

**Technical Review**

# Principle of Field Emission-Scanning Electron Microscopy (FE-SEM) and its Application to the Analysis of Carbon Nanostructures

Young Jeon Kim and Chong Rae Park<sup>◆</sup>

Enviro-Polymers Design Laboratory, Hyperstructured Organic Materials Research Center and School of Materials Science and Engineering, Seoul National University, Seoul 151-744, Korea

<sup>◆</sup>e-mail: crpark@snu.ac.kr

(Received October 7, 2001; accepted November 9, 2001)

## 1. 서 론

최근 들어 탄소나노튜브를 필두로 하는 나노 신소재에 대한 관심이 증대되면서 나노 스케일에서의 구조와 물리적 성질간의 상관성에 대한 연구가 급증하고 있다. 전자현미경은 이러한 나노 수준에서의 구조를 파악하는데 있어 없어서는 안될 기기이며 특히, 전계 방출형 주사전자현미경은 소재의 표면구조를 나노 수준까지 조사할 수 있는 아주 유효한 수단으로 알려져 있다.

기존의 일반 scanning electron microscopy(SEM)은 수십 나노 이하의 분해능과 동시에 시료의 3차원 이미지를 관찰할 수 있는 장점때문에 고체물질의 표면구조를 분석하는데 널리 사용되어 왔다. 그러나, 기존의 일반 SEM은 열 방출법에 의해 전자빔을 형성하기 때문에 전자빔의 세기가 커질 수 밖에 없는 고 분해능의 구조분석에서는 사용할 수 있는 시료가 한정될 수 밖에 없었다. 다시 말하면, 전자빔에 비교적 안정한 무기질 소재나 금속소재와는 달리 C, O, N, H으로 이루어진 유기물질 또는 주로 C로 이루어진 탄소물질은 전자빔 조사에 의한 손상이 비교적 쉽게 일어나 시료의 형태나 내부구조가 변하여 정확한 정보를 얻을 수 없는 경우도 있다. 또한 이들 시료는 원자번호가 낮아 이미지 형성시 뚜렷한 명암(contrast)을 얻기가 힘든 면도 있다.

이상에서 언급한 바와 같은 기존의 일반 SEM의 한계를 극복하기 위해 고안된 것이 cold type의 field emission gun을 사용하는 field emission SEM(FE-SEM) 이다. FE-SEM은 저 전압(15 kV)에서도 1.5~5 nm 수준의 고 분해능의 관찰이 가능하기 때문에 고 분해능을 요구하는 박막재료와 저 전압에서 고 배율로 관찰해야 하는 생물재료 및 탄소재료 등을 분석하는데 매우 유효한 수단이며 이들 분야에서의 최근 연구에서는 이미 보편적으로 사용되고 있기도 하다. 따라서, 이 글에서는 FE-SEM의 특성 및 이를 사용한 탄소 나노소재 분석시 알아두어야 할 기본적인 사항을 간략하게 소개하고자 한다.

## 2. FE-SEM 구성

FE-SEM은 크게 전자빔을 발생시키는 electron gun, 전자빔

의 크기 및 강도를 조절하는 lens, 시편 위에 조사되는 영역을 결정하여 배율을 결정하는 scan coil, 비점수차를 제거하는 stigmator, 전자빔과 시료와의 상호작용의 결과 반사되는 전자를 검출하는 detector, 여기서 읽혀진 정보를 화면(CRT)이나 필름에 저장시키는 장치로 이루어져 있다. FE-SEM의 구성은 Fig. 1에 개략적으로 나타내었다.

### 2.1. Electron gun

FE-SEM에서의 고 분해능의 핵심은 시편에 입사하는 전자빔의 사이즈를 얼마나 작게 하느냐에 달려있고 이는 electron gun에서 나오는 전자빔의 크기와 밀접하게 연관되어 있다. 기존의 일반 SEM은 텅스텐(W)이나 LaB<sub>6</sub>로 만들어진 필라멘트를 고온으로 가열시켜 전자를 방출시키므로(열전자 방출법,

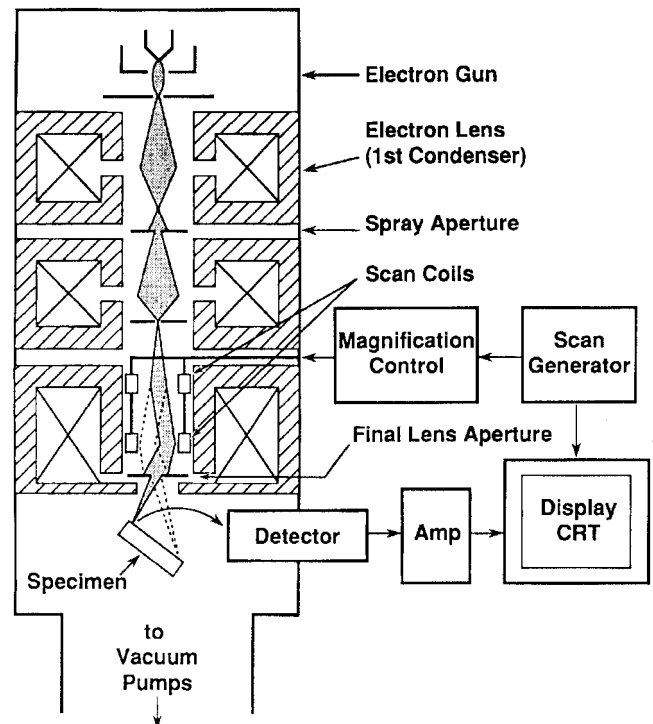


Fig. 1. Schematic drawing showing the electron column, the deflection system, and the electron detection.

thermionic electron) 전자빔의 직경이 약 10~50  $\mu\text{m}$  정도이나, FE-SEM에서는 고 진공하의 금속 tip 표면에 아주 큰 전기장을 걸어 전자가 방출되게 하는 전계 방출법(field emission)을 사용하므로 이에 의하여 형성된 전자빔의 직경은 약 1 nm~1  $\mu\text{m}$  정도에 이른다. 결국 전자를 방출시키는 방식에 따라 전자빔의 굵기가 달라지며 이는 또한 분해능을 크게 좌우하는 요인으로 작용한다고 볼 수 있어 FE-SEM이 저 에너지에서 고 분해능으로 촬영 가능한 주요 요인이라 하겠다. 아래에는 FE-SEM에 쓰이는 electron gun을 기존의 일반 SEM의 그것과 비교하여 상세히 기술하였다.

전계 방출 전자원(주로 W or LaB<sub>6</sub>) tip은 gun에 걸어진

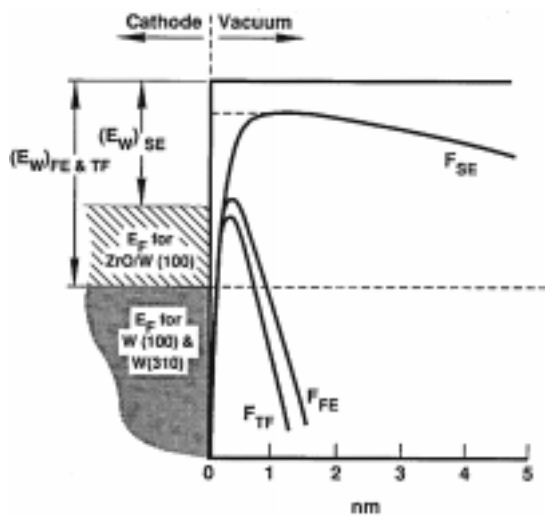


Fig. 2. Energy level diagram for cold field emission (FE), thermal field emission (TF), and Schottky emission (SE). (adapted from Tuggle *et al.*, 1985).

electric field에 의하여 에너지 장벽이 감소되어 electron tunneling현상에 의하여 전자를 방출시키게 된다(Fig. 2, 3). 이 tip은 일반 SEM에서의 Wehnelt cylinder 대신 들어있는 두개의 anode와 함께 triode system을 이룬다(Fig. 4). 첫 anode는 tip에서  $V_1$ (방출 전압; extraction voltage)의 전압으로 전자를 전계 방출시키고 두 번째 anode에서는  $V_0$ (가속 전압; acceleration voltage)의 전압으로 전자를 가속시켜 주는 역할을 하게 된다. 이렇게 방출된 전자빔은 1~2 nm의 작은 probe beam에 1 nA의 높은 전류 값을 흘려 주어 열전자 방출 법에 의한 brightness보다 100~1000배 정도 높은 값을 가질 수 있게 하고 분해능의 좋은 이미지를 형성할 수 있다.

그러나 상대적으로 전류를 일정하게 유지시키기 어렵기 때문에 전계 방출법에 의해 생성되는 X-ray를 이용한 정량분석에는 신뢰도가 떨어지는 문제점이 있어 안정적인 전류형성을 위해 초 고진공( $\sim 10^{-8}$ - $10^{-9}$  torr)이 요구된다. 전계 방출 전자총

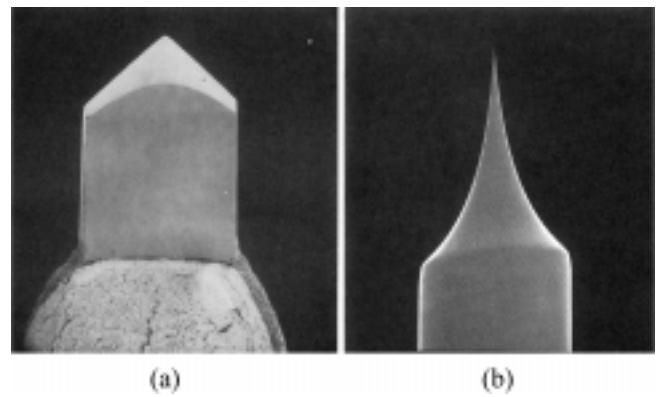


Fig. 3. SEM micrographs of (a) thermionic electron gun, LaB<sub>6</sub> and (b) field emission electron gun, (310) single crystal wire tip welded to a tungsten wire.

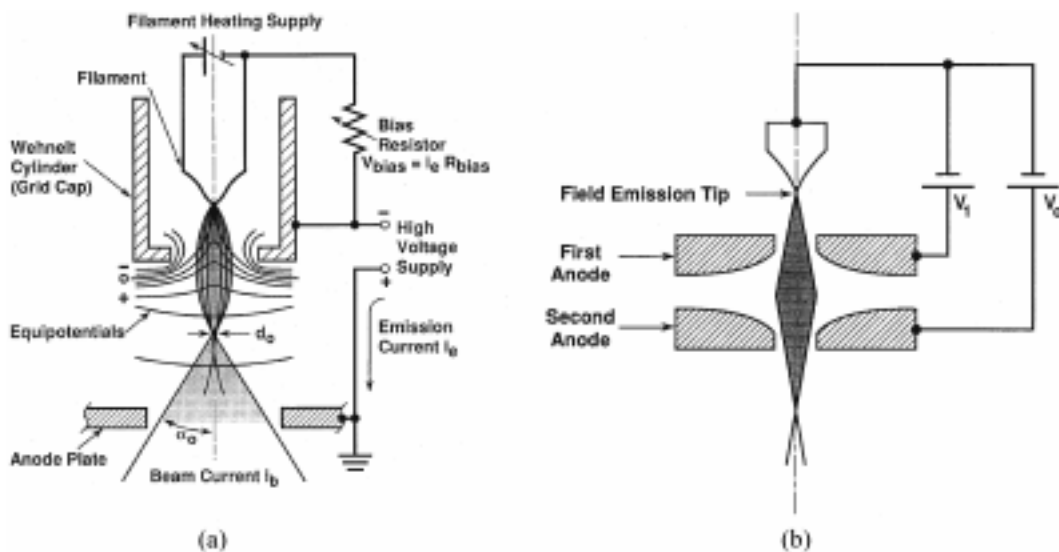


Fig. 4. Schematic diagram of (a) conventional self-biased thermionic electron gun (adapted from Hall, 1966) and (b) the Burtler triode field emission source. (adapted from Crewe, 1969).

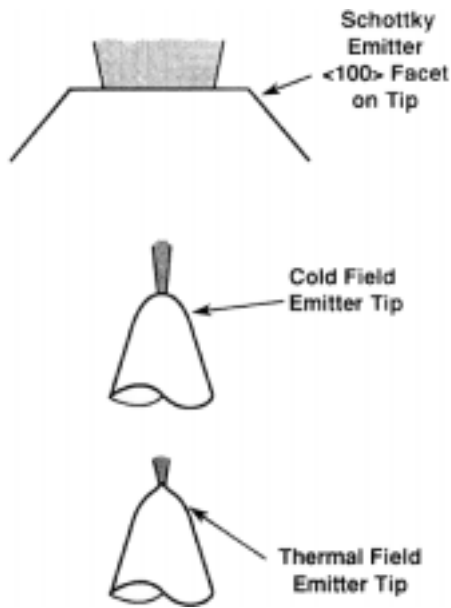


Fig. 5. Schematic diagram comparing tip shapes for the Schottky emitter, cold field emitter, and thermal field emitter.

은 열전자 방사형 전자총에 비해 brightness가 100~1000배 정도 높으며 전자원의 크기( $d_0$ )도 30 Å으로 작고 열전자 방출에 비해 거의 단색적이어서 분해능을 크게 향상시키고 수명도 긴 장점을 가지고 있다. 전계 방출 전자빔은 전자빔의 방출 방법에 따라 Fig. 5와 같이 3가지 종류가 있다.

#### (a) Cold type

tip에 고전압의 전기장만을 걸어주어 전자빔을 방출시킨다. 이러한 경우 안정적인 사용을 위하여는  $10^{-10}$  torr 이하의 압력이 요구된다. 고 진공 속에서도 tip에 한두 층의 기체 원자 또는 분자가 흡착될 수 있어 장시간 빔을 사용하고 나서는 tip을 고온으로 가열하여 흡착 물질을 다시 날려보내 주어야 한다. 이러한 과정을 'flashing'이라 하고 flashing이후 tip이 안정화 될 때까지 다시 기다려야 하는 불편함이 있다. 또한 이러한

flashing을 여러 번 하게 되면 tip의 수명을 단축시키는 단점이 있다. 이러한 단점에도 불구하고 색수차가 작고 빔 사이즈를 1~2 nm 크기로 줄일 수 있어 저 에너지의 고 분해능의 이미지 촬영에 적합하다.

#### (b) Hot type

텅스텐(W)의 <100> 단결정 filament를 1800 K까지 가열시킴과 동시에 tip에 전류를 가하여 전자빔을 방출시킨다. 이러한 경우 이미 동작상태의 온도가 높기 때문에 기체 분자들이 흡착되는 것을 방해하므로 cold emission처럼 flashing의 번거로움이 없다. 따라서 tip의 수명이 길 뿐만 아니라 고 진공도가 요구되지 않는다. 그러나 에너지의 분포가 넓어 cold type 보다 색수차가 상대적으로 커지게 된다.

#### (c) Schottky type

Schottky 전자 방출원은 ZrO를 W의 <100>면에 코팅한 것으로 이렇게 하면 일함수(work function)를 4.5 eV에서 2 eV로 낮추기 때문에 전류방출 안정도가 위의 두 종류에 비하여 상대적으로 좋은(2%) 장점이 있다. Table 1에는 각각의 gun들을 비교하고 있다.

### 2.1.2. Electron lens

#### 2.1.2.1. Condenser lens

1개에서 3개까지 있을 수 있으며 gun에서 나온 cross over  $d_0$ 값, 빔의 직경을 축소 시키는 역할을 한다. Spot size를 작게 만들지만 전자빔의 전류 값도 감소하게 된다.

#### 2.1.2.2. Objective lens

SEM column에서 가장 하단에 있는 lens이며 electron probe의 cross over의 위치를 광축에 평행한 Z축 방향으로 이동시켜 이미지의 초점을 맞추는데 이용된다. 좋은 화상을 얻기 위해서는 electron gun에서 발사된 전자가 검출기에 최종적으로 도달할 때까지 정확히 광학축을 따라 진행해야 수차 및 화상 왜곡을 최소화 할 수 있는데 이를 위해서 electron column내의

Table 1. Comparison of electron sources at 20 kV

Source	Brightness A/cm <sup>2</sup> sr	Lifetime (h)	Spot size	Energy spread ΔE	Beam Current Stability
W hairpin <sup>7,8</sup>	10 <sup>5</sup>	40-100	30-100 μm	1-3 eV	1%
LaB <sub>6</sub> <sup>8,9</sup>	10 <sup>6</sup>	200-1000	5-50 μm	1-2 eV	1%
Field emission					
Cold <sup>10,11</sup>	10 <sup>8</sup>	>1000	<5 nm	0.3	5%
Thermal <sup>11</sup>	10 <sup>8</sup>	>1000	<5 nm	1	5%
Schottky <sup>11</sup>	10 <sup>8</sup>	>1000	15-30 nm	0.3-1.0	2%

<sup>7</sup>Haine and Cosslett (1961)

<sup>8</sup>Troyon (1987)

<sup>9</sup>Broers (1974)

<sup>10</sup>Crewe *et al.* (1971)

<sup>11</sup>Tuggle *et al.* (1985)

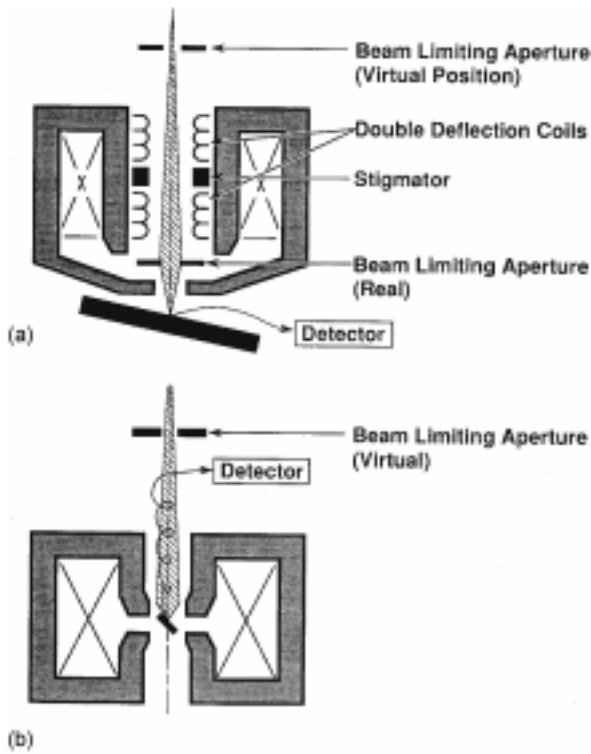


Fig. 6. Two objective lens configurations: (a) asymmetrical pin-hole lens and (b) symmetrical immersion lens.

모든 구성 요소들이 정확히 동일한 축상에 있어야 한다.

대물렌즈 안에는 다양한 크기를 가진 조리개(aperture)가 들어있어 명암, 초점심도를 다양하게 변화시킬 수 있다(Fig. 6).

2.1.3. Specimen stage

진공 chamber 내에 보고자 하는 곳을 찾기 위하여 시편을 움직이는 장치 및 초점심도를 조절하는 WD(working distance) knob 및 좋은 이미지 형성을 위한 tilting knob이 있다.

2.1.4. Detectors

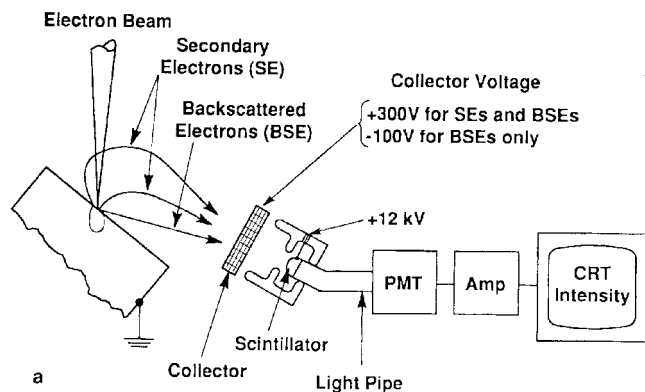


Fig. 7. Schematic diagram of the Everhart-Thorney detector.

FE-SEM에 주로 쓰이는 detector는 Everhart-Thorney detector (E-T detector)로 이는 scintillator, light pipe, photomultiplier tube로 이루어져 있다(Fig. 7).

E-T detector는 SEM chamber와 절연이 되어 있으며 앞부분에는 wire mesh 형태로 screen 되어 있고 +100V의 전압차가 있어 이차산란 전자들(secondary scattered electron)을 수집하게 된다. detector안으로 들어온 전자는 +12 kV로 가속되어 알루미늄으로 코팅된 scintillator에 부딪히게 되고 이때 photon이 발생된다. 이 photon은 light pipe를 통하여 PMT(photo-multiplier tube)로 들어가게 되고 여기에서 light은 증폭된 electric signal로 변하여 이미지를 형성하게 된다.

3. 전자빔과 시편과의 상호작용

전자빔을 비롯한 electromagnetic particle, photon 등이 시편에 입사 되어 시편과 다양한 형태의 상호작용이 일어나게 된다(Fig. 8). 이러한 상호 작용들의 결과를 이용하여 다양한 형태의 분석이 가능하게 된다. 시편에 입사된 전자와 시편과의 상호작용에 의한 이차전자, 후방산란전자, X-ray 등이 시편 밖으로 나오게 된다. SEM에서는 대표적으로 2차 전자(secondary electron)와 후방산란전자(backscattered electron)를 통하여 이미지를 형성하고 특정 X-ray를 이용하여 시편을 구성하는 원소의 종류와 그 양을 분석하는 EDS(energy dispersive spectrometer) 등이 있다.

3.1. 탄성산란(Elastic scattering)

탄성산란이란 시편에 입사 되는 전자의 운동에너지의 변화가 없이 전자의 운동경로만 바뀐 것을 말한다. 이와 같이 전자는 주로 시편의 atomic nucleus의 전자와 coulombic interaction을 일으켜 발생한 것이다(Rutherford scattering).

3.1.1. 후방산란전자(Backscattered electron)

후방산란전자는 입사된 전자가 시편과의 탄성산란에 의해 되돌아오는 현상으로서, 일반적으로 입사전자의 약 30% 정도가 시편과의 탄성산란에 의해 되돌아 방출되게 된다. 엄밀하

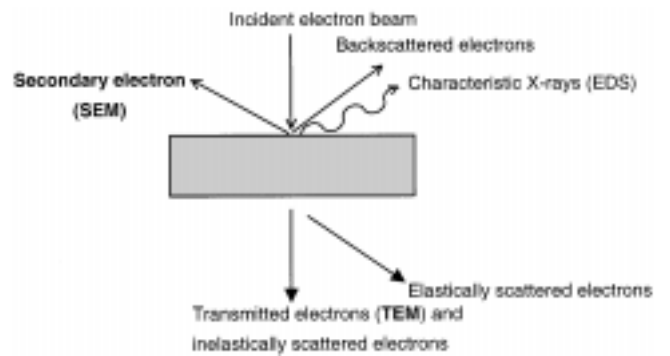


Fig. 8. Interaction between electron beam and material.

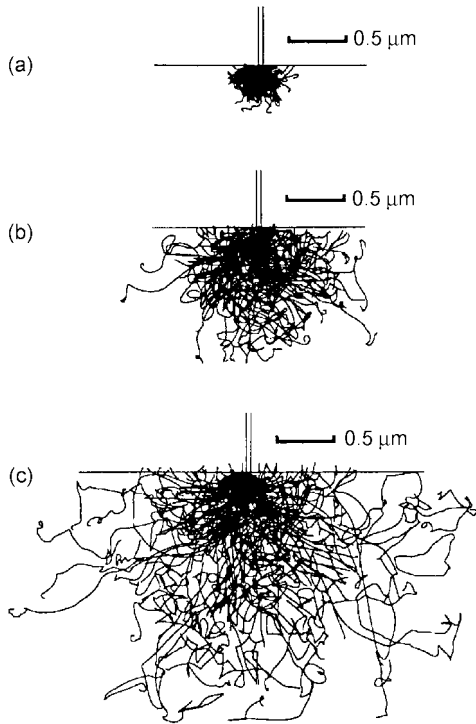


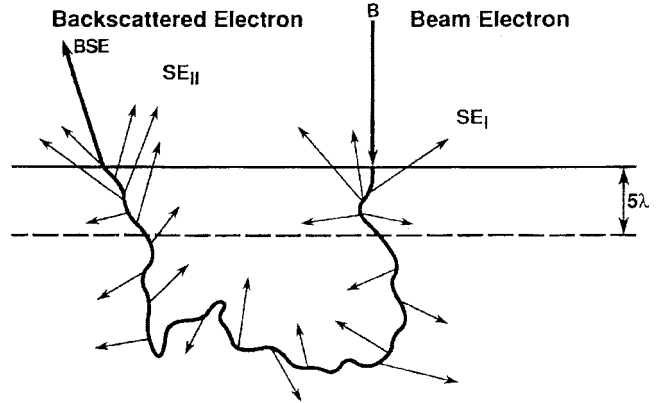
Fig. 9. Monte Carlo electron-trajectory simulations of the interaction volume in iron as a function of beam energy: (a) 10 keV, (b) 20 keV, and (c) 30 keV.

게 후방산란은 입사 된 전자가 한번의 충돌에 의해 입사 된 방향의 반대방향으로 되돌아오는 현상을 의미하지만, Monte Carlo모사(Fig. 9)에 의한 전자의 궤적을 살펴보면 보통의 경우에 후방 산란 되는 전자는 여러 번의 탄성산란을 겪고 방출 되는 것으로 확인된다.

후방산란전자는 crystallography(electron channeling), 시편내부의 자장(magnetic contrast), 특히 시편의 조성(원자번호) 등에 의해 차이를 보이게 된다. 이를 atomic number contrast (compositional contrast, Z contrast)라고 한다. 반면 시편의 각도에 따른 후방산란전자 의존성을 살펴보면 그 각도가 30도 이하에서는 그리 큰 의존성을 보이지 않다가 그 이상의 각도에서부터는 산란 되는 양이 증가함을 보여준다. 이상의 사실로부터 후방산란전자가 가지는 주 정보는 시편의 topology에 의한 것보다는 원자번호에 의한 의존성이 크므로 시편 내에 존재하는 불순물이나 첨가제 또는 nano-filler가 들어 있는 nanocomposite을 관찰하는데 유용하다고 하겠다.

3.2. 비탄성 산란(Inelastic scattering)

비탄성 산란은 입사 되는 전자가 시편과 반응하여 여러 다른 형태로 에너지를 전달하여 초기 입사 된 전자의 에너지와 방출된 전자의 에너지와 차이가 생기는 현상을 의미한다. 여러 다른 형태로 전달되는 에너지는 이차전자, 오제이전자, characteristic or continuum(bremsstrahlung) X-ray, electron-



B: Incident beam electrons; SE<sub>I</sub>: Secondary electrons generated by B; BSE: Backscattered electrons; SE<sub>II</sub>: secondary electrons generated by BSE.

Fig. 10. Schematic illustration of the origin of two sources of secondary electrons in the sample.

hole pair, long wavelength electromagnetic radiation, cathodoluminescence, plasmon 등을 유발시키게 되고 이러한 정보들을 이용하여 각각의 특성에 알맞은 분석에 사용하게 된다.

3.2.1. 이차전자(Secondary electron)

입사 된 전자의 운동에너지가 시료와의 접촉에 의해 대부분 사라지고 이와 더불어 시료의 최외각 전자가 튕겨 나오는 것을 말한다. 이때 방출되는 시료의 이차전자는 대부분 10 eV 정도(최대 70 eV 이하)의 운동에너지를 가진다(Fig. 10).

이차전자의 유용한 특성 중의 하나가 낮은 escape depth이다. 이차전자는 입사전자의 모든 충돌과정에서 발생될 수 있으나, 비탄성 충돌에 의해 계속 에너지 손실을 겪게 된다. 특히 이차전자가 시편의 표면에 도달하였을 때 시편 밖으로 방출되기 위해서는 시편의 일 함수(work function)를 넘어서야 가능하게 된다. 이러한 과정을 통해서 방출되는 이차전자의 방출 확률은 그 깊이에 따라서 exponential decay형태를 보이게 된다. 이차전자의 escape depth는 후방산란전자의 약 1/100 정도가 되므로, 이러한 특성으로 인해 이차 전자를 이용할 경우 표면형상의 관찰과 표면 근처의 정보를 얻는데 유용하게 이용될 수 있다.

3.2.2. X-ray에 의한 미소원소분석

비탄성 충돌 과정 중에 2가지 종류의 X-ray가 발생하게 되는데 이것은 연속 X-ray(Bremsstrahlung or continuous x-ray)와 inner-shell ionization에 의한 특성X-ray(characteristic X-ray)의 방출이다. 연속 X-ray는 background를 형성하게 되면 특성 X-ray는 분석하는 영역에서 원자의 특성을 나타내 주는 역할을 하게 된다.

3.2.2.1. 연속 X-ray(Bremsstrahlung or continuous x-ray)

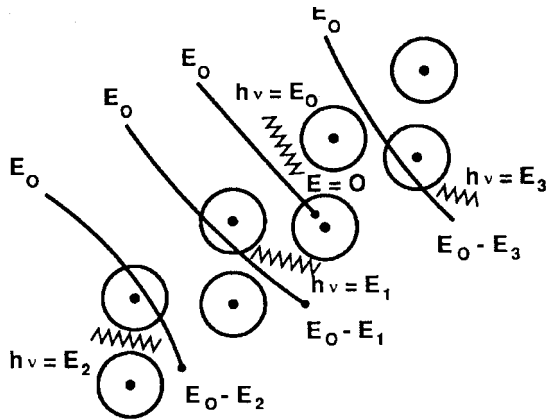


Fig. 11. Schematic illustration of the origin of the X-ray continuum.

입사된 전자는 시편의 원자내의 positive field를 띄고 있는 핵과 negative field를 띄고 있는 최외각 전자와의 coulombic field에 의하여 감속하게 되고 이러한 감속현상은 전자과의 형태로 방출하게 된다(Fig. 11). 이러한 상호작용은 무작위로 일어나고 잃는 에너지도 매우 다양하여 연속적인 spectrum을 형성하게 되어 연속 X-ray background를 형성하게 된다.

연속 X-ray의 강도는 전자빔의 에너지와 원자번호의 함수이다. 빔 에너지가 증가 할수록 특정 eV에서의 강도는 증가하게 되고 원자번호가 증가할수록 강도는 증가하게 된다. 그 이유는 초기 에너지가 증가할수록 시편 내에서 에너지를 잃을 확률이 증가하며 원자번호가 증가할수록 coulombic force의 영향을 더 크게 받아 energy loss가 커지기 때문이다.

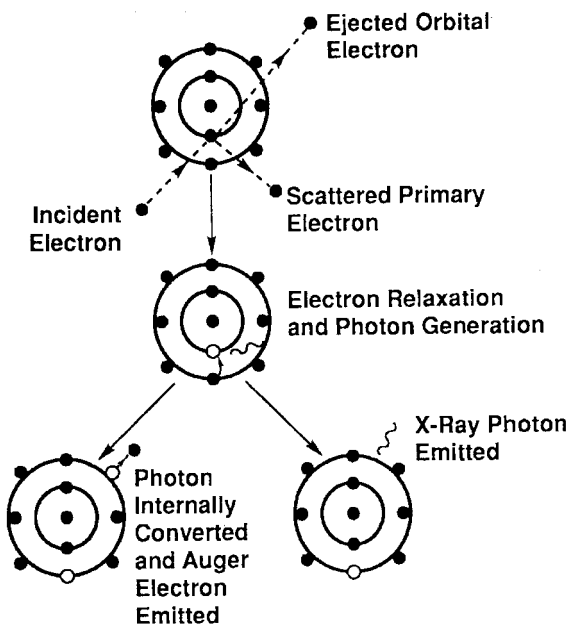


Fig. 12. Schematic illustration of the process of inner-shell ionization and subsequent de-excitation by electron transitions.

### 3.2.2.2. 특성 X-ray(Characteristic x-ray)

입사된 전자빔은 시편의 원자 내에 있는 핵에 가까이 존재하는 inner-shell electron과 반응하여 다음 그림(Fig. 12)에서 보여주듯이 그 전자를 방출시킨 후 외각에 있는 전자가 에너지를 안정화 시키기 위해 에너지준위가 낮은 전자각으로 천이할 때 x-ray를 방출시키는데 이를 특성 X-ray라고 한다. 또한 이 반응과 경쟁적으로 방출된 X-ray이 최외각 전자를 방출시켜 Auger 전자를 방출하기도 한다.

## 4. 이미지 형성

### 4.1. Brightness

Brightness equation은 다음과 같이 정의된다.

$$\beta = \frac{\text{current}}{(\text{area})(\text{solid}\angle)} = \frac{4i_b}{\pi^2 d^2 \alpha^2} \text{ A/cm}^2\text{sr} \quad (2)$$

where  $i_b$  = beam current at a specified point in the electron column outside the gun

$d$  = beam diameter at a specified point in the electron column

$\alpha$  = convergence (divergence) angle at specified point in the electron column

Steradian (sr) : dimensionless unit of solid angle

이 식에서 알 수 있듯이 beam current가 고정되어 있을 때는 beam diameter가 작은 경우가 밝기가 더 밝고 beam diameter가 고정 되어있을 경우에는 beam current가 클수록 밝기가 커진다.

실제로 위의 식으로 밝기를 측정하기란 힘이 든다. 따라서 열전자 방출법에 의해서는 maximum theoretical brightness ( $\beta_{\text{max}}$ : Langmuir equation)을 다음 식에 의해 측정하게 된다.

$$\beta_{\text{max}} = \frac{J_c e E_0}{\pi k T} \text{ A/cm}^2\text{sr} \quad (2)$$

Where  $J_c$  = current density at the cathode surface

$E_0$  = accelerating voltage (V, volts)

$e$  = electronic charge ( $1.59 \times 10^{-19}$ C, coulomb)

$k$  = Boltzmann's constant =  $8.6 \times 10^{-5}$  eV/K

$T$  = absolute emission temperature (K)

이 식에 의하면 걸어준 전기장의 크기( $V_0$ )가 높아질수록 온도 ( $T$ )가 낮아질수록 밝기가 커짐을 알 수 있다.

전계 방출법에 의한 경우에는 다음과 같은 식으로 유도된다.

$$\beta_{\text{max}} = \frac{J_c e V_0}{\pi \Delta E} \text{ A/cm}^2\text{sr} \quad (3)$$

where  $\Delta E$  : energy spread of the beam ( $\sim 0.3$  eV for cold emission gun)

$\Delta E = 0.3 \text{ eV}$ 와  $J_c = 10^5 \text{ A/cm}^2$ ,  $V_0 = 20 \text{ kV}$ 을 위의 수식에 대입 시킨다면  $\beta_{\text{max}} \sim 2 \times \text{A/cm}^2\text{sr}$ 값을 가져 열전자 방식일 때 보다 100~1000배 정도 큰 것을 알 수 있다.

4.2. Contrast

2차 전자상은 시료에서부터 나오는 50 eV 이하의 낮은 에너지의 전자를 모아서 만든 상으로 일부의 반사전자(후방산란전자)도 영향을 미치고 있다. 입사전의 에너지가 큰 경우에는 2차 전자의 방출율은  $1/\cos\theta$ 에 비례한다.

그렇기 때문에 시료표면의 돌기모양에 의한 국소적인  $\theta$ 의

변화가 상 contrast의 원인이 된다. (참고로 후방산란전자가 생기는 정도는 시료를 구성하는 원자의 원자번호에 의존하기 때문에 원자번호의 contrast가 생김)

4.3. Depth of focus, depth of field and pixel

Depth of focus (초점심도) =  $A'B' = \Delta f$  (4)

Depth of field (물체심도) =  $AB = \Delta F$  (5)

Pixel size ( $D_{pe}$ ) =  $\frac{L_{CRT}}{N_{pe}}$  (6)

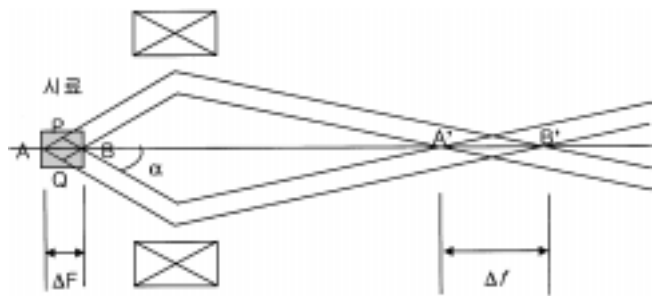
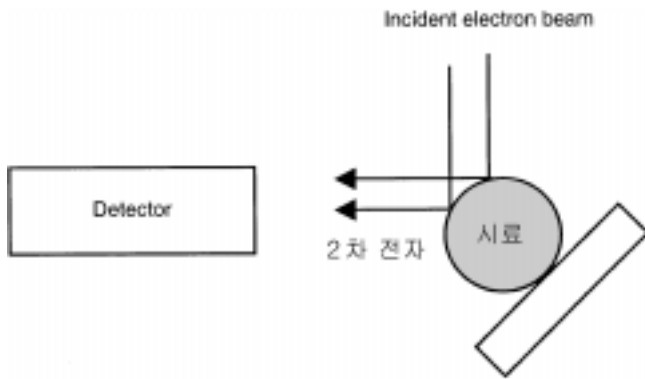


Fig. 13. Schematic diagram of depth of focus and depth of field.

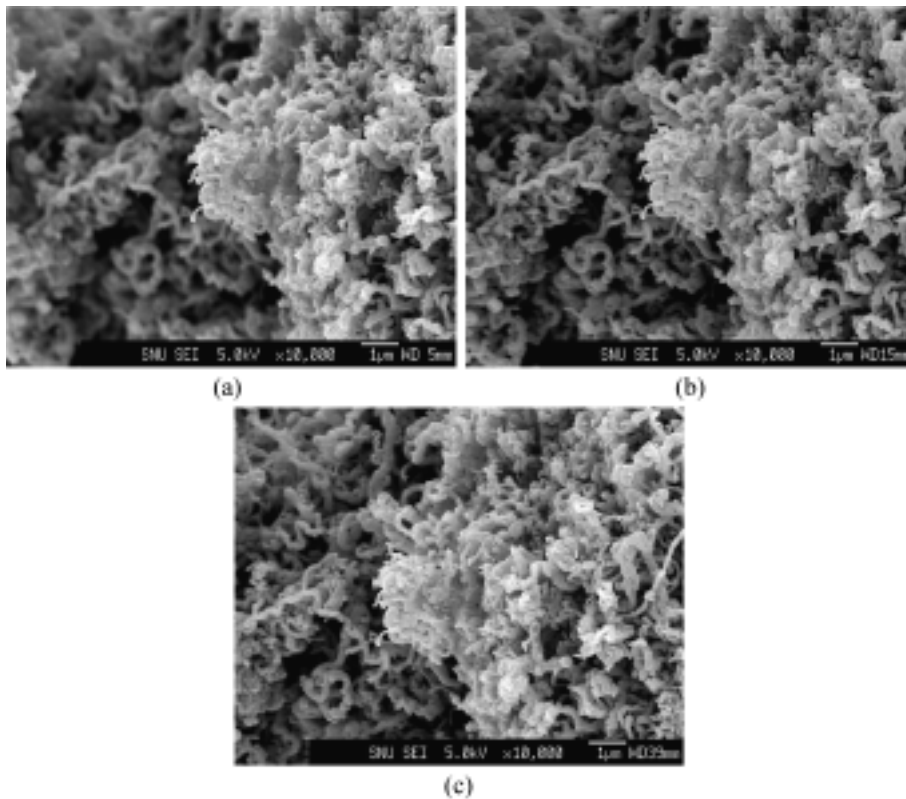


Fig. 14. Appearance of a fracture surface with different depths of focus obtained by varying the aperture size and working distance: (a) small depth of focus (5 mm WD, 110 µm aperture), (b) intermediate depth of focus (15 mm WD, 110 µm aperture), and (c) maximum depth of focus (39 mm WD, 110 µm aperture).

where  $N_{PE}$  = number of discrete location along the scan line

$$\text{Magnification (M)} = \frac{L_{CRT}}{L_{spec}} \quad (7)$$

SEM에서는 어떠한 길이 영역 내에서 모두 정 초점이 형성되는데 이때의 길이(A'B')를 depth of focus(초점심도)라고 한다. 또한 시료의 일정 크기이내의 두께에 모두 정 초점이 형성되는데 이때의 길이를 depth of field(물체심도)라고 한다. depth of focus를 조절하는 것은  $\alpha$ 값과 magnification(M)에 의존하게 된다(Fig. 14). 만약 CRT의 크기가 10 cm이면 pixel size가 0.1/M(mm)의 값을 가지게 되고 다음과 같은 식이 성립된다.

$$\text{depth of focus} = 200 \mu\text{m}/M\alpha \quad (8)$$

전자현미경의 큰 장점중의 하나는 바로 depth of focus의 값이 매우 크다는 것이다. 즉 screen과 사진 찍는 stage와의 거리는 차이가 나더라도 screen의 초점이 맞으면 사진 또한 초점이 맞게 된다.

위의 식 (6)에서도 나와 듯이 배율이 커지면 pixel size (picture element size)가 작아지게 되고, interaction volume의 일정한 크기 때문에 이웃 하는 picture element의 정보의 중첩이 생겨 결국 이미지가 흐려지게 된다. Picture element가 매우 작아지면 매우 작은 probe를 얻기 위해서 condenser 렌즈의 세기를 강하게 하여야 하나 이때 beam current 손실이 뒤

따르게 된다.

#### 4.4. 렌즈의 결함

렌즈의 결함은 영상을 왜곡시키고 초점을 흐리게 하여 분해능을 나쁘게 한다. 전자현미경의 분해능은 전자기 렌즈의 결함을 얼마나 줄일 수 있느냐에 달려 있다고 볼 수 있다.

##### 4.4.1. 구면수차(Spherical aberration)

한 점에서 발산된 빛이 렌즈의 광 축에서부터 서로 다른 거리에서 굴절한 후 다시 동일한 점으로 모이지 못하는 현상을 구면수차라고 한다(Fig. 15).

전자기 렌즈에서도 광 축에서 멀어짐에 따라 자기장의 밀도가 이상적인 전자기 렌즈의 경우와는 다르게 급격하게 변하여 구면수차가 생기게 된다. 구면수차에 의해서 점이 영상면에 원으로 확대될 때 그 직경은 다음과 같은 식으로 표시된다.

$$d_s = C_s \alpha^3 M \quad (9)$$

where  $C_s$  : coefficient of spherical aberration

##### 4.4.2. 회절수차(Diffraction aberration) 또는 조리개 수차 (Aperture aberration)

매우 작은 aperture를 넣어줄 경우나 렌즈 내에서 전자가 광 축에 각을 가지고 수렴할 경우 전자의 파동성에 의하여 회절

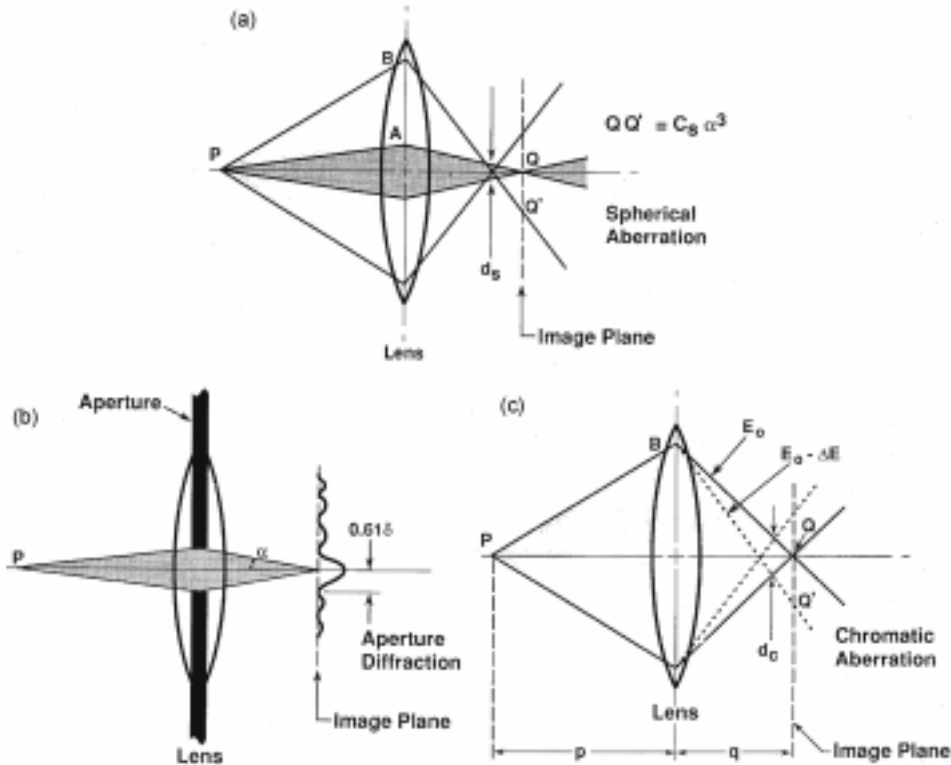


Fig. 15. Schematic drawings showing how (a) spherical aberration, (b) diffraction (aperture) aberration, and (c) chromatic aberration in a lens cause a point at P to blur into a broadened image at Q.



을 일으키고 이로 인하여 초점이 형성되어야 할 곳에 airy disk 형태의 강도분포를 형성한다. 이 airy disk의 거리의 반을  $d_d$ 로 정의하고 그 식은 다음과 같다.

$$d_d = 0.61\lambda/\alpha \tag{10}$$

위에서 볼 수 있듯이 회절수차의 측면에서는  $\alpha$ 값이 커질수록 분해능은 감소하는데 구면수차의 측면에서 보면 오히려 증가하게 되어 적정  $\alpha$ 값을 찾는 것이 중요하다.

4.4.3. 색수차(Chromatic aberration)

현미경에서 사용되는 전자빔의 파장이 서로 다른 것들로 구성되어 있을 경우 전자기 렌즈를 통과할 때 굴절되는 정도가 달라짐으로써 깨끗한 화상이 형성되는 것을 방해하는 현상을 말한다. 색수차에 의해서 점이 원으로 확대된 영상의 직경은 다음과 같이 주어진다.

$$D_c = C_s\alpha \cdot \Delta E/E \tag{11}$$

Where  $\Delta E$  : 전자빔의 에너지 차이  
 $C_s$  : coefficient of chromatic aberration

4.4.4. 비점수차(Astigmatism)

렌즈의 방향에서 서로 수직인 방향으로 들어온 빛에 대한 초점거리가 동일하지 않아 결과적으로 점의 영상이 타원으로 되어 형성되는 화상은 실제보다 확대, 축소, 또는 찌그러져 보이게 된다(Fig. 16). 전자기 렌즈에서는 자기장의 원주방향의 분포가 원대칭을 이루지 못하는 경우에 비점수차가 발생하게 되는데 이는 stigmator를 이용하여 거의 완전하게 제거할 수 있다.

4.4.5. 전자기 렌즈에 의한 분해능의 한계

위의 모든 수차에 의해 전자기 렌즈는 분해능의 한계는 Raleigh 한계 값보다 더 큰 값을 가지게 된다. 전자기 렌즈의 여러 가지 결함을 고려하여 분해능의 한계는 다음의 식으로 표현된다.

$$d = \sqrt{d_d^2 + d_s^2 + d_c^2 + d_a^2} \tag{12}$$

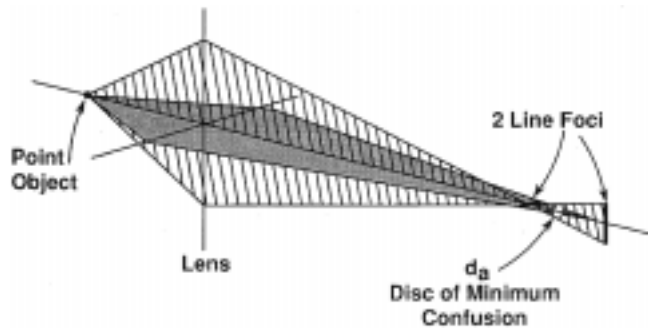


Fig. 16. Schematic diagram showing the origin of astigmatism.

전자기 렌즈에서 최근의 기술발달로 인해 색수차와 비점수차는 제거할 수 있어 전자기 렌즈에 의한 최소분해능은  $d = \sqrt{d_d^2 + d_s^2}$ 이 된다.

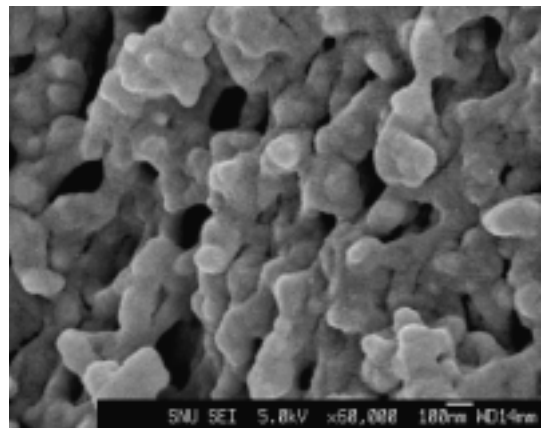
5. 탄소 소재 분석의 실제 예

다음은 이상에서 설명한 이론적 원리에 의해 작동되는 FE-SEM을 이용하여 촬영한 각종 탄소소재의 나노 표면구조분석 결과이다.

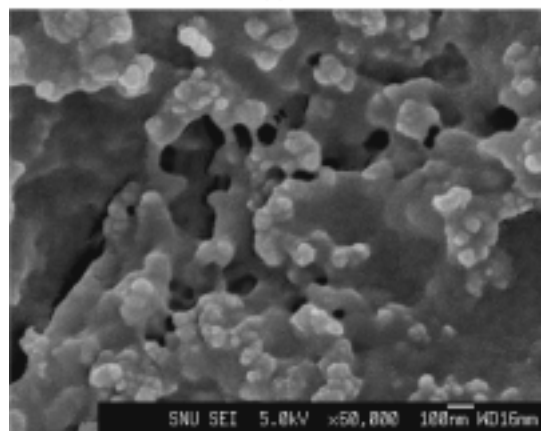
(1) 열처리 온도에 따른 탄소 표면의 변화거동

hard carbon은 등방성 nanotexture를 가지고 있다. 이는 작은 육방정의 탄소층 쌓임과 미세공들로 이루어져 있어 이러한 구조들이 membrane 특성을 보여주게 된다. 이러한 구조적 특성과 가스투과성의 연관성이 커지므로 hard carbon의 grain 크기 조절이 중요한 변수가 된다고 하겠다. 위 그림은 열처리 온도에 따른 nano-grain의 변화를 보여주고 있다.

(2) 고분자-금속 나노 복합체의 열처리에 따른 금속의 변화 거동

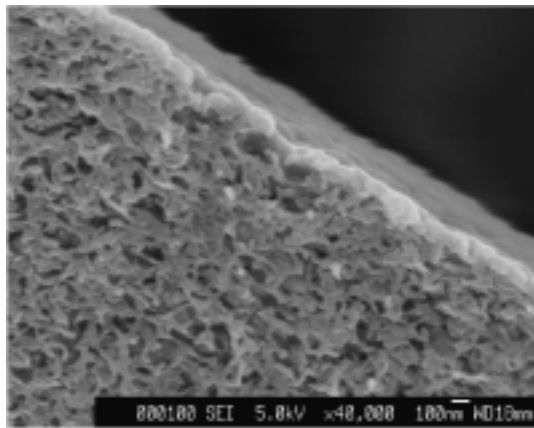


(a)

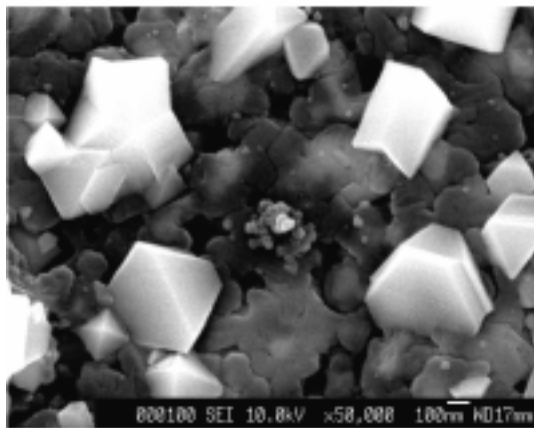


(b)

Fig. 17. FE-SEM images of carbonized glassy-like material at (a) 315°C and (b) 550°C.



(a)



(b)

Fig. 18. FE-SEM images of polymer/metal nanocomposite: (a) before and (b) after heat treatment.

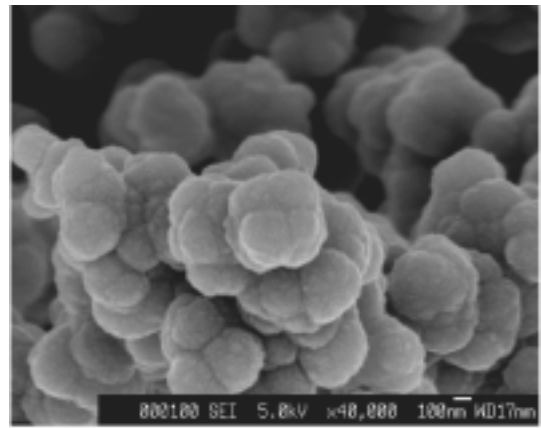
여러 가지 특성에 의해 고분자-금속 나노 복합체를 전구체로 한 고성능 탄소알로이제조에 대한 관심이 커져 왔다. 이에 열처리에 의한 탄소재의 형성시 X-ray 및 전자현미경을 통하여 탄소구조 및 금속염의 역할에 대하여 많은 연구가 진행되고 있다. 위 이미지는 표면에서의 금속염의 변화거동을 관찰한 것이다.

(3) 전도성 고분자의 매질에 따른 표면의 형상변화거동

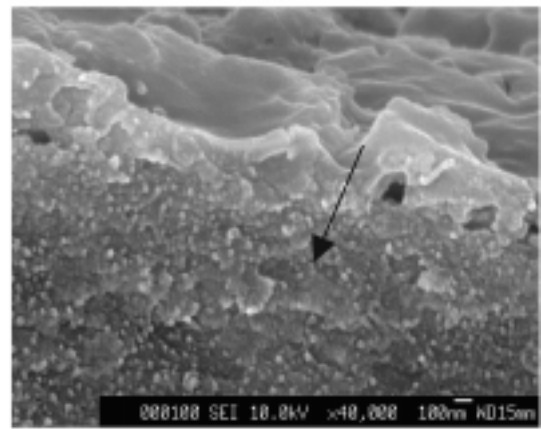
대표적인 전도성 고분자인 polypyrrole은 bulk 중합된 경우와 다른 매질 존재 하에서 중합된 경우는 서로 형상이 다르다고 알려져 있다. 이러한 형상의 차이가 전도도에 큰 영향을 미치며 그 상관관계 규명에 연구가 이루어지고 있다. 위 이미지는 매질의 유무에 따른 polypyrrole의 형상변화를 관찰한 것이다.

## References

- [1] Goldstein, J. I.; Romig, A. D. Jr.; Newbury, D. E.; Lyman, C. E.; Echlin, P.; Fiori, C.; Joy, D. C.; Lifshin, E. "Scan-



(a)



(b)

Fig. 19. FE-SEM images of (a) polypyrrole and (b) polypyrrole in a matrix.

ning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis", 2nd ed., Plenum Press, London, 1992, Chap. 2, 3, 4.

- [2] Anon "Manual for Field Emission Scanning Electron Microscope", JEOL, Japan, 2000.
- [3] Anon "FEG-SEM Workshop", 16 July, Research Institute of Advanced Materials, 2001.
- [4] Park, C. R. *Polymer Science and Technology* **1996**, 7, 75.
- [5] Hall, C. E. "Introduction to Electron Microscopy", McGraw-Hill, New York, 1966.
- [6] Crewe, A. V. *SEM/1969* **1969**, 11.
- [7] Haine, M. E.; Cosslett, V. E. "The Electron Microscope", Spon, London, 1966.
- [8] Troyon, M. J. *Microsc. Spectrosc. Electron* **1987**, 12, 431.
- [9] Broers, A. N. *SEM/1974* **1974**, 9.
- [10] Crewe, A. V.; Eggenberger, D. N.; Wall, J.; Welter, L. M. *Rev. Sci. Instrum.* **1971**, 39, 576.
- [11] Tuggle, D. W.; Li, J. Z.; Swanson, L. W. *J. Microsc.* **1985**, 140, 293.