

穿透式電子顯微鏡金屬材料試片 製備技術

Metallic Transmission Electron Microscope Specimen Preparation

楊唯翌、徐暉翔、蔡涓璇、鍾采甫

Wei-Yi Yang, Wei-Hsiang Hsu, Yu Hsuan Tsai, Tsai-Fu Chung

自工業革命後逐步進入奈米科技時代，科技的發展也從宏觀的世界延伸至微觀尺度，為了探索這些肉眼無法直接觀察的細微結構，人們發明了光學顯微鏡。光學顯微鏡的主要功能是将微小的物體與結構放大成清晰的影像，以利於人們進行觀察與分析。然而，隨著對更細微世界的探索需求逐步增加，傳統的光學顯微鏡逐漸面臨解析度的極限，因而催生了電子顯微鏡的發明。電子顯微鏡利用高速電子束與物質交互作用所產生的多種訊號，來觀察分析材料內部的顯微組織、晶體結構、化學成分，甚至是原子級的精細結構⁽¹⁾。其中，穿透式電子顯微鏡憑藉其卓越的空間解析度及多元分析能力，已成為材料科學、半導體工業、高分子聚合物、多功能氧化陶瓷、生物工程等多種先進材料研究領域中最不可或缺的分析工具之一^(1, 2)。透過穿透式電子顯微鏡的高倍放大能力及強大的結構鑑定技術，研究人員能夠深入探索材料內部的微結構變化、界面特性、缺陷與析出物的形成機制等，進而對材料的性能與應用潛力做出更精確的掌握與評估。穿透式電子顯微鏡的工作原理是利用電子束穿過厚度通常小於 100 奈米的試片，在穿透試片的過程中，電子束會與試片內的原子產生交互作用，進而產生各種電子散射訊號⁽¹⁾。這些散射電子訊號會透過不同類型的電子訊號偵測器加以蒐集，根據不同的散射電子特性進行影像、結構及化學成分分析。此過程凸顯了穿透式電子顯微鏡試片製備的重要性，包括試片的厚度、表面的平整度及試片製作過程所引起的內部應力，都會顯著影響穿透式電子顯微鏡分析的準確性。舉例來說，試片厚度過厚可能導致電子束無法有效穿透，降低影像清晰度；表面不平整可能干擾電子散射訊號，影響影像解析度；而試片製備過程中若產生過多內部應力，則可能影響材料內部的晶格結構分析結果；此外，試片表面若潔淨度不足，也可能會造成影像拍攝之結果不佳。本文將著重於從穿透式電子顯微鏡試片之金屬塊材製備成薄片試片的流程介紹，包括金屬塊材的切割、金屬薄片試片研磨、雙噴電解拋光機及聚焦氬離子束儀器等步驟，並深入探討每個步驟中可能遇到的困難、製程控制細節及相關問題的可能解決方法。期望透過系統性的理論分析與實務實驗經驗討論，提供研究人員在進行穿透式電子顯微鏡分析時更為可靠且精確的試片製備指引，進一步提升穿透式電子顯微鏡分析的品質與研究成果的可靠性。

The evolution of nanotechnology has progressively shifted scientific inquiry from macroscopic observation to the atomic scale. Optical microscopy initially enabled visualization of structures beyond the resolution of the naked eye; however, its intrinsic resolution limit prompted the advent of electron microscopy. By utilizing high-energy electron beams and their interactions with matter, electron microscopy facilitates high-resolution characterization of microstructures, crystallographic orientations, chemical compositions, and atomic-scale features. Among various electron microscopy techniques, transmission electron microscopy (TEM) is particularly distinguished by its superior spatial resolution and analytical versatility. TEM has become indispensable in diverse scientific domains including materials science, semiconductors, polymers, advanced ceramics, and biomedical engineering. It enables detailed investigations of microstructural evolution, interface phenomena, defect dynamics, and precipitation mechanisms, thereby supporting the development of structure-property relationships. The fundamental operation of TEM involves the transmission of an electron beam through an ultrathin specimen (< 100 nm). The interaction between the incident electrons and the specimen generates scattering signals, which are subsequently captured by detectors to produce high-resolution images and analytical data. Given the sensitivity of TEM to sample condition, specimen preparation is of paramount importance. Critical factors such as thickness uniformity, surface integrity, contamination, and residual stress introduced during preparation can substantially affect the fidelity of imaging and interpretation. This study presents a comprehensive methodology for preparing TEM specimens from bulk metallic materials. Key steps including cutting, polishing and lapping, twin-jet electro-polishing, and low-energy ion milling (M1040 NanoMill, E.A. Fischione Instruments) are described in detail. Emphasis is placed on overcoming common technical challenges, optimizing process parameters, and ensuring reproducible specimen quality. The objective is to establish a robust protocol that enhances analytical precision and contributes to the reliability of TEM-based investigations.

一、電子顯微鏡分析與樣品處理設備介紹

於穿透式電子顯微鏡 (transmission electron microscope, TEM) 試片的製作過程中，首先必須清楚地定義試片分析的具體目的，並充分了解所選用材料在性質上的差異，以便能夠適當地選擇並規劃最適合的試片製備方法。目前針對半導體材料試片的製備，目前一般多採用聚焦離子束 (focused ion beam, FIB) 技術^(3, 4)，即利用配備有 FIB 系統的掃描式電子顯微鏡 (scanning electron microscope, SEM)，透過精準調控電子束並以特定角度進行樣品的精細切割與加工，能有效達到所需的高精度試片品質⁽⁵⁾。此外，若是奈米粉粒型態的材料，由於材料本身具有極小的尺寸，製作方式則相對簡單，只需將奈米粉體均勻分散於適合的溶劑（如無水酒精）之中，接著將混合好的懸浮液滴取於專用的銅環上，待溶劑完全揮發乾燥後即可直接進行顯微觀察。然而，相較於上述半導體及奈米粉粒試片，金屬材料的試片製作方式雖然無法如奈米粉粒試片般簡單迅速，但相對於半導體材料需採用成本較高且技術門檻較高的聚焦離子束製程且觀察範圍有限的限制下，本研究介紹的金屬試片製備方法則具備明顯的優勢，如成本更低、製程相對簡易等。

本次實驗將利用本國立陽明交通大學材料系鍾采甫老師實驗室內以及國家實驗研究院國家儀器中心協助提供的多種設備進行金屬試片的製備及處理流程，(如圖 1 與 2 所示) 使用精密切割機 (CLM50, TOP TECH) 進行塊材初步切割、雙面噴射電解拋光機 (Twin Jet Electro-Polishing E.A. Fischione Instrument) 進行精細拋光處理、聚焦氬離子束研磨儀器

(M1040 NanoMill, E.A. Fischione Instrument) 實施精確之薄化與平整化處理，以及電漿清潔機 (Fischione Model 1020 Plasma Cleaner, E.A. Fischione Instrument) 進一步提升試片表面的潔淨度與品質。透過系統性地整合這些設備的操作步驟與技術細節，本研究期望能有效解決試片製備過程中可能遇到的各種問題，並提供具體且可行的製程控制指引，使穿透式電子顯微鏡分析之試片品質更加穩定可靠。



圖 1. 穿透式電子顯微鏡 (TEM) 試片製備流程圖。

二、電子顯微鏡樣品切割與處理技術

本實驗的金屬塊材，最初會先使用大型切割機進行初步條狀切割處理，將材料尺寸調整至約長、寬、高分別為 $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 5\text{cm}$ 的規格，以便能更方便地固定至精密切割機 (CLM50, TOP TECH) 之專用載具上進行後續的精密切割步驟。在利用精密切割機 (CLM50, TOP TECH) 機進行金屬薄片的切割時，必須嚴格控制切割機的切割轉速，建議將刀子轉速控制在 4000 rpm 到 2500 rpm 以及進刀速率控制在 0.07 m/s 至 0.02 m/s 區間範圍左右，這樣能有效確保切割出來的金屬薄片試片具有較佳的表面平整度，(如圖 3 所示)。若在處理某些硬度極高或相對較軟的特殊材料樣品時，更應特別注意控制切割速率，避免轉速過快。切割



圖 2. (a) 精密切割機 (CLM50, TOP TECH)。(b) 雙面噴射電解拋光機 (Twin Jet Electro-Polishing, E.A. Fischione Instrument)。(c) 聚焦氬離子束儀器 (M1040 NanoMill, E.A. Fischione Instrument)。(d) 電漿清潔機 (Fischione Model 1020 Plasma Cleaner, E.A. Fischione Instrument)。



圖 3. (a) 精密切割機 (CLM50, TOP TECH)。(b) 材料處理放置與操作位置。(c) 切割機介面相關設定示意圖。(d) 機構內確認水柱噴灑位置示意圖。

轉速若過高，砂輪刀片接觸材料時產生的瞬間衝擊力可能導致試片表面產生明顯的不平整現象或局部變形，例如：翹曲或歪斜等問題 (如圖 4 所示)。這些缺陷將大幅提高後續試片表面精細研磨、拋光或其他平整處理步驟的難度，並可能影響後續穿透式電子顯微鏡分析的品質和準確性。因此，本研究建議在進行精密切割時，需根據材料特性適當調整操作參數，並定期檢查刀片狀態，以維持穩定且高品質的切割效果。

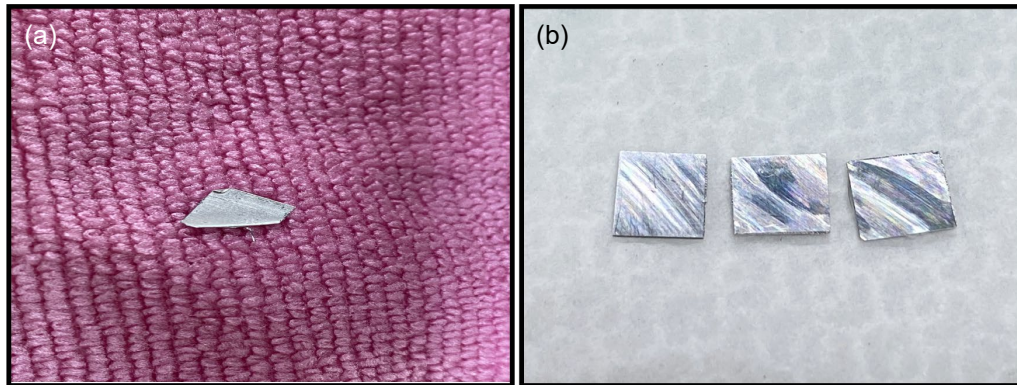


圖 4. (a) 圖為切割速率錯誤示範設定示意圖，因為進刀較快導致試片左上角跟右下角有翹曲歪斜變形等現象發生。(b) 圖為 0.04 m/s 正確進刀速率示意圖。

三、電子顯微鏡樣品研磨處理技術

金屬試片的製備過程中，研磨是一個極為關鍵的步驟，其主要目的是透過逐步研磨程序，去除試片在切割過程中所產生的應變層與表面缺陷，進而獲得一片厚度均勻、表面平整且無彎曲變形的樣品。這樣的試片才能符合穿透式電子顯微鏡觀察與分析的基本要求。由於研磨品質直接影響後續分析的準確性與影像清晰度，因此整個操作過程必須小心謹慎，並嚴格遵循標準流程進行。在實際操作上，所需的材料包括一塊平整的橡膠基座作為支撐基底、不同號數的砂紙 (如 P400、P1000、P1200、P1500、P2000)、金屬試片 (建議初始厚度為 500 μm)，以及螺旋測微器和 Punch 壓片機 (SPI# 17001-AB)，如圖 5 所示。橡膠基座的平整性十分重要，能確保研磨過程中施力均勻，而各種砂紙則依照研磨階段依序使用，從粗至細，逐步將試片研磨至所需厚度與表面狀態。



圖 5. (a) 圖為螺旋測微器，紫色方框為調整旋轉位置。(b) 圖為 Punch 壓片機。

研磨操作通常是將金屬試片放置在橡膠基座上，並在平放於桌面的砂紙上來回推磨。施力方向應保持水平且均勻，以避免試片傾斜或產生彎曲變形。為了徹底消除切割時留下的應變層，兩面皆需進行研磨。在過程中，會依據試片厚度變化選用適合的砂紙，例如，當厚度從 $500\text{ }\mu\text{m}$ 降低 $300\text{ }\mu\text{m}$ 時，通常使用 P1000 號砂紙； $300\text{ }\mu\text{m}$ 進一步降至 $200\text{ }\mu\text{m}$ 時，則改用 P1500；當厚度低於 $200\text{ }\mu\text{m}$ 時，則以 P2000 號砂紙進行細部研磨 (如圖 6(a) 所示)，假如換置下一個號數請垂直於前一號數方向研磨，使前一號數刮痕可被研磨消除。若使用的金屬材料並非法規範中的鋁合金，則建議依據實際材料性質調整砂紙選擇，並可諮詢有經驗之操作者。研磨過程中需持續進行厚度量測，以掌握試片狀態。此時可使用螺旋測微器進行精密量測。為避免試片因壓力過大而受損，建議使用螺旋測微器上方的旋鈕來控制夾持力度，並在量測前確認儀器是否已歸零。若未歸零，則需將偏差值扣除。為確保厚度分佈均勻，可於試片不同位置進行多點量測。當試片研磨至約 $100\text{ }\mu\text{m}$ 厚度時，即可使用 Punch 壓片機製作圓形試片。在此步驟中，必須特別注意試片厚度不得超過 $100\text{ }\mu\text{m}$ ，以避免對壓片機造成損壞。此外，在操作前需清除 Punch 壓片機 (SPI# 17001-AB) 內部可能殘留的碎屑，並檢查試片是否有裂痕或缺角，避免在壓片過程中產生瑕疵。成型後的圓形試片邊緣應保持圓滑完整，以利進行後續的雙噴拋光 (Twin-jet Polishing) 程序。圓形試片 Punch 壓片機 (SPI# 17001-AB) 成型後 (如圖 6(b) 所示)，尚需進一步研磨至約 $70\text{ }\mu\text{m}$ 的厚度，以符合穿透式電子顯微鏡分析的需求。由於試片越薄則越易破碎，因此操作時必須特別小心，避免因施力不當導致破裂。此外，為消除 Punch 壓片機 (SPI# 17001-AB) 製程可能產生的變形層，兩面皆需再次研磨，以確保最終樣品具備理想的觀察條件。總結而言，整個研磨操作過程中應始終施以水平方向的均勻力量，以避免試片彎曲。若產生彎曲現象，將可能在穿透式電子顯微鏡觀察時造成彎曲干涉 (bending contour)，干擾分析結果。同時，砂紙需定期更換與清潔，以防止污染與降低研磨效率。若在研磨過程中發現試片翹曲、破裂或邊角受損，應重新剪裁並進行新的研磨作業。整個製片過程亦應保持操作環境整潔，避免雜質混入樣品之中，以確保最終獲得高品質、可用於高解析觀察之金屬試片。

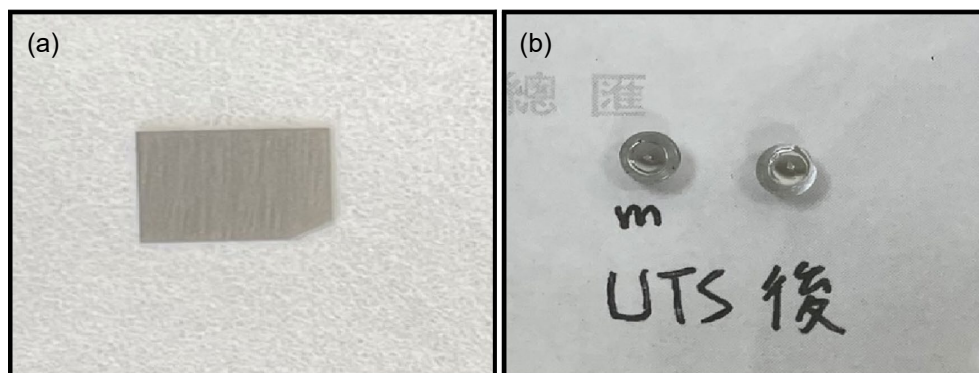


圖 6. (a) 圖為經過砂紙研磨後金屬試片示意圖。(b) 圖為被 Punch 壓片機壓過後，又經過 twin jet 最後成品圖片。

四、電子顯微鏡片樣品之雙噴射電解拋光製備技術

於穿透式電子顯微鏡試片的製備流程中，電解拋光是一個不可或缺的關鍵步驟。其主要目的在於去除 Punch 成型後殘留的應變層，並藉由電化學作用，使試片中心逐漸形成一個極

薄的穿孔區，再利用光敏電阻，與燈光產生警示來製作極薄穿孔試片，如圖 7 所示，從而達到電子束可穿透的厚度要求。為了確保試片品質，在操作過程中必須精確控制溫度、電壓與時間。在進行電解拋光前，需準備多種材料與設備，包括電解拋光主機 (如圖 8 所示) 與專用 Holder。依據不同材料性質調配的電解液 (參照期刊或具經驗者建議)、保溫酒精、液態氮或冰塊 (作為冷卻介質)、99.5% 的酒精與異丙醇 (分別用於初步與最終清洗)、玻璃錶片 (防止電解液液揮發)、四個軟墊支撐保溫盒，以及必要的洗滌器具如：漏斗、溫度計、濾紙、鱷魚夾與 OM 光學顯微鏡等。在正式拋光前的準備階段，需先將電解液倒入內盤並以玻璃錶片覆蓋以防揮發；接著在裝有四顆軟墊的外盒中加入冰塊與保溫酒精混合物，作為冷卻介質以穩定拋光過程的溫度。此外，需事先配置洗滌區，包括兩大杯酒精 (i.e., 250 ml) 與三小杯酒精 (i.e., 50 ml)，以及最右側一小杯異丙醇 (i.e., 50 ml)，作為拋光後的試片清洗用。啟動總開關並調整水流至適中之後，若使用零下 100 °C 以下之液態氮，則須維持電解拋光機馬達機構運轉狀態，再由漏斗將液態氮加入小孔處進行降溫，避免馬達結冰。最後，將溫度計插入內架圓孔，靜置十分鐘以達成熱平衡⁽⁶⁾。



圖 7. (a) 利用電解拋光穿破試片中心產生一個洞，光源會透過去使光敏電阻產生警示聲音，用以判斷穿洞是否成功。(b) 為治具拿取方式示意圖，接觸點的正中間的小洞為試片放置處。(c) Twin jet 電解拋光之內部示意圖。

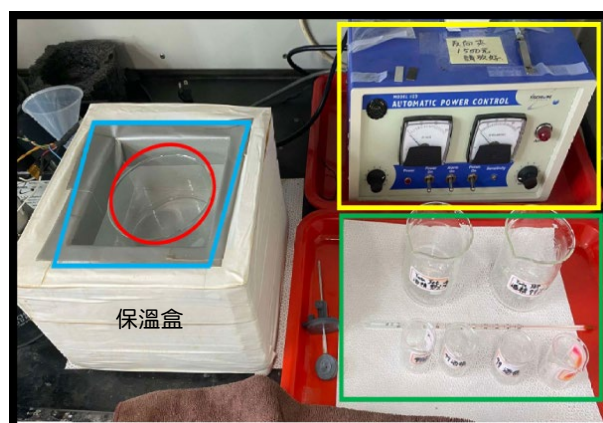


圖 8. Twin jet 整體功能示意圖，紅色區為電解液放置位置，藍色區為液態氮與冰塊放置位置，黃色區為電源供應，綠色區為六個洗滌試片用的燒杯。

電解拋光的正式操作始於將事先研磨至約 70 μm 厚度的圓形試片放入 Holder 中，並以適度旋緊的方式固定。確認電解液水流穩定後，將 Holder 放入拋光架，並將其突起端朝右擺放，再接上正極的鱷魚夾。接續依序啟動總電源、Polish 功能與 Alarm 警示開關。電壓需依據材料性質適當調整，若無經驗可諮詢資深人員 (可參考附錄 1)。啟動後便可開始計時，待警示聲響起即代表穿孔完成，需立即取出試片。完成拋光後的試片必須立即進行清洗處理。當聽到警報聲響起時，應迅速取下 Holder 並移除鱷魚夾。試片初步在第一杯酒精中上下沖洗 10 次以上，再於第二杯酒精中沖洗 10 次以上。隨後旋開 Holder 蓋子，小心使用反向夾夾取試片，避免碰觸穿孔區，以免造成破損。之後依序將試片浸入其餘各清洗杯中，分別進行 50 次、50 次、50 次與 100 次的上下來回沖洗，最後以濾紙將試片吸乾，並立即使用光學顯微鏡檢查穿孔情形，以確認是否符合穿透式電子顯微鏡觀察需求。

拋光作業完成後，收機程序亦不可忽略。需將使用過的 Jet 液回收至原容器中並妥善封存，以備下次使用。外盒中的保溫酒精與清洗溶劑應完全倒除，而內盤部分則須先以清水清洗並運轉拋光水流約十分鐘，接著改以 95% 酒精進行第二次沖洗，同樣維持水流十分鐘以去除殘餘溶劑與雜質。沖洗後的酒精則回收保存於玻璃瓶並放置於冰箱中，供後續使用者重複利用。最後，操作完成後應整理作業桌面並妥善保存已完成的試片。在實驗過程中可能會遇到若干常見問題。例如，若因冷卻不當導致馬達結凍，應立即關閉電源並將 Holder 架移至常溫水中解凍，待機構可正常轉動後再重新啟動；若發現無電流，則應檢查電源開關、鱷魚夾連接情形及試片是否正確放置；若仍無法導電，可觀察夾具是否生鏽，必要時以砂紙打磨或直接更換夾具。此外，若試片穿孔過大或過小，則可透過一字起子微調 Sensitivity 控制旋鈕 (以圈為單位)，亦可在 Holder 上貼上已戳孔的黑膠布，測試 Alarm 的響應靈敏度與時機。總而言之，Twin-jet 拋光雖屬實驗後期之技術操作，但其對試片品質與最終觀察結果影響深遠，必須以嚴謹態度執行每一步驟，確保試片達到穿透式電子顯微鏡分析所需的結構、厚度與潔淨度標準。

五、電子顯微鏡樣品 NanoMill 製備技術

研究中，為有效去除試片表面於機械研磨、電解拋光或聚焦離子束製程後所產生之非晶質損傷層 (amorphous layer)、雜質植入層 (如 Ga^+ implantation) 與殘留污染物，進一步提升穿透式電子顯微鏡觀測解析度與化學分析品質，我們採用 Fischione Instruments 所開發之 NanoMill[®] TEM specimen preparation system (Model 1040) 進行穿透式電子顯微鏡試片終端薄化與表面清潔。該系統以電子撞擊方式激發氬氣產生氬離子電漿，並透過聚焦離子光學系統將 Ar^+ 離子束聚焦至 1 μm 至 4 μm 小範圍進行選區研磨，相較傳統氬離子束直徑 (大於 500 μm) 更具空間控制優勢，且搭配 $\pm 30^\circ$ 可調傾角樣品座與二次電子影像 (secondary electron imaging, SEI) 功能，使用者可直接觀察樣品表面變化並精準選擇感興趣區域 (area of interest, AOI) 進行研磨處理。操作流程如下：首先將載具二放置進載具一之中，在將穿透式電子顯微鏡試片 (如 FIB lift-out lamella 或經電解拋光製備之金屬薄片) 固定於 3 mm 銅載台上，並安裝至 NanoMill 載具二之中 (如圖 7 所示)。使用載具一輔助載具二插入 Load Lock，如圖 8 所示，並抽氣至系統所需高真空環境 (小於 1×10^{-6} Torr)，啟動系統後進入操作介面設定 Milling 參數。根據樣品材質與損傷深度，建議設定氬離子束能量 (energy) 為 900 eV 至 1200 eV，以兼顧去除效率與溫和性；Emission 設定 100–150 μA ；Dwell 為 20 μs 至 50 μs

及 Resolution 設定 128 至 256，研磨框選區域大小可依照不同材料參數而選擇相對應大小，並設定樣品傾角分別為正角度 10° 至 30° 以及負角度 10° 至 30° 以避開離子直射、降低穿透損傷 (如圖 9 所示)；每次研磨時間控制於 5–10 分鐘，並可搭配 Protocol Editor 設計自動分段研磨程式。研磨過程中應以二次電子影像模式即時監控樣品表面，確認 Amorphous 層移除程度與晶格表現。



圖 9. (a) 載具一示意圖 (b) 載具二示意圖。 (c) 載具一和載具二與樣品放置示意圖。



圖 10. (a) 將載具 Load Lock 之示意圖。 (b) 載具二放置進腔體前之示意圖。

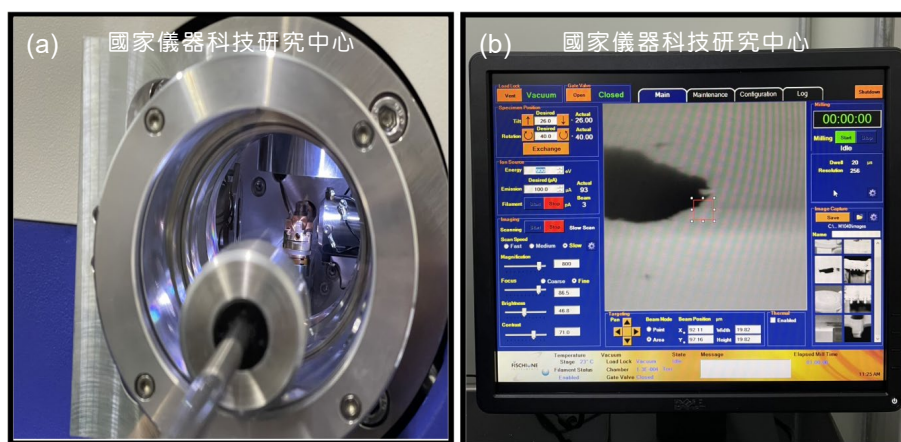


圖 11. (a) NanoMill 放入腔體示意圖。 (b) NanoMill 介面 (圖上紅色選框為電漿處理位置之面積大小) 示意圖。

若樣品為 FIB 製備之 Lamella，需特別注意其兩側因 Ga^+ 轟擊產生的植入層與 Amorphous 層厚度，可採兩面交替薄化方式進行修整，並於完成後以 EDS 驗證 Ga 雜質是否完全移除。此外，為避免熱敏感樣品 (如鋰電池材料、聚合物、低熔點金屬) 於 Milling 過程中受熱造成相變或結構崩解，建議搭配液態氮 (LN_2) 冷卻模組操作，以維持樣品穩定性。整體 Milling 完成後，試片厚度可控制至小於 20 nm，表面幾乎無 Amorphous 損傷與雜質殘留，適用於高解析 HR-TEM、Cs-corrected HAADF-STEM 原子級影像分析^(6, 7) 與能譜分析 (EDS/EELS)。此技術不僅可提升晶格條紋清晰度與 FFT 銳利度，亦有效避免 FIB 所造成的分析誤差與解析限縮，是目前進行鋁合金析出物分析、奈米材料界面結構研究與電子結構定量分析等高階 TEM 應用中不可或缺之試片製備關鍵步驟。

六、試片 Plasma 清潔處理

試片需進行電漿 (plasma) 表面清潔處理，以有效去除前述製備流程中可能產生的粉塵、有機污染物或碳氫化合物污染物，如圖 12 所示。由於前述的多數試片製作流程通常都在非無塵環境中進行，因此在每個製備步驟中難以避免會引入粉塵或其他污染物。例如，在雙噴電解拋光的最終步驟中，通常會使用數個乾淨的燒杯，內置無水酒精進行多次試片沖洗，以有效防止電解液殘留。然而，試片在清洗後的夾取與搬運多半是在一般環境下進行，難免存在其他不可預測的污染風險。因此，電漿清潔成為確保試片表面潔淨度及後續穿透式電子顯微鏡分析品質的重要步驟。電漿清潔的原理是利用高能量電子撞擊中性氬氣，使氬氣電離形成氬離子 (電漿)。此過程中產生的氬離子具有足夠的能量，可以有效去除試片表面的有機物與碳氫化合物等污染物。此外，實際使用的電漿氣體組成中通常包含約 25% 的氧氣，其餘則為氬氣⁽⁸⁾。在電漿清潔機 (Fischione Model 1020 Plasma Cleaner) 中，電漿將氧氣分子分解成具有強氧化能力的活性氧自由基，這些自由基會與試片表面的碳氫污染物反應，形成一氧化碳、二氧化碳及水等氣體產物，這些氣體再透過儀器的真空系統排除。由於此種低能量電漿清潔方法幾乎不會導致試片顯著升溫，因此在清潔過程中可避免試片內部產生相變或其他結構性改變，確保試片表面保持結構完整且適合高品質的 TEM 分析。

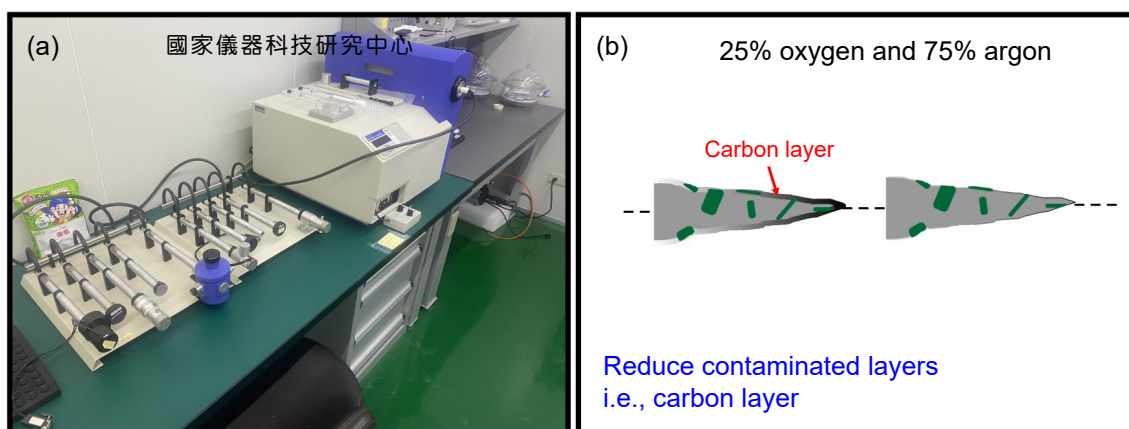


圖 12. (a) Nanoclean 電漿儀器。(b) Nanoclean 電漿去除碳氫化合物／碳層的示意圖⁽⁸⁾。

七、結論

本研究針對金屬材料的穿透式電子顯微鏡試片製備技術進行了全面介紹，並深入探討了各個關鍵製程，從初步切割到精細拋光及表面清潔的各項操作。試片製作過程中的每一個步驟都對最終的 TEM 分析品質有著至關重要的作用，尤其是試片的厚度、表面平整度以及內部應力的控制，這些都會顯著影響最終的分析結果。我們展示的製備方法以其低成本與簡便性，尤其適用於金屬材料的試片製作，並且與傳統的聚焦離子束製程相比，具有明顯的成本優勢。特別是在試片表面清潔和薄化處理方面，使用雙噴射電解拋光機、聚焦氬離子束儀器以及電漿清潔系統等設備的組合，顯著提高了試片的品質與 TEM 分析的可靠性。

這些製程技術不僅能夠有效地去除材料表面的污染物和應變層，還能保證試片在微觀結構分析中的準確性，尤其在對鋁合金等材料的析出物及界面結構的高解析度分析中，具有無可替代的優勢。綜合來看，這些技術的應用極大地促進了材料科學、半導體工業及其他高端材料領域的研究進展。

八、穿透式電子顯微鏡金屬試片製備技術專有名詞解釋

專有名詞	名詞解釋
穿透式電子顯微鏡 (transmission electron microscope, TEM)	利用高速電子束穿透超薄樣品觀察其微觀結構、晶體結構與組成，具原子等級解析度。
光學顯微鏡 (optical microscope)	利用可見光與透鏡成像，用於觀察人眼無法辨識的微小結構。
聚焦離子束 (focused ion beam, FIB)	利用高能離子束對材料進行精密切割與加工，常用於 TEM 樣品製備。
掃描式電子顯微鏡 (scanning electron microscope, SEM)	利用電子束掃描樣品表面以產生形貌影像與進行成分分析。
雙噴射電解拋光 (twin-jet electro-polishing)	利用電化學方式與雙噴嘴去除樣品表面材料，製成中央穿孔的 TEM 觀測試片。
聚焦氬離子束儀 (M1040 NanoMill)	利用聚焦 Ar 離子束進行選區精密研磨、薄化和去除損傷層，提高 TEM 樣品品質。
電漿清潔機 (plasma cleaner)	利用電漿去除樣品表面的碳氫化合物與有機污染，提升 TEM 觀測品質。
壓片機 (punch)	機械裝置，用來將金屬薄片沖壓成標準直徑 (約 3 mm) 的 TEM 試片。
螺旋測微器 (micrometer)	精密測量工具，用來監控試片厚度變化，常用於研磨步驟中。
氬離子研磨 (Ar ion milling)	透過氬離子撞擊樣品表面，去除損傷層與雜質，用於 TEM 前處理。
非晶層 (amorphous layer)	材料表面因機械或離子加工所形成的無序結構層，會降低電子顯微影像解析度。
Ga ⁺ 植入層 (Ga ⁺ implantation)	FIB 製程中，高能 Ga 離子植入樣品內部形成的污染層，需移除以提升分析準確性。
穿孔區 (perforated area)	電解拋光後產生的極薄區域，電子束可穿透此區進行 TEM 觀測。
光敏電阻警示系統 (photoresistor alarm system)	電解拋光中利用光通過穿孔產生警示聲的系統，用於判斷拋光是否完成。

鱷魚夾 (alligator clip)	拋光裝置的電極連接夾具，用來連接電源與試片。
OM 光學顯微鏡	製片過程中用於初步觀察穿孔區品質的傳統光學顯微鏡。
二次電子影像 (secondary electron imaging, SEI)	顯微成像技術，用二次電子形成樣品表面影像，可即時監控表面變化。
樣品傾角 (tilting angle)	樣品於 NanoMill 處理時所設的角度，可避開離子束直射並降低損傷。
停留時間 (dwell time)	離子束在樣品表面單位位置上停留的時間，單位通常為微秒 (μs)，會影響研磨深度與速度。
能量色散 X 射線譜 (energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS)	能量色散 X 光分析法，搭配電子顯微鏡進行元素定性與定量分析。
電子能量損失譜 (electron energy loss spectroscopy, EELS)	利用電子與樣品互作用所造成的能量損失進行材料電子結構與化學鍵分析的技術。

九、附件一

材料	電解液組成	建議電壓	溫度條件
鋁	20–25% 硝酸 / 甲醇	10–20 V	加入液態氮直到冰層形成後開始
碲化鉍 (Bi_2Te_3)	400 ml 氫氧化鈉 (10%) + 85 ml 酒石酸 (40%)	N.A.	N.A.
鈷合金	20% 高氯酸 / 80% 醋酸	N.A.	–30 °C
鈷鎳合金	25% 高氯酸 / 75% 醋酸	25 V	–30 °C
鈷鎳合金	10% 高氯酸 / 90% 醋酸	80 V	–30 °C
銅及其合金	30% 磷酸 / 70% 去離子水	依氣泡出現再調整	N.A.
鐵	50% 鉻酸 / 50% 醋酸	27 V	N.A.
鐵合金 / 鋼	10% 高氯酸 / 90% 醋酸	10–20 V	N.A.
低碳鋼	100 克 重鉻酸鈉 / 500 ml 冰醋酸	N.A.	N.A.
不鏽鋼	40% 硫酸 / 60% 磷酸	N.A.	N.A.
420 不鏽鋼 (乙醇)	15% 高氯酸 / 85% 乙醇	18V	室溫
420 不鏽鋼 (磷酸 + 硫酸)	60% 磷酸 / 40% 硫酸	10V	60 °C
玻璃	10 ml 鹽酸 / 90 ml 氫氟酸 (僅化學拋光)	N.A.	N.A.
鉬	20 ml 氫氟酸 / 80 ml 硫酸	N.A.	N.A.
鈮及其合金	5 ml 氫氟酸 + 10 ml 硫酸 + 600 ml 甲醇	N.A.	–50 °C
鈦	30 ml 高氯酸 + 295 ml 甲醇 + 175 ml 丁醇	N.A.	乾冰冷卻
鈦 (甲醇 + 鹽酸 + 硫酸)	30 份甲醇 + 1 份鹽酸 + 1 份硫酸	N.A.	乾冰冷卻
鈦及其合金	6 ml 高氯酸 + 60 ml 甲醇 + 35 ml 丁基纖維素	N.A.	–30 °C
鈦–鋅合金	30 份甲醇 + 1 份鹽酸 + 1 份硫酸	N.A.	N.A.
鎢	2% 氫氧化鈉於水中 (低速流動)	N.A.	N.A.
鋯合金	20% 高氯酸 / 80% 醋酸	N.A.	N.A.
Ni-Mo / Cu / Cu-Ti / Cu-Be / Al-Cu / Fe-Al 合金	33% 硝酸 / 66% 甲醇	N.A.	–40 °C 到 –50 °C

下列為參考 E.A. Fischione 儀器公司官網的 Twin jet 實驗參數，但仍需考慮實際材料與試片狀況做參數調整⁽⁹⁾。

參考文獻

1. 鮑忠興, 劉思謙, *Pratice of Current Transmission Electron Microscopy* (近代穿透式電子顯微鏡實務), 滄海書局, (2012).
2. D.B. Williams, C.B. Carter, *Transmission Electron Microscopy*, third ed., Springer, New York, (2009).
3. J. Mayer, L.A. Giannuzzi, T. Kamino, J. Michael, *MRS Bulletin*, **32** (5) 400 (2007).
4. D.S. Rao, K. Muraleedharan, C. Humphreys, *Microscopy: Science, Technology, Applications and Education*, **2**, 1232 (2010).
5. T. Zhou, R.P. Babu, Z. Hou, P. Hedström, *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, **47** (3), 388 (2022).
6. C.-L. Tai, Y.-N. Chiu, C.-J. Chen, S.-K. Lin, H.-C. Lin, R.D.K. Misra, Y.-L. Yang, C.-N. Hsiao, C.-S. Tsao, T.-F. Chung, *Materials Today Advances*, **25**, 100557 (2025).
7. C.-W. Yeh, C.-J. Chen, C.-L. Tai, Y.-L. Yang, R.D.K. Misra, C.-N. Hsiao, C.-C. Chen, C.-S. Tsao, U.S. Jeng, H.-C. Lin, T.-F. Chung, *Journal of Alloys and Compounds*, **1008**, 176677 (2024).
8. 鍾采甫, AA7050 (Al-Zn-Mg) 和 AA2050 (Al-Cu-Li) 鋁合金 原子級析出物之演化, 材料科學與工程學研究所, 國立臺灣大學博士論文, (2019).
9. E.A.F. 儀器股份有限公司, *Manual - Twin-Jet Electropolisher MODEL 110*, (<http://www.labmet.cl/Documentos/Manuales/Manual%20-%20Twin-Jet%20Electropolisher%20MODEL%20110.pdf>).

作者簡介

楊唯翌先生現為國立陽明交通大學材料所博士生。

Wei-Yi Yang is currently a Ph.D. student in the Department of Materials Science and Engineering at National Yang Ming Chiao Tung University.

徐暉翔先生現為國立陽明交通大學材料所博士生。

Wei-Hsiang Hsu is currently a Ph.D. student in the Department of Materials Science and Engineering at National Yang Ming Chiao Tung University.

蔡涓鑣先生現為國立陽明交通大學材料所博士生。

Yu-Hsuan Tsai is currently a Ph.D. student in the Department of Materials Science and Engineering at National Yang Ming Chiao Tung University.

鍾采甫先生為國立臺灣大學材料所博士，現為國立陽明交通大學材料系助理教授。

Tsai-Fu Chung received his Ph.D. in Materials Science and Engineering from National Taiwan University. He is currently an Assistant Professor in the Department of Materials Science and Engineering at National Yang Ming Chiao Tung University.