

行政院國家科學委員會專題研究計畫 成果報告

計畫類別：個別型計畫

計畫編號：NSC92-2731-M-032-001-

執行期間：92年01月01日至92年12月31日

執行單位：淡江大學

計畫主持人：魏和祥

計畫參與人員：林達鎔、鄭廖平

報告類型：精簡報告

處理方式：本計畫可公開查詢

中 華 民 國 93 年 6 月 9 日

總計畫主持人：魏和祥教授
儀器負責教授：林達鎔，鄭廖平
技術員：蔡信武

Schottky FESEM : Leo 1530 92 年度貴重儀器共同使用服務成果報告：

儀器性能及周邊條件與附屬設備

基本性能

本項貴重儀器運作計劃之場放射掃描電子顯微鏡 LEO 1530 裝置於空調控濕之工學院精密儀器中心電子顯微鏡室內，磁場強度小於 0.5 m Gauss，正常情形下震動小於 $2\mu\text{m}$ ，符合原廠要求的標準，因此真正實用解析性能超出原廠的規格。

LEO 1530 規格為全世界最先進且唯一配備 Gemini Column 之 Schottky FESEM。在適當的操作條件之下，可以不鍍金而進行觀測，最大的特點是能很有效率的以極低的加速電壓進行觀測分析。本儀器配備 in-lens 環狀二次電子訊號檢測器，能收集最多的二次反射電子訊號，表現最佳的成像效果與解析度。原廠保證最佳解析度在加速電壓 20 kV 時為 1 nm，1 kV 下的解析度 2 nm，最低工作加速電壓為 200 V。對於導電性差及材質脆弱之樣品，可以利用高解析鍍膜機進行樣品的前處理。鍍膜層依靶材的不同，其的顆粒大小從 0.5 nm 到 1.2 nm。

特殊性能

92 年度已經添購 EDS，8 月份正式加入服務項目，目前儀器運轉順暢，微區元素成份分析系統為 EDAX: GENESIS 2000 XMS Imaging 60 SEM。

執行情形與服務成果

1. 重要維護紀錄：

第一次場放射燈絲更換：90 年 12 月更換 FEI 燈絲。

第二次場放射燈絲更換：91 年 11 月更換 Denka 燈絲。

91 年初（2 月份）發生地震，燈絲發生偏移，經維修調整 2 週，逐漸恢復服務。此外真空控制電路板，真空度檢測器以及不斷電系統等也都進行維修工作。

91 年 10 月份，機器出現對焦控制與解析度的嚴重問題，經 1 個月左右的檢測及與原廠的技術部門聯繫，確認高壓系統 EHT 出現不穩定的現象。有 1 個多月時間，暫時借用廠商的維修用備品，並進行更新 EHT 系統。

第三次場放射燈絲更換：92 年 12 月。

另外，turbo pump 的控制器發生故障，於 93 年 4 月份換新。

冷卻循環系統使用年限已到，循環幫浦故障，目前暫時使用台製冷卻循環機，冷控並不穩定，超過原廠要求標準，並且常有水流阻塞現象。預計 93 年 8 月份更新。

2. 服務：

基本服務項目

Leo 1530 場放射掃描電子顯微鏡性能優異，承接第一年(90 年度)的經驗，儀器使用大致上良好，第二年貴重儀器運作服務成果也很具成效。為了解析奈米尺度的結構，有機與無機陶瓷材料的樣品目前以鉑鈮合金作表面鍍層，從 1 nm 到 2 nm，加速電壓從 1 kV 到 3 kV，最高觀測倍率可以達到 30 萬到 50 萬。

經由三年來貴重儀器運作計劃的培養，本儀器專門的技術操作人員蔡信武先生，目前已經完全符合操作服務與基本維護的標準，提供專業水準的服務。

場放射掃描電子顯微鏡應用的範圍極廣，國內使用的單位涵蓋全國各大專院校及各相關學術研究單位。本年度使用的對象主要為化工及材料科學，此外尚有機械、物理、化學、電子、醫工等。

未來重要服務計畫

無論目前或未來，國內學術研究甚為倚重配備 Gemini Column 之 Schottky FESEM。尤其奈米科技的研究，已經成為世界上的重要研究潮流。

92 年度 EDS 加入服務行列，已經使服務項目範圍擴大。

93 年正採購微切片機，預計會提供研究的服務範圍擴大且服務品質更加強。希望未來能吸引更多的校外使用者。

94 年預計採購 STEM 檢測器，在加速電壓 30kV 時，解析能力為 0.8nm 左右。未來對於奈米形態結構分析，將可提供更新、更強的功能，使國內學術研究的工作能具備紮實的國際競爭學術能力，對於產業界也能起帶頭的作用。

總計去年服務的成果如下：

92 年度儀器開放使用時數：24 小時/週，1200 小時/年；維修時數 6 小時/週。

項 目	時 數	件 數	收 入 金 額*
校 內	759	253	1,518,000
校 外	144	48	288,000
合 計	903	301	1,386,000

*每件工作時數以 3 小時計算，含樣品覆膜處理，每件費用 6,000 元。

自儀器開放服務以來，因儀器解析度極佳，而且操作素質良好，一直深受外界好評，預約使用儀器的人數，始終保持滿載的狀態。自行操作者的執照目前正穩定的增加，而且積極訓練使用者自行操作，以增加自行操作的人數，進而更加充分利用儀器的資源。

(1) 服務成果：總計件數 301 件，時數 903 小時

(2) 服務對象：包括台灣大學醫工所、台灣科技大學化工系、成功大學、雲林科技大學、以及工研院、產業界等。

(3) 論文發表：

1. Liao-Ping Cheng, Tai-Horng Young*, WenuYuan Chuang, Li-Yen Chen, Leo-Wang Chen, 2001/1, " The formation mechanism of membranes prepared from the non-solvent-solvent-crystalline polymer systems, " Polymer, Vol. 42, page 443-451.
2. Tai-Horng Young, Chii-Wann Lin, Liao-Ping Cheng and Chih-Chen Hsieh, 2001, " Preparation of EVAL membranes with smooth and particulate morphologies for neuronal culture, " Biomaterials, Vol. 22, page 1771-1777.
3. Hung Hsu, Dar-Jong Lin, Liao-Ping Cheng, Jen-Taut Yeh, Kan-Nan Chen, 2001, " in-situ Compatibilization Mechanism of High-Density Polyethylene/Polamide 6 Blend, " J. Polym. Res., Vol. 8, No. 4, page 209-217.
4. Dar-Jong Lin, Cheng-Liang Chang, Tzung-Chin Chen, Liao-Ping Cheng, 2002, "On the Structure of Porous Poly(vinylidene fluoride) Membrane Prepared by Phase Inversion from Water-NMP-PVDF System," Tamkang Journal of Science and Engineering, 2, 95-98.
5. Dar-Jong Lin, Cheng-Liang Chang, Tzung-Chin Chen, Liao-Ping Cheng*, 2002, " Microporous PVDF membrane formation by immersion precipitation from water/TEP/PVDF system, " Desalination, 145, 25-29.
6. Dar-Jong Lin, Liao-Ping Cheng, Shih-Pin Lin, 2002, " Effect of compatible nucleation seeds on the morphology of porous Nylon 6 membrane, " Desalination, 145, 31-37.
7. Dar-Jong Lin, Ching-Chung Chen, Yi-Che Su, Liao-Ping Cheng*, 2002, " Observation of nano-particles in silica/poly(HEMA) hybrid by electron microscopy," Journal of Polymer Research, 9, 115-118.
8. Dar-Jong Lin, Cheng-Liang Chang, Fane-Ming Huang, Liao-Ping Cheng*, 2003, " Effect of Salt Additive on the Formation of Microporous Poly(vinylidene fluoride) Membranes by Phase Inversion From LiClO₄/Water/DMF/PVDF System," Polymer, 44, 413-422, 2003.
9. Liao-Ping Cheng, Yen-Shih Huang, Tai-Horng Young*, 2003, " Effect of the temperature of polyurethane dissolution on the mechanism of wet-casting membrane formation, " European Polymer Journal, 39/3, 601-607.
10. Dar-Jong Lin, Konstantinos Beltsios, Cheng-Liang Chang, Liao-Ping Cheng*, 2003, "The Fine Structure and Formation Mechanism of Particulate Phase Inversion Poly(vinylidene fluoride) Membranes, in print.
11. Hsuan-Fu Yu and Kao-Chao Huang, 2002, "Preparation and characterization

- of ester-derived BaFe₁₂O₁₉ powder”, *J. Mater. Res.*, 17(1), 199-203.
12. Hsuan-Fu Yu and Kao-Chao Huang, 2003, “Effects of pH and citric acid contents on characteristics of ester-derived BaFe₁₂O₁₉ powder”, *J. Magn. Mater.*, 260(3), 455-461.
 13. Gwo-Geng Lin, Hsi-Hsin Shih and Ping-Chang Chai, 2002, “Influences of Side-Chain Structures on the Viscoelasticity and Elongation Viscosity of Polyethylene Melts,” *Polymer Engineering and Science* (CA, CCI, EI, SCI), Vol 42, No. 11, p2213-2221 (NSC 87-2216-E-032-004-)
 14. 林國廣;張簡義峰, 2002, “擠出機製備耐隆奈米複材之實驗研究及其流變分析”, *強化塑膠廣用新知*, 93期, 42-48頁
 15. Trong-Ming Don, Yun-Ru Chen, Wen-Yen Chiu, 2002, “The Synthesis of Chitin-g-Poly(vinyl acetate) Copolymers with a Redox Initiator”, *J. Polym. Research*, Vol. 9: 257–263. (SCI) NSC 90-2313-B-032-001-
 16. Trong-Ming Don, Chung-Yang Chuang and Wen-Yen Chiu, “Studies on the Degradation Behavior of Chitosan-g-Poly(acrylic acid) Copolymers”, *Tamkang Journal of Science and Engineering*, Vol. 5, No. 4, Dec. 2002, pp. 235-240. NSC 90-2313-B-032-001-
 17. K.-C. Cheng, Trong-Ming Don, W. Guo, T.-H. Chuang, 2002, “Kinetic Model of Hyperbranched Polymers Formed by the Polymerization of AB₂ Monomer with a Substitution Effect”, *Polymer*, vol. 43, 23, pp. 6315-6322. (SCI)
 18. K.-C. Cheng, Trong-Ming Don, S.-P. Rwei, Y.-C. Li, Y.-F. Duann, 2002, “Monte Carlo Simulation of Diepoxides with Monoepoxides Cured with Amines”, *J. Polym. Sci., Part B: Polym. Phys.*, Vol. 40, 1857-1868. (SCI)
 19. Shih-Chang Hsu, Trong-Ming Don and Wen-Yen Chiu, 2002, “Synthesis of Chitosan- Modified Poly(methyl methacrylate) by Emulsion Polymerization“, *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 86, 3047-3056. (SCI) NSC 90-2313-B-032-001-
 20. Trong-Ming Don, J.-F King, and Wen-Yen Chiu, 2002, “Synthesis and Properties of Chitosan-Modified Poly(vinyl acetate)“, *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 86, 3057-3063. (SCI) NSC 90-2313-B-032-001-
 21. Trong-Ming Don, J.-F King, and Wen-Yen Chiu, 2002, “The Preparation of Chitosan- graft-Poly(vinyl acetate) and Their Adsorption of Copper Ion” *Polym. J.*, vol. 34, no 6, 418-425. (SCI) NSC 90-2313-B-032-001-
 22. Shih-Chang Hsu, Trong-Ming Don and Wen-Yen Chiu, 2002, “Free Radical Degradation of Chitosan with Potassium Persulfate”, *Polymer Degradation and Stability*, 75, 73-83. (SCI) NSC 89-2313-B-131-001-A24
 23. Trong-Ming Don, Shih-Chang Hsu and Wen-Yen Chiu, 2001, “Structures and Thermal Properties of Chitosan-Modified Poly(Methyl Methacrylate)”, *J. Polym. Sci., Part A: Polym. Chem.*, 39(10),1646-1655. (SCI) NSC 89-2313-B-131-001-A24
 24. T. W. Cheng and J. G. Wu, 2001, “Modified Boundary Layer Resistance Model for Membrane Ultrafiltration,” *Tamkang J. Science and Engineering*, 4(2), 111-117.
 25. T. W. Cheng and S. Y. Pan, 2001, “Recovery of Sizing Agent by gas Sparging Ultrafiltration,” *J. Chin. Inst. Chem. Engrs.*, 32(5), 431-436. (SCI, EI)
 26. T. W. Cheng and T. L. Lin, 2001, “Characteristics of Gas-Liquid Two-Phase Flow in Small Diameter Inclined Tubes,” *Chem. Eng. Sci.*, 56(21-22), 6393-6398. (SCI, EI)

27. T. W. Cheng, 2002, "Influence of Inclination on Gas Sparged Cross-Flow Ultrafiltration through an Inorganic Tubular Membrane," *J. Membrane Sci.*, 196(1), 103-110. (SCI, EI)
28. T. W. Cheng and C. H. Su, 2002, "Influence of Flow Arrangement on the Performance of Membrane Mass Exchanger," *J. Chin. Inst. Chem. Engrs.*, 33(4), 389-396. (SCI, EI)
29. T. W. Cheng and C. Y. Huang, 2002, "Filtration Characteristics of the Rejected-Solute Layer in Dead-End Ultrafiltration," *J. membrane Sci.*, 209, 485-492. (SCI, EI)
30. T. W. Cheng and J. G. Wu, 2003, "Quantitative Flux Analysis of Gas-Liquid Two-Phase Ultrafiltration," *Sep. Sci. Technol.*, 38(4), 813-831. (SCI, EI)
31. Chang, C. L., 2002, "Pretreatment of Wastewater by Vacuum Freezing System in a Cool-Thermal Storage Process," *Separation and Purification Technology*, 26,165-176.
32. Chang, C. L., HO, C. D. and Yeh, H. M. 2002, "Cool Thermal Storage Coupled with Water Treatment by Normal Freezing of Dilute Aqueous Solutions," *International communications in Heat and Mass Transfer*, 29, 3, 413-422.
33. Chang, C. L. and Chang, M. S. 2002, "Preparation of Composite Membranes of Functionalised Silicone Polymers and PVDF for Pervaporation of Ethanal-Water Mixture," *Desalination*, 148, 39-42.
34. Yu-Chi Chang, Kuang-Cheng Fan and Chun-I Lin, 2002, " Structural and Electrocatalytic Characteristics of Electrodeposited Nickel-Molybdenum Alloys" *J. Chin. Inst. Chem. Engrs.*, vol. 33, pp.499-507.
35. George Ting-Kuo Fey, Wen-Hsiung Yo and Yu-Chi Chang, 2002, " Electrochemical characterization of $\text{Li}_x\text{Ni}_y\text{Co}_{1-y}\text{O}_2$ electrodes in a 1M LiPF_6 solution of the ethylene carbonate-diethyl carbonate" *J. of Power Sources*, vol. 105, pp. 82-86.
36. George Ting-Kuo Fey, Kuan-Liang Chen and Yu-Chi Chang, 2002, " Effects of surface modification on the electrochemical performance of pyrolyzed sugar carbons as anode materials for lithium-ion batteries" *Materials Chemistry and Physics*, vol. 76, pp. 1-6.
37. Yu-Chi Chang, Jin-Chen Yeh and Chun-I Lin, 2001, " Process Characterization of Nickel-Chromium Alloy Electrodeposition by Statistical Analysis" *J. Chin. Inst. Chem. Engrs.*, vol. 32, pp.351-359.
38. George Ting-Kuo Fey, Ming-Chih Hsieh and Yu-Chi Chang, 2001, " Mass transport and kinetic aspects of thionyl chloride reduction at the platinum microelectrode" *J. of Power Sources*, vol.97-98, pp.606-609.
39. George Ting-Kuo Fey, Wen-Kuei Liu and Yu-Chi Chang, 2001, " Temperature and concentration effects on the conductivity of $\text{LiAlCl}_4/\text{SOCl}_2$ electrolyte solutions" *J. of Power Sources*, vol.97-98, pp.602-605.
40. Yu-Chi Chang, Jhy-Hwa Jong and George Ting-Kuo, 2001, " Kinetic Characterization of the Electrochemical Intercalation of Lithium Ions into Graphite Electrodes " *J. of The Electrochemical Society* , vol.147, pp.2033-2038.