주사전자현미경에서 몽떼-까를로모의에 의한 분말립자의 반사전자방출결수평가방법

김은철, 박규회, 리금진

우리는 몽뗴-까를로모의를 통하여 분말립자의 반사전자방출곁수가 립자들의 평균원 자번호와 함께 중요하게는 립자크기와 모양에 관계된다는것을 밝혔으며 모의결과에 기초 하여 눈등분시료에 대한 주사전자현미경의 반사전자상을 분석평가하였다.

1. 리론적해석

주사전자현미경에서 반사전자는 입사전자들이 물질원자들과 여러차례 비튐성충돌하여 큰 에네르기손실을 당한 후 물질밖으로 튀여나온 산란전자들이다. 반사전자방출결수에 영향을 주는 기본인자는 호상작용이 진행되는 체적내에서 시료의 평균원자번호이다. 원자번호가 클수록 원자핵의 전하가 더 커지고 반사전자를 방출시키는 호상작용이 더 커지게된다. 반사전자는 시료를 이루고있는 원소고유의 특성을 나타내기때문에 시료의 성분분석에 따르는 중요한 정보로 리용할수 있다.[1-4]

조성이 같은 두 위치에서 방출된 전자신호를 보면 그림 1과 같다. 시료는 무정형의 한가지 원소로 된 평란하고 매끈한 체적시료이며 두께는 전자의 침투깊이보다 충분히 크 다고 본다.

그림 1에서 $n_{\rm BS}$ 와 $n_{\rm SE}$ 는 각각 반사전자와 2차전자의 개수이다.

이런 조건에서는 반사전자나 2차전자신호들의 세기가다 같다. 즉 $(n_{\rm BS})_1 = (n_{\rm BS})_2$, $(n_{\rm SE})_1 = (n_{\rm SE})_2$ 이다.

대조도 C는 식 (1)로 정의할수 있는데 여기서 S_1 과 $S_2(S_2>S_1)$ 는 화상의 임의의 두 위치에서 검출된 신호세기들이다.

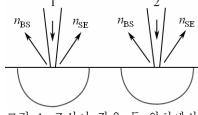


그림 1. 조성이 같은 두 위치에서 방출된 전자신호

$$n_{\rm BS}$$
 $n_{\rm SE}$
 $n_{\rm BS}$
 $n_{\rm SE}$
 $n_{\rm SE}$
 $n_{\rm SE}$

그림 2. 조성이 다른 두 위치에서 방출된 전자신호

$$C = \frac{S_2 - S_1}{S_2} \tag{1}$$

식 (1)로부터 그림 1에서와 같이 원자번호가 같은 경우 대조도는 형성되지 않으며 따라서 시료로부터 어떤 정보도 얻을수 없다는것을 알수 있다.

조성이 다른 두 위치에서 방출된 전자신호를 보 면 그림 2와 같다.

그림 2에서 보는바와 같이 $Z_2 > Z_1$, $(n_{\mathrm{BS}})_2 > (n_{\mathrm{BS}})_1$, $(n_{\mathrm{SE}})_2 \cong (n_{\mathrm{SE}})_1$ 이다.

만일 $Z_2 > Z_1$ 이면 전자선과 시료사이 호상작용

에 의하여 반사전자방출곁수사이에는 $\eta_2 > \eta_1$ 의 관계가 성립한다. 두 위치에서 2차전자방출 곁수 δ_1 과 δ_2 도 약간 차이나지만 그 차이는 크지 않다. 그러나 반사전자방출곁수는 충분 히 차이나며 두 구역에는 그 차이에 따르는 대조도가 존재한다. 이 대조도가 바로 원자번호 혹은 조성대조도이다. 검출기에서 신호세기는 반사전자방출곁수(η)에 비례한다.

$$S_d = e_{\rm BS} \cdot \eta \tag{2}$$

여기서 S_d 는 검출기에서 신호세기, $e_{\rm BS}$ 는 반사전자의 검출효률이다. 식 (1)로부터 대조도는 다음과 같이 표시된다.

$$C = \frac{S_2 - S_1}{S_2} = \frac{e_{BS} \cdot \eta_2 - e_{BS} \cdot \eta_1}{e_{BS} \cdot \eta_2} = \frac{\eta_2 - \eta_1}{\eta_2}$$
 (3)

식 (3)에서 보는바와 같이 반사전자상에서 대조도는 반사전자방출결수에 관계된다.

체적시료인 경우 반사전자방출결수는 평균원자번호가 클수록 크다. 그러나 체적시료가 아닌 립자의 반사전자방출결수는 평균원자번호에만 관계되는것이 아니라 립자의 크기와 모양에도 관계된다. 그것은 립자의 크기와 모양에 따라 두께가 차이나는데 만일 두께가 입사전자의 침투깊이보다 작으면 입사전자의 대부분이 투과되므로 반사전자방출결수가 작아지게 된다. 반대로 두께가 침투깊이보다 커지면 투과되는 입사전자수는 줄어들며 반사전자방출결수는 커진다. 이처럼 반사전자방출결수는 립자의 평균원자번호뿐아니라 립자의 크기 및 모양에도 관계된다.

2. 모의 및 결과처리

먼저 몽떼-까를로모의를 통하여 여러가지 조성과 크기 및 모양을 가진 립자들의 반사전자방출결수를 모의하고 실지 반사전자방출결수값이 립자의 크기와 모양에 관계된다는것을 실험적으로 확증하였다. 몽떼-까를로모의프로그람으로는 CASINO 3.3을 리용하였다. 모의하려는 립자들의 조성과 크기 및 모양을 표 1에 주었다. 표의 값들은 분장용화장품들에 들어가는 분체립자들로서 이미 주어진 값들이다.

No.	립자	조성	크기	모양
1	산화철(Ⅱ)	$\mathrm{Fe_2O_3}$	직경 100nm	구형
2	이산화티탄	${ m TiO_2}$	직경 350nm	구형
3	산화아연	ZnO	$0.3 \mu \text{m} \times 0.4 \mu \text{m} \times 2.5 \mu \text{m}$	직6면체
4	류산바리움	BaSO_4	직경 1.5 <i>µ</i> m	구형
5	운모	(KNa)(AlMgFe) ₂ (Si _{3.1} O _{0.9})O ₁₀ (OH) ₂	직경 10μm, 높이 1μm	원판
6	활석	$\mathrm{Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2}$	직경 20μm, 높이 20μm	원기둥
7	이산화규소	SiO_2	직경 5 <i>μ</i> m	구형

표 1. 모의하려는 립자들의 조성, 크기 및 모양

모의단계는 다음과 같이 설정하였다.

립자크기 및 모양설계⇔현미경모의설정⇔물리적모형설정⇔분포설정⇔결과현시설정

모의하려는 립자들에 대하여 크기와 모양을 설계한 다음 현미경특성(가속전압 10~30kV, 모의에 참가하는 전자선수 10 000개)과 전자선특성(전자선직경 10nm), 리용하려는

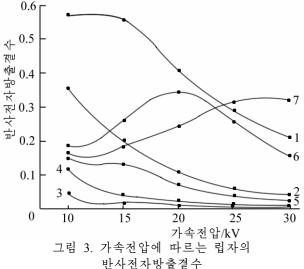
물리적모형과 최대침투깊이식을 설정하였다.

립자의 크기 및 모양은 표 1과 같으며 물리적모형식으로는 모트(Mott)의 전산란자름 면식을, 최대침투깊이식으로는 베드(Bethe)의 침투깊이식[5, 6]을 리용하였다.

그림 3에 우에서 지적한 립자들에서 가속전압에 따르는 반사전자방출결수변 화를 보여주었다.

그림 3에서 보는바와 같이 두께가 수 \(\mu\models\) 이산화규소와 활석을 내놓고는 나머지립자들은 가속전압이 커짐에따라 반사전자방출결수가 작아진다. 이산화규소는 20kV에서 반사전자방출결수가최대이다. 가속전압에 따라 반사전자방출결수가 작아지는것은 입사전자의 에네르기는 커지지만 두께가 일정하므로 대부분의 입사전자들이 립자를 뚫고지나가기때문이다.

가속전압이 20kV일 때 립자들의 평 균원자번호와 반사전자방출곁수모의결과 는 표 2와 같다.



반자선사당물실구 1-류산바리움, 2-산화아연, 3-산화철(Ⅲ), 4-이산화리탄, 5-운모, 6-이산화규소, 7-활석

표 2. 립자의 평균원자번호와 반사전자방출결수모의결과

No.	립자	평균원자번호	반사전자방출곁수
1	류산바리움	37.34	0.408 3
2	산화아연	25.67	0.106 5
3	산화철(Ⅲ)	20.58	0.010 1
4	이산화티탄	16.39	0.022 0
5	운모	14.07	0.070 7
6	이산화규소	10.80	0.346 1
7	활석	10.50	0.245 2

표 2에서 보는바와 같이 산화철(Ⅲ)은 평균원자번호가 이산화규소보다 2배정도 크기때문에 반사전자상에서 훨씬 밝아야 한다. 그러나 크기가 100nm정도인 경우에는 반사전자방출곁수값이 0.010 1로서 0.346 1인 이산화규소에 비해 2.7%정도밖에 안된다. 이 결과는 반사전자상에 그대로 반영되여 산화철(Ⅲ)보다 이산화규소가 더 밝게 보이게 된다.

다음으로 모의결과에 기초하여 주사전자현미경의 반사전자상에 대한 해석을 진행하였다. 화장품시료로는 눈등분을, 분석장치로는 고진공주사전자현미경(《JSM-6610A》)을 리용하였다. 측정조건은 가속전압 20kV, 작용거리 10mm, 빛점크기 60, 배률 750이다. 그림 4에 주사전자현미경의 반사전자상을 보여주었다.

Image J 화상처리프로그람을 리용하여 그림 4의 반사전자상으로부터 주목되는 립자들의 회색준위값을 얻고 모의결과값과 비교하였다.(표 3)

표 3에서 보는바와 같이 실지 화상에서 회색준위값이 반사전자방출곁수변화에 따라

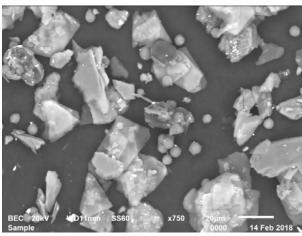


그림 4. 주사전자현미경의 반사전자상

표 3. 반사전자상에 들어있는 립자들의 회색준위

No.	립자	회색준위값	반사전자방출곁수
1	류산바리움	255.00	0.408 3
2	이산화규소	180.46	0.346 1
3	활석	171.42	0.245 2
4	운모	118.13	0.070 7
5	농마	109.46	_

다르다는것을 알수 있다. 즉 반사전자방출결수가 큰 립자일수록 회색준위값이 높으며 결과 화상에서 더 밝게 보이게 된다. 이산화규소와 활석은 밝기가 비슷하지만 이산화규소는 거의 구형이므로 서로 구별할수 있다. 운모는 립자크기는 크지만 두께가 얇으므로 밝지못하다. 농마는 유기물질로서 가벼운 원소화합물이므로 평균원자번호가 제일 작기때문에 제일 어둡게 나타난다.

맺 는 말

몽뗴-까를로모의를 통하여 주사전자현미경에서 반사전자방출결수가 분말립자인 경우 그 립자의 평균원자번호뿐아니라 립자크기와 모양에 관계된다는것을 새롭게 밝혔다. 실험결과의 정확성을 화상처리프로그람 Image J를 리용하여 확증하였다.

참 고 문 헌

- [1] 박규회 등; 주사전자현미경분석기술, **김일성**종합대학출판사, 29~32, 주체105(2016).
- [2] V. Galván Josa et al.; Spectrochimica Acta, B 81, 50, 2013.
- [3] Masato Tomita et al.; Surf. Interface Anal., 44, 713, 2012.
- [4] K. Keune et al.; Microsc. Microanal., 17, 696, 2011.
- [5] H. S. Wong et al.; Cement and Concrete Research, 36, 1076, 2006.
- [6] Y. T. Yue et al.; Appl. Phys., 38, 1966, 2005.

Evaluation Method of Backscattered Electron Emission Coefficient of Powder Particles through Monte-Carlo Simulation in SEM

Kim Un Chol, Pak Kyu Hoe and Ri Kum Jin

We newly verified that in case of powder particle in SEM the backscattered electron emission coefficient related to not only mean atomic number but also particle size and shape through Monte-Carlo simulation. We confirmed the accuracy of simulation results by using image analysis program Image J.

Key words: SEM, Monte-Carlo simulation, backscattered electron emission coefficient, particle