| 확대경 |

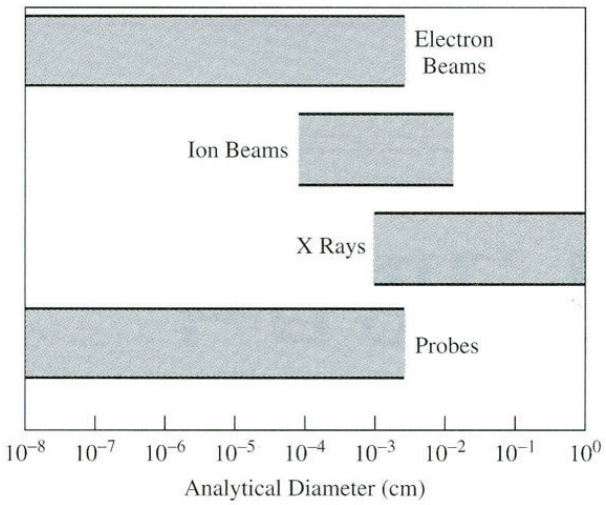
나노분석 기술 및 동향

양준모

나노분석 기술의 개요

나노물질, 소재, 소자 등 시료의 형상을 나노미터 또는 원자 수준에서 관찰하거나, 구조 및 성분을 분석하는 기술로써, 분석 목적에 따라서 형상 및 구조 분석, 성분 및 표면 분석기술로 분류할 수 있다.

- 형상 및 구조 분석 : 형상 및 구조를 나노미터 또는 원자 수준에서 측정하고 분석하는 기술로서, 전자현미경, 집속이온빔, 주사탐침현미경, X선회절 등
- 성분 및 표면 분석 : 표면의 화학적 성분을 분석하는 기술로서, 오제이전자분광, X선광전자분광, X선형광분석, 2차이온질량분석, 러터퍼드후방산란분광, 3차원원자현미경 등



[Fig. 1] 분석소스별 분석가능 크기

측정분석을 수행하기 위해서는 분석의 소스가 필요하다. 분석의 소스는 빛, X선, 이온, 전자 등의 광원과 탐침이 있다. 빛은 전자기파이지만 파장이 수백 nm이어서 나노분석을 위한 분해능을 내기가 어렵다. X선은 파장이 원자크기 수준이어서 결정구조, 격자간격 등 원자의 특성을 측정할 수 있지만, 굴절을 시키기 어려워서 고분해능 현미경으로서는 적합하지 않다. 이온은 중성원자로부터 전자가 방출하거나, 유입된 대전입자로서, 시료표면에서 반사하거나 시료를 스퍼터링하여 분석에 이용될 수 있다. 전자는 음으로 대전된 매우 가벼운 입자로서, 파장이 원자크기보다도 작게 될 수 있고, 전기장 또는 자기장으로 굴절시킬 수 있어서 고분해능의 현미경에 적합한 광원이 될 수 있다. 그리고, 수십 nm 크기의 곡률로 가공된 미세한 탐침과 시료사이에 작용하는 전류, 힘 등을 측정하여 시료표면의 형상을 원자수준에서 측정할 수 있다. 그림 1에 전자, 이온, X선, 탐침의 분석가능 크기를 나타내었다.

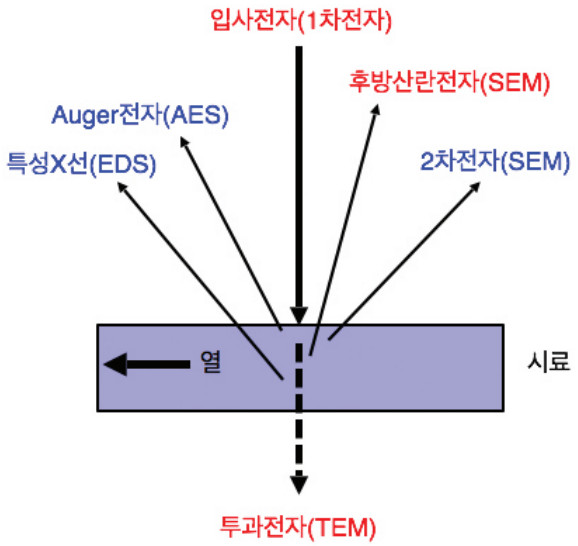
나노분석 기술의 측정원리 및 특징

앞에서 개략적으로 설명한 나노분석 기술을 분석소스별로 구분하여 측정원리 및 특징에 대해서 설명하겠다.



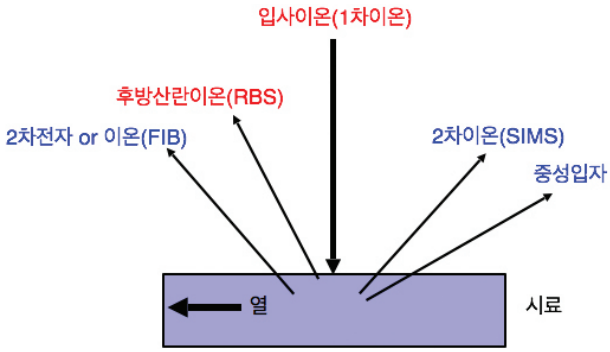
〈저자 약력〉

1998년 일본 도호쿠 대학에서 재료공학 박사학위를 받았으며, 1998년부터 SK하이닉스에서 책임연구원을 거쳐서, 2004년부터 한국과학기술원 부설 나노종합기술원에 재직 중이다. (jmyang@nnfc.re.kr)



[Fig. 2] 전자와 시료의 상호작용에 의해 발생한 신호와 분석기법

시료에 전자를 조사하면 에너지의 대부분은 열로 변환되지만, 나머지는 그림 2처럼 상호작용을 하여 다양한 신호를 발행시킨다. 입사전자의 일부는 시료표면에서 반사되어 탄성 또는 비탄성적으로 후방에 산란된다(후방산란전자). 시료가 매우 얇은 경우에는 입사전자의 일부는 시료를 통과하여 투과전자로 된다. 시료내부로 침투한 입사전자는 시료를 구성하는 원자와 충돌을 반복하여 X선 또는 2차전자를 발생시킨다. X선과 2차전자에는 전자와 원자핵의 상호작용에 의해, 원소 특유의 에너지를 갖는 특성X선과 오제이전자도 포함되어 있다. 표 1에 전자와 시료의 상호작용에 의한 분석기법의 원리 및 특징에 대해서 정리하였다.

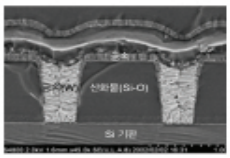
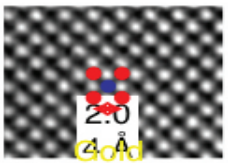
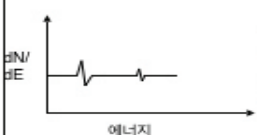
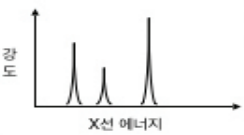


[Fig. 3] 이온과 시료의 상호작용에 의해 발생한 신호와 분석기법

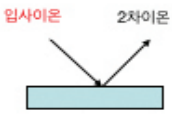
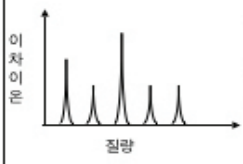
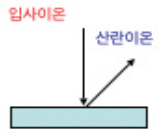
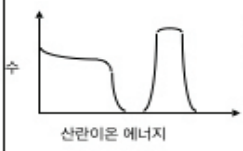
그림 3은 시료에 이온이 입사되어 발생하는 이온과 분석기법들을 나타내었다.

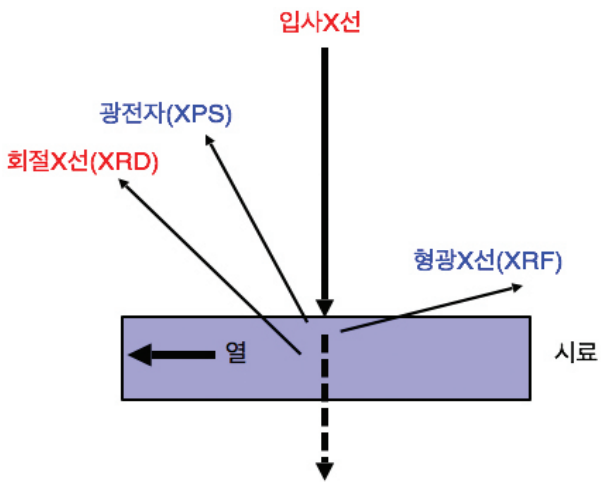
시료에 이온을 조사하면, 이온의 일부는 시료표면에

[Table.1] 전자를 이용한 분석기법의 원리 및 특징

분석기법	원리	측정 방법	측정 Data	측정 항목
주사전자현미경 (Scanning Electron Microscopy)	입사전자 2차전자	•시료 표면에 1~30 kV의 전자를 입사시켜 이로부터 나오는 2차전자를 검출		•표면 및 단면의 형상, CD 측정 •분해능 : ~1 nm (FEG)
투과전자현미경 (Transmission Electron Microscopy)	입사전자 투과빔 회절빔	•100-1000 kV의 전자를 시료에 투과시켜 원자 상호간의 작용에 의한 투과와 회절되는 전자를 검출함		•결정결함, 결정구조, 결정입자의 크기, 원자 Lattice의 관찰 •분해능 : 2 Å
오제이전자분광법 (Auger Electron Spectroscopy)	입사전자 오제이전자	•시료에 전자선을 입사시켜 여기 방출되는 원소 특유의 오제이전자의 에너지의 양을 측정		•재료의 조성과 불순물 분석 •Sputtering을 통해 깊이 방향 분포 분석, 표면분석에 주로 사용 •Small probe size
에너지분산 X선분광법 (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)	입사전자 특성X선	•시료에 수 십, 수 백 keV의 전자빔을 입사시켜 방출되는 원소 고유의 특성X선을 검출		•조성과 불순물 분석 •공간분해능 : 수 십 nm @ SEM : ~1 nm @ TEM •Better for several atomic %

[Table.2] 이온을 이용한 분석기법의 원리 및 특징

분석기법	원리	측정 방법	측정 Data	측정 항목
이차이온 질량분석법 (Secondary Ion Mass Spectrometry)		•1-20 kV의 1차이온을 시료에 입사시켜 Sputter하여 방출되는 이차이온의 질량을 분석		•불순물의 질량 분석과 조성의 측정, 깊이 방향의 불순물 분포 측정(Si 중의 Boron의 경우 $10^{17}/cm^3$ 정도까지 검출가능) •Composition Standards •Best Sensitivity
집속이온빔 (Focused Ion Beam)		•수십 keV로 가속된 Ga이온을 시료에 입사시켜 방출되는 전자 및 이온을 검출하여 영상을 형성하거나 Milling을 함		•특정 불량위치의 단면관찰 및 SIMS, EDS 등 부속장치를 이용하여 특정한 관심 영역의 성분을 분석할 수 있음
러더퍼드 후방산란분광법 (Rutherford Backscattering Spectroscopy)		•수 MeV로 가속된 He이온을 시료에 입사시켜 방출되는 이온의 에너지의 양을 검출		•재료의 조성과 불순물의 깊이 방향 분포 결정(Channeling법과 조합시켜 사용) •Precise atomic % without standards •Nondestructive, simultaneous •Depth and composition



[Fig. 4] X선과 시료의 상호작용에 의해 발생한 신호와 분석기법

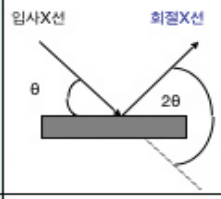
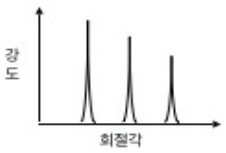
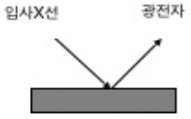
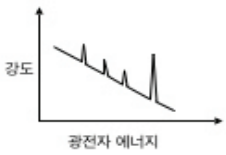
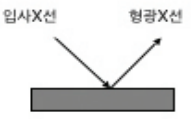
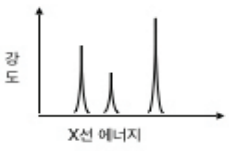
서 반사하고, 그 에너지와 반사의 방향을 해석하여 표면의 구조와 조성을 분석하는 방법이 이온산란분광법이다. 시료내부에 침입한 이온은 시료 구성원자와의 충돌을 반복하여 주변의 고체 구성원자에 운동에너지를 전달한다. 이 운동에너지가 결정격자의 결합포텐셜을 넘으면 시료 구성원자는 중성입자 또는 양이온, 음이온으로 대전된 2차이온으로 방출된다(스퍼터링). 2차이온질량분석법에서는 이차이온으로서 방출된 이온의 질량과 수를 측정하여 표면의 조성을 분석한다. 또한 집속된 Ga이온빔을 입사시켜 시료를 수십 nm 스케일에서 가공할 수 있다. 표 2에 이온과 시료의 상호작용에 의한 분석기법의 원리 및 특징에 대해서 정리하였다.

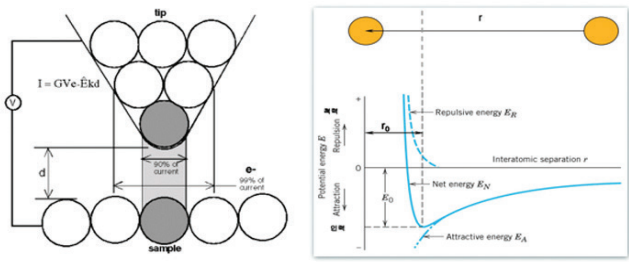
그림 4에 X선과 시료와의 상호작용을 나타내었다. X선을 시료표면에 조사하면, 전자의 결합에너지가 X선이 갖는 에너지보다 작으면 X선에 의한 원자의 여기가 발생하고, 그 결과 전자가 발생한다(광전자). 이 광전효과를 이용한 표면분석법이 X선광전자분광법이다. 또한 X선을 시료표면에 조사해서 광전자가 방출하게 되면 공공이 생기고, 이 공공으로 외각의 전자가 천이하면서 X선을 방출한다(형광X선). X선의 입사각을 작게 하고, 표면에서 전반사되는 것에 의해서 표면에 민감한 분석방법이 전반사형광X선분석법이다.

X선은 전자기파이기 때문에 X선을 시료에 입사하면, 결정격자에 의해 회절되고, 이것을 분석하는 것이 X선회절분석법이다. 표 3에 X선과 시료의 상호작용에 의한 분석기법의 원리 및 특징에 대해서 정리하였다.

미세한 탐침을 시료표면에 접근하게 하여 이동시키면, 탐침이 표면형상에 대응해서 상하로 움직인다. 이 현상을 이용하면 표면의 원자배열을 직접 관측하는 것이 가능하고, 이 측정기법을 주사탐침현미경이라고 한다.

[Table.3] X선을 이용한 분석기법의 원리 및 특징

분석기법	원리	측정 방법	측정 Data	측정 항목
X선회절법 (X-ray Diffraction)		•시료에 X선을 입사시켜 Bragg 조건을 만족하는 X선을 검출		•비파괴 분석 •결정구조, 결정입자의 크기, 결정 Stress, 결정 우선방위의 결정
X선광전자분광법 (X-ray Photoelectron Spectroscopy)		•X선에 의해 여기된 전자의 에너지의 양을 측정		•재료의 조성과 불순물 분석 •Sputtering을 통해 깊이 방향 분포 분석 •화학결합 상태를 알 수 있음 •Chemical bonding
X선형광분석법 (X-ray Fluorescence Analysis)		•시료에 수 십 keV의 X선을 입사시켜 방출되는 원소 고유의 특성X선을 검출		•비파괴 분석 •넓은 분석 범위(ppm ~ %) •시료준비 용이 •신속한 분석



[Fig. 5] 탐침과 시료의 상호작용

주사탐침현미경에서 처음으로 발명된 주사터널링현미경의 측정원리는 아주 간단하다. 가느다란 텅스텐 금속탐침(맨 끝은 원자 몇 개 정도의 크기)을 전도체인 시료 표면에 원자 한 두 개 크기의 간격(~0.5 nm)으로 가까이 접근시키면 비록 두 개의 도체가 떨어져 있지만, 그 간격이 아주 작아서 양단간에 적당한 전압을 걸어주면 전자가 에너지 벽을 뚫고 지나가 전류가 흐르는 양자역학적 터널링 현상이 일어난다 (그림 5 좌측). 이 터널전류를 측정하여 영상화하는 것이 주사터널링현미경 영상이다.

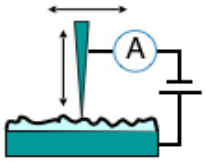
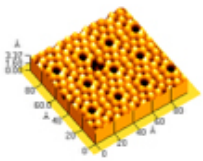
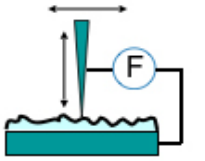
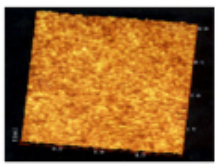
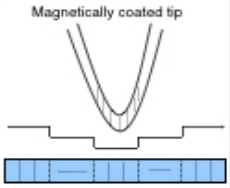
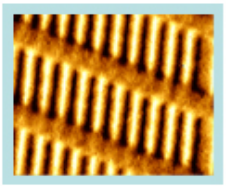
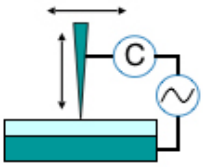
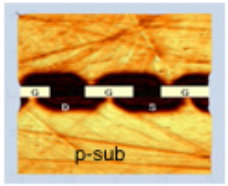
주사터널링현미경의 큰 결점은 전기적으로 부도체인 시료는 분석할 수 없다는 것인데, 이를 해결하기 위해서 원자력현미경이 개발되었다. 원자력현미경에서는 텅스텐으로 만든 바늘 대신에 캔틸레버라고 불리는 작은 막대를 쓴다. 캔틸레버는 미세한 힘에 의해서도 아래위로 쉽게 휘어지도록 만들어졌고, 끝 부분에는 비금속의 뾰족한 탐침이 달려있다. 이 탐침을 시료 표면에 접근시키면 탐침 끝의 원자와 시료표면의 원자 사이에 서로의 간격에 따라 끌어당기거나(인력) 밀치는 힘(척력)이 작용하기 때문에 시료 표면의 형상을 분석할 수 있다 (그림 5 우측). 표 4에 탐침을 이용한 분석기법의 원리와 특징에 대해서 정리하였다.

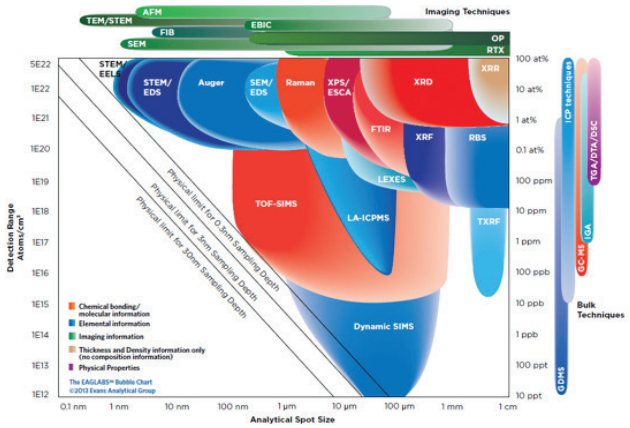
나노분석 장비의 발전 동향

형상 및 구조분석 장비의 경우 분석을 위한 공간분해능이 향상되어, 구면수차보정 주사투과전자현미경의 경우 서브 Å 수준으로 되어, 원자 한층을 구별하여 영상 및 성분을 측정할 수 있게 되었다. 또한 CNT, 그래핀 등 전자빔에 약한 시료를 위해서 저전압에서 관찰할 수 있는 장비도 출시되고 있으며, 전자현미경내에서 반응을 시키면서 실시간으로 측정하기 위한 실시간 관찰(In-situ) 전자현미경도 개발되고 있다. 최근 국내에서도 주사전자현미경의 상용화 개발이 진행되어 보급이 되고 있다.

성분 및 표면분석 장비는 약점이었던 공간분해능을 개선하려는 노력이 진행되고 있어, 검출한계, 스펙트럼 분해능의 개선이 많이 진행되고 있다. 특히 라만분광기의 경우 주사탐침 기능과 결합되어 수십나노 영역에서의 측

[Table.4] 탐침을 이용한 분석기법의 원리 및 특징

분석기법	원리	측정 방법	측정 Data	측정 항목
주사터널링현미경 (Scanning Tunneling Microscopy)		•금속 탐침과 시료(도체,반도체) 사이의 터널링 전류를 이용하여 표면의 높낮이를 측정		• Surface morphology • 자기조립박막의 molecular imaging • Atomic imaging
원자력현미경 (Atomic Force Microscopy)		•탐침과 시료 원자간의 상호 작용 힘을 이용하여 접촉식 혹은 비접촉식 방법으로 국소적인 표면의 높낮이 변위를 측정		• Surface morphology • Grain size measurement • Line CD measurement
자기력현미경 (Magnetic Force Microscopy)		•자성체가 입혀진 탐침과 시료 표면의 자기적 성분에 의한 캔틸레버의 휨을 측정함으로써 자기 분포도를 관찰		• 하드디스크 자기분포 관찰 • 자성박막의 특성분석
주사정전용량현미경 (Scanning Capacitance Microscopy)		•Capacitance sensor를 이용하여 탐침과 시료 사이의 capacitance 변화를 측정함으로써 표면의 carrier나 charge density 분포를 관찰		• 반도체 표면의 carrier 농도 분포 관찰 • 반도체 소재의 결함분석



[Fig. 6] 측정분석 장비의 분석분해능과 검출한계(출처: EAG Laboratories 홈페이지, http://www.eag.com/mc/analytical-techniques.html)

정이 가능하게 되었고, 2차이온질량분석 장비의 경우도 나노 SIMS의 개발로 ~50 nm 크기까지 측정 가능하게 되었다. 또한 3차원 원자현미경의 개발로 나노영역의 미세성분을 3차원으로 정밀하게 측정이 가능해졌고, 표준시편 없이 정량분석이 가능한 초박막 표면분석 장비를 국내에서 개발하여 출시하였다.

주사탐침현미경의 장비개발 방향은 광학, 전자빔, 이온빔 기술과 융합되어 광융합 나노측정장비로 거듭나고 있으며 또한 나노역학특성, 전기특성 평가 기능과도 결합되고 있다.

마지막으로 나노소재, 소자의 양산성 평가를 위한 대면적 모니터링 장비에 대하여 기술개발이 진전되고 있고, 나노융합기술의 사업화에 따라서 제조 현장에서 나노제품의 특성측정 및 검사를 위해 활용될 수 있을 것으로 생각한다.

References

[1] 入門表面分析, 吉原一紘, 内田老鶴圃 (2003)
[2] EAG Laboratories 홈페이지(http://www.eag.com/mc/analytical-techniques.html)