(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0032180
(43) 공개일자 2023년03월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
*G01N 1/28* (2006.01) *G01N 1/30* (2006.01)
*G01N 1/31* (2006.01) *G01N 1/40* (2006.01)
*H01J 37/26* (2006.01)
(52) CPC특허분류
*G01N 1/2813* (2013.01)
*G01N 1/30* (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0114714
(22) 출원일자 2021년08월30일
심사청구일자 2021년08월30일

(71) 출원인
**창원대학교 산학협력단**
경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20(퇴촌동)
(72) 발명자
**신기삼**
부산 수영구 광안해변로 100
**서 예명**
경남 창원시 의창구 창원대학로 20
*(뒷면에 계속)*
(74) 대리인
**김종석**

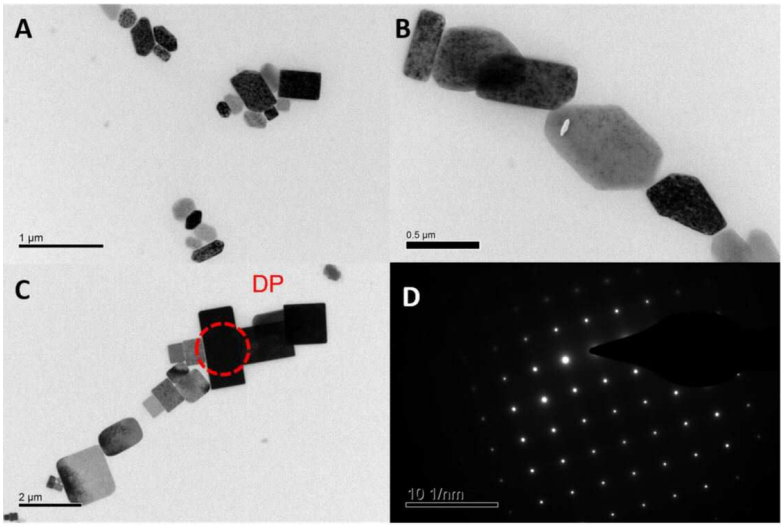
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **투과 전자 현미경용 NaCl 표준시편의 제작방법**

## (57) 요 약

본 발명은 투과 전자 현미경(Transmision Electron Microscope, TEM)용 표준시편의 제작방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 별도의 장치 없이 간단한 방법으로 신속하게 제작 가능하며, 정대축 회절상의 형성, 회절모드의 제어, 영상형성 및 고분해능 형상의 형성과 이들의 상관성에 환한 영향 등을 예측·교육 할 수 있는 나노 NaCl 표준시편을 쉽게 제작할 수 있는 방법에 관한 것이다.

*대 표 도* - 도3



(52) CPC특허분류
***G01N 1/4055*** (2013.01)
***H01J 37/26*** (2013.01)
*G01N 2001/317* (2013.01)

(72) 발명자
**유 사가**
경남 창원시 의창구 창원대학로 20
**이민숙**
경남 창원시 의창구 창원대학로 20
**이 야화**
경남 창원시 의창구 창원대학로 20

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

| | |
|---|---|
| 과제고유번호 | 1711113639 |
| 과제번호 | 2018R1A5A6075959 |
| 부처명 | 과학기술정보통신부 |
| 과제관리(전문)기관명 | 한국연구재단 |
| 연구사업명 | 집단연구지원(R&D) |
| 연구과제명 | 메카트로닉스 융합 부품 소재 연구센터 |
| 기 여 율 | 1/1 |
| 과제수행기관명 | 창원대학교 |
| 연구기간 | 2020.03.01 ~ 2021.02.28 |

# 명 세 서

## 청구범위

### 청구항 1

(S1) 탄소증착막을 제조하는 단계;

(S2) 상기 탄소증착막을 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscopy, TEM)용 그리드(grid) 상에 위치하는 단계;

(S3) 상기 탄소증착막 상에 NaCl 용액을 분무하여 나노 NaCl 결정이 형성된 표준시편을 제작하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 (S1) 단계는

(S1A) 암염(rock salt) 상에 200 내지 500 nm의 탄소막을 증착하는 단계; 및

(S1B) 상기 탄소막이 증착된 암염을 증류수에 넣어 상기 암염을 용해시켜 증착탄소막을 수득하는 단계;로 구성되는 것을 특징으로 하는 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법.

### 청구항 3

제1항에 있어서,

상기 투과 전자 현미경용 그리드는 금(Au), 구리(Cu) 및니켈(Ni)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 금속 재질 및 100 내지 200 메쉬(mesh)인 것을 특징으로 하는 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법.

### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 (S2) 단계 후, 상기 탄소증착막 상에 에탄올(ethanol, EtOH)을 드롭(drop)하는 단계;를 추가적으로 포함하는 것을 특징으로 하는 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법.

### 청구항 5

제1항에 있어서,

상기 (S3) 단계는

(S3A) 10 내지 35 wt%의 NaCl 수용액을 제조하는 단계;

(S3B) 상기 NaCl 수용액을 탄소증착막 상에 분무하는 단계; 및

(S3C) 상기 NaCl 수용액이 분무된 탄소증착막을 건조하여 나노 NaCl 결정이 형성된 표준시편을 제작하는 단계;로 구성되는 것을 특징으로 하는 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법.

## 발명의 설명

### 기 술 분 야

[0001] 본 발명은 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)용 표준시편의 제작방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 별도의 장치 없이 간단한 방법으로 신속하게 제작 가능하며, 정대축 회절상의 형성, 회절모드의 제어, 영상형성 및 고분해능 형성 등, 투과 전자 현미경의 기능 및 운용에 관한 교육용에 적합한 NaCl 표준시편을 제작하는 방법에 관한 것이다.

## 배 경 기 술

[0002] 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)은 전자 현미경의 한 종류로 광학 현미경에서의 광원과 광원 렌즈 대신에 전자빔과 전자기 렌즈를 사용하는 현미경이다. 투과 전자 현미경의 작동원리는 기본적으로 광학 현미경과 유사하나, 광학 현미경의 광원이 빛인 반면, 투과 전자 현미경의 광원은 가시광선에 비해 극히 짧은 파장의 가속 전자빔으로 시편을 투과하고, 상의 배율 조절을 위해 전자기 렌즈의 작용을 전장으로 조절한다.

[0003] 전자빔이 물질에 입사되면 시편과 전자가 상호작용하여 다양한 현상이 발생하며, 투과 전자 현미경은 이 중에서 시편의 얇은 부분을 투과한 전자들을 이용한다. 즉, 관찰하고자 하는 재료(대상시편)의 영역(입자)보다 작은 가속 전자를 발생하여 매질에 투과시키면 결정면이나 결함 등의 정도(특성)에 따라 투과하는 전자빔의 방향 및 세기 차이 등이 발생하게 되고, 투과된 빔 세기 차이는 형광 스크린에서 명암으로 나타나는 것이다.

[0004] 이러한 투과 전자 현미경을 이용하여 특정 물질을 효과적으로 분석하기 위해서는 투과전자현미경용 시편을 제작하는 기술이 매우 중요하며, 비교적 잘 완성되어 있다. 그러나, 전술한 바와 같이 교육용 표준 나노크기의 투과전자현미경용 NaCl 시편의 제작방법은 아직 복잡하며, 잘 확립되어 있지 않은 실정이다.

[0005] 특히, 본 특허에서의 제작방법에 의하여 쉽게 NaCl 표준시편을 제작하면 투과 전자 현미경 분석 시 교육용으로 회절, 영상형성, 고분해능 영상형성 원리, 푸리에 변환 상 (Fast Fourier Transform) 등의 시연, 학습을 위한 시편으로 NaCl 표준시편이 잘 활용될 수 있다.

[0006] 다만, NaCl을 표준시편으로 적용하기 위해서는, NaCl을 나노결정으로 제조해야 하나, 기존의 NaCl 나노입자의 제조는 화학반응 및 온도 등을 높여야 하고, 제작을 위한 특수 장치를 필요로 하는 등 아직까지 효율적인 NaCl 표준시편의 제조방법은 확립되어 있지 않다.

[0007] 따라서, 전술한 문제점을 보완하기 위해 본 발명가들은 투과 전자 현미경 분석 시 교육용으로 적용 가능한 나노크기의 NaCl 표준시편의 제작방법에 대한 개발이 시급하다 인식하여, 본 발명을 완성하였다.

## 선행기술문헌

### 특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허공보 제10-1494334호

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 목적은 투과 전자 현미경의 일상 정렬(투과 전자 현미경 분석 시 맨 먼저 전자선이 영상 형성에 적합하도록 광학계를 정렬하는 것) 회절, 영상 형성 원리, 고분해 영상 형성, 회절 도형 분석, 형상 인자의 영향(결정 격자 내에서 원자들의 위치에 따른 회절빔 강도의 변화) 등의 교육을 위해 신속하고 간단하게 안정적으로 나노크기의 NaCl 표준시편을 제작할 수 있는 방법을 제공하는 것이다.

[0010] 발명이 이루고자 하는 기술적 과제들은 이상에서 언급한 기술적 과제들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 기술적 과제들은 본 발명의 기재로부터 당해 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 명확하게 이해될 수 있다.

### 과제의 해결 수단

[0011] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법을 제공한다.

[0012] 이하, 본 명세서에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.

[0013] 본 발명은 하기의 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법을 제공한다.

[0014] (S1) 탄소증착막을 제조하는 단계;

[0015] (S2) 상기 탄소증착막을 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)용 그리드(grid) 상에 위치

하는 단계;

[0016] (S3) 상기 탄소증착막 상에 NaCl 용액을 분무하여 나노 NaCl 결정이 형성된 표준시편을 제작하는 단계.

[0017] 본 발명에 있어서, 상기 (S1) 단계는 하기의 단계로 구성되는 것을 특징으로 한다.

[0018] (S1A) 암염(rock salt) 상에 200 내지 500 nm의 탄소막을 증착하는 단계; 및

[0019] (S1B) 상기 탄소막이 증착된 암염을 증류수에 넣어 상기 암염을 용해시켜 증착탄소막을 수득하는 단계.

[0020] 본 발명에 있어서, 상기 투과 전자 현미경용 그리드는 금(Au), 구리(Cu) 및니켈(Ni)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 금속 재질 및 100 내지 200 메쉬(mesh)인 것을 특징으로 한다.

[0021] 본 발명에 있어서, 상기 (S2) 단계 후, 상기 탄소증착막 상에 에탄올(ethanol, EtOH)을 드롭(drop)하는 단계;를 추가적으로 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0022] 본 발명에 있어서, 상기 (S3) 단계는 하기의 단계로 구성되는 것을 특징으로 한다.

[0023] (S3A) 10 내지 35 wt%의 NaCl 수용액을 제조하는 단계;

[0024] (S3B) 상기 NaCl 수용액을 탄소증착막 상에 분무하는 단계; 및

[0025] (S3C) 상기 NaCl 수용액이 분무된 탄소증착막을 건조하여 나노 NaCl 결정이 형성된 표준시편을 제작하는 단계.

## *발명의 효과*

[0026] 본 발명의 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법은 별도의 장치 없이 간단한 방법으로 신속하게 제작 가능하며, 50 nm 내지 1.5 ㎛의 지름값을 갖는 단결정 NaCl이 형성된 표준시편이 제작 가능하다.

[0027] 또한, 본 발명의 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법은 정대축 회절상의 형성, 회절모드의 제어, 영상형성 및 고분해능 형상에 미치는 영향을 예측할 수 있는 투과 전자 현미경용 NaCl 나노 표준시편을 제작할 수 있다.

[0028] 본 발명의 효과들은 이상에서 언급한 효과들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 효과들은 청구범위의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

## *도면의 간단한 설명*

[0029] 도 1은 본 발명에 따른 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법을 대략적으로 나타낸 구성도이다.

도 2는 본 발명에 따라 에탄올이 드롭(drop)되어 투과 전자 현미경용 표준시편을 제작하는 방법을 대략적으로 나타낸 구성도이다.

도 3은 본 발명에 따른 실시예 1을 통해 제작된 투과 전자 현미경용 표준시편의 투과전자현미경 이미지이다.

도 4는 본 발명에 따른 실시예 2를 통해 제작된 투과 전자 현미경용 표준시편의 투과전자현미경 이미지이다.

## *발명을 실시하기 위한 구체적인 내용*

[0030] 본 명세서에서 사용되는 용어는 본 발명에서의 기능을 고려하면서 가능한 현재 널리 사용되는 일반적인 용어들을 선택하였으나, 이는 당 분야에 종사하는 기술자의 의도 또는 판례, 새로운 기술의 출현 등에 따라 달라질 수 있다. 또한, 특정한 경우는 출원인이 임의로 선정한 용어도 있으며, 이 경우 해당되는 발명의 설명 부분에서 상세히 그 의미를 기재할 것이다. 따라서 본 발명에서 사용되는 용어는 단순한 용어의 명칭이 아닌, 그 용어가 가지는 의미와 본 발명의 전반에 걸친 내용을 토대로 정의되어야 한다.

[0031] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.

[0032] 수치 범위는 상기 범위에 정의된 수치를 포함한다. 본 명세서에 걸쳐 주어진 모든 최대의 수치 제한은 낮은 수치 제한이 명확히 쓰여져 있는 것처럼 모든 더 낮은 수치 제한을 포함한다. 본 명세서에 걸쳐 주어진 모든 최소의 수치 제한은 더 높은 수치 제한이 명확히 쓰여져 있는 것처럼 모든 더 높은 수치 제한을 포함한다. 본 명세

서에 걸쳐 주어진 모든 수치 제한은 더 좁은 수치 제한이 명확히 쓰여져 있는 것처럼, 더 넓은 수치 범위 내의 더 좋은 모든 수치 범위를 포함할 것이다.

[0033] 이하, 본 발명의 실시예를 상세히 기술하나, 하기 실시예에 의해 본 발명이 한정되지 아니함은 자명하다.

[0034] **투과 전자 현미경용 NaCl 표준시편의 제작방법**

[0035] 본 발명은 하기의 단계를 포함하는 투과 전자 현미경용 표준시편의 제작방법을 제공한다.

[0036] (S1) 탄소증착막을 제조하는 단계;

[0037] (S2) 상기 탄소증착막을 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)용 그리드(grid) 상에 위치하는 단계;

[0038] (S3) 상기 탄소증착막 상에 NaCl 용액을 분무하여 나노 NaCl 결정이 형성된 표준시편을 제작하는 단계.

[0040] 상기 (S1) 단계는 탄소증착막을 제조하는 단계로, 하기의 단계로 구성될 수 있다.

[0041] (S1A) 암염(rock salt) 상에 200 nm 내지 500 nm의 탄소막을 증착하는 단계; 및

[0042] (S1B) 상기 탄소막이 증착된 암염을 증류수에 넣어 상기 암염을 용해시켜 증착탄소막을 수득하는 단계.

[0043] 상기 암염은 다이아몬드와 같은 결정구조를 하고 있는 등축정계에 속하는 광물로, NaCl이 화학성분을 이루고 있다.

[0044] 상기 (S1A) 단계에서 상기 탄소막을 암염 상에 진공 증착법을 통해 증착시킬 수 있다. 보다 구체적으로, 탄소막 증착기 내를 진공펌프를 이용하여 $1.0 \times 10^{-6}$ 내지 $6.0 \times 10^{-4}$ mbar로 진공을 형성하고, 탄소봉 (지름 1 mm 및 길이 2 mm)을 아크(접촉저항가열)식으로 증착하여 탄소막을 암염 상에 증착할 수 있다. 이때, 상기 탄소막의 두께는 소모된 탄소봉의 길이를 l이라 할 경우, 소모된 탄소봉의 부피와 암염 상에 증착된 탄소막의 두께 사이에는 $\pi \times (0.5)^2 \times l = \pi \times r^2 \times t$의 관계가 성립되어, 소모된 탄소봉의 길이를 측정하여 증착되는 탄소막의 두께를 계산할 수 있다.

[0045] 상기 (S1B) 증착탄소막을 수득하는 단계로, 상기 탄소막이 증착된 암염을 증류수에 넣어 상기 암염을 용해시킨다. 이때, 상기 증착탄소막이 증류수 상에 존재하게 되며, 상기 증착탄소막을 수득할 수 있다.

[0046] 상기 (S2) 단계는 상기 탄소증착막을 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)용 그리드(grid) 상에 위치하는 단계;로, 상기 투과 전자 현미경용 그리드는 금(Au), 구리(Cu) 및니켈(Ni)로 이루어진 군으로부터 선택된 1종 이상의 금속 재질이고, 100 내지 200 메쉬(mesh)를 가지며, 3 mm의 지름을 가질 수 있다.

[0047] 상기 (S2) 단계 후, 상기 탄소증착막 상에 에탄올(ethanol, EtOH)을 드롭(drop)하는 단계;를 추가적으로 포함할 수 있다.

[0048] 상기 (S3) 단계는 나노 NaCl 결정이 형성된 표준시편을 제작하는 단계로, 하기의 단계로 구성될 수 있다.

[0049] (S3A) 10 내지 35 wt%의 NaCl 수용액을 제조하는 단계;

[0050] (S3B) 상기 NaCl 수용액을 탄소증착막 상에 분무하는 단계; 및

[0051] (S3C) 상기 NaCl 수용액이 분무된 탄소증착막을 건조하여 나노 NaCl 결정이 형성된 표준시편을 제작하는 단계.

[0052] 상기 (S3A) 단계는 NaCl 수용액을 제조하는 단계;일 수 있다. 상기 NaCl 수용액의 농도는 완성된 TEM 표준 시편에 형성된 NaCl 입자의 크기 및 수 밀도에 관계되며, 상기 NaCl 수용액 내의 NaCl 농도를 높게하여 NaCl 입자의 크기와 수 밀도를 높일 수 있다.

[0053] 상기 (S3B) 단계는 상기 NaCl 수용액을 분무하는 단계로, 스프레이(spray) 분무법을 통해 상기 (S3A) 단계에 제조된 NaCl 수용액을 탄소증착막 상에 분무할 수 있다.

[0054] 상기 분무 횟수가 증가함에 따라 NaCl 나노결정의 수 밀도(number density)가 증가할 수 있어, 사용자가 원하는 수 밀도를 갖는 NaCl 나노결정을 형성할 수 있다.

[0055] 본 발명에 사용된 용어 “수 밀도”는 단위 면적 당 입자의 수로, 본 발명에 적용된 “수 밀도”는 단위 면적당

NaCl 입자의 수 일 수 있다.

[0056] 상기 (S3C) 단계는 최종적으로 나노 NaCl 결정이 형성된 표준시편을 제조하는 단계로, 상기 NaCl 수용액이 분무된 탄소증착막을 건조하여 50 nm 내지 1.5 ㎛ 입자크기를 갖는 NaCl 단결정이 형성된 표준시편을 제작할 수 있다.

[0057] 상기 건조는 상온 또는 실온 상에서 수행될 수도 있고, 열풍, 동결 또는 감압 조건 하에서 건조될 수 있으며, 상기 NaCl 단결정이 손상되지 않는 범위의 건조방법이라면 이에 한정되는 것은 아니다.

[0059] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해 질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 단지 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하세 알려 주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

[0060] **실시예 1. 투과 전자 현미경용 표준시편 1 제작**

[0061] 암염(rock salt) 상에 300 nm 내외의 탄소막을 증착하고, 상기 탄소막이 증착된 암염을 증류수에 넣어 상기 암염을 용해시켜 증착탄소막을 수득하였다. 상기 증착탄소막을 금(Au) 재질의 150 메쉬(mesh) 및 3 mm의 지름을 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)용 그리드(grid) 상에 위치시키고, 30 wt% NaCl 수용액을 스프레이(spray) 분무법을 통해 분무하고 20분 상온에서 건조하여 단결정의 NaCl이 형성된 표준시편 1을 제작하였다.

[0062] **실시예 2. 투과 전자 현미경용 표준시편 2 제작**

[0063] 상기 실시예 1에서 제조된 증착탄소막을 금(Au) 재질, 150 메쉬(mesh) 및 3 mm의 지름을 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)용 그리드(grid) 상에 위치시키고, 30 wt% NaCl 수용액을 스프레이(spray) 분무법을 통해 10초 간격으로 10회 분무하고 20분 상온에서 건조하여 단결정의 NaCl이 형성된 표준시편 2를 제작하였다.

[0064] **실험예 1. 표준시편 상 단결정 NaCl 확인**

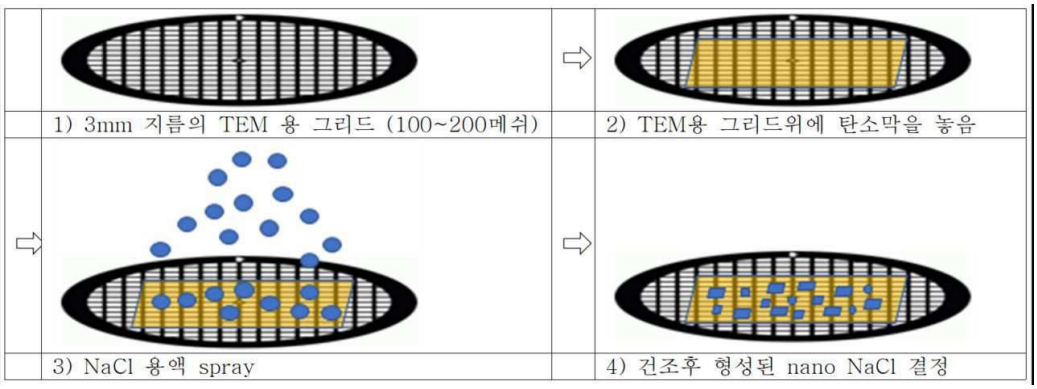
[0065] 실시예 1 및 2에서 제조된 단결정의 NaCl이 형성된 표준시편 1 및 2 상에 형성된 NaCl의 결정을 확인하기 위해, 투과 전지 현미경을 통해 이미지를 측정하였으며, 이를 도 3 및 4에 나타내었다.

[0066] 도 3 및 4를 참조하면, 10 nm 내지 1.5 ㎛ 입자크기를 갖는 NaCl 단결정이 형성되었음을 확인할 수 있다.

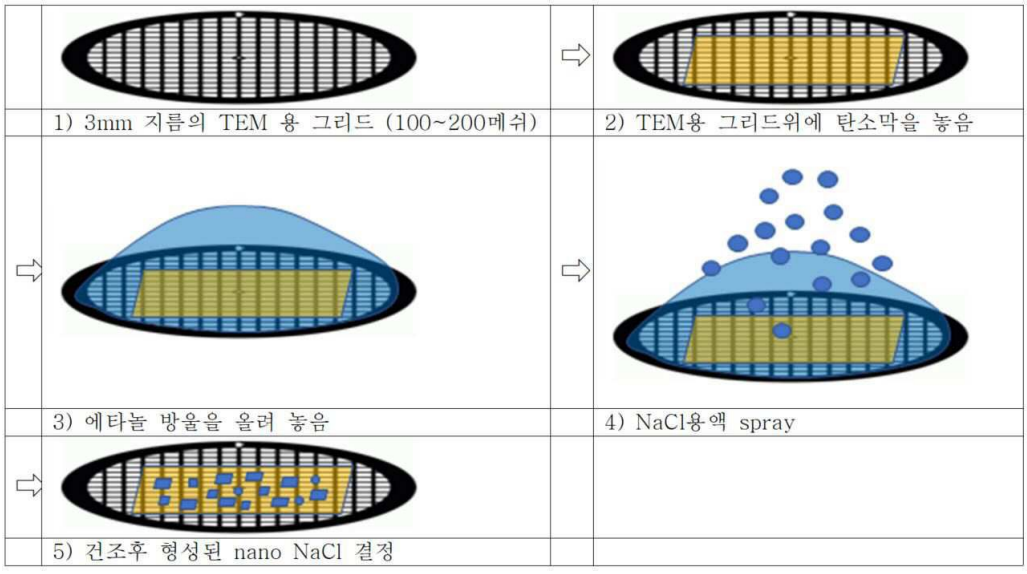
[0068] 이상 설명으로부터, 본 발명에 속하는 기술 분야의 당업자는 본 발명의 그 기술적 사상이나 필수적 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 이와 관련하여, 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며, 한정적인 것이 아닌 것으로서 이해해야만 한다.

## 도면

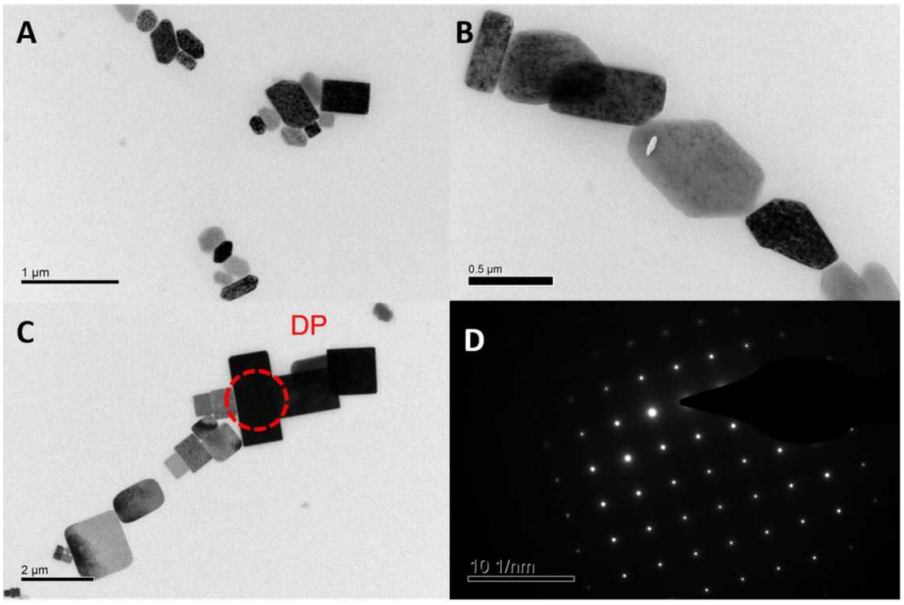
### 도면1


1) 3mm 지름의 TEM 용 그리드 (100~200메쉬)
2) TEM용 그리드위에 탄소막을 놓음
3) NaCl 용액 spray
4) 건조후 형성된 nano NaCl 결정

### 도면2


1) 3mm 지름의 TEM 용 그리드 (100~200메쉬)
2) TEM용 그리드위에 탄소막을 놓음
3) 에타놀 방울을 올려 놓음
4) NaCl용액 spray
5) 건조후 형성된 nano NaCl 결정

도면3




도면4

