Acquire Spectra”按”Start”擷取EDS圖譜→ “Confirm Elements”呈現元素定量或半定量結果→ “Report Result”檔案儲存。
- STEM 模式的 Point&ID(點分析):具有 STEM 影像之 EDS 圖譜，流程如圖 70 所示，EDS 流程說明細節請參考” b. EDS 操作 ”說明。

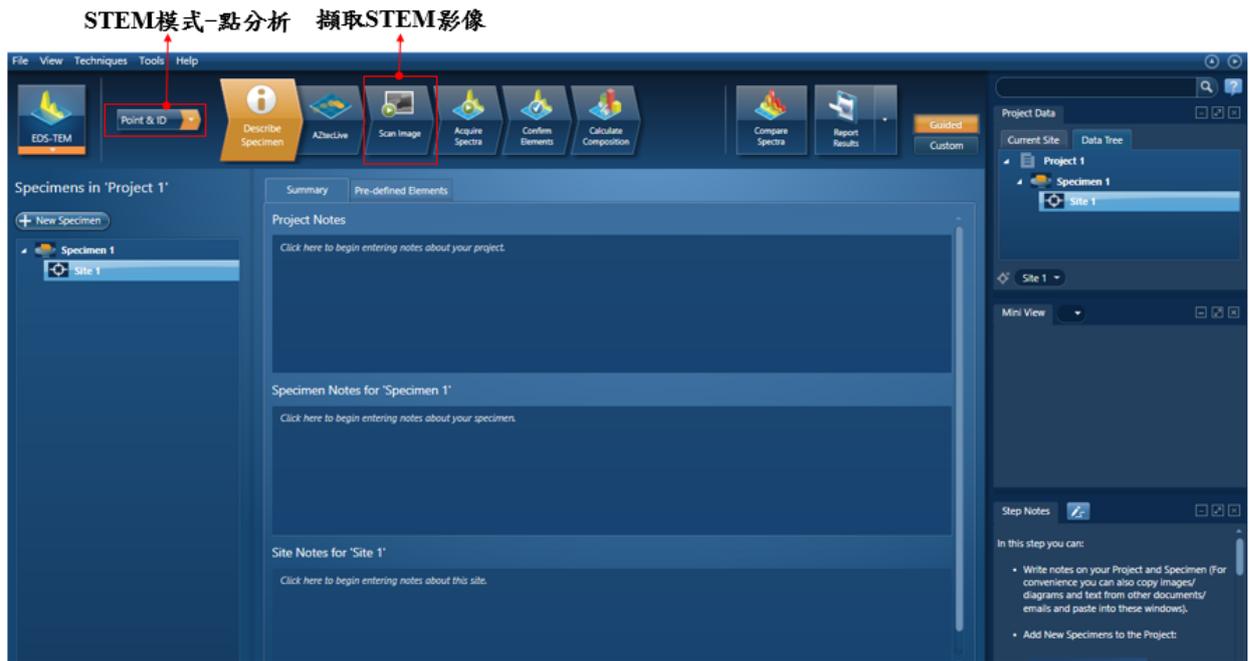


圖70、STEM模式的Point&ID (點分析)流程圖

I. Scan Image: STEM影像、影像解析度參數等設定，如圖71所示。



圖71、STEM影像解析度參數設定

II. Acquire Spectra:於影像中選擇想要分析的形式(如打點或是區域分析參數設定)，如圖72所示。



圖72、點與區域分析參數設定

III. 操作流程

- i. 於EDS軟體中，將Detector伸入，點選detector Move IN。
- ii. 選取EDS分析流程：

“Scan Image” 擷取STEM影像 → “Acquire Spectra” 於影像中選擇想要分析的形式 (如打點或是區域分析等參數設定) → “Confirm Elements” 呈現元素定量或半定量結果 → “Report Result” 檔案儲存。

- STEM模式的Linescan (線分析)掃描: 具有STEM影像之線分析掃描圖譜，流程如圖73所示，EDS流程說明細節請參考”b. EDS操作 ”說明。

STEM模式-線分析 擷取STEM影像 線分析

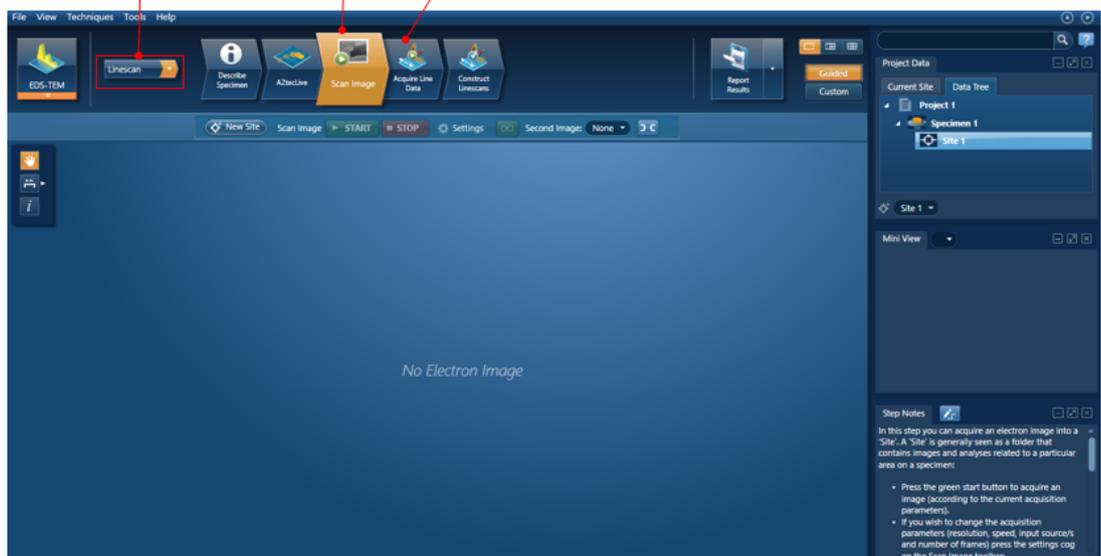


圖73、線掃描分析流程圖

I. Scan Image: STEM影像、影像解析度參數等設定，如圖74所示。

STEM模式-線分析 擷取STEM影像 拉線選取 結果呈現



圖74、STEM影像解析度參數設定

II. Acquire Line Data: 設定Line Data解析度，如圖75所示。



圖75、線掃描參數設定

III. Construct Linescans: 進行元素分佈的確認，如圖76所示。

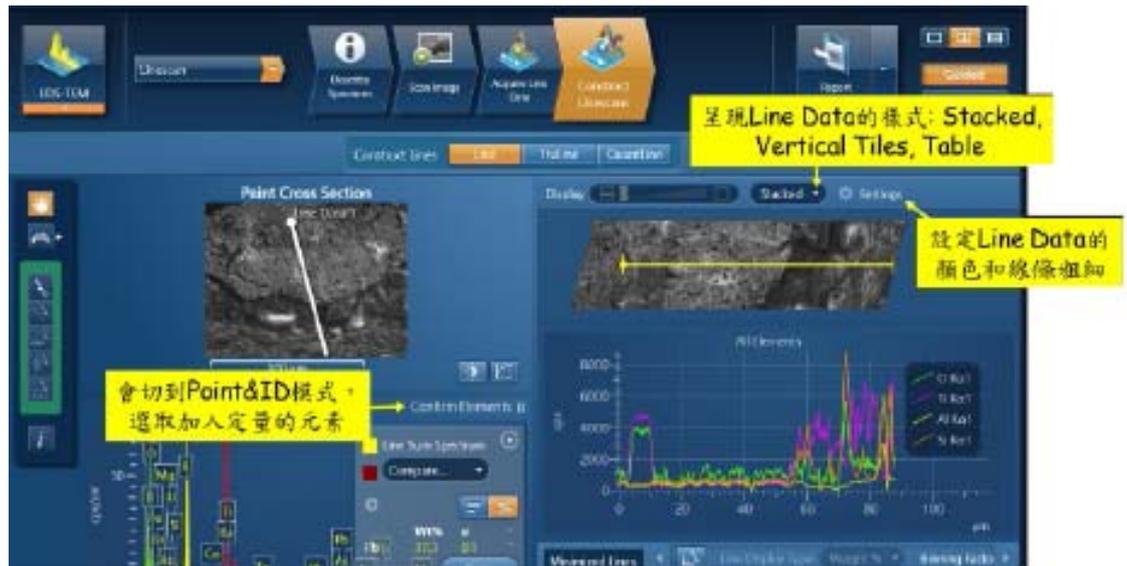


圖76、線掃描元素分佈結果

- Line: 收集每個像素的counts，可以即時並快速的判斷主要元素和次要元素的分布。
- TruLine: 除了處理背景值，以得到更精準的元素比例之外；亦會對於具有Overlap的peak進行分峰處理，如常見的Si-K α 和W-M α ，(當peak出現Overlap，軟體右下方會出現提示訊息)。Y軸僅以counts方式呈現。
- QuantLine: 每個像素的counts經過重新處理和計算，得到元素的定量。Y軸可以Weight%, Atomic%方式呈現。

IV. 操作流程

- 於EDS軟體中，將Detector伸入，點選detector Move IN。
- 選取EDS分析流程

“Scan Image” 擷取STEM影像 → “Acquire Line Data” 於影像中選取欲分析的線距離 → “Construct Linescans” 進行元素分佈的確認 → “Report Result” 檔案儲存。

- STEM模式的Mapping (面分析) 掃描: 具有STEM影像之線分析掃描圖譜，流程如圖77所示，EDS流程說明細節請參考” b. EDS操作 ”說明。



圖77、面分析流程圖

I. Acquire Map Data: Map Data的解析度設定，如圖78所示。



圖78、面分析解析度設定

II. Construct Maps: 面元素分佈結果呈現，如圖79所示。

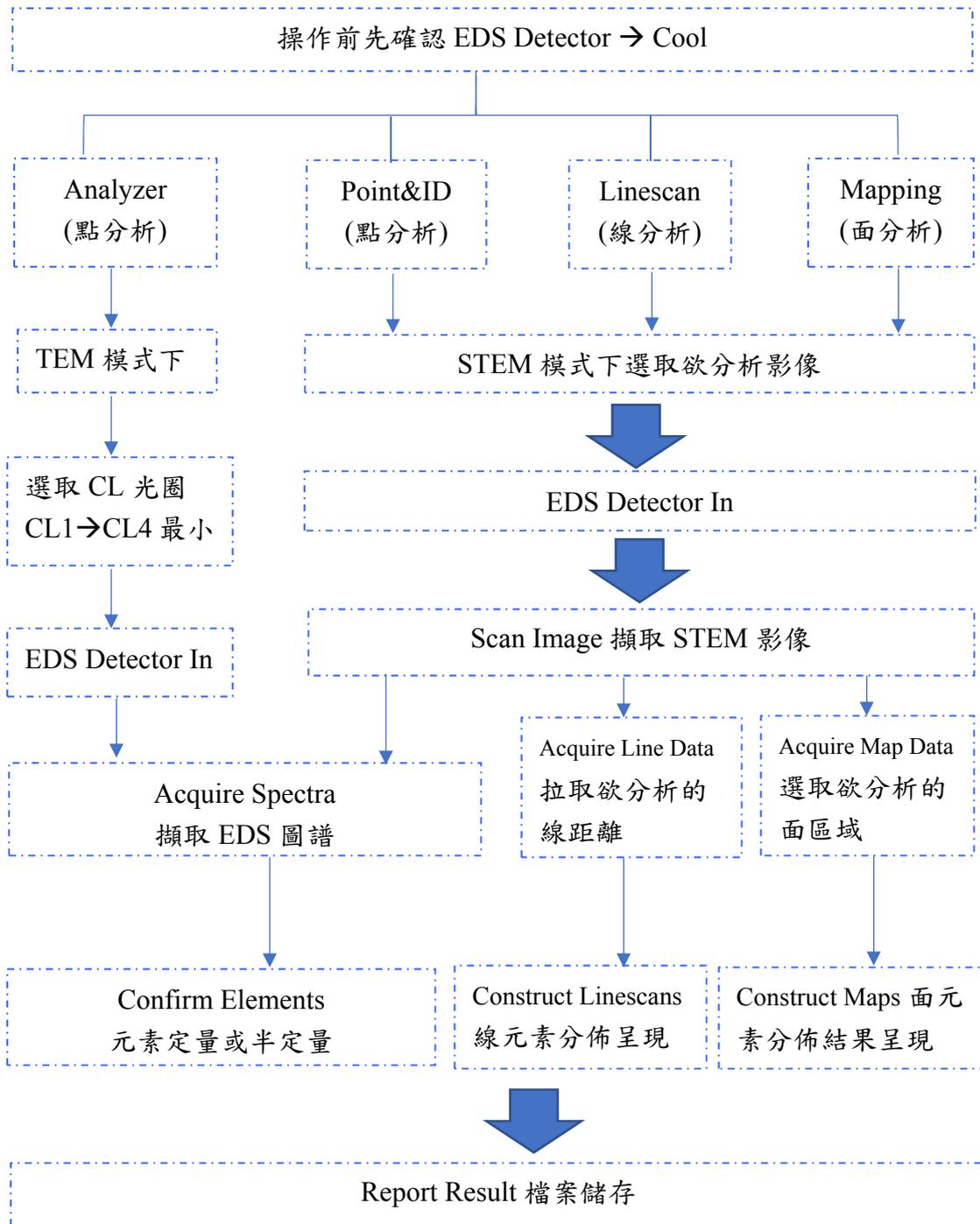


圖79、面分析元素分布圖

III. 操作流程

- i. 於EDS軟體中，將Detector伸入，點選detector Move IN。
- ii. 選取EDS分析流程：
 - “Scan Image” 擷取STEM影像→ “Acquire Map Data” 於影像中選取欲分析的面區域→ “Construct Maps” 面元素分佈結果呈現→ “Report Result” 檔案儲存。

d. 能量散佈分析儀操作步驟流程簡化圖



七、 其他事項

1. TEM 檢測技術與實際範例

(1) 明場像與暗場像(以金奈米粒子為例)：如圖 80 所示，為振幅對比影像。

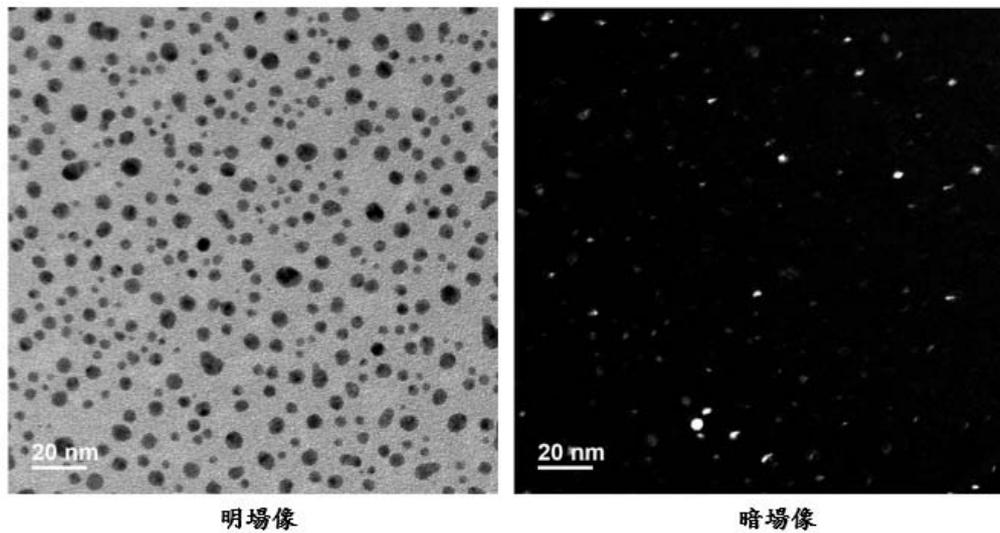


圖 80、金奈米粒子明暗場像

● 實際範例:

中央大學化材系劉正毓教授實驗室，以聚焦離子束顯微鏡(Focus Ion Beam Microscope, FIB)製作金屬 Micro pillar，利用該機台拍攝明場像與暗場像以顯露細微結構，並確認特定繞射點對應的成像，如圖81所示。

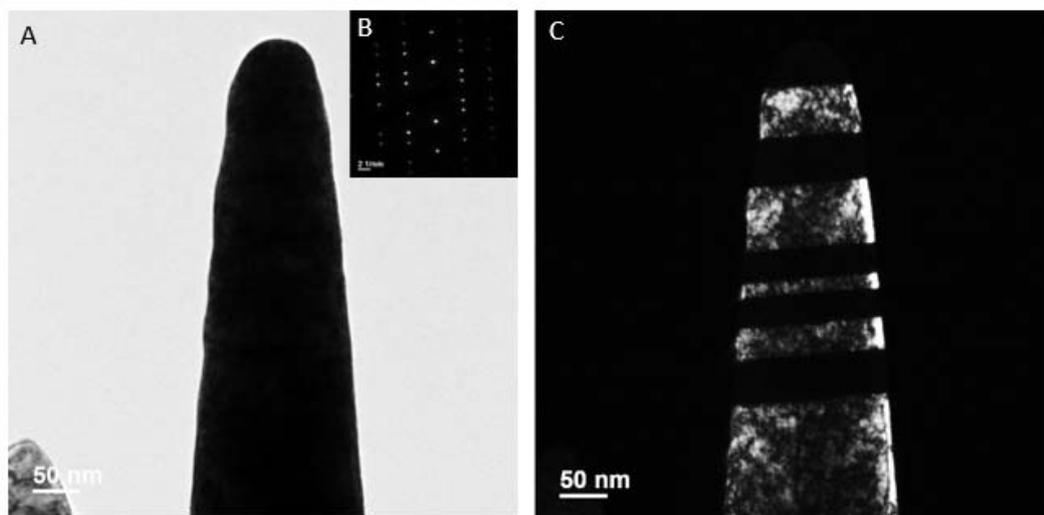
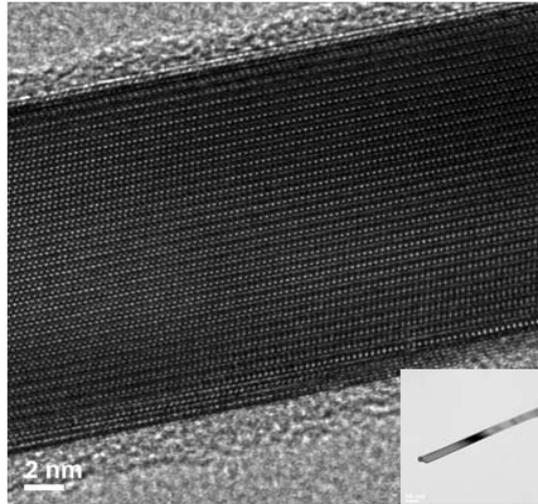


圖 81、金屬 Micro pillar 之 A.明場像、B.電子繞射、C.暗場像

(2) 高解析影像(以氧化鋅奈米線為例)：如圖 82 所示，為相對比影像。



高解析晶格影像

圖 82、為氧化鋅奈米線高解析晶格影像圖

- 實際範例:成功大學劉全璞教授實驗室，利用該機台拍攝在高溫下產生的鎵蒸氣可以借由擴散進入濺鍍氧化鋅薄膜表面，並且可以將擴散深度限制在距離氧化鋅表面約 20nm，使濺鍍氧化鋅形成了一個特殊的雙層膜結構，上層屬於導電材料，而下層則是絕緣材料，拍攝其摻鎵氧化鋅明影像、高解析影像、單晶繞射、多晶繞射，如圖 83 所示。特殊的雙層結構使摻鎵氧化鋅薄膜在保存擦電電荷上比目前文獻中所有的摻鎵氧化鋅來得有效，並且有目前研究中最高的擦電電壓 (tribovoltage) ⁽¹¹⁾。

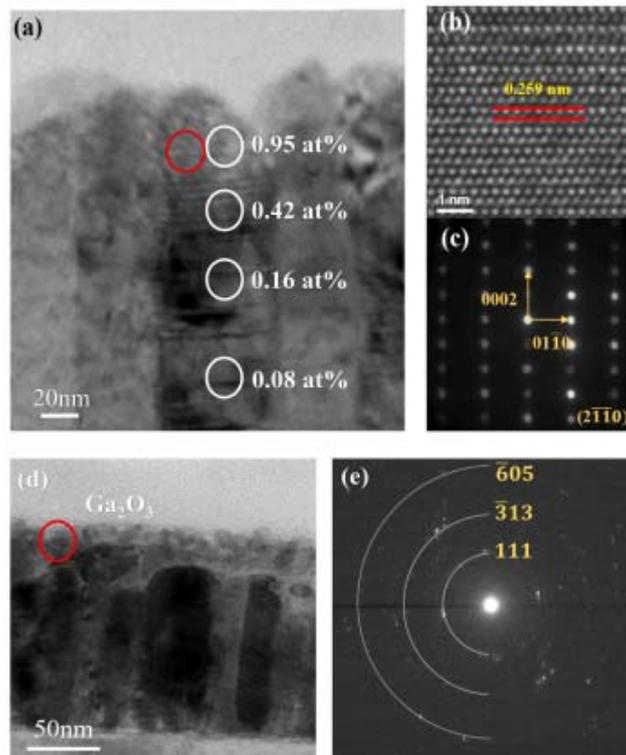


圖 83、摻鎵氧化鋅明影像、高解析影像、單晶繞射、多晶繞射。圖(b)為氧化鋅附近晶格壓縮之高解析影像⁽¹¹⁾

(3) 繞射圖形：

- a. 選區繞射(Selected Area Electron Diffraction Pattern, SAED)：適用於 0.2 微米到數十微米的分析區域。多晶呈現環狀圖形；單晶呈現點狀對稱結構，如圖 84 所示。

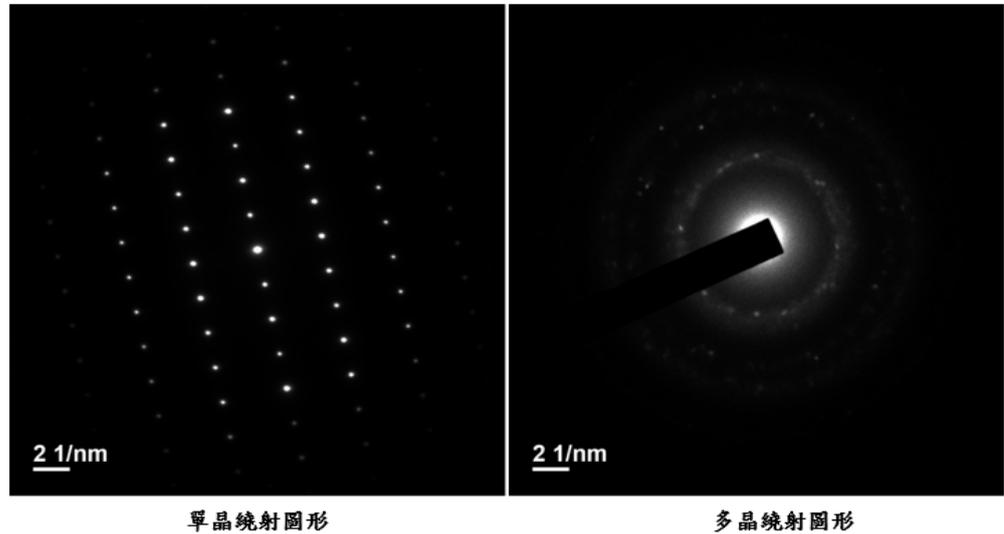


圖 84、單晶與多晶繞射圖形

- b. 微區繞射(Nano Beam Electron Diffraction Pattern, NBED)：用於分析區域至奈米大小時，其最小選區繞射無法將其隔離出，形成單相的繞射圖案。選區繞射與微區繞射其分析區域不同，得到的繞射圖形不同，進而鑑定晶格方向。
- 以金奈米粒子為例，圖 85 為選區繞射與微區繞射其分析區域不同，得到不同的繞射圖形，圖 85A 為選區繞射區域包含許多顆粒時，繞射圖呈環狀；圖 85B 為微區繞射單一顆粒，包含不同軸之點狀環型繞射圖；圖 85C 為針對單一顆粒中，其特定微小單晶晶體之對稱點狀繞射圖。

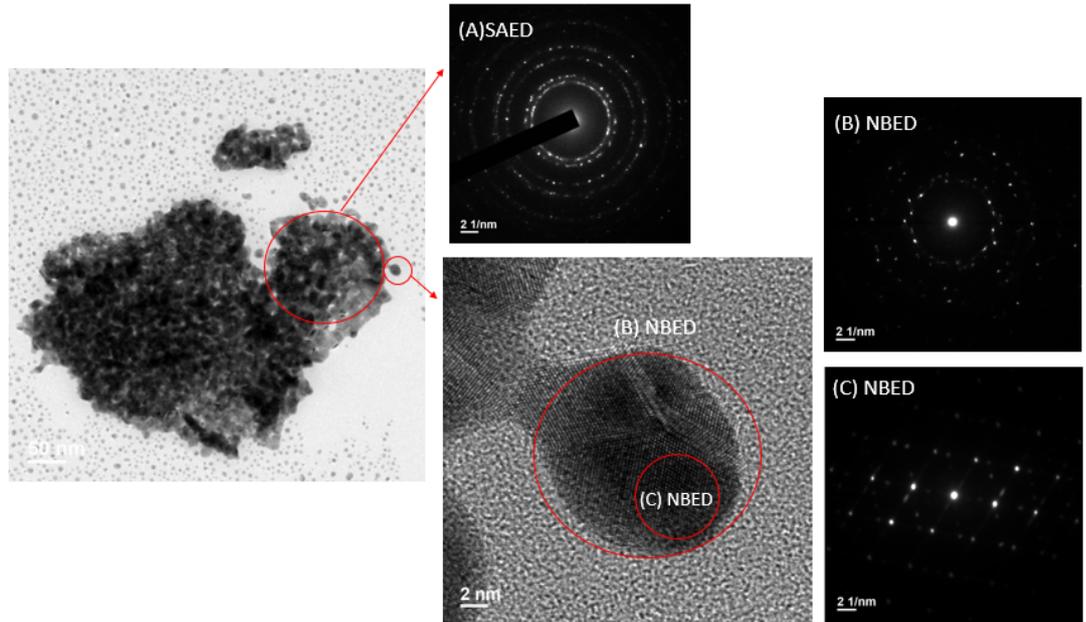


圖 85、A 為呈現多晶選區繞射區域(SAED)；圖 B 為多面晶體微區繞射(NBED)；圖 C 為特定單晶晶體之對稱單晶繞射圖(NBED)

- 實際範例:成功大學光電系陳蓉瑤教授所主持之軟性光電元件實驗室開發簡單的 A 位取代方法製備 FAPbBr_3 、 $\text{FA}_{0.5}\text{Cs}_{0.5}\text{PbBr}_3$ 和 CsPbBr_3 三種 APbBr_3 鈣鈦礦量子點 (perovskite quantum dots, PQDs)，藉由和聚 (3-己基噻吩-2,5-二基) (poly(3-hexylthiophene-2,5-diyl), P3HT) 共混製備出 P3HT/PQDs 複合膜光記憶體，利用該機台拍攝 APbBr_3 鈣鈦礦量子點的顆粒大小與結晶結構，如圖 86 所示，進一步觀察複合膜中的 APbBr_3 之分散性⁽¹²⁾。

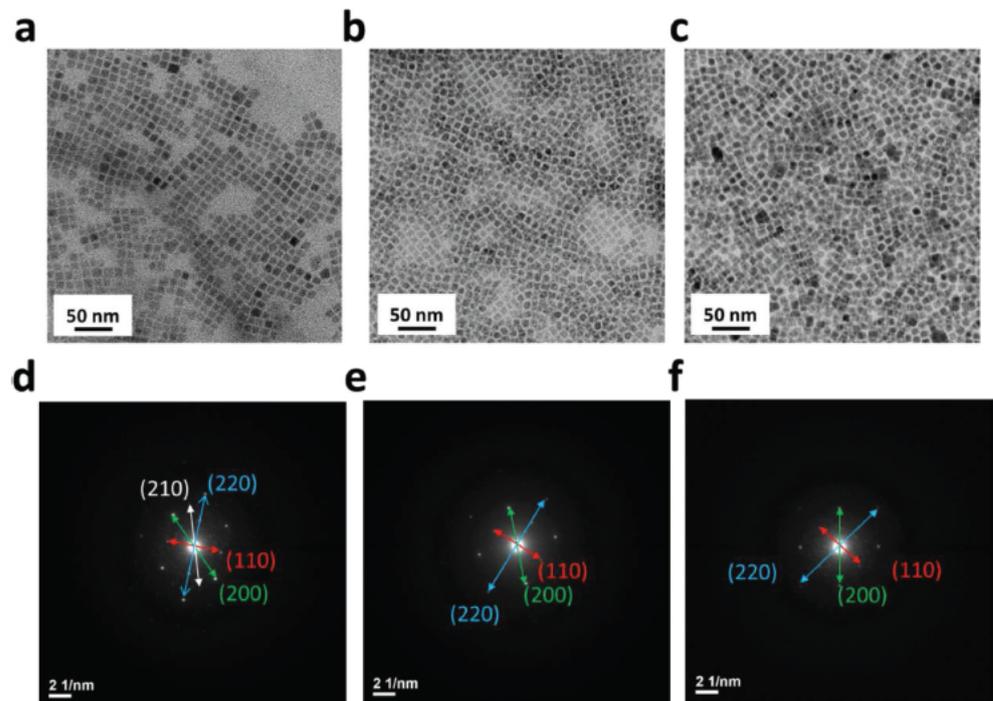


圖 86、a-c 為鈣鈦礦量子點明場像；d-f 單顆鈣鈦礦量子點之微區繞射⁽¹²⁾

c. 聚束電子繞射(Convergent beam electron diffraction, CBED)

主要功能用於研究晶體結構，可以量測微小晶格變化、推算晶體的形變。以為氧化鋅與利用 MBE 於矽基板上成長 SiGe 層為例，如圖 87 所示。直射電子束變成大”光盤”，裡面有一組回路形條紋換許多細線，迴路形條紋的圈數越多表示試片越厚。

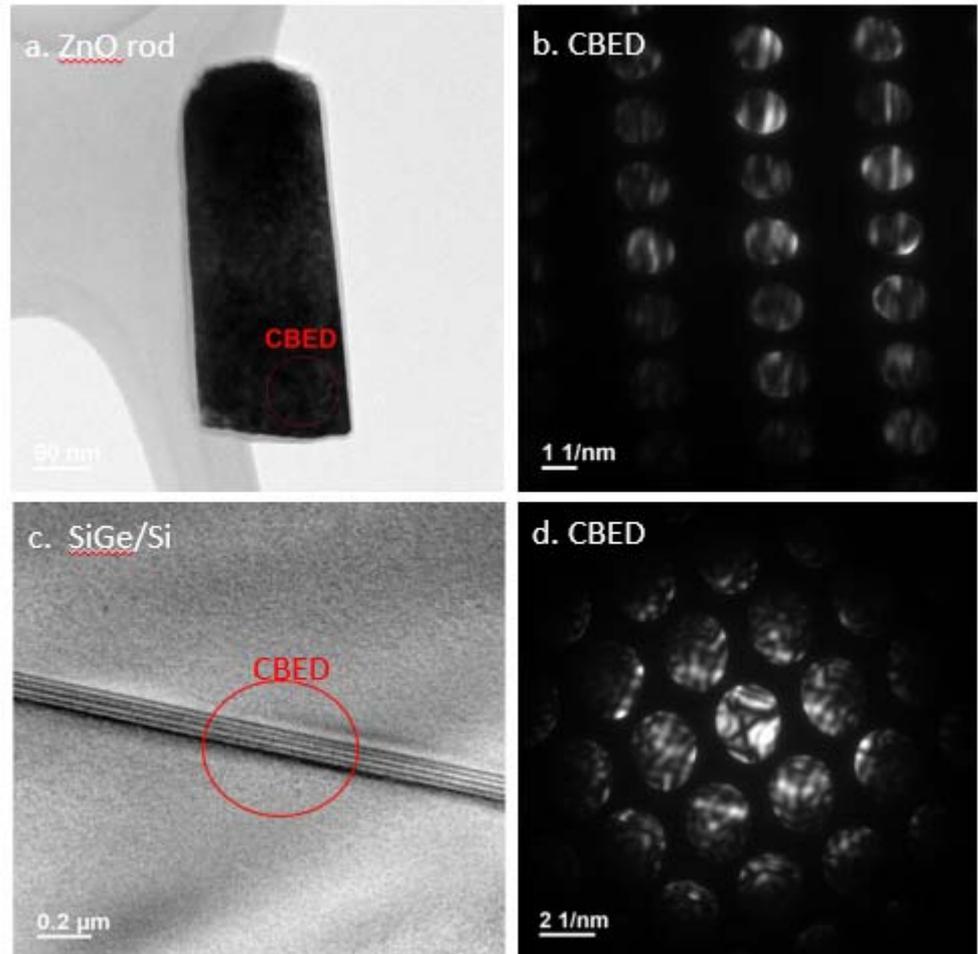


圖 87、a.為氧化鋅 TEM 影像；圖 b.為氧化鋅聚束電子繞射圖；圖 c.為利用 MBE 於矽基板上成長 SiGe 層之 TEM 影像；圖 d.為矽基板上 SiGe 聚束電子繞射圖

(4) 掃描穿透式電鏡成像(STEM):STEM-BF 與 HAADF 影像

- a. 高影像分辨率:以矽基板沿[001]方向為例，如圖 88、圖 89 所示，於 HAADF 影像中可分辨出 Si 啞鈴結構(dumb-bell)，於 STEM-BF 影像中則無法清楚分辨出。

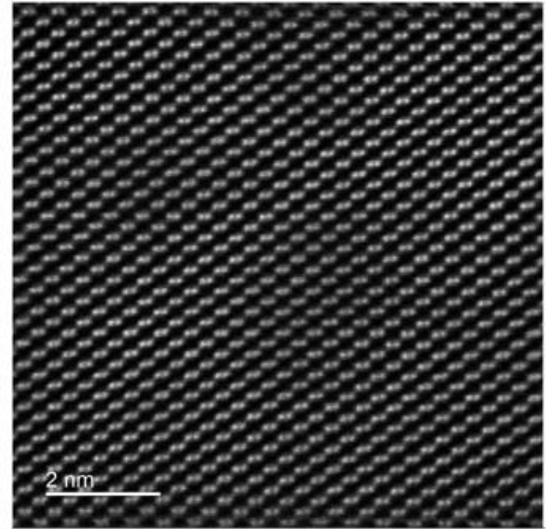
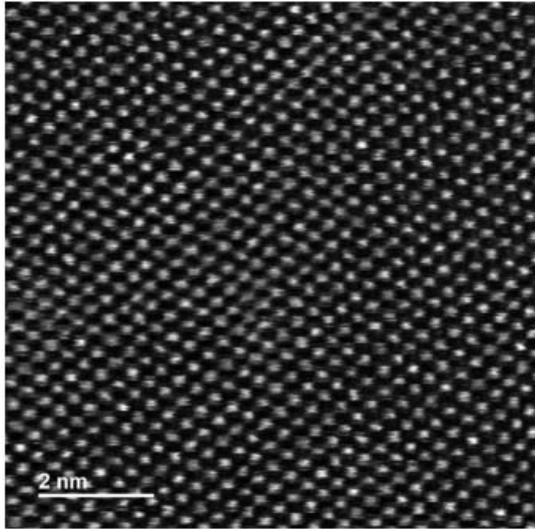


圖 88、矽基板沿[001]STEM-BF 影像

圖 89、矽基板沿[001]HAADF 影像

b. 原子序對比影像：

以 MBE 於矽基板上成長 SiGe 層為例，訊號強度與原子序成正比關係，於 HAADF 影像越亮代表元素越重，故 SiGe 層狀結構越易分辨出，如圖 90、圖 91 所示。

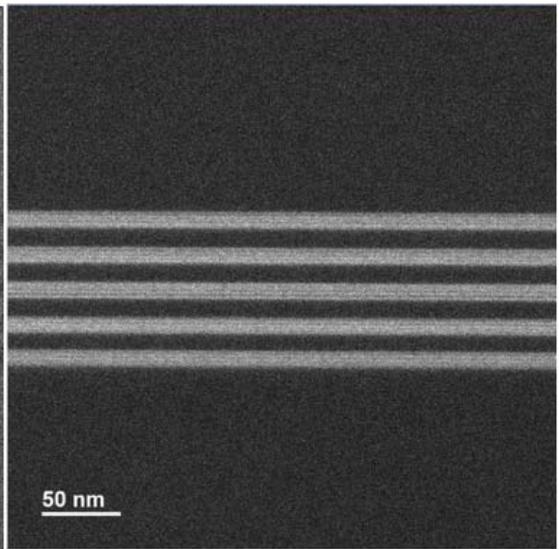
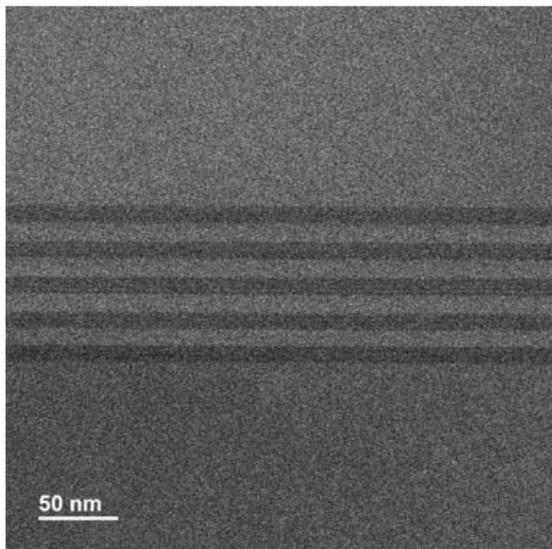


圖 90、矽基板成長 SiGe 層 STEM 明場像

圖 91、矽基板成長 SiGe 層 HAADF 影像

- 實際範例：台灣大學陳浩銘教授利用該機台於HAADF拍攝MnSA/NC 與 MnSA/SNC其Mn離子分布情況，於HAADF影像中顯現出Mn分布狀況，如圖 92所示⁽¹³⁾。

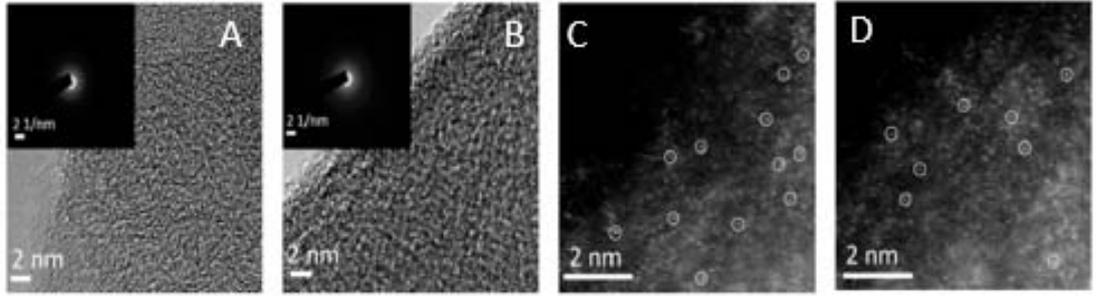


圖92、圖A與圖B分別為Mn_{SA}/NC 與Mn_{SA}/SNC HR-TEM影像；圖C與圖D為分別為Mn_{SA}/NC 與Mn_{SA}/SNC HAADF⁽¹³⁾

(5) 成分分析

a. EDS 分析:具備點、面成分分析(以 BN 分析為例)，如圖 93 所示。

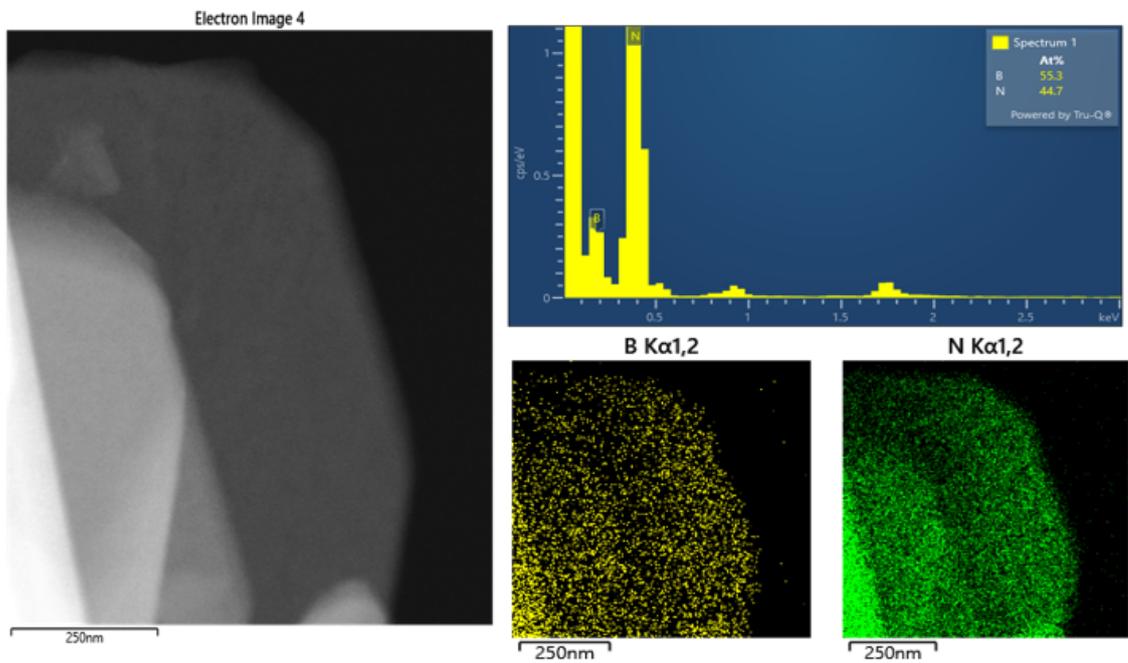


圖 93、BN 成分分析圖

● 實際範例:

- i. 成功大學材料系丁志明教授實驗室用於產氧反應的新型鑰基高熵鈣鈦礦氧化物 (HEPO) 電催化劑，利用該機台拍攝鑰基高熵鈣鈦礦氧化物之明場像、高解析、繞射與 EDS 面元素分布狀況，如圖 94 所示⁽¹⁴⁾。

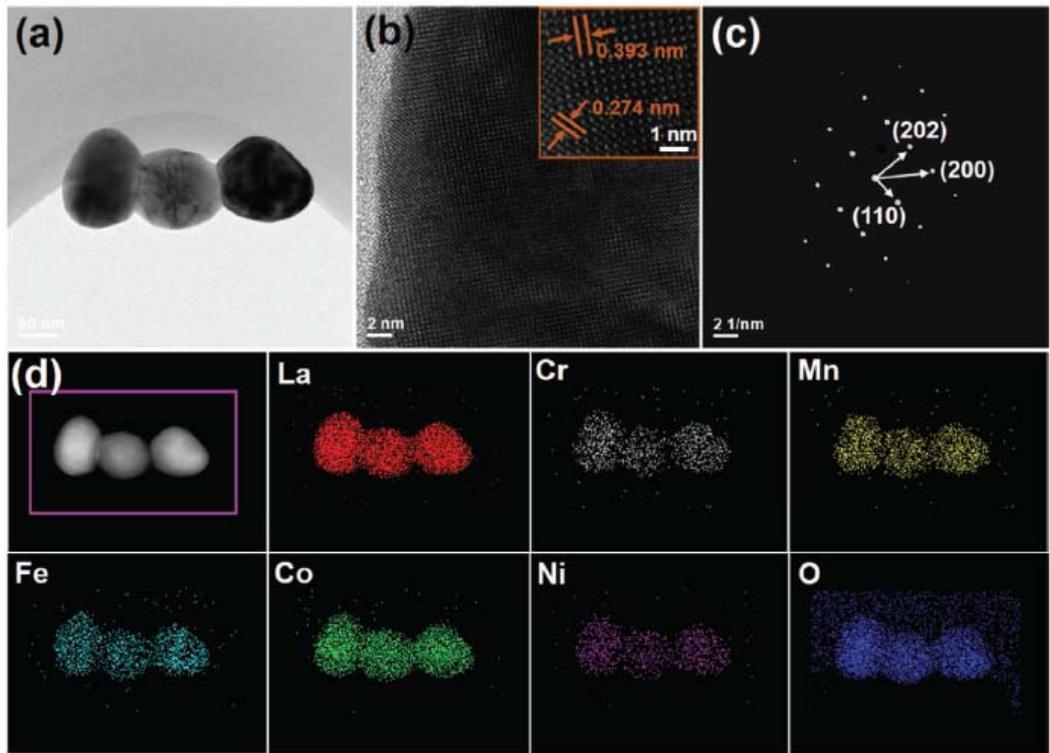


圖 94、 L_5M_2Co (a)TEM 影像(b)高解析像(c)SAED 繞射影像(d)EDS⁽¹⁴⁾
 ii. 成功大學光電系黃志嘉教授實驗室，利用該機台拍攝 AgAuPd Nanocubes 明場像、高解析、繞射與 EDS 點、線、面元素分布狀況，如圖 95 所示⁽¹⁵⁾。

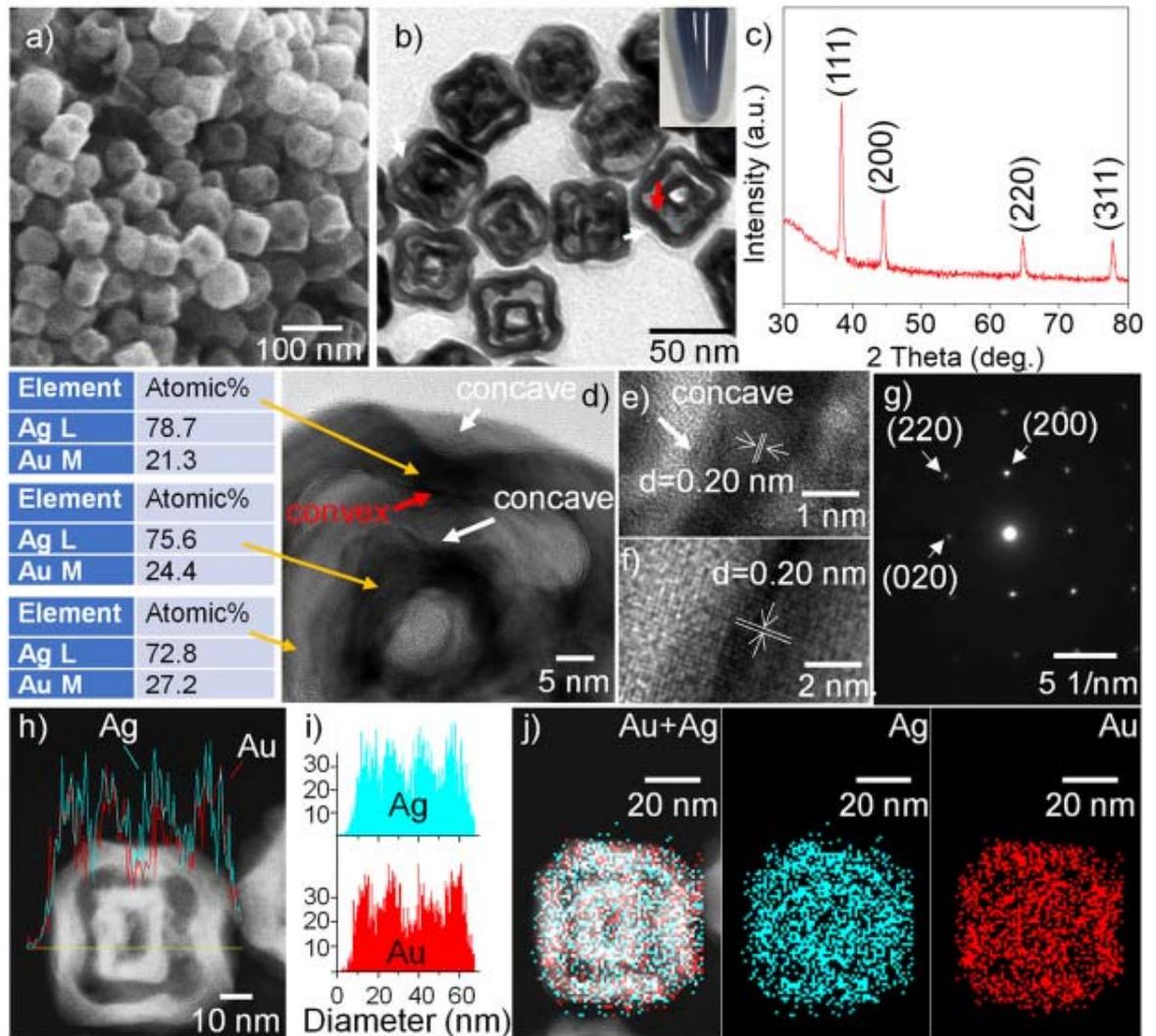


圖95、AgAu nanocubes(a)SEM影像(b) TEM影像(c) XRD訊號；(d-f) HRTEM影像(g) SAED繞射圖 (h)HAADF影像(i) (EDS) line scan profiles (j) EDS mapping⁽¹⁵⁾

b. EELS分析:包含非彈性散射電子訊號，可提供元素的化學鍵結、厚度量測等資訊，以片狀物BN為例，如圖96所示，可偵測輕元素之EELS圖譜。

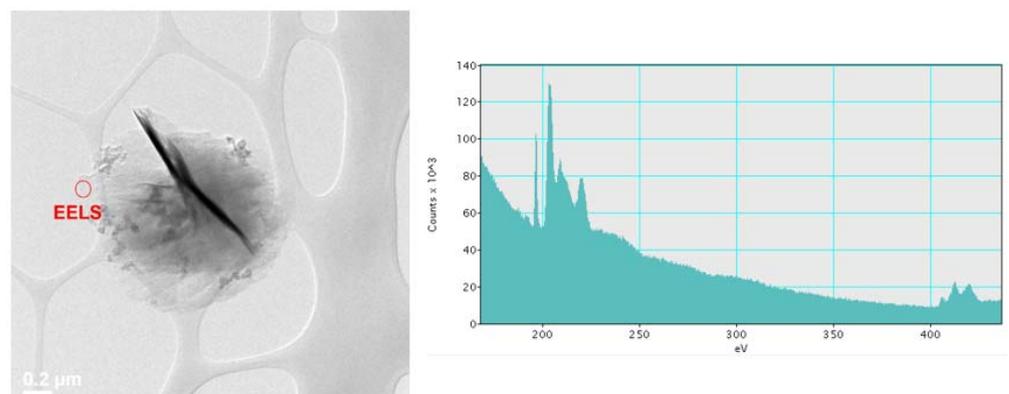


圖 96、片狀物 BN EELS 圖譜

- 實際範例: 成功大學材料系丁志明教授實驗室以含 FeOOH 的水合層狀鈮酸鐵電催化劑，具有優異的析氧反應和高效水分解，利用該機台鑑定 V、O 鍵結狀態，如圖 97 所示⁽¹⁶⁾。

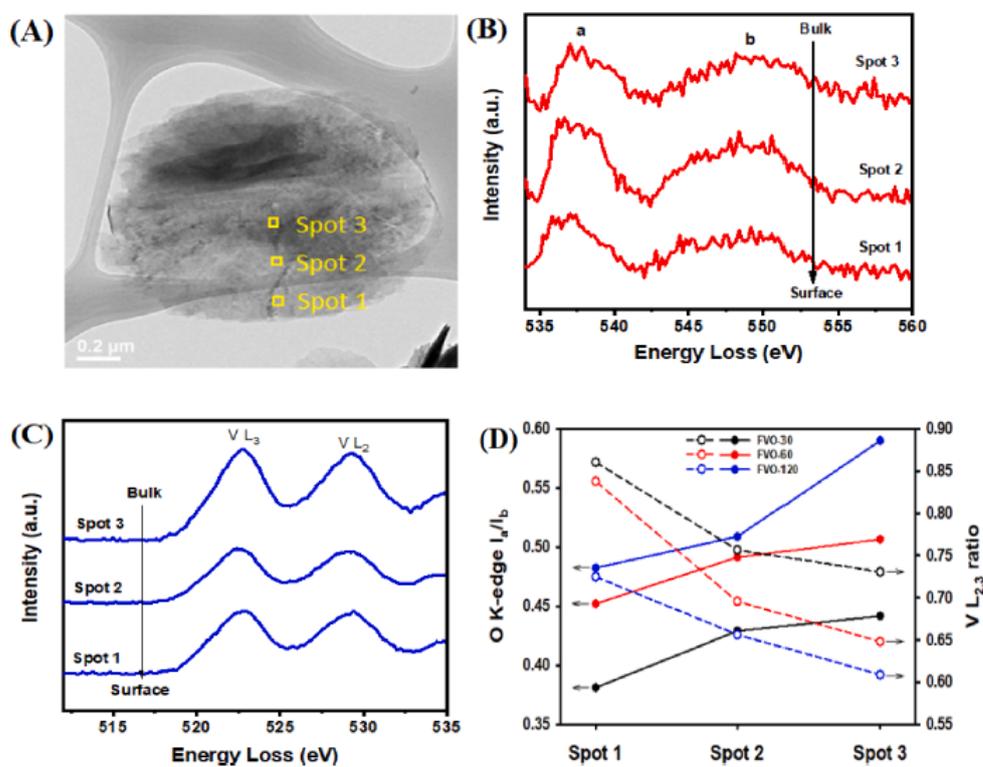


圖 97、A 為 FVO-60 TEM 影像；圖 B 為 EELS O K-edge 圖譜；圖 C 為 V L-edge 圖譜；圖 D 為(D) FVOs 不同位置 O K-edge Ia/Ib 與 V L2,3 比值⁽¹⁶⁾

2. 注意事項

(1) 樣品須注意以下事項，避免拍攝：

- 真空中具揮發性或在電子束照射下易分解、釋出氣體分子，低熔點之樣品
- 有機物、高分子、粉末材料、磁性物質。
- 未充分乾燥或含有水氣之樣品。
- 有礙真空維持或可能污染腔體之樣品

(2) 使用 JEOL holder 支撐架更換樣品時，如圖 98 所示，注意以下事項：

- a. 將 Holder 小心輕放在支架上。
- b. Holder 尾端需要完全支撐住 Holder。
- c. Holder 前端需由白色支架完全支撐住 Holder。
- d. Holder 最前端由米色支架需要輕輕撐住 Holder。
- e. 將透明螺絲輕輕轉入，以固定住 Holder 側面之黃色部位，避免 Holder 旋轉。
- f. 確保以上步驟，即可開始更換樣品。

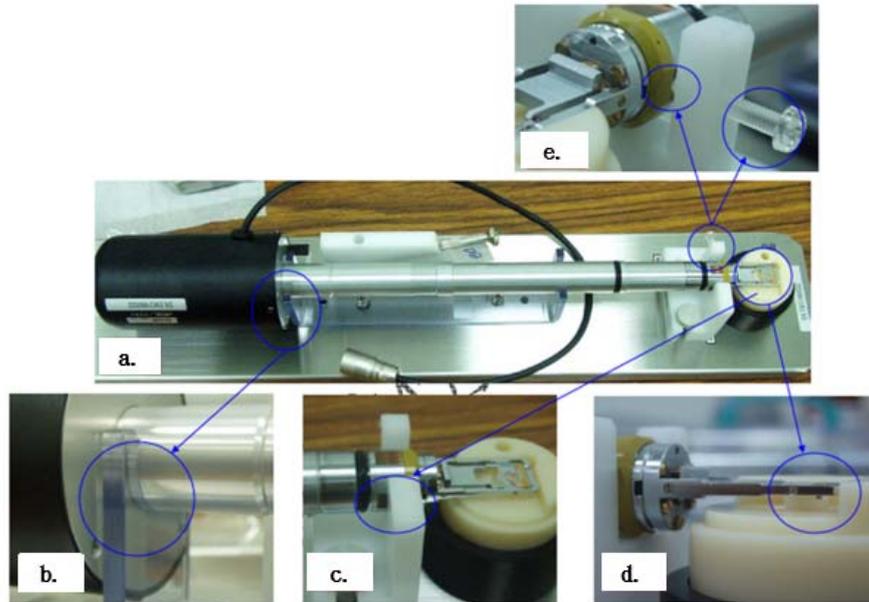


圖 98、支撐架更換樣品注意步驟

(3) 切換不同光圈孔徑時，須留意切換時的力道與光圈置中位置。

- a. 孔徑 X 軸與 Y 軸位置如圖 99 所示，更換不同孔徑使用旋轉鈕時，請輕輕旋轉更換，切勿力道過大，導致旋鈕與彈簧損壞。

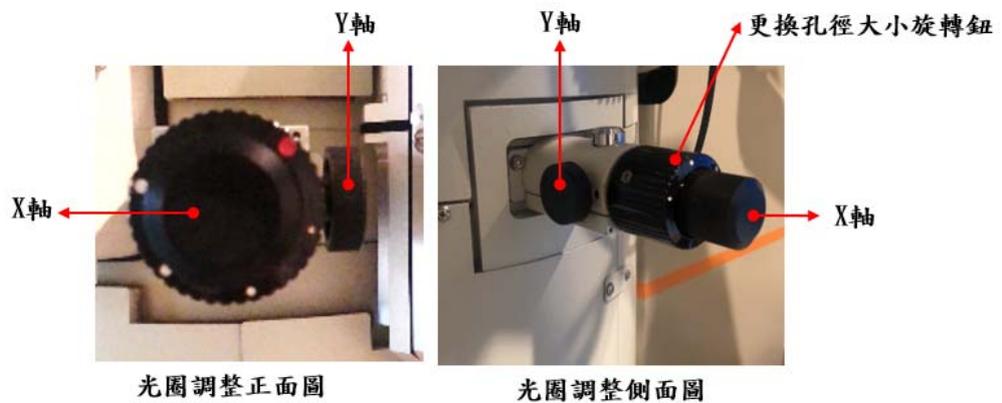


圖 99、光圈調整鈕

- b. 調整光圈置中位置如圖 100、圖 101 所示。

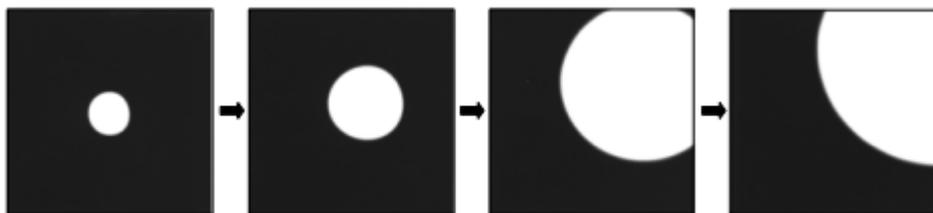


圖 100、光圈切換後偏移

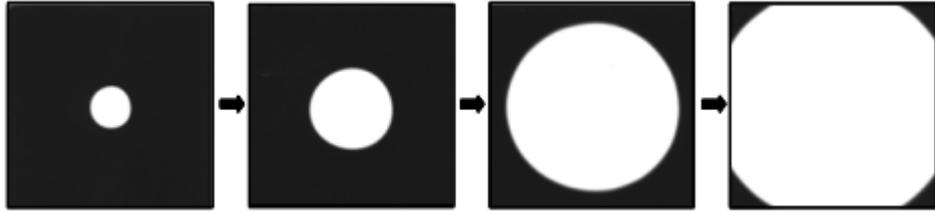


圖 101、光圈切換後調整置中位置

3. 操作時，常見時十大問與答

● 穿透式電子顯微鏡機台操作

(1) 問：JEOL 電腦功能當機，無法連線？

答：可點選 Temservice，按滑鼠右鍵，選擇 Exit，再重新點選 Temserve 開啟程式連線。

(2) 問：操作時，為什麼都看不到電子束？

答：需確認以下狀況：

- 沒開啟電子束閥門[Beam On]？
- 確認是否於 LM(low MAG)模式？
- 是否被樣品或銅網擋住？
- 前一位使用者是否 CL、OL、SAED Aperture 未歸回全開位置？
- 真空忽然過差→請立即通知儀器管理員。

(3) 問：為什麼樣品都無法聚焦？

答：可利用兩種方式幫助聚焦，如以下敘述：

- 使用 IMAG-WOBB X 或 IMAG-WOBB Y 按鍵：此時可能會見到影像成雙影(此時影像為 defocus 狀態)，以 Z-▽及 Z-△調整 stage 高度，使影像聚焦成單一影像，此時試片影像為 in-focus 狀態。
- 利用 Z 軸調整：當樣品聚焦深度落差過大時可以 Z 軸調整，以 BRIGHTNESS 鈕將影像收斂到一小點，此時若焦距差別過大時會觀察到光點外圍有一圈圈如多晶繞射的光環或繞射點，此時便需以 Z-▽及 Z-△調整 stage 高度，使一圈圈的光點聚集成單一光點，可確定焦距於附近範圍。

(4) 問：更換不同 Condenser Aperture 或不同之 spot size，是否要重新 Alignment？

答：更換不同 Condenser Aperture 後必需重新 Alignment；不同之 spot size 校正情況略有差別，一旦選定某一 spot size 做校正後，若需換另一 spot size 觀察時，需微調 Condenser Stigmator Alignment 與 beam shift 調整，Alignment 需再反覆確定之前校正的每一步驟之校正情況，確保為最佳狀況。

(5) 問：為什麼切換不同倍率時，電子束都會亂跑？

答：切換不同倍率下的成像，其 Gun 及 Beam 會稍有偏移，利用 beam shift 稍微調整即可。

(6) 問：為什麼電子束形狀扭曲嚴重，不是類似三角形的形狀？

答：需確認以下狀況，皆會影響電子束是否為三角形的形狀：

- 是否樣品為具有磁性樣品?若是，請立即將樣品退出，並立即通知儀器管理員。
- 聚焦鏡像差調整(Condenser Stigmatism)，可調整電子束圓不圓。
- 重新確認影像搖擺調整(Wobbler)。
- 電壓中心校正。
- 確認散光(像差)調整。

(7) 問：如何調整像差(OBJ)影像?

答：可使用 GATAN 軟體 Process-Live FFT 輔助。觀察 Live FFT 的影像，若是光環不是為對稱的一圈圈形狀，而是橢圓的話，此時必須調整 Obj-Stigmator，直到 FFT 下的光環成對稱圓；即可調好影像之像差。

(8) 問：為什麼想做單晶繞射點圖形，無法均勻將對稱點呈現出?

答：須調整分析區域所產生的菊池線位置，並配合調整晶向位置到正晶軸方向。

(9) 問：為什麼拍出來的繞射圖形，中心點衍伸出一條光暈?

答：此時代表電子束強度過強，導致 CCD 過曝，可調整 Brightness 鈕控制電子束發散強度，或降低 CCD 曝光秒數，選擇較佳曝光秒數。

(10) 問：操作結束後，需確認那些重要步驟，才可以將 holder 拿出?

答：Holder 拿出前，須注意兩件事：

- 需將 Beam (按鍵為 Beam 鍵)關閉。
- 試片位置須歸零，每次操作前與退片前都須確認 holder type，不同 holder 其傾斜角度亦不同，holder 歸零位置也不同，該舉動未留意將造成 holder 前端未歸位而損傷，需照價賠償損壞之維修費用。

● 搭載球面像差修正器之掃描穿透式電子顯微鏡(Cs-STEM)

(1) 問：為什麼從 TEM 模式切換到 STEM 模式，電子束形狀很奇怪，電子束不像之前所學在 STEM 模式下應該有的形狀?

答：請洽技術員，該狀況為 Cs 軟體執行錯誤，需重新連線與校正。

(2) 問：為什麼找不到 Ronchigram?

答：具有結晶區域容易有繞射條紋 Ronchigram 不易察覺；Ronchigram 在非晶區域較容易顯現才能找到最小與聚焦的正確位置，可試著利用 Z 軸或 OBJ-Fine Focus 鈕慢慢調整，找出 Ronchigram。

(3) 問：STEM 下，Spot 與 Camera Length 的選擇較容易調 Ronchigram?

答：Spot 越大(如 6C)與 Camera Length 8cm 會比 Spot 小(如 8C) 與 Camera Length 8cm 其 Ronchigram 容易調整，因 Spot 越大其 Ronchigram 圓盤尺寸較大，較容易判斷。

(4) 問：為什麼 Ronchigram 一直無法調整成圓型的圓盤?

答：兩大因素造成主要為像差、Ronchigram 中心點是否置中?由於 Ronchigram 的調整影響影像清晰度，故 Ronchigram 中心形成平坦圓盤區需次加以練習才能理解像差需如何調整?

(5)問：Detector 已深入，為何無 STEM 影像？

答：請確認選取何種模式下？Detector 選擇？OL Aperture 選擇？舉例如下：

使用 STEM-DF 模式為 Detector:DF，OL Apertur 需全開，DF 才會有影像。詳情請參考”五、搭載球面像差修正器之掃描穿透式電子顯微鏡”2. Cs-STEM 操作。

(6)問：選擇不同 Camera Length 時，Ronchigram 要重新調整？

答：需要重新調整，選擇不同 Camera Length 時，Ronchigram 的位置會改變，可以調整 PLA-DEF X、Y 鈕使其置中。

(7)問：為什麼擷取 STEM 影像後，照片中看起來有時會又一條一條橫線，像雜訊干擾？

答：STEM 對於環境空間要求較嚴格，若環境有機械震動、噪音、溫度等，都會影響該訊來源，故若擷取 STEM 影像後有該現象，可能當時環境具有干擾導致。

(8)問：為什麼拍攝的 STEM 影像完全不清楚？

答：請確認樣品厚度。於 STEM 模式下，通常試片厚度在 20nm~50nm 較適合，若試片過後，電子束穿透性過差，亦影響 STEM 影像品質，樣品過厚甚至 STEM 模糊。

(9)問：為什麼一開始拍攝 HAADF 影像清楚，但擷取幾次後會越來越模糊？

答：因 HAADF 成像，利用高輝度在試片表面掃描成像，故該現象為積碳污染，會使得影像越來越模糊。可藉由電漿清除(plasma clean)試片表面，減緩或排除積碳現象。

(10)問：為什麼結束 STEM 模式切換到 TEM 模式，試片卻被打壞了，形貌全不對？

答：因模式切換時，會先消除磁滯效應，電子束電流過大有損傷試片的可能，故建議按控制面板”F6”使電子束於切換模式過程中偏折，即可保護試片。

● 能量散佈分析儀(EDS)

(1)問：為什麼 EDS detector 無法伸入？

答：請確認 EDS detector 與否於 Thermal 切換到 Operate 模式？Operating Status 需顯示 Cool，EDS detector 才能伸入。

(2)問：為什麼沒有 EDS 訊號？

答：請確認試片位置是否在最邊緣處？是否被邊緣的 Cu grid 遮擋？建議 EDS 擷取訊號位置為 grid 中間最佳；請確認是否有傾斜樣品載具？角度過大，相對 EDS 無法接收訊號。

(3)問：EDS 訊號與 STEM 影像選擇 Spot 是否有適合的參數？

答：通常使用點分析(point)時，STEM Spot 選擇小的尺寸如 8C；使用線、面分析(Linescan 和 Mapping)時，需要用較大電流收集訊號，故 STEM Spot 選擇小的尺寸如 6C 或更大。

(4)問：執行 EDS 時，EDS detector 忽然自動退出？

答：當 TEM 切換模式或者是大範圍移動樣品位置時，偵測瞬間過量的電流，為保

護detector，則detector自動退出。

(5)問：當樣品會飄時，是否有功能協助 EDS 執行？

答：通常使用於Linescan和Mapping取樣時間較長，樣品會有飄移問題，軟體中建議開啟Autolock功能，請參考”六、能量散佈分析儀 EDS操作”。

(6)問：Linescan 或 Mapping 時，試片過度飄移，也開始 Autolock 功能，但影像疊圖仍呈現偏移，是否能改善？

答：該狀況應不適合再執行EDSLinescan或Mapping，因試片過度飄移。如想再嘗試擷取，可將Dell time等設定減少，但該設定與分析解析結果仍有相關性。

(7)問：EDS 軟體一直顯示錯誤訊息，無法執行？

答：請確認 EDS 檔案儲存捷徑，儲存檔案需於該電腦內，如儲存為虛擬網路資料夾，則會出現錯誤，無法執行。

(8)問：執行 EDS 過程中，不小心將 Operating Status Cool 切換到 Cooling，怎麼辦？

答：請先暫停 EDS 訊號擷取，將 Cooling 切換到 Cool，待 Operating Status 確定為 Cool 才能繼續 EDS 操作。

(9)問：若材料元素含量很低，類似參雜(Doping)，建議使用何種 EDS 模式呈現？

答：因有關 EDS 解析能力，參雜元素呈現建議使用點(point)分析模式中點、選區分析可能較為適合；線與面分析通常需要元素含量 5~10 at%以上較能呈現出空間解析度。

(10)問：使用 EDS 功能後切換至 TEM 模式，是否有需注意事項？

答：使用完畢後，務必將detector Move Out，並將Thermal切到Standby模式；當holder拿出時，避免EDS有真空洩漏之風險。

八、 附件資料

1. https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Scheme_TEM_en.svg.
2. 曾文賢、何榮銘、蘇安仲, 科儀新知第二十九卷第二期 96.10。
3. D. B. Williams and C. B. Carter, Transmission Electron Microscopy, New York: Plenum (1996).
4. 鮑忠興、劉思謙,近代穿透式電子顯微鏡實務,第二版, 滄海書局(2019)。
5. JEOL JEM-2100F Field Emission Electron Microscope instructions manuals.
6. <http://www.jiedong.com.tw/>.
7. Specimen tilting holder manuals.
8. 洪英傑、郭育秀, 科儀新知第三十二卷第三期 99.12。
9. Oxford Instrument Technical Data Sheet.
10. JEOL Scanning Image Observation Device instructions manuals.
11. Lee, P. C., Ou Y.C., Wang R. C., Liu C. P. Enhanced output performance of ZnO thin film triboelectric nanogenerators by leveraging surface limited ga doping and insulting bulk. *Nano energy* **2021**, 89, 106394. DOI: 10.1016/j.nanoen.2021.106394
12. Chen, J. Y., Yang, D. L., Jhuang, F. C., Fang, Y. H., Benas, J. S., Liang, F. C., Kuo, C. C. Ultrafast Responsive and Low-Energy-Consumption Poly(3-hexylthiophene)/Perovskite

- Quantum Dots Composite Film-Based Photonic Synapse. *Adv. Funct. Mater.* **2021**, 2105911. DOI: 10.1002/adfm.202105911
13. Tan, H. Y., Lin, S. C., Wang, J., Chang, C. J., Haw, S. C., Lin, K. H., Tsai, L. D., Chen, H. C., Chen H. M. MOF-Templated Sulfurization of Atomically Dispersed Manganese Catalysts Facilitating Electroreduction of CO₂ to CO *ACS Appl. Mater. Interfaces.* **2021**, 13, 52134-52143. DOI: 10.1021/acsami.1c10059
 14. Nguyen, T. X., Liao, Y. C., Lin, C. C., Su, Y. H., Ting J. M. Advanced High Entropy Perovskite Oxide Electrocatalyst for Oxygen Evolution Reaction. *Adv. Funct. Mater.*, **2021**, 31, 2101632. DOI: 10.1002/adfm.202101632
 15. Huang, T C., Tsai, H. C., Chin, Y. C., Huang, W. S., Chiu, Y. C., Hsu, T. C., Chia, Z, C., Hung, T. C., Huang, C. C., Hsieh, Y.T. Concave Double-Walled AgAuPd Nanocubes for Surface-Enhanced Raman Spectroscopy Detection and Catalysis Applications. *ACS Appl. Nano Mater* **2021**, 4, 10, 10103–10115. DOI: 10.1021/acsanm.1c01534
 16. Sari ,F. N. I. S. A., Ting J. M. FeOOH-containing hydrated layered iron vanadate electrocatalyst for superior oxygen evolution reaction and efficient water splitting. *Chemical Engineering Journal* **2021**, 416, 129165. DOI: 10.1016/j.cej.2021.129165