

# 國立中央大學工學院 精密儀器中心

XRD and TEM

黃智詮 技士

# 儀器位置圖



工程五館



精密儀器中心



XRD-D8A



TEM



HR-TEM



XRD-D2P

- ▶ X光繞射儀(XRD)-Bruker D8Advance - 工程五館A110室
- ▶ X光繞射儀(XRD)-Bruker D2Phaser - 工程五館A119室
- ▶ 高解析掃描穿透式電子顯微鏡(HR-TEM) - 工程五館A116室
- ▶ 穿透式電子顯微鏡(TEM) - 工程五館A114室

# 儀器功能介紹

## ► X光繞射儀(XRD)-Bruker D8Advance (2023年購置)

- (1) 鑑別樣品之結晶組成與分析。
- (2) 殘留應力分析(Residual Stress)。
- (3) 低掠角X光繞射分析(GIXRD)。
- (4) X光反射率分析(XRR)。

## ► X光繞射儀(XRD)-Bruker D2Phaser (2013年購置)

鑑別樣品之結晶組成與分析。

## ► 高解析掃描穿透式電子顯微鏡(HR-TEM)

### JEOL JEM-2100 (2007年購置)

- (1) 觀察材料結構。
- (2) 選區繞射(SAED)。
- (3) 能量散佈分析(EDS)-TEM Mode。
- (4) Point, Linescan或Mapping-STEM Mode。

## ► 穿透式電子顯微鏡(TEM) - 工程五館A114室

### JEOL JEM-2000FXII (1991年購置)

- (1) 觀察材料結構。
- (2) 選區繞射(SAED)。



XRD-D8A



XRD-D2P



HR-TEM



TEM

# 儀器預約方式與收費標準

| 儀器名稱    | 預約方式                                                                                                                  | 開放下個月預約時間       |
|---------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|
| XRD-D8A | 填寫A119門口預約表<br>(分成早上、中午、下午與晚上時段)                                                                                      | 每月25號am9:00開放預約 |
| XRD-D2P |                                                                                                                       |                 |
| HR-TEM  | 請上 <b>國科會基礎核心設施預約服務管理系統</b> 預約<br><a href="https://vir.nstc.gov.tw/home/Index">https://vir.nstc.gov.tw/home/Index</a> | 每月15號am8:30開放預約 |
| TEM     |                                                                                                                       | 每月14號am8:30開放預約 |

| 儀器名稱    | 收費標準                                                                    |           |           |             |
|---------|-------------------------------------------------------------------------|-----------|-----------|-------------|
| XRD-D8A | 校內自行操作： 600元/小時; 校內委託操作：1,200元/小時<br>校外自行操作：1,200元/小時; 校外委託操作：2,000元/小時 |           |           |             |
| XRD-D2P | 校內自行操作： 550元/小時; 校內委託操作：1,200元/小時<br>校外自行操作：1,200元/小時; 校外委託操作：2,000元/小時 |           |           |             |
| HR-TEM  | 時段:3hrs↵                                                                | 委託操作↵     | 自行操作↵     | 非計畫預約↵      |
|         | 基本費↵                                                                    | 700 元/時段↵ | 350 元/時段↵ | 6,000 元/時段↵ |
|         | EDS(TEM)↵                                                               | 300 元/時段↵ | 150 元/時段↵ | 3,000 元/時段↵ |
|         | EDS(STEM)↵                                                              | 400 元/時段↵ | 200 元/時段↵ | 4,000 元/時段↵ |
| TEM     | 時段:3hrs↵                                                                | 委託操作↵     | 自行操作↵     | 非計畫預約↵      |
|         | 基本費↵                                                                    | 400 元/時段↵ | 200 元/時段↵ | 6,000 元/時段↵ |

# X光繞射儀(XRD)-Bruker D8Advance(1.6kW Cu)

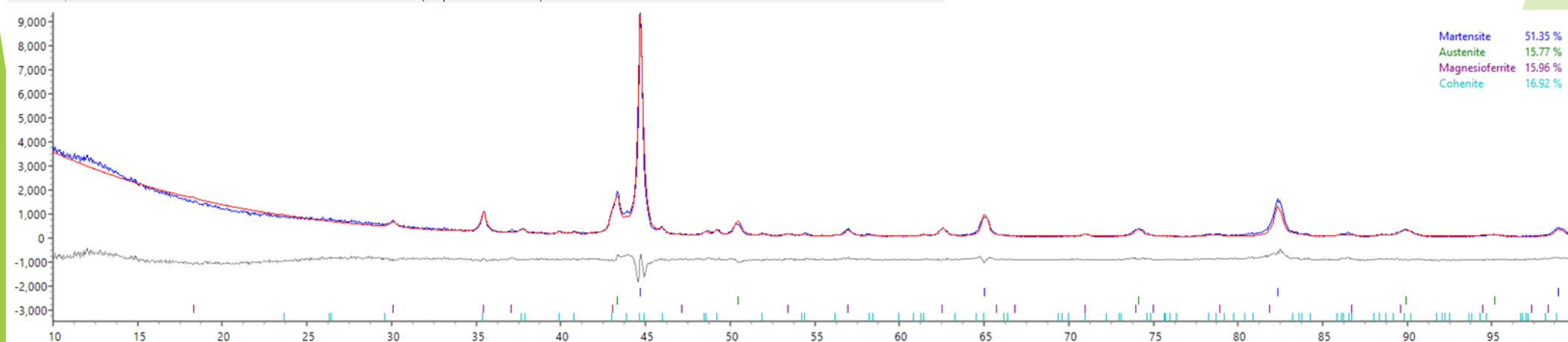
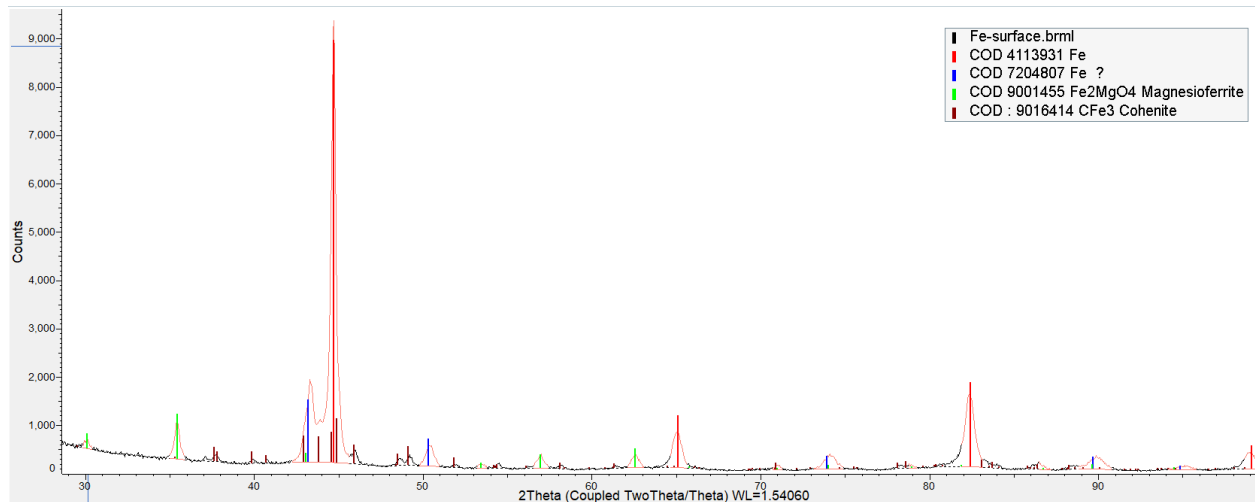
► 鑑別樣品之結晶組成與分析。[樣品適用粉末、薄膜與塊材][提供無背景載台委測服務]

Measurement Center & EVA (COD and PDF2-2003) & TOPAS

Fe-based Material

此機台偵測器可抑制鐵、鈷與鎳的螢光效應。

EVA(COD and PDF2-2003)



TOPAS

# X光繞射儀(XRD)-Bruker D8Advance(1.6kW Cu)

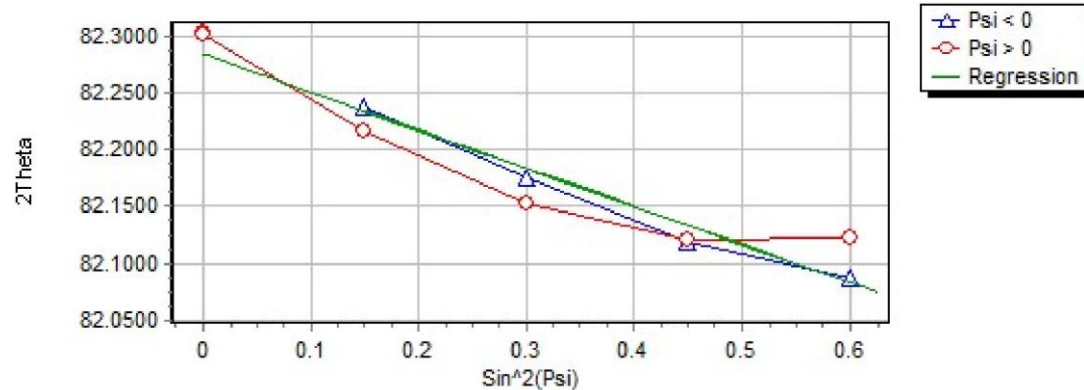
- ▶ 殘留應力分析(Residual Stress)。利用 $\sin^2(\Psi)$ 法計算。

Measurement Center & Leptos 7 **Fe-based Material**

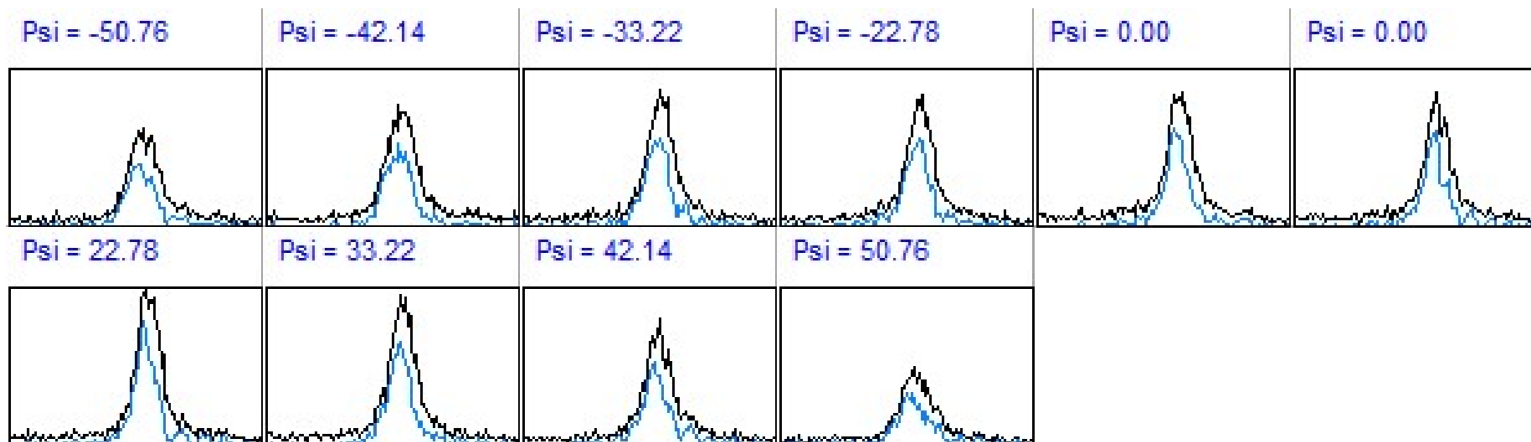
**Normal Stress:**  $579.1 \pm 60.7$  MPa

**Shear Stress:**  $-0.6 \pm 15.8$  MPa

**FWHM (mean):**  $0.652 \pm 0.077$  deg



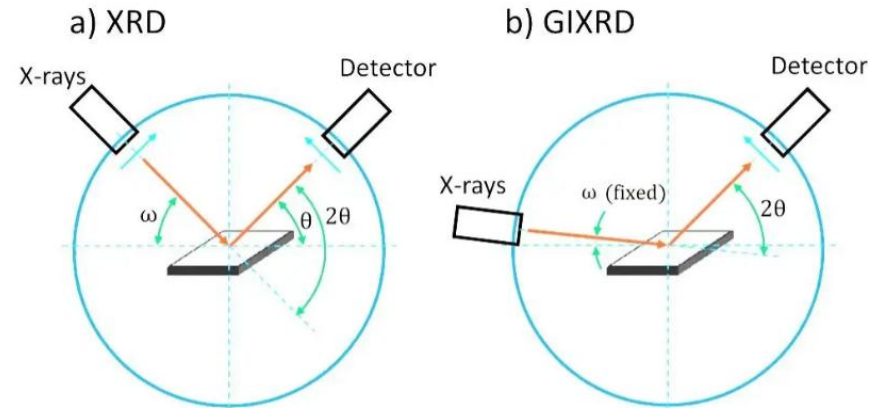
Leptos 7



# X光繞射儀(XRD)-Bruker D8Advance(1.6kW Cu)

- ▶ 低掠角X光繞射分析(GIXRD)。
- ▶ 試片以2cm x 2cm較佳，最少也需1cm x 1 cm。
- ▶ 真空吸附式載台，試片高度需<1mm。

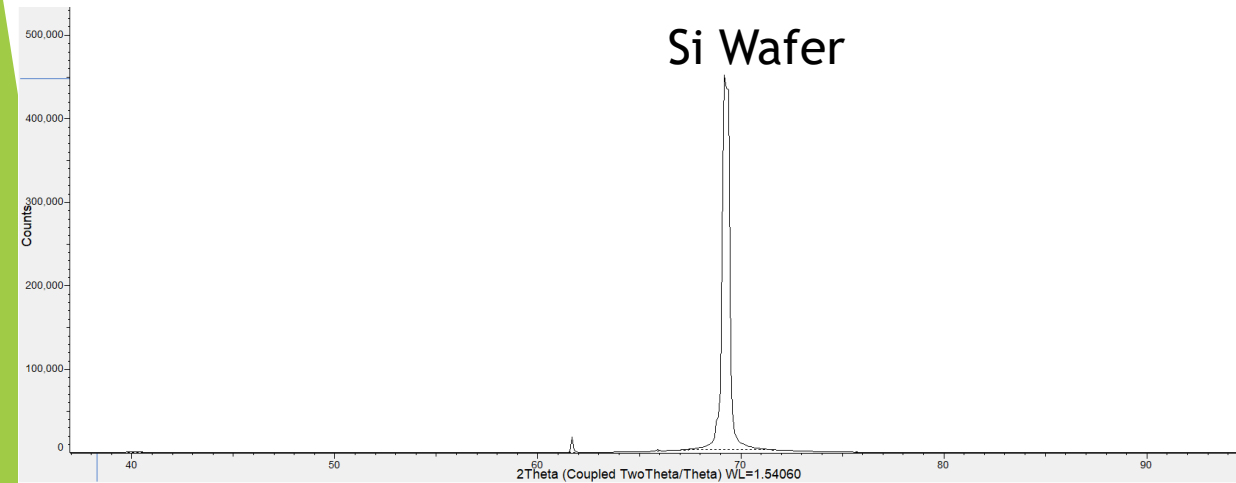
Measurement Center & EVA



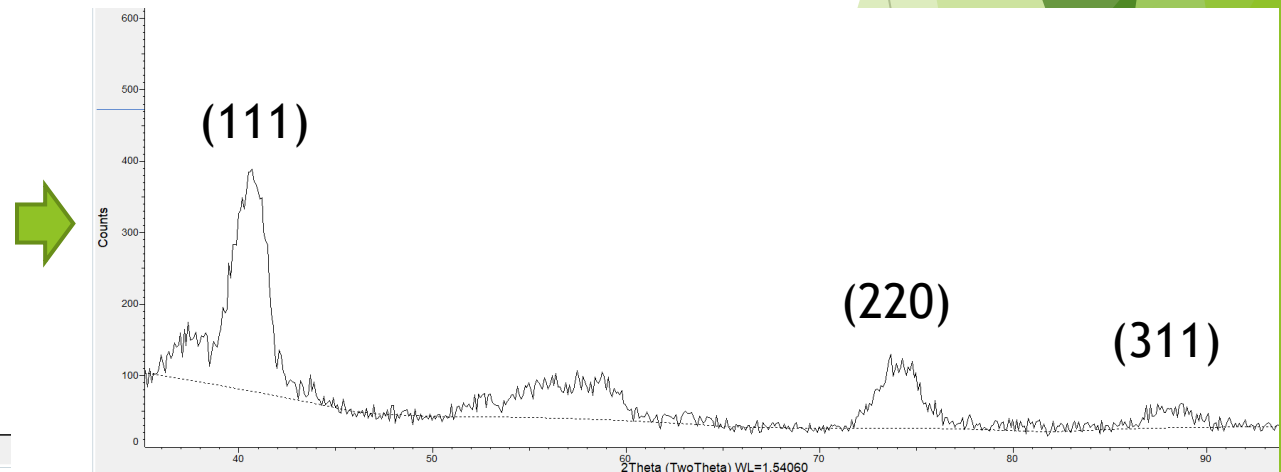
a few nm Diamond's film on (100) Si Wafer

Locked-Coupled Mode

Si Wafer



GIXRD-tube fixed 1 degree

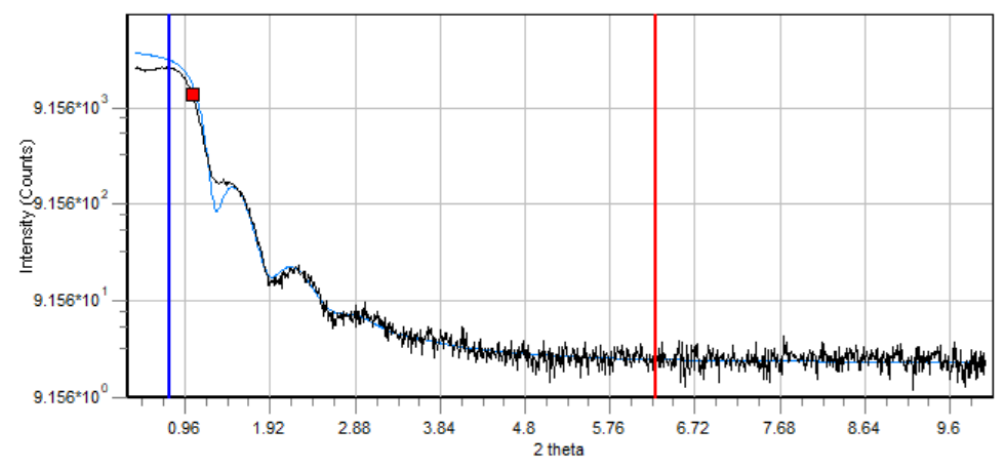


# X光繞射儀(XRD)-Bruker D8Advance(1.6kW Cu)

- ▶ X光反射率分析(XRR)。
- ▶ 試片以2cm x 2cm較佳，最少也需1cm x1 cm。
- ▶ 真空吸附式載台，試片高度需<1mm。

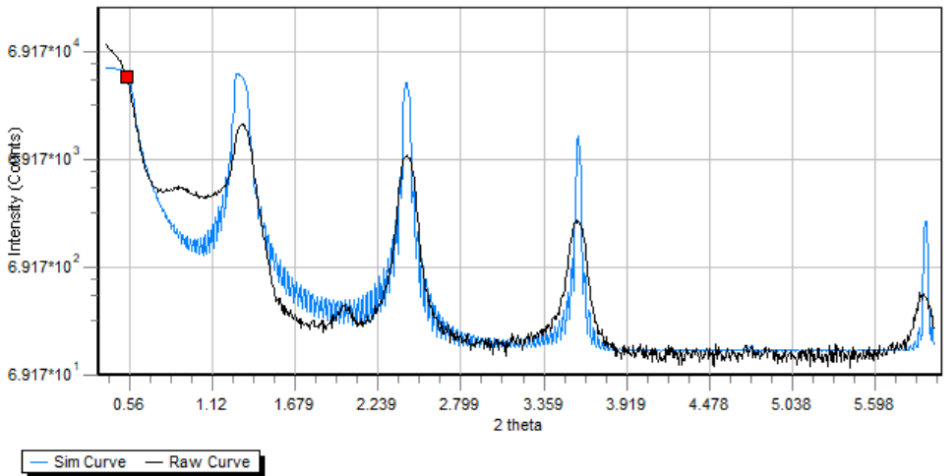
Measurement Center & Leptos 7

10 nm Cu on Si Wafer



| N   | R | Material | Cell input | Thickness | Roughness | Conc X Top, % | Conc X Bot, % | Relax. Top | Relax. Bot | Profile     | Grading | Density T |
|-----|---|----------|------------|-----------|-----------|---------------|---------------|------------|------------|-------------|---------|-----------|
| 1   | 1 | Au       | density    | 10.9238   | 0.0042    | 0.0000        | 0.0000        | 0.000      | 0.000      | No Gradient | 10      | 16.15740  |
| SUB | 1 | Si       | density    | 0.0000    | 1.1116    | 0.0000        | 0.0000        | 0.000      | 0.000      | No Gradient | 0       | 2.32910   |

Multilayer on Si Wafer

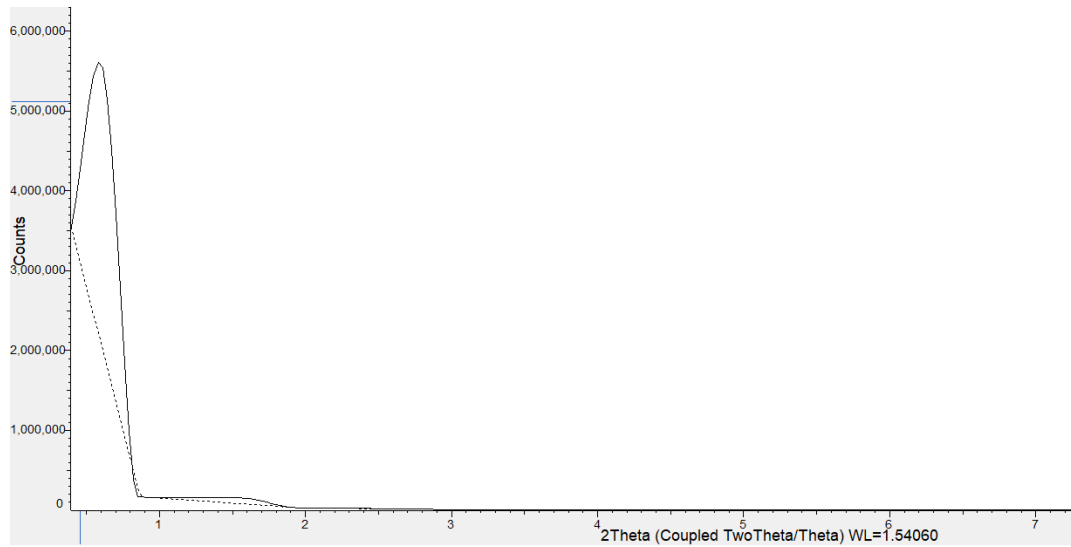


| N   | R  | Material | Cell input | Thickness | Roughness | Conc X Top, % | Conc X Bot, % | Relax. Top | Relax. Bot | Profile     | Grading | Density T |
|-----|----|----------|------------|-----------|-----------|---------------|---------------|------------|------------|-------------|---------|-----------|
| 1   | 40 | Si       | density    | 5.0034    | 0.0000    | 0.0000        | 0.0000        | 0.000      | 0.000      | No Gradient | 10      | 2.32910   |
| 2   | 40 | B4C      | density    | 0.3000    | 0.0000    | 0.0000        | 0.0000        | 0.000      | 0.000      | No Gradient | 10      | 2.52000   |
| 3   | 40 | Mo       | density    | 1.8641    | 0.0000    | 0.0000        | 0.0000        | 0.000      | 0.000      | No Gradient | 10      | 10.22320  |
| 4   | 40 | B4C      | density    | 0.3000    | 0.0000    | 0.0000        | 0.0000        | 0.000      | 0.000      | No Gradient | 10      | 2.52000   |
| SUB | 1  | Si       | density    | 0.0000    | 0.0000    | 0.0000        | 0.0000        | 0.000      | 0.000      | No Gradient | 0       | 2.32910   |

# X光繞射儀(XRD)-Bruker D2Phaser(0.3kW Cu)

- ▶ 鑑別樣品之結晶組成與分析。[樣品適用粉末與塊材]
- ▶ 提供無背景載台委測服務。
- ▶ 僅能以Locked-Coupled Mode量測。
- ▶ 提供小角度XRD委測服務( $2\theta$ 可從 $0.4^\circ$ 開始量測)。

孔洞材料(SBA-15)



# 高解析掃描穿透式電子顯微鏡(HR-TEM)

TEM & 半定量分析

- ▶ JEOL JEM-2100 (LaB<sub>6</sub> filament)
- ▶ 粉末試片(需自行放置於3mm鍍碳銅網)
- ▶ 提供以下服務：

- (1)觀察材料結構。(粉末或FIB試片)
- (2)選區繞射(SAED)。(最小選區範圍約100nm直徑的圓)
- (3)能量散佈分析(EDS)。(TEM Mode半定量分析)
- (4)Point, Linescan或Mapping(STEM Mode)。(解析度約10nm)

▶ 原則不受理磁性、易揮發性(高分子、有機物)、有毒與輻射性等材料。

▶ 可接受磁性樣品如下

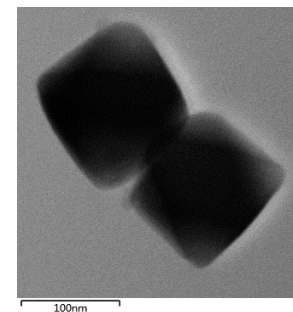
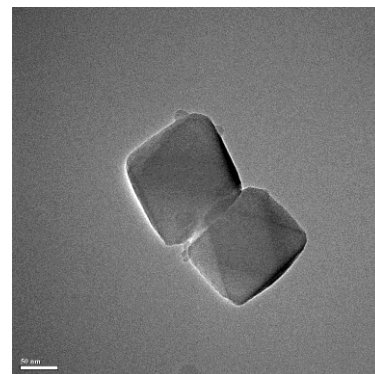
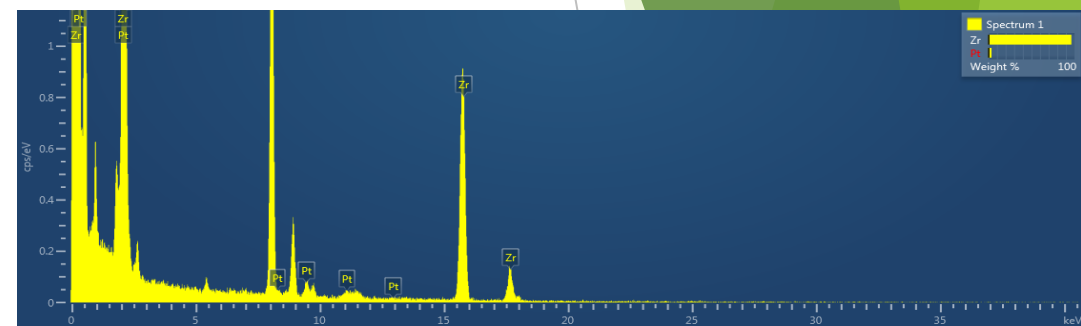
(1)磁性材料佔總樣品5wt%以下

(2)FIB樣品

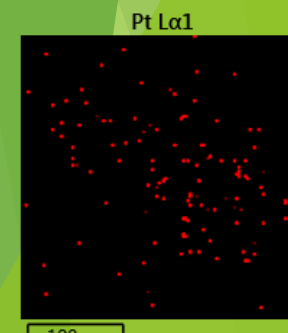
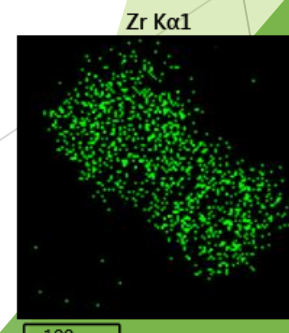
▶ 可接受易揮發性如下

於TEM觀察下，樣品無變形。

| Element | Line Type | k Factor | k Factor type | Absorption Correction | Wt%    | Wt% Sigma | Atomic % |
|---------|-----------|----------|---------------|-----------------------|--------|-----------|----------|
| Zr      | K series  | 4.225    | Theoretical   | 1.00                  | 96.37  | 0.51      | 98.27    |
| Pt      | L series  | 2.630    | Theoretical   | 1.00                  | 3.63   | 0.51      | 1.73     |
| Total   |           |          |               |                       | 100.00 |           | 100.00   |



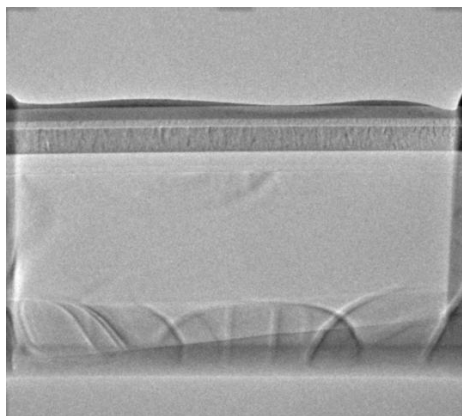
STEM & Mapping



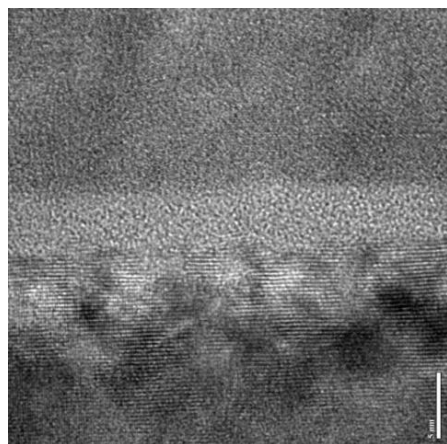
# 高解析掃描穿透式電子顯微鏡(HR-TEM)

► FIB試片(2023010570739a0)

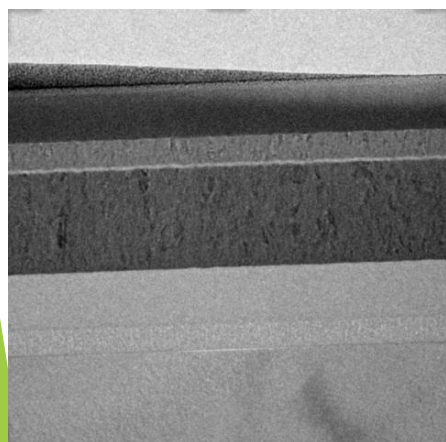
TEM & SAED



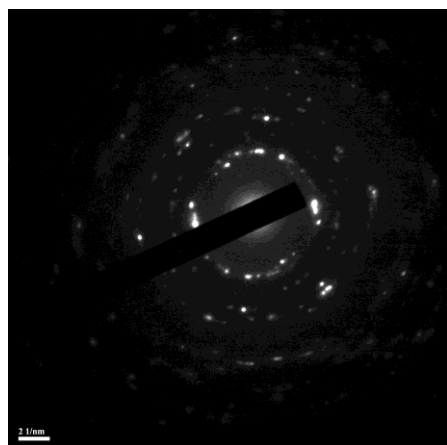
2500X



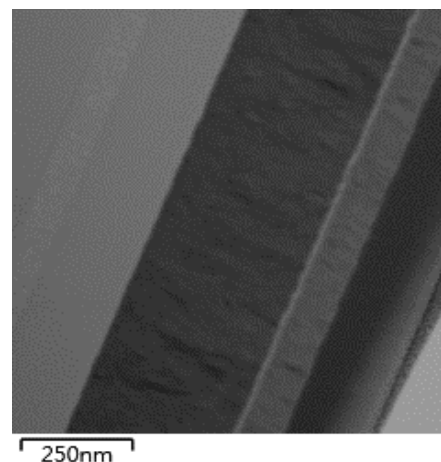
600kX



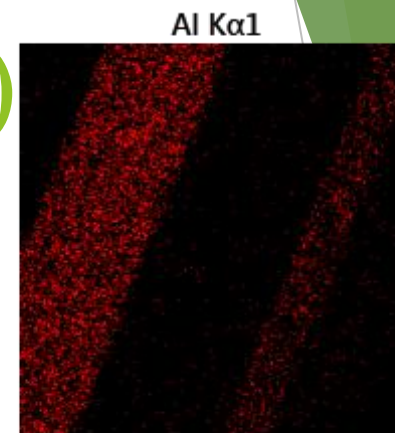
10kX



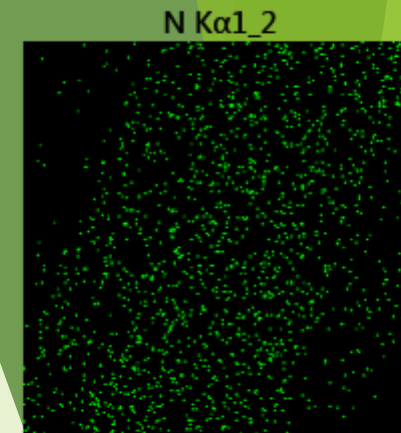
SAED



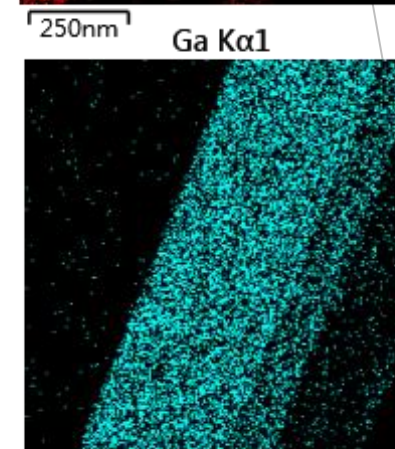
STEM & Mapping



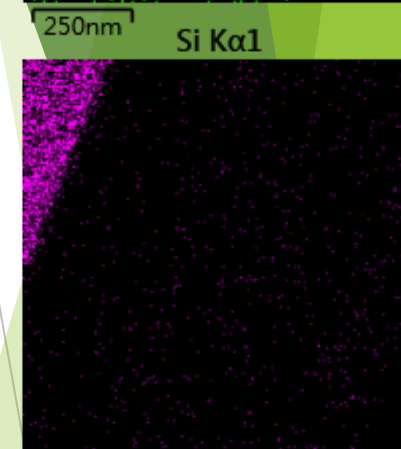
250nm



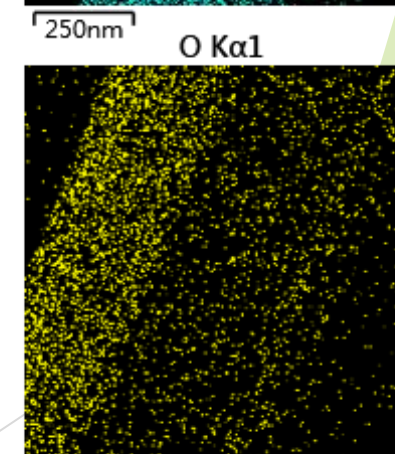
250nm



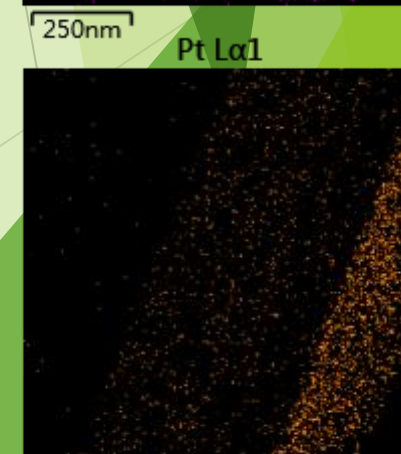
250nm



250nm



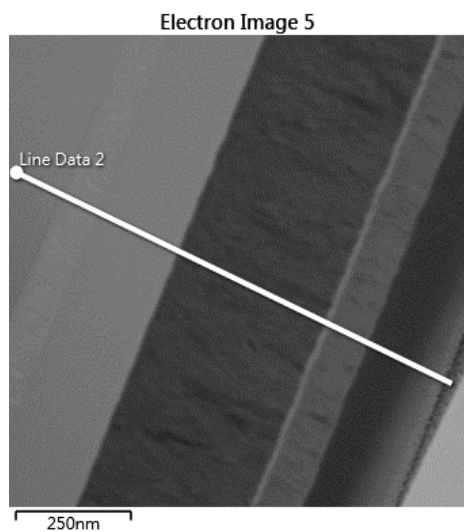
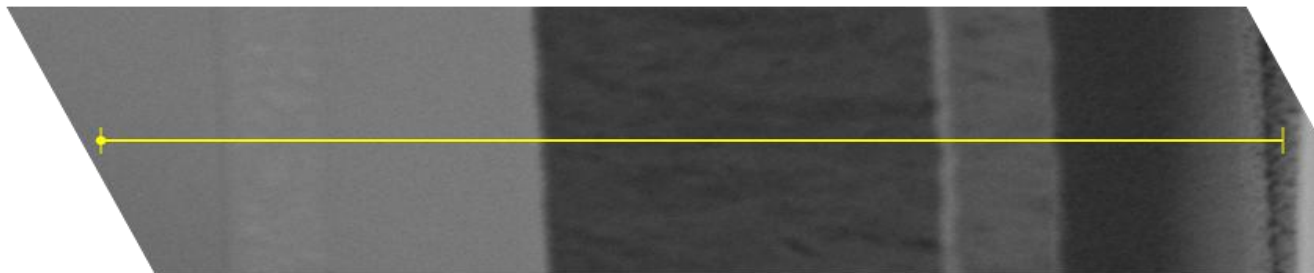
250nm



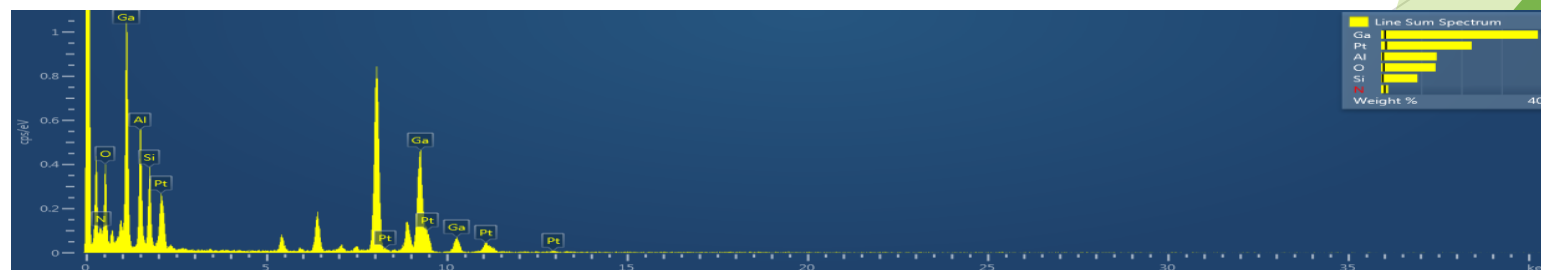
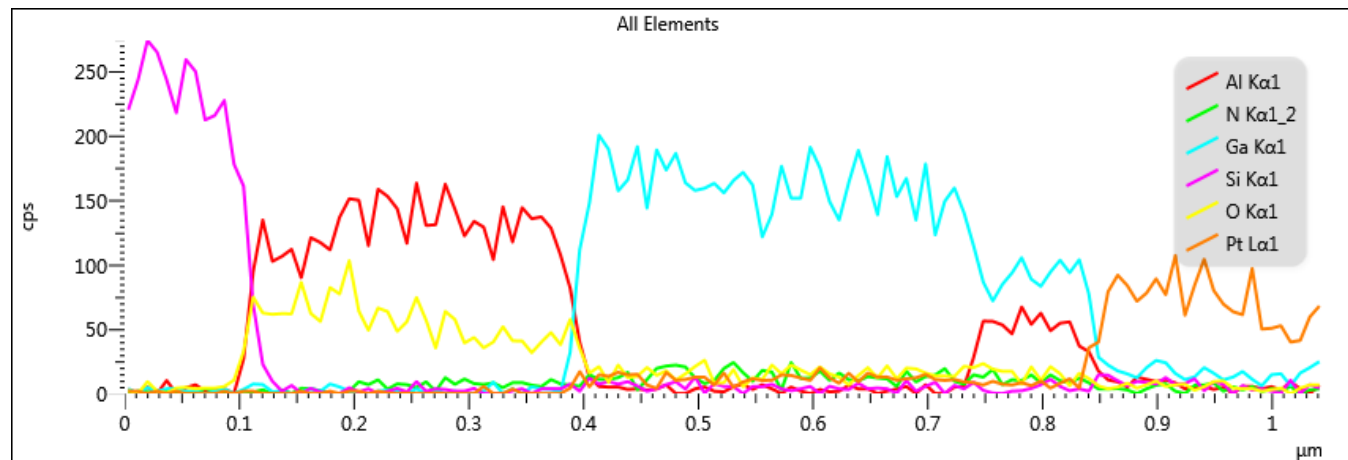
250nm

# 高解析掃描穿透式電子顯微鏡(HR-TEM)

## ► FIB試片



STEM & Linescan



# 穿透式電子顯微鏡(TEM)

- ▶ JEOL JEM-2000FXII(LaB<sub>6</sub> filament)
- ▶ 可受理所有磁性材料、有機物與高分子。
- ▶ 提供以下服務：
  - (1)觀察材料結構。(樣品尺寸需大於10nm)
  - (2)選區繞射(SAED)。

