

주사전자현미경－에네르기분산형X선분석법에 의한 알루미늄나노막두께측정

김은철, 리현희, 리수범

경애하는 최고령도자 김정은동지께서는 다음과 같이 말씀하시였다.

《정보기술, 나노기술, 생물공학을 비롯한 핵심기초기술과 새 재료기술, 새 에네르기기술, 우주기술, 핵기술과 같은 중심적이고 견인력이 강한 과학기술분야를 주타격방향으로 정하고 힘을 집중하여야 합니다.》

일반적으로 나노막의 두께는 수~수십nm사이에 있는데 막들의 형태와 두께에 따라 타원편광법, 결면거칠음도측정법, 주사탐침현미경법 등 여러가지 막두께측정방법들이 리용된다.[1, 2]

주사전자현미경에 의한 막두께측정방법에도 반사전자화상이나 에네르기분산형X선분광기의 선스펙트럼측정을 리용한 방법들이 리용되고있으나 시료의 절단면에 의한 관찰이므로 절단면을 얻는 과정에 나노막들이 쉽게 파괴될수 있기때문에 정교한 시료전처리공정을 거쳐야 한다.[1, 3, 4]

우리는 주사전자현미경－에네르기분산형X선분광기(SEM-EDS)를 리용하여 수~수십nm 정도의 나노막의 두께를 복잡한 시료전처리공정을 거치지 않고 분석할수 있는 방법을 확립하였다.

실험 방법

시료는 유리(SiO_2)위에 입힌 Al나노막을 리용하였다.

EDS를 리용한 나노막두께측정원리는 시료에 전자선묶음을 주사할 때 발생하는 특성 X선의 침투깊이와 확산영역이 가속전압에 관계된다는데로부터 가속전압에 따르는 Al의 함량변화곡선을 얻고 두께를 알고있는 표준시료의 곡선과 대비를 진행하여 두께를 평가하는 것이다.

먼저 유리위에 Al을 증착하는 방법으로 각이한 막두께를 가진 표준시료를 준비하였다. 막두께는 자동세밀증착기(《JEC-3000FC》)에서 증착전류와 증착시간을 변화시키는 방식으로 조절하였다. 준비된 Al표준시료의 막두께는 각각 7, 12, 25, 35, 112, 179nm이다.

Al함량은 에네르기분산형X선분광기를 장비한 주사전자현미경(《JSM-6610A》)을 리용하여 결정하였다. 측정은 주사전자현미경의 배률을 300배로 고정하고 가속전압을 3, 5, 8, ..., 25, 28, 30kV로 변화시키면서 매 가속전압에 대하여 Al두께가 각이한 표준시료의 임의의 세점에서 Al함량(원자%)을 측정하고 평균하는 방식으로 진행하였다.

Al함량변화관계에 대한 근사함수는 MATLAB 7.0을 리용하여 얻었다.

Al막두께를 모르는 미지시료에 대하여 위의 표준시료에서와 같은 방법으로 측정을 진행하고 근사함수를 얻었다. Al함량을 35%로 설정하였을 때 미지시료의 근사곡선과 이웃한 두 곡선의 가속전압값을 읽고 선형보간을 진행하여 가속전압－나노막두께 그래프를 얻은 다음 그 그래프에서 미지시료의 Al막두께를 구하였다.

실험결과 및 고찰

표준시료와 미지시료에서 가속전압에 따르는 AI함량측정 각이한 두께를 가진 표준시료와 미지시료에 대하여 가속전압에 따르는 AI함량변화를 고찰하였다.(표 1, 2)

표 1. 각이한 두께를 가진 표준시료에서 가속전압에 따르는 AI함량(원자%)

가속전압/kV	막두께/nm					
	7	12	25	35	112	179
3	24.65	37.22	56.29	70.79	93.25	93.39
5	13.47	20.95	38.17	44.67	72.95	89.22
8	5.24	8.05	20.82	23.34	37.08	54.69
10	3.74	5.41	14.24	15.19	25.84	39.14
13	4.04	5.51	10	12.91	22.57	32.82
15	3.62	4.66	8.53	10.21	18.77	27.06
18	1.95	2.62	3.97	5.37	10.84	16.26
20	1.88	2.37	3.58	4.79	10	14.86
23	1.53	2.03	2.91	4.07	8.74	13.25
25	1.47	1.87	2.85	3.82	8.27	12.44
28	1.36	1.74	2.58	3.59	7.67	11.57
30	1.28	1.73	2.56	2.85	7.48	11.01

표 2. 미지시료에서 가속전압에 따르는 AI함량(원자%)

가속전압/kV	3	5	8	10	13	15	18	20	23	25	28	30
AI함량/원자%	47.45	29.72	12.31	7.74	4.91	4.11	2.99	2.66	2.51	2.43	2.20	2.17

측정에서 중요한것은 가속전압이 낮으면 발생하는 특성X선의 개수도 적기때문에 전자선직경을 조절하여 계수률(cps)을 5 000이상 보장하는것이다.

표 1과 2에서 보는바와 같이 매 표준시료와 미지시료에서 가속전압이 높아짐에 따라 AI함량이 현저히 감소한다는것을 알수 있다.

측정값에 대한 근사함수결정 측정값에 대한 근사곡선은 Matlab를 리용하여 9차다항식으로 보간하여 얻었다. 표준시료와 미지시료에 대한 가속전압에 따르는 AI함량변화곡선은 그림 1과 같다.

그림 1에서 보는바와 같이 가속전압이 높아짐에 따라 AI함량은 급격히 감소하는데 그것은 가속전압이 높으면 X선의 발생깊이가 보다 깊어지는것과 관련된다. 이 그래프를 통하여 근사곡선과 측정점들이 잘 일치한다는것을 알수 있다.

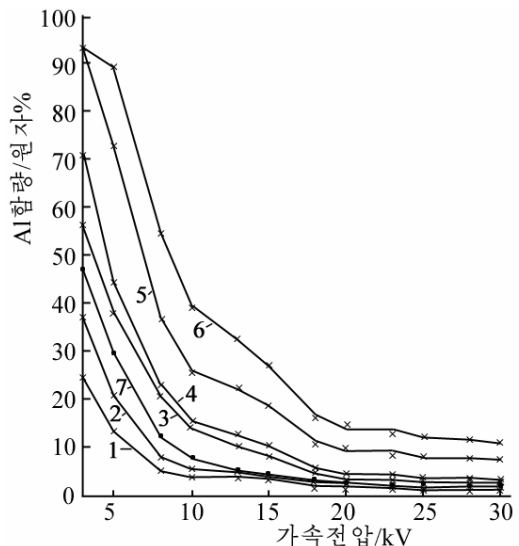


그림 1. 각이한 막두께를 가진 시료에서 가속전압에 따르는 AI함량변화곡선

1-6은 표준시료의 AI막두께가 각각 7, 12, 25, 35, 112, 179nm인 경우, 7-미지시료, ×-실험점, 실선-근사곡선

나노막두께측정 그림 1의 곡선에서 미지시료의 곡선과 린접한 두 곡선을 선택하고 Al 함량을 35%로 설정하였을 때 세 곡선의 가속전압은 각각 3.27, 4.40, 5.54kV이다. 이 값에 기초하여 얻은 가속전압에 따르는 나노막두께변화곡선은 그림 2와 같다.

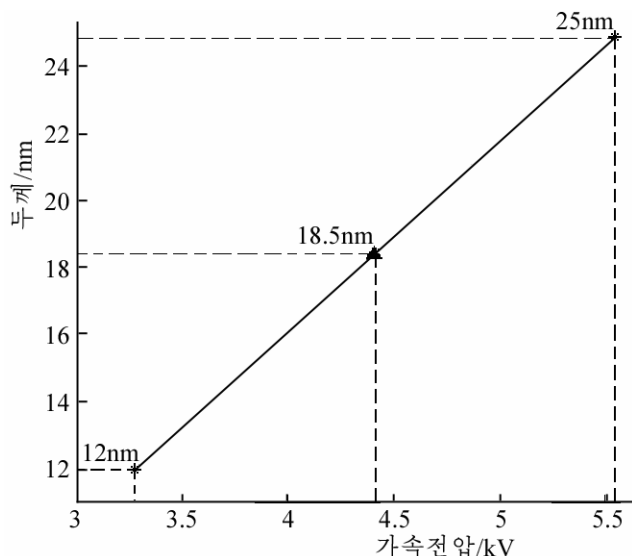


그림 2. 가속전압에 따르는 나노막두께변화곡선

그림 2의 곡선으로부터 결정한 미지시료의 Al나노막두께는 18.5nm이다.

미지시료의 절단면에 대한 주사전자현미경의 2차전자화상은 그림 3과 같다. 나노막의 임의의 세점에서 두께를 측정한 다음 평균한 값은 19.7nm이다. 이로부터 EDS에 의한 두께 측정값과 6%의 오차범위에서 거의 일치하다는 것을 알 수 있다.

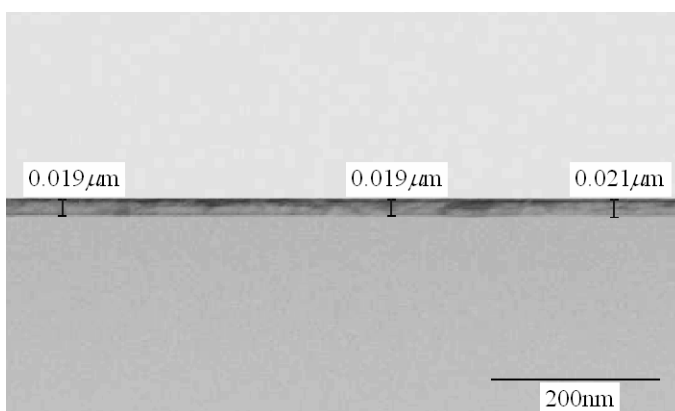


그림 3. 미지시료의 절단면에 대한 주사전자현미경의 2차전자화상

맺 는 말

주사전자현미경-에너지분산형X선분석법을 리용하여 수~수십nm 크기의 나노막두께를 복잡한 시료절단 및 증착과정을 거치지 않고 신속정확히 측정할수 있는 방법을 확립하고 유리우에 입힌 Al막두께측정에 적용하였다.

참 고 문 헌

- [1] 박규희 등; 주사전자현미경분석기술, 김일성종합대학출판사, 34~41, 주체105(2016).
- [2] Joseph I. Goldstein et al.; Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Plenum Press, 89~112, 1992.
- [3] R. Dimitrijevic et al.; J. Min. Metall. Sect. B-Metall., 49, 1, 91, 2013.
- [4] K. S. Balaji et al.; J. Chemical and Pharmaceutical Research, 8, 1S, 46, 2016.

주체109(2020)년 4월 5일 원고접수

Thickness Measurement of Al Nano Film by Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectrometry

Kim Un Chol, Ri Hyon Hui and Ri Su Bom

We established the method that was able to measure the thickness of Al nano film coated on the SiO₂ substrate without a complicated cutting and coating process of sample by using the scanning electron microscope equipped with the energy dispersive X-ray spectrometer.

Keywords: SEM, EDS, nano film