

분말시료의 TEM 관찰을 위한 Holey Grid 제작방법

정종만, 이영부, 김윤중

기초과학지원연구소 중앙분석기기부

분말시료를 TEM으로 관찰 할 때 holey grid를 사용해야 할 경우가 많다. 시료의 크기나 관찰 목적에 맞는 holey grid를 직접 제작하는 경우 hole의 크기를 조절하는 작업의 어려움을 알 수 있다. 이는 냉동실에 넣어둔 슬라이드가 실온으로 나오면서 생기는 온도 차이에 의하여 슬라이드 표면에 이슬이 맺히게 되고, 이때 발생하는 이슬의 크기와 양이 바로 hole의 크기와 수량을 결정하기 때문이다. 즉, hole 크기는 실험실의 온도 및 습도에 따라 차이가 생기게 된다. 그래서, 일반적인 holey grid 제작방법과 함께 쉽게 hole의 크기를 조절 할 수 있는 방법을 제시하고자 한다.

실험에 사용된 기기는 진공펌프, 습도계, DC Power Supply, Sensor, Temp-Controller, 냉각 소자, 냉각 Fan, 광학현미경이고, 재료는 플라스틱 수용액, 발수화 처리제 용액, 박리용 친수제 용액이다. 일반적인 holey grid 제작방법은 현재의 실험실의 온도와 습도를 확인하고, 자기가 원하는 hole의 크기에 맞는 약품을 결정한 다음 넓고 두꺼운 금속판 위에 슬라이드를 올려 놓 상태로 냉장고에 넣어, 냉각시킨 후 그 상태로 밖으로 꺼내면, 슬라이드와 실험실의 온도 차이 때문에 슬라이드 표면에 이슬이 맺히게 된다. 이때 플라스틱 수용액을 슬라이드 표면에 뿌려 건조시킨 후 carbon으로 coating하면 grid가 완성된다. 한편, hole의 크기를 조절하면서 holey grid를 제작하는 방법은 진공상태에서 습도를 일정하게 한 후 냉각 소자를 이용하여 슬라이드를 영하 1도 이하로 냉각시키면서 표면을 광학현미경으로 관찰한다. 이때 이슬이 생성되는 것을 볼 수 있으며, 분말시료에 맞는 hole의 크기가 되면 플라스틱 수용액을 슬라이드 위에 뿌려 건조시킨 후 carbon으로 coating하면 grid가 완성된다.

위와 같은 두 제작방법을 비교하면 첫 번째 holey grid 제작방법은 간편하게 만들 수 있는 반면 실험실의 조건에 따라 여러 번 작업을 반복해야만 원하는 grid를 얻을 수 있다는 단점이 있고, 두 번째 holey grid 제작방법은 쉽게 시료에 맞는 크기의 holey grid를 얻을 수 있는 반면 여러 기기를 사용해야 된다는 단점이 있다.