

## 나노 프로브를 이용한 나노입자의 정량화학분석을 위한 전용 전자현미경의 개념설계

이석훈, 김윤중, 이영부, 정종만, 임소현, 윤수병\*, 이정민\*, 김종윤\*, 조일현\*  
한국기초과학지원연구원 중앙분석기기부, 기술지원실\*

### 1. 서론

나노 프로브(nano probe)는 수 나노미터 크기의 전자빔을 이용하여 시편의 나노 영역에서 각종 신호를 발생시키는 기술로서 최근 전계방사형 투과전자현미경과 주사전자현미경에서 고배율 영상에 의한 구조분석에 주로 이용되고 있다. 한편 이러한 장비는 부착된 EDS 장치들을 통한 나노 영역의 정성분석이나 반정량화학분석을 수행하고는 있으나 아직까지 본격적인 정량화학분석은 수행하지 못하고 있는 실정이다. 그러나, 과학기술의 국가경쟁력 확보와 관련하여 산·학·연에서 수행중인 NT분야의 나노소재/소자 및 나노박막의 정량적인 화학특성 규명 및 평가, BT분야의 신의약품 화학성분 및 원소 분포도 분석, ET분야의 지구환경분야에서 각종 광물 및 극미세 오염물의 원소분석 등 나노 영역의 정량화학분석 기술은 그 수요가 급증하고 있기 때문에 이들 분야의 연구 활성화를 위해 전용장비의 설치와 분석법 개발이 요구되고 있다. 또한 나노 영역의 정량화학분석법 개발이 세계적으로 개념정립 단계인 점을 고려하면 국제적 경쟁력을 가진 선도기술을 확보할 수 있을 것으로 보인다. 그 동안 축적되어 온 전자현미분석기(micron scale), 주사전자현미경(nano scale) 및 투과전자현미경(sub-nano scale)을 이용한 화학분석법 개발 기술을 바탕으로 나노 영역의 정량화학분석을 전용으로 하는 전자현미경의 개념을 정립하고자 한다.

### 2. 현 기술상태

현재까지 개발되어 사용중인 나노 프로브(FE-gun)는 나노 크기의 전자빔을 형성하는 데는 성공하였으나, 일반적으로 정량화학분석에 요구되는 빔 전류의 안정도가 요구되는 수준( $<0.5\%/hr$ )에 비해 떨어지기 때문에( $\sim 5\%/hr$ ) 비교적 장시간 측정이 필요한 정량화학분석에 적용하기가 곤란하다.

시편에서 방출되는 X-선 신호를 검출하는데는 WDS와 EDS가 사용되고 있으나, 전자의 경우는 에너지 분해능은 좋은 반면에(약 5 eV) X-선 검출효율이 낮아 나노 영역에서 발생하는 신호를 효과적으로 검출하기가 어렵다. 반대로 EDS는 X-선 검출효율은 좋지만 에너지 분해능이 나빠(약 130 eV) 여러 원소로 구성된 시편의 경우 피크 중복

으로 인해 정량화학분석이 어렵다. 최근에 에너지 분해능이 10 eV 이하인 EDS가 개발되긴 했으나 아직까지는 검출효율이 낮아 나노 영역의 분석에 적용하기는 어렵다.

한편, 입사된 전자의 시편 내 침투 및 반응 깊이는 가속 전압에 영향을 받는다. 전자빔을 이용한 화학분석에는 측정 X-선 여기에너지의 3배 이상의 가속전압이 주어져야 한다. 주기율표상의 전 원소(B~U)를 분석대상으로 하기 위해서는 입사되는 전자의 가속전압이 일반적으로 15~20 keV로서 이에 따른 X-선의 반응 깊이는 1~2  $\mu\text{m}$ 가 된다. 따라서 나노 영역의 정량화학분석은 나노입자의 크기 및 나노박막의 두께에 제한을 받을음을 알 수 있다.

### 3. 전용 전자현미경 및 분석의 개념

- ① 나노 프로브: 시편 상에서 5nm 이하의 나노 프로브가 형성되어야 하며, 이 전자빔은 정량화학분석에 요구되는 전류의 최소 안정도가 1%/hr 이내로 유지되어야 한다. FE-gun의 안정을 유지하기 위해 고진공( $10^{-7} \sim 10^{-8}$  pascal)이 요구된다. 또한 가능한 높은 X-선 강도를 얻기 위해 나노 프로브의 전류세기는 수백 nA까지 증가시킬 수 있어야 한다.
- ② 고배율 영상 및 나노 스테이지: 나노 크기의 입자 구분을 위해 고배율(4만배 이상)의 SE 또는 BSE 영상을 손쉽게 획득할 수 있어야 하며, 정확한 분석 위치 선정을 위한 나노 크기의 step 이동이 가능한 스테이지가 장착되어야 한다.
- ③ 고분해능 및 고민감성 검출기: 나노 영역에서 발생하는 X-선의 강도는 매우 낮기 때문에 이를 효율적으로 검출할 수 있는 고민감성 WDS가 요구된다. 보다 넓은 초점 영역에서 일정한 강도를 유지할 수 있는 Inclined type의 분광기가 요구되고, 검출효율 및 안정도를 높이기 위해 탈출각, 입체각 및 분석결정의 크기를 증가시키는 것도 요구된다. 한편, 시편의 표면요철의 영향을 최소화하고 효과적인 X-선 검출을 할 수 있는 EDS의 부착은 필수적인데 정량분석을 위해서는 무엇보다도 에너지 분해능의 향상이 요구된다.
- ④ 시편두께 조절: 가속전압에 의한 빔 전자의 침투깊이 영향을 배제하고, 흡수보정과 형광보정을 무시할 수 있는 일정한 시편 두께의 유지가 요구된다. 이를 위해서는 정확한 두께 조절 및 측정이 가능한 시편제작 기술이 선행되어야 한다. 또한 원소별로 정량 분석에 필요한 일정 두께의 표준시편을 제작하여야 한다.
- ⑤ 정량분석 프로그램 개발: 극미세 영역의 정량분석에 요구되는 분석법 및 분석프로그램은 기존에 개발된 분석법이나 분석프로그램을 그대로 적용할 수 없는 한계점이 있기 때문에 나노 영역의 정량화학분석에 적합한 분석프로그램을 새롭게 개발하여야 한다.

#### 4. 결론

나노 프로브를 이용한 나노입자 및 나노박막의 정량화학분석은 현실적으로 해결해야 할 문제점들이 많이 있지만, 기존의 다양한 전자현미경에서 활용되고 있는 장치 및 기술의 상호 접목과 개선을 통하여 정량화학분석 전용의 나노빔 전자현미경을 설치하는 한편, 나노 영역 분석에 맞는 새로운 분석법을 개발함으로써 그 목적을 달성할 수 있으리라고 본다.