

## 주사전자현미경에 의한 나노은이 부착된 나이론천의 결면구조해석

김은철, 김은순, 박규희

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《정보기술, 나노기술, 생물공학은 현시대 과학기술발전의 핵심기초기술입니다.》

(《김정일선집》 증보판 제22권 20~21페이지)

우리는 에네르기분산분광기가 장비된 주사전자현미경을 리용하여 나노은립자를 입힌 나이론천(또는 실)에서 나노립자들이 천에 피복되어있는 상태와 그 크기, 원소조성을 밝혔다.

### 1. 시 료 준 비

주사전자현미경관찰시료가 갖추어야 할 조건들은 다음과 같다.[1]

첫째로, 관측하려는 시료의 결면이 충분히 드러나고 깨끗하여야 한다.

둘째로, 진공속에서 안정해야 하며 전자선조임에 대하여 안정해야 한다.

셋째로, 시료의 결면이 전도성을 띠어야 한다.

일반적으로 나이론천과 같은 고분자재료들은 유연하고 전도성이 없으며 전자선조임에 의해 쉽게 손상되므로 그대로 SEM관찰을 할수 없고 탄소증착과 금증착 등의 전도성처리를 진행하여야 한다.[3]

시료제조과정은 다음과 같다.

시료를 3mm×5mm 크기로 자른다. 시료대우에 고순도탄소량면접착테프를 5mm×7mm 되게 붙이고 그우에 잘라낸 시료를 한쪽에서 다른쪽으로 가면서 잘 눌러붙인다. 이때 시료면을 세게 훑지 말아야 한다.

시료결면에 있는 먼지를 제거하기 위하여 공기뿔 혹은 공기분무기로 10mm정도 떨어져서 공기를 불어준다.

탄소증착과 금증착으로 전도성처리를 진행한다.

나이론천은 전기전도성과 열전도성이 대단히 나쁘고 결면이 매끈하지 않으므로 대전현상이 세게 나타난다. 따라서 전도증착에 많은 주의를 돌려야 하는데 특히 전도증착을 지내 많이 하면 나노립자의 크기와 모양, 조성분석에 영향을 미칠수 있으므로 합리적인 증착조건을 찾아야 한다.

우리는 여러번의 탄소증착과 금증착실험을 통하여 관찰화상상태를 판정하여 합리적인 증착조건을 선택하였다.

각이한 증착조건에 따르는 SEM관찰화상상태는 표 1과 같다.

표 1. 각이한 증착조건에 따르는 SEM관찰화상상태

탄소증착 (진공도 1.8Pa, 로출시간 10s)		금증착 (진공도 2.5Pa)		관찰화상상태			
전극전압 /V	증착회수 /회	이온전류 /mA	증착시간 /s	증착회수 /회	가속전압에 따른 대전상태	대조도 /%	밝기 /%
—	—	20	60	1	10kV 센 대전	10	20
—	—	20	30	2	10kV 약한 대전	20	20
—	—	40	60	1	10kV 센 대전	30	30
—	—	40	30	2	10kV 약한 대전	30	40
2.0	2	20	60	1	15kV 센 대전	30	50
2.0	2	20	30	2	15kV 센 대전	30	50
2.5	2	40	60	1	15kV 약한 대전	35	40
2.5	2	40	30	2	20kV 약한 대전	40	40
2.5	3	20	60	1	20kV 대전정지	40	50
2.5	3	20	30	2	20kV 대전정지	50	50

표 1의 결과로부터 선정한 합리적인 증착조건은 표 2와 같다.

표 2. 합리적인 증착조건

증착방법	압력/Pa	전극전압/V	이온전류/mA	시간/s	증착회수/회
탄소증착	1.8	2.5	—	10	2
금증착	2.5	1.0	40	30	2

증착을 진행한 시료대에 고순도전도성탄소량면접착테프를 너비 1mm, 길이 10mm정도로 잘라 시료와 시료대를 이어주어 대전효과를 방지한다.

## 2. 관찰 및 결과

주사전자현미경으로 고분자재료들을 관찰할 때 에너르기분산분광기(EDS)를 리용하려면 계수값(CPS)이 5 000이상으로 보장되어야 하는데 이로부터 빗점크기와 가속전압이 커야 하며 따라서 시료에 쏘여지는 전자속이 많아져 시료가 손상되고 대전의 영향을 세계 받는 결함이 있다.[2]

우리는 이러한 결함들을 극복하기 위하여 관찰조건을 다음과 같이 설정하였다.

결면상태관찰: 가속전압 15kV, 빗점크기 30, 배율 15 000

원소조성분석: 가속전압 15kV, 빗점크기 45, 배율 4 000

결면상태관찰 및 립자크기측정 나이론천결면의 SEM화상은 그림과 같다.

그림에서 보는바와 같이 결면에 아주 작은 립자들이 부착되어있다는것을 알수 있다.

립자의 평균크기는  $(101 \pm 5)nm$ 이며 둥근모양이다.

원소조성분석 EDS가 장비된 주사전자현미경으로 각이한 위치(그림)에서 립자들의 원소조성을 분석한 결과는 표 3과 같다.

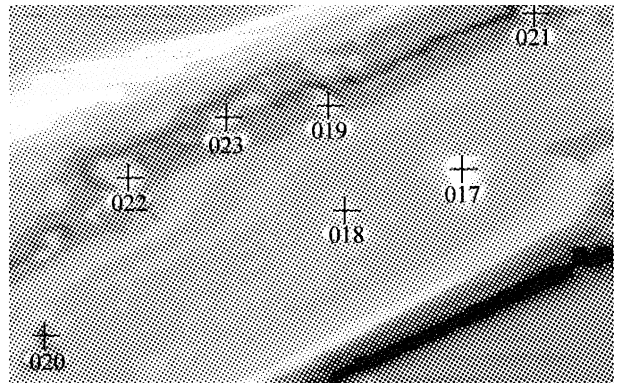


그림. 나이론천결면의 SEM화상

표 3. 각이한 위치에서 립자들의 원소조성(%)분석결과

위치	C	O	F	Na	Mg	Al	Si	Cl	K	Ca	Ag	계
017	73.56	24.17	0.15	0.14	0.90	0.36	0.00	0.23	0.07	0.05	0.37	100
018	74.31	21.18	0.08	0.37	0.06	0.31	2.47	0.32	0.38	0.52	0.00	100
019	86.46	13.03	0.00	0.03	0.03	0.30	0.08	0.01	0.03	0.00	0.03	100
020	76.65	19.92	1.36	0.32	0.04	0.41	0.13	0.35	0.30	0.52	0.00	100
021	81.25	17.86	0.00	0.03	0.02	0.52	0.22	0.01	0.00	0.09	0.00	100
022	86.74	12.18	0.12	0.12	0.00	0.62	0.04	0.04	0.08	0.03	0.03	100
023	83.74	13.54	0.41	0.27	0.04	1.32	0.00	0.35	0.16	0.00	0.17	100

표 3에서 보는바와 같이 017, 019, 022, 023구역에서는 은이 검출되고 018, 020, 021구역에서는 검출되지 않았다. 분석결과로부터 나이론천결면에 부착된 모든 립자들이 다 은립자가 아니며 먼지나 다른 불순물립자라는것을 알수 있다.

은함량이 적은것은 전자선의 침투와 확산에 의하여 매우 작은 립자(100nm이하)들의 점 분석에서 배경성분이 많은 몫을 차지하였기때문이다. 그러나 EDS가 장비된 주사전자현미경으로 나이론천결면에 부착된 나노은을 검출할수 있다.

## 맺 는 말

주사전자현미경과 에네르기분산분광기를 리용하여 나이론천결면에 부착된 나노은립자들의 존재를 확인하였다. 립자의 평균크기는  $(101 \pm 5)\text{nm}$ 이며 둥근모양이다.

## 참 고 문 헌

- [1] 박일만; 주사전자현미경분석, 김책공업종합대학출판사, 70~88, 주체96(2007).
- [2] B. Akbari et al.; Iranian Journal of Materials Science and Engineering, 8, 2, 48, 2011.
- [3] 山田満彦; 走査電子顕微鏡, 関東支部共立出版社, 250~330, 2010.

주체105(2016)년 11월 5일 원고접수

## Analysis of Surface Structure of Nylon with Nano Silver using the Scanning Electron Microscope

Kim Un Chol, Kim Un Sun and Pak Kyu Hoe

We confirm the presence of the nano silver particles attached on nylon using the scanning electron microscope and energy dispersive spectrometer.

The average size of nano silver particle is  $(101 \pm 5)\text{nm}$  and its shape is orbicular.

Key words: nano silver, nylon, scanning electron microscope