

투과전자현미경에서 사용하는 그리드에서의 탄소질 불순물에 대한 연구

The study on the carbonaceous contaminants on grid for TEM

김지수, 김상미, 김윤중

한국기초과학지원연구원 나노환경연구부 전자현미경팀

1. 서론

TEM 관찰시 시료의 상태가 독립적으로 형태를 유지할 수 있는 벌크재료가 아닌 경우, 즉 분말이나 그 크기가 작은 재료는 금속으로 제작된 그리드를 사용하게 된다. 그 지지대위에는 폴리머 필름을 입히고, 다시 탄소가 증착된 그리드를 사용하는 것이 일반적인 형태이다. 형태에 따라서 "holey"나 "lacey"로 나눌 수 있으며, 탄소이외에 SiO, NiO, MgO 와 같은 산화물을 사용하는 경우도 있다. 최근 보고되고 있는 연구결과에 의하면 그리드위에 비정질탄소 코팅막 뿐만 아니라 튜브형태나 그래파이트 카본이 관찰되고 있다. 이 경우 최근 수소 저장매체, 전극등으로 사용하기 위해서 많은 연구가 이루어지고 있는 카본나노튜브(CNT)와 그래파이트를 TEM으로 관찰할 때 연구자에게 착각과 오류를 범하게 할 수 있을 것이다. CNT 연구에서 TEM분석은 그 형상관찰부분에서 중요한 한 부분을 차지하고 있다는 점에서 정확하게 문제를 파악하고 관찰한다는 것은 CNT연구에서 중요한 부분이라고 생각한다. 본 연구는 일반적으로 사용하고 있는 아크-증착을 통해 제작된 TEM 그리드에서 관찰할 수 있는 카본-그래파이트 불순물에 대해서 정의하고, 공정 중에 발생하는 카본 불순물에 대해서 그 생성근원을 밝히고자 한다.

2. 실험 방법

연구를 위해서 실험은 구입한 그리드와 직접 제작한 그리드로 구분하였다. 구입한 그리드는 시중에서 양산판매 되고 있는 그리드를 무작위로 선택해서 외부오염을 시키지 않은 상태에서 관찰하였다. 제작한 그리드는 구리 메쉬를 구입하여 폴리머 필름과 탄소증착을 시켜 사용하였다. 또한 각 그리드에서 관찰된 카본불순물에 대해서는 명시야상, 제한시야 회절패턴(SADP)과 EDS를 이용해서 성분분석 하였다. 사용한 장비는 투과전자현미경 (TEM, JEM-2100F, JEOL. Co. Ltd., JAPAN), 엑스선 에너지 분산분석기 (EDS, JED-2200, JEOL. Co. Ltd., JAPAN), 탄소코팅기(DV-502A, USA)를 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

연구를 위해 관찰한 그리드는 판매되고 있는 그리드와 직접 제작한 그리드로 구분된다. 그리드는 외부불순물의 영향을 배제시키기 위해서 노출에 주의하였다. 두 가지의 경우 모두에서 비정질카본 증착막 이외의 카본질 불순물을 확인할 수 있었는데, 우선 판매 되고 있는 그리드에서는 판상형, 튜브형, 막대형 등 다양한 형태의 불순물을 관찰할 수 있었다. 고분해능 이미징(HREM), 회절패턴, EDS를 통해서 불순물의 구조및 성분을 확인할 수 있었는데, 판상과 막대형의 경우, 그래파이트 카본이나 형태가 불안정한 카본이었고, 튜브는 끝이 닫혀있는 다중벽(Multi-wall)을 형성하고 있었다. 반면 제작된 그리드에서는 튜브 형태의 카본은 관찰되지 않았으며, 그래파이트 카본질 판상과 막대 형태가 관찰되었다. 이것은 탄소코팅시 전국으로 사용하는 탄소봉에서 기인한 것으로 생각할 수 있었으며, 탄소코팅 회수증가에 의해서는 다른 형태의 탄소가 발견되지는 않았다. 그리드제조 회사의 공정에는 탄소코팅 후 폴리머필름제거를 하는 공정이 있으며, 튜브형태의 생성원인 파약을 위한 공정 재현은 두 가지 방법을 사용하였다. 첫 번째로 클로르포름용액을 이용한 포름바(Formvar) 필름용해와 가열로에서의 가열에 의한 필름제거를 하였으며, 결과를 관찰하였다.

References

- [1] P.J.F Harris, Cabon 1 (2000)
- [2] 이정용 저, “전자현미경 시편제작” pp. 87-89, 대영사 (2000년)

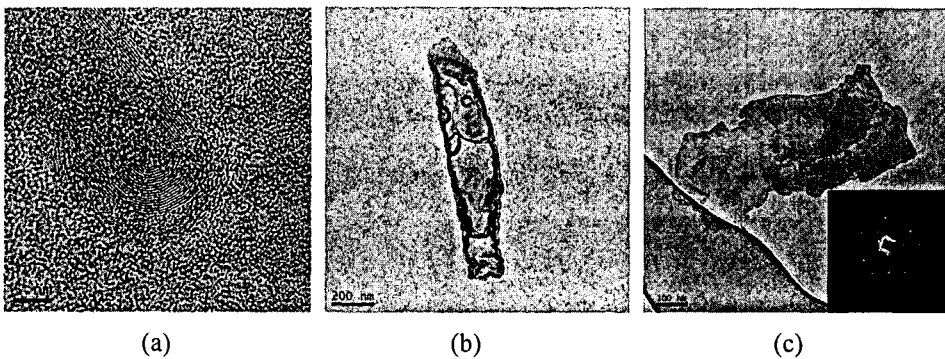


Fig. 1. Carbonaceous contaminants on the commercial grid: (a) transparent tube (b) irregular tube, (c) platy graphite (insert: electron diffraction pattern)

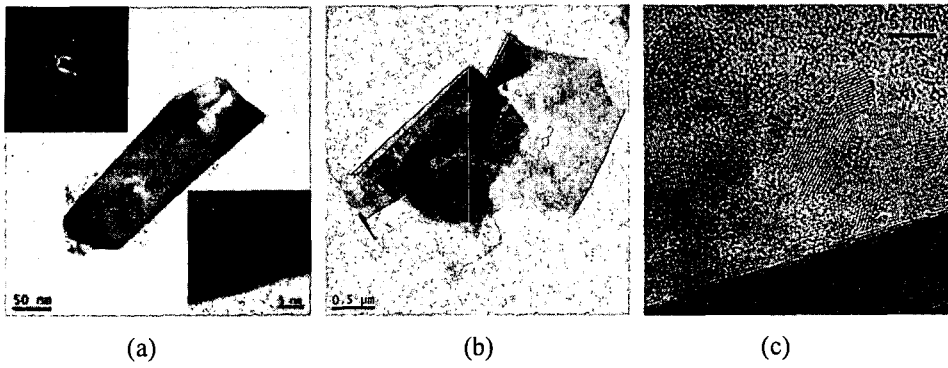


Fig. 2. Carbonaceous contaminants on the home-made grid: (a) and (b) platy graphite (insert: electron diffraction pattern), (c) powdered graphite.