

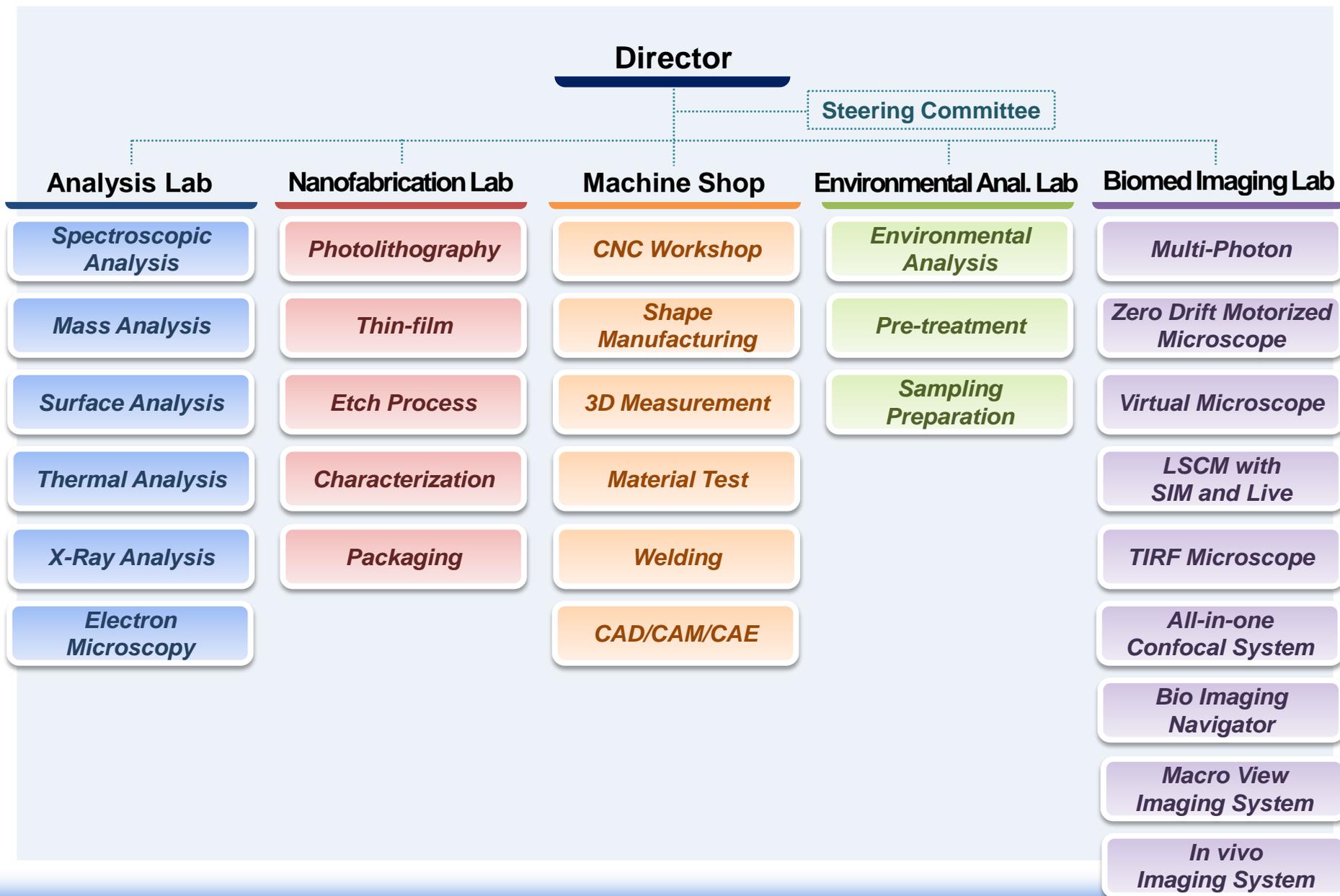
Principles and Application of SEM

Sun Yi LEE

UNIST Central Research Facilities (UCRF)



Organization





Analysis Staff Contact

처음 UCRF 분석을 의뢰할 경우, 반드시 담당장비 및 담당자 이름 및 연락처 확인 요망

Name	Equipment	Extension	Office	Email
Kim Young Ki	Advanced TEM	4033	B122	cclock95@unist.ac.kr
Lim Dong Ju	AFM (3) , Probe Station	4032	B123	djlim@unist.ac.kr
Cho Mi Sun	NMR(2), UV-Vis-NIR(2)	4034	B122	shail019@unist.ac.kr
Park Ji Hye	XRD(4), XRF, Raman(2), PS, Zeta	4035	B123	sophia@unist.ac.kr
Lee Sun Lee	SEM(3), FIB, Microtome	4023	B123	ssun295@unist.ac.kr
Lee Kyung Ae	TGA, DSC, DMA, SDT, GPC, Rheometer, BET	4163	B123	allsunday@unist.ac.kr
Park Su Hyun	TEM(3), TEM Prep. (5)	4174	B123	suhyeon@unist.ac.kr
Lee Hye Na	IR, Fluorometer, Raman(2), EA	4168	B123	hyena85@unist.ac.kr
Lee Kyung Sun	MALDI-Tof-Tof, GC-MS-MS, LC-MS-MS, TOF-SIMS	4036	B122	kslee@unist.ac.kr
Kim Jin Young	MALDI-Tof-Tof, LC-MS-MS	5213	B123	clytie@unist.ac.kr
Park Ji Yoon	XRD(4), XRF, Zeta	4035	B123	skyblue13579@unist.ac.kr
Kim Chul Su	GC-MS-MS	4067	B122	kimcs@unist.ac.kr



UCRF Self-user System

1. UCRF 회원가입 및 출입신청

- UCRF homepage : <http://ucrf-eng.unist.ac.kr/main/main.php>
- 출입신청 담당자 (유혜정 B122, 4038) 방문 → 신청서 작성 → 담당교수 서명
→ 담당자에게 제출

2. UCRF 홈페이지 예약

- Self-user Test를 통과한 사람에 한하여 장비 예약 권한 부여
- 출입신청 담당자 (유혜정 B122, 4038) 방문 → 신청서 작성 → 담당교수 서명

Cold SEM

1. Log in system (True Café)

- Self-user Test를 통과한 사람에 한하여 부여하며 1개의 아이디로 모든 분석장비 Login 가능, 단 동시 로그인 불가
- 자동으로 Login or Logout 시간을 저장

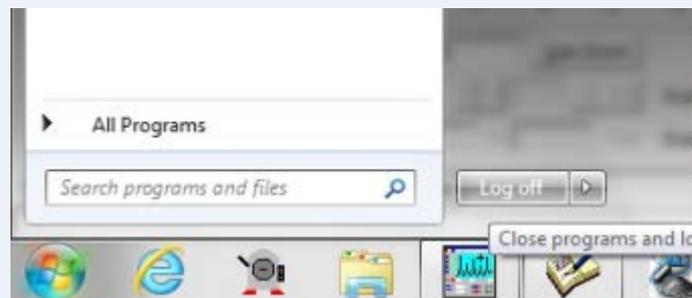
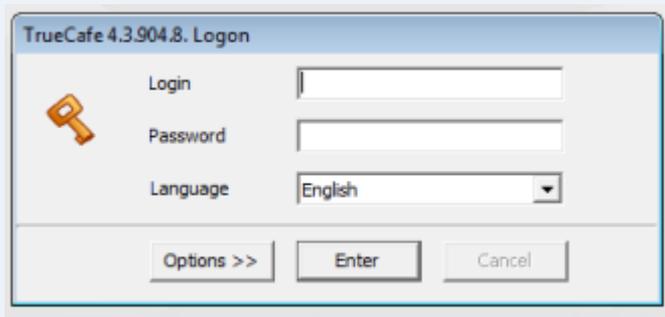
2. Data Upload & Download System (Core FTP)

- 분석 PC 보호차원에서 모든 Self-user 및 의뢰자 사용 (강제)
- Core FTP 설치후 IP, ID, PW, Port 정보 입력 후 사용
- USB없이 본인의 PC에서 결과를 바로 다운 받아 볼수 있음.
- 용량초과시 자동삭제 기능 → 반드시 본인 Data 관리는 철저히 할 것.



Nano SEM & Quanta SEM

1. Log in system (True Café) , Data Upload & Download System (Core FTP)
 - Nano SEM 프로그램 특성 상 다른 시스템을 동일 PC에 설치 불가능
 - 바이러스 검사 후 USB로 분석 결과 data를 가져가야 함
2. Logbook
 - 법적 감사자료
 - 예시에 따라 정확히 기입



- Self-user Test를 통과한 사람에 한하여 부여하며, 1개의 아이디로 모든 분석 장비에 접속가능, 단 동시 로그인 불가
- 자동으로 Login or Logout 시간을 저장 (Monitoring 기능)
- 반드시 본인의 ID만 사용할 것. 적발 후 재 적발시 3개월 예약 권한 박탈
- 유럽 분석장비의 경우 Login후 True Café Window가 사라지기때문에 분석완료 후 Logoff 할 때 반드시 시작버튼 → 시스템종료 → 로그오프를 해야 함.
- Normal XRD에서 Option을 눌러 개인 스스로 비밀번호 변경하지 말 것.
- Logoff 시 강제 Shut down 기능이 있으므로 절대 측정 중에 Logoff하지 말 것.



Data Upload & Download System

외부 PC 접속시

Site Manager

New_Site

Site Name: New_Site

Host / IP / URL: 10.24.9.42

Advanced

Username: sophia Anonymous

Password: **** Don't save password

Port: 22 Timeout: 60 Retries: 66 Retry On

PASV Use Proxy

Connection: FTP

SSL Options

SSL Listings SSL Transfer Clear (CCC)

OpenSSL Windows SSL

Comments

New Site New Category Connect Connect Manager Close

UCRF 내부 PC 접속시

Site Manager

New_Site

Site Name: New_Site

Host / IP / URL: 100.100.100.100

Advanced

Username: sophia Anonymous

Password: **** Don't save password

Port: 22 Timeout: 60 Retries: 66 Retry On

PASV Use Proxy

Connection: FTP

SSL Options

SSL Listings SSL Transfer Clear (CCC)

OpenSSL Windows SSL

Comments

New Site New Category Connect Connect Manager Close

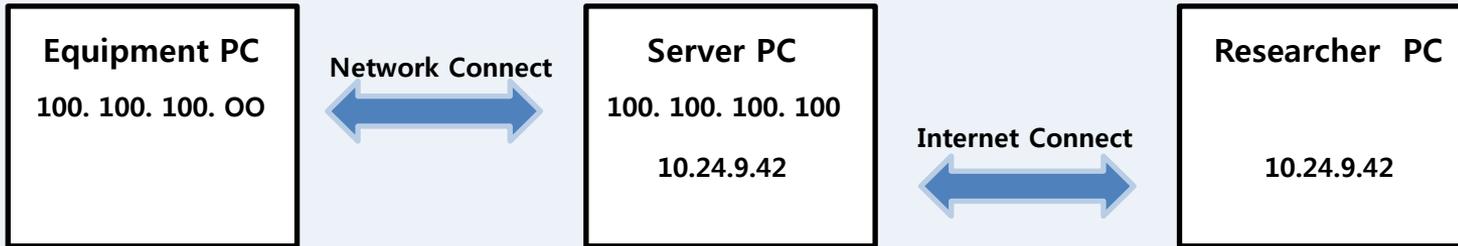
Common ID : sophia

Common PW : 0687

절대 개별 ID와 PW를 만들지 말 것.



Data Upload & Download System



Core FTP LE - 10.24.9.42:22

File View Sites Manage Help

250 CWD command successful. "/" is current folder.
 PWD
 257 "/" is current directory.
 PASV
 227 Entering Passive Mode (10,24,9,42,146,187).
 LIST
 Connect socket #1020 to 10.24.9.42, port 37563...
 150 Opening data conn
 226 File sent ok
 Transferred 4,523 bytes: 분석 PC or My PC

Server PC

Filename	Size	Date
..		09/13/13 09:07
Fax		08/13/13 11:28
Malvern Instruments		09/19/12 10:43
SAP		10/03/13 17:24
Scanned Documents		08/13/13 11:28
경남은행		08/07/13 15:49
Self 교육.xlsx	14 KB	09/26/12 17:59
XRF_data_보정.xls	112 KB	12/27/12 13:22
거래내역조회_2009_출력.pdf	45 KB	08/07/13 16:13
동위원소실가동률계산_박지혜.xlsx	32 KB	04/26/13 18:00

Filename	Size	Date
<>		
..		
Company		10/04/13 11:...
Labs		10/06/13 20:...
Program		09/02/13 12:...
toengineer		01/30/13 10:...
touser		10/04/13 15:...
UCRF		10/02/13 17:...
UCRF 로그복관리		10/01/13 14:...
AFM 스캐너수리 요구내역.xlsx	0	04/27/13 15:...



A Record of Equipment Use

Approval	Manager

Equipment			
University or Company			
Client	Department <small>(Supervisor)</small>		Position
	Name		Contact number
	E-mail	<small>(Please write the contact number and e-mail address in case of an outside client)</small>	
User	Department <small>(Supervisor)</small>		Position
	Name		Contact number
Date	From () Month - () Day - () Year to () Month - () Day - () Year (Total use time : hours , [: - :])		
Sample		No. of samples	
Details about use of equipment			
Details about use of hazardous materials			
Equipment state (problem and repair)	Cleanliness	Good	Poor

- 교수님 성함과 본인 이름, 연락처 기재 요망 (실험실번호 X, 개인연락처)
- 시간은 True Café 로그인 및 로그오프 시간 기재 요망
- 야간 사용 후, 로그오프 하지 못할 경우 세부 사항에 기재 요망 (청구 X)
- 장비 이상 발견 시, 장비 상태에 기재 또는 담당자에게 즉각 연락 바람.
- 사정상 시료회수를 못할 경우 굵은 펜으로 표시 요망.
- 의도성이 있는 로그북 미작성자의 경우 경고 후 재발할 경우, 3개월 사용 금지
- 담당자 서명란에 사인 금지



Sample Request

UCRF homepage : <http://ucrf-eng.unist.ac.kr/main/main.php>

- 자료실 - SEM 분석의뢰서 양식 (예시 참조하여 작성) - 담당자에게 메일로 의뢰 원하는 분석사항과 시료정보를 정확히 기입할 것

SEM 분석 의뢰서 (Written Request)

DATE _____			
소속 / 지도교수 Dept. and Professor			
이름 Name			
연락처 Lab. number and Phone			
E-mail			
시료명 (개수) sample name (Number)			
시료종류 type	Thin film	Powder	Etc.
분석사항 Purpose of analysis	Image	EDS (EDAX)	
		Point	Mapping
			Line
분석 조건 condition	coating : Yes (), No () High Voltage : etc. 5kV, 10kV magnification : etc. 5K, 10K scale bar : etc. 10um, 500nm		
분석원소 element			
기타요청사항 Other			



제1장 총칙

제1조(목적) 이 지침은 「연구지원본부 운영규정」제9조에 의하여 울산과학기술대학교 연구지원본부(이하 “연구지원본부”라 한다)의 운영에 필요한 세부 사항을 정함을 목적으로 한다.

제2조(적용범위) 이 지침은 본 대학교의 교수, 대학원생, 학부생, 연구원 및 연구지원본부 수시 출입자, 그리고 장비 담당자에게 적용된다.

제3조(용어의 정의) 이 지침에서 사용하는 용어의 정의는 다음 각 호와 같다.

1. “자율 사용”이라 함은, 본 대학교에 소속된 교직원 또는 학생 중에서 연구지원본부에서 정한 절차를 따라 자율 사용 자격을 얻은 자가, 장비담당자의 도움 없이 독립적으로 장비를 이용하는 것을 말한다.
2. “자율 사용자”라 함은, 제1호의 “자율 사용”에 관한 자격을 얻은 자를 말한다.
3. “분석 및 공정 의뢰”라 함은, 연구지원본부의 공용장비를 이용하여 시험분석 또는 공정의 결과를 얻기 위하여 장비담당자에게 일련의 분석 및 공정 과정을 의뢰하는 것을 말한다.

제2장 운영관리

제4조(출입관리) ① 연구지원본부의 각 실 중 출입 제한이 있는 실험실의 출입 권한을 얻기 위해서는 신청서를 작성하여 지도 교수와 연구지원본부의 담당자의 승인을 득한 후 등록해야 한다.

- ② 장비 유지관리 및 보수의 목적으로 출입하고자 하는 경우, 담당자의 동행 또는 승인 하에 출입해야 한다.
- ③ 출입자 안전 교육이 필요한 실험실은 실별로 정한 별도의 교육을 선행하여 실시한 후 출입을 허가한다.

제5조(분석 및 공정 의뢰) ① 연구지원본부에서 지원 가능한 분석 및 공정에 대한 의뢰는 의뢰자와 장비 담당자간 사전에 직접 협의한다.

- ② 분석 및 공정을 의뢰하는 자는 담당자가 장비 또는 시설의 정상적인 작동과 안전을 유지하는데 필요한 정보 및 연구 내용을 파악할 수 있도록 협조하여야 한다.
- ③ 분석 및 공정 서비스는 선착순 응대하는 것을 기본 방침으로 하며, 장비 점검 및 수리 등 특이사항 발생 시에는 장비 담당자의 판단에 따라 의뢰 내용을 유보 또는 취소할 수 있다.
- ④ 의뢰자로부터의 특별한 요청이 없을 경우, 각 담당자는 의뢰 결과를 통보한 날로부터 7일을 초과한 시점에 시료를 폐기할 수 있고 3개월을 초과한 시점에 분석 및 공정 서비스 결과물 또는 결과 데이터를 폐기할 수 있다.

제6조(자율 사용 자격) ① 자율 사용 자격을 취득할 수 있는 자는 본 대학교에 소속된 대학원생, 연구원, 교수, 그리고 지도 교수의 승인을 얻은 학부생으로 제한한다.

② 자율 사용 자격은 각 실험실 별로 정한 조건(안전 교육, 장비 사용 교육, 평가 등)을 만족시키는 자에게 부여한다.

③ 자율 사용자 명단은 6개월마다 갱신하여 연구지원본부 홈페이지에 공지된다.

④ 장비 사용 최소 횟수(최근 6개월간 10회) 미만일 경우 또는 장비 담당자의 판단에 의하여 자격이 취소될 수 있으며, 자격이 취소되었을 경우 담당자와 협의 후 재교육을 통하여 자격 부여가 가능하다.

제7조(자율 사용자의 의무) ① 자율 사용자는 장비 사용시 교육 받은 내용을 준수하고, 특이사항 발생시 담당자와 반드시 협의하며 연구 장비·시설의 작동과 안전 유지에 협조하여야 한다.

② 자율 사용자는 해당 장비의 이용기간 동안 본인의 부주의로 발생한 사고, 기기 손상, 고장 및 분실 등에 대해 책임을 지고 보상한다.

③ 장비 사용 시작 시점의 24시간 전에 예약한 장비 사용 예약의 취소 기한은 예약한 사용 시간의 시작 시점으로부터 12시간 전 까지이며, 예약 취소를 원할 때는 반드시 장비 담당자에게 정규근무시간(평일 09:00~18:00) 중에는 전화 또는 메일로, 정규 근무시간이 아닌 때에는 메일로 연락을 취해야 한다.

④ 장비 사용 시작 시점으로부터 24시간 전에 예약한 장비 사용 예약의 취소 기한은 예약한 사용 시간의 시작 시점이 되기 전까지이며, 예약 취소를 원할 때는 반드시 장비 담당자에게 정규근무시간(평일 09:00~18:00) 중에는 전화 또는 메일로, 정규 근무시간이 아닌 때에는 메일로 연락을 취해야 한다.

⑤ 야간 또는 장비 담당자의 정규 근무시간(평일 09:00~18:00)이 아닌 때에 장비 사용 후에는 소등·출입문단속·주변 정리 등을 확인하고 퇴실한다.



제8조(자율 사용 제한) ① 연구지원본부는 사용자 다수의 편의와 쾌적한 연구환경 유지 및 사용자의 장비 사용 의식 수준 제고를 위하여 사용자에게 제재를 가할 수 있다.

② 제1항의 제재 기준은 「별표1.공용장비 사용자 벌점 부과 및 조치 기준」에 따른다.

제9조(시험분석료 청구) ① 분석 및 공정 의뢰자 또는 자율 사용자에게 분석 및 공정 종료 후 익월에 시험분석료 청구서를 발송하며, 시험분석료는 계좌로만 납입할 수 있다.

② 분석 및 공정 의뢰자와 자율 사용자는 「연구지원본부 운영규정」제8조에 정한 시험분석료 기준에 의하여 청구되는 금액을 소정의 절차를 따라 납부할 의무를 가진다.

③ 「연구지원본부 운영규정」제8조에 정한 시험분석료 기준은 의뢰 또는 사용 전에 의뢰자 또는 사용자에게 제공될 수 있다.

④ 최초 의뢰 또는 사용시에는 사업자 등록증 및 통장 사본을 연구지원본부 행정실에 송부하여야 한다.

⑤ 사업자 등록증의 변경이 있을 시 미리 행정 담당자에게 변경 사실을 고지하고 사본을 송부하여야 한다.

⑥ 시험분석료 청구서는 연구지원본부 행정실에서 발급하며, 청구서 송부 시점으로부터 1개월 이내에 납부하여야 한다. 납부가 연체되는 경우, 연구지원본부는 해당 사용자 및 연구실에 서비스 지원을 중단할 수 있다.

⑦ 분석 및 공정 의뢰자의 실수로 인해 분석 및 공정 과정에 소요되는 시간이 증가한 경우 시험분석료를 추가로 청구할 수 있다.

제10조(기타) 이 지침의 시행에 필요한 기타 세부 사항은 각 실별 규정에 따른다.



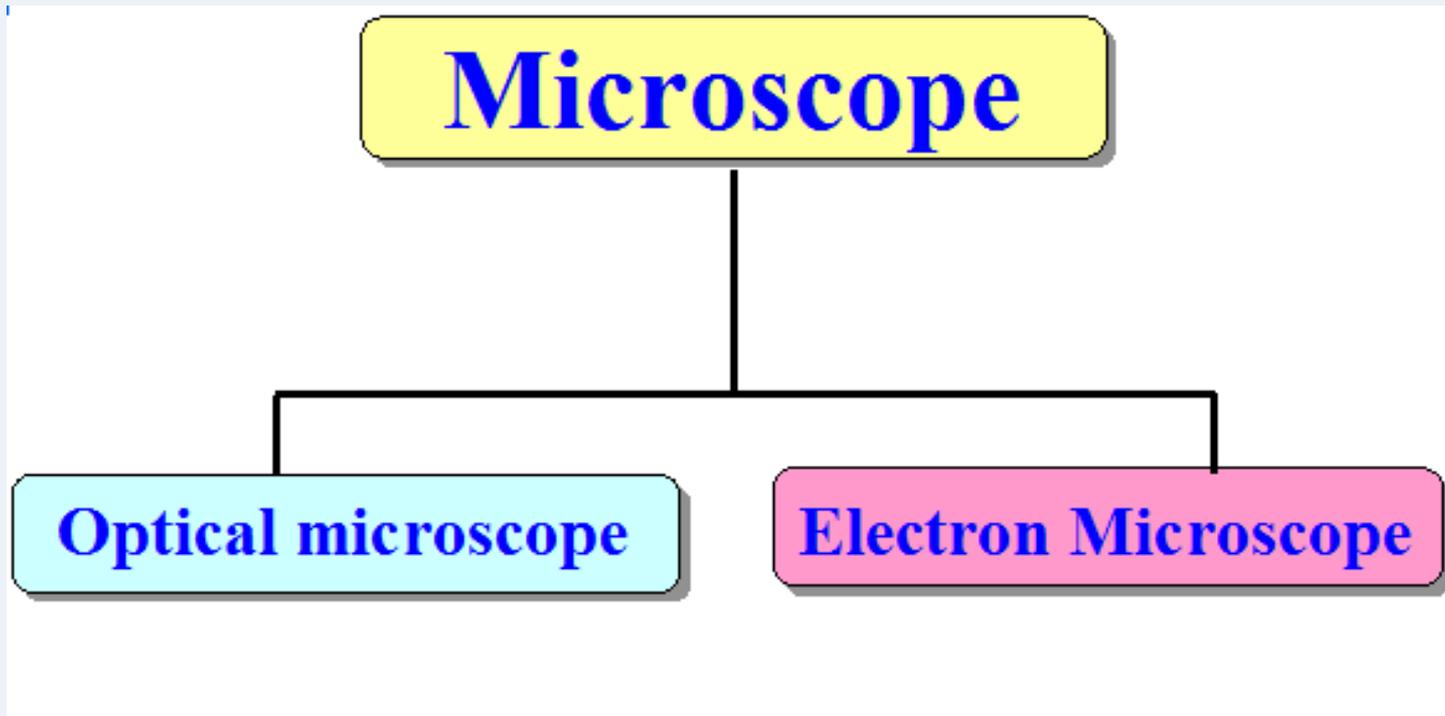
UCRF 벌점 부과 기준

순번	벌점 부과 내용	벌점
[장비 사용 자격]		
1	해당 장비에 대하여 직접 사용이 허가 되지 않은 사용자가 기기를 사용	5
2	장비 예약하지 않고 장비 사용	3
3	장비 예약자 본인이 아닌 자가 장비를 사용	3
[장비 사용 예약]		
4	허용시간 이외의 시간에 장비 예약 및 사용	1
5	장비 예약시간을 초과하여, 예약시간 종료 전에 초과시간에 대한 예약 없이 장비 사용	1
6	장비 예약 취소 사실 통보 없이 해당 시간에 장비 사용하지 않은 경우	3
7	「연구지원본부 운영지침」제7조의 내용을 기준으로, 장비 예약 취소 기한이 지나서 예약을 취소한 경우	1
8	예약 후 장비담당자에게 통보하지 않고 기기 사용	1
[부주의한 행동]		
9	장비 사용 중 허용되지 않은 기능 조작	3
10	장비 사용 중 장비의 이상이나 고장 발견 후 담당자에게 즉시 고지하지 않은 경우	3
11	사용자 부주의로 기기 손상 및 고장	5
12	사용자 부주의로 장비 부속품 분실 또는 파손	5
13	장비 사용 후 장비사용일지를 작성하지 않거나 허위 작성 또는 일부만 작성	1
14	담당자가 장비 또는 시설의 정상적인 작동과 안전을 유지하는 데에 반드시 파악해야할 시료의 정보를 제공하지 않아 장비 손상 및 고장을 초래	3
15	야간 또는 장비 담당자의 정규 근무시간이 아닌 때에 장비 사용 후 소등, 출입문단속, 주변 정리 등을 확인하지 않고 퇴실	3
16	유독 물질 및 가스의 누출 또는 화재 발생의 위험을 초래	5
17	타인의 개인물품(분석 및 공정 소모품 및 기자재)을 사전 동의 없이 사용하거나 훔치는 행위	5



UCRF 조치기준

구 분	별점	조 치 내 용
(장비 사용자 개인)		
개인에게 부과된 벌점 합산	5점 이상	장비 담당자가 사용자 및 지도교수에게 이메일로 통보(벌점 8점 이상일 시 장비 사용이 3개월간 금지됨을 공지)하고 해당 사용자의 벌점 내역을 기기실에 게시
	8점 이상	장비 담당자가 사용자 및 지도교수에게 사용자의 해당 장비 사용이 3개월간 금지되고 재교육 후 사용이 가능함을 이메일로 통보하고 지도교수에게 공문 발송, 해당 사용자의 벌점 내역을 기기실에 게시
(사용자 소속 연구실)		
동일 연구실에서 동일 장비에 대하여 연구실 소속 학생들에게 부과된 벌점 합산	12점 이상	장비 담당자가 지도교수와 해당 사립사에게 벌점 15점 이상일 시 해당 연구실의 해당 장비 사용이 3개월간 금지됨을 이메일로 통보
	15점 이상	장비 담당자가 지도교수에게 해당 연구실의 해당 장비 사용이 3개월간 금지됨을 이메일로 통보, 지도교수에게 공문 발송, 해당 사용자의 벌점 내역을 기기실에 게시
동일 연구실에서 연구지원본부 전체 장비에 대하여 연구실 소속 학생들에게 부과된 벌점 합산	20점 이상	연구지원본부에서 지도교수와 소속 학생에게 벌점 25점 이상일 시 해당 연구실의 연구지원본부 전체 장비 사용이 1개월간 금지됨을 이메일로 통보
	25점 이상	연구지원본부에서 지도교수와 소속 학생에게 해당 연구실의 연구지원본부 전체 장비 사용이 1개월간 금지됨을 이메일로 통보, 지도교수에게 공문 발송, 해당 벌점 내역을 연구지원본부 게시판에 게시



$$d = 0.61 \lambda / (n \cdot \sin \alpha)$$

d : resolution

λ : wave length

$n \cdot \sin \alpha \cong 1.5$

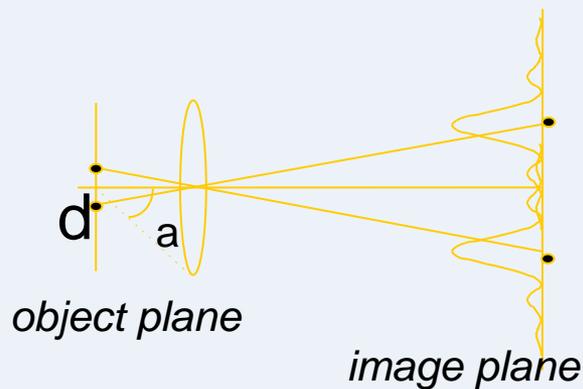
Characteristics		Type	O M	S E M
Hardware	HV		—	0.5~30kV
	Source		light	electron
	Atmosphere		air	vacuum
	Lens		glass	polepiece
Performance	Resolution		5 ~ 0.1 μ m	7 ~ 0.6 nm
	Focal Depth (X500)		shallow (2~3 μ m)	deep(0.1~1mm)
	EDX		N/A	possible
	Color		color	B/W
	Mag		$\sim \times 10K$	$\sim \times 800K$
Software	Field		wide	wide
	Sampling		easy	easy
	Sample size		large	large
	coating		none	depends
	image		Transmitted/reflected	Surface

Comparison among OM and SEM

- 분해능(Resolution) : 아주 가까이 있는 두개의 점을 분리해서 볼 수 있는 능력(크기)

- **Rayleigh Criterion**

$$\delta = \frac{0.61\lambda}{n \sin \alpha}$$



For Light microscopy:

$n=1.5$ (oil)

$\lambda=400$ nm

$\alpha=60^\circ$

$d=200$ nm

- 점 위치에 따른 분해능

Well resolved



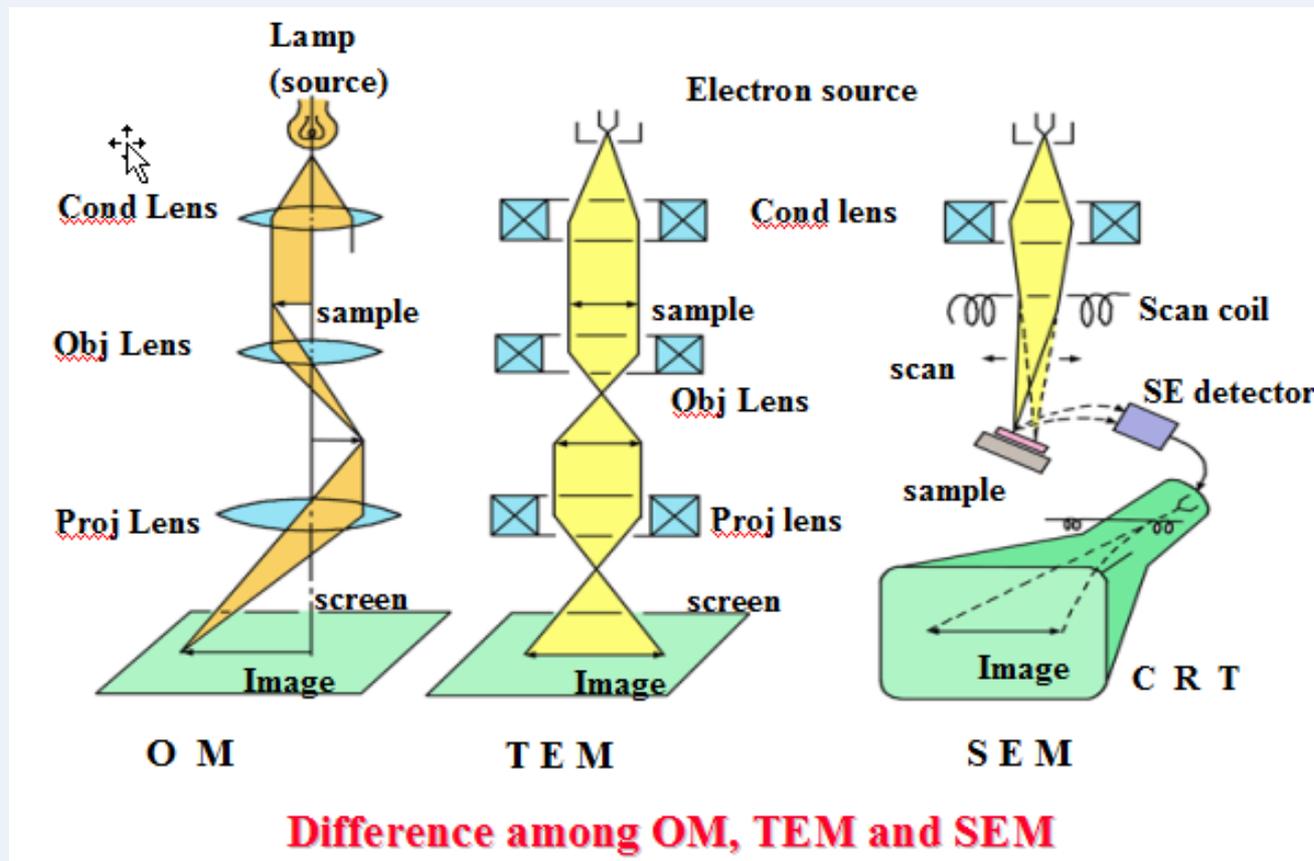
Barely resolved

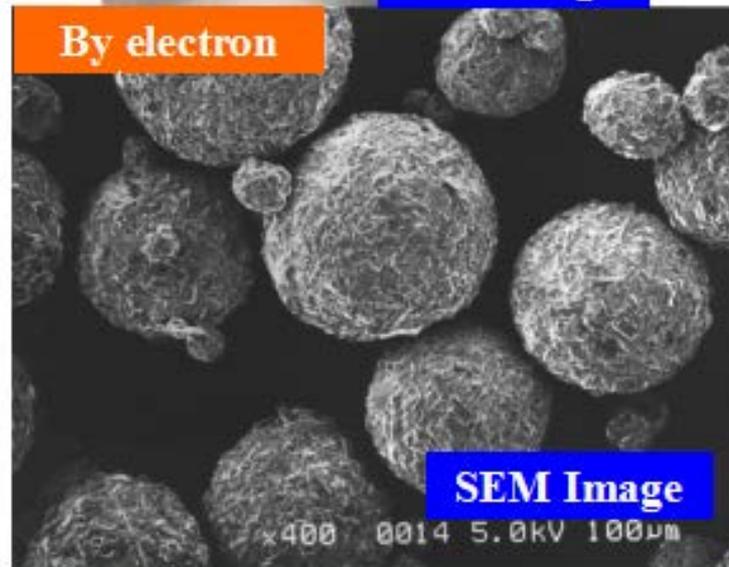
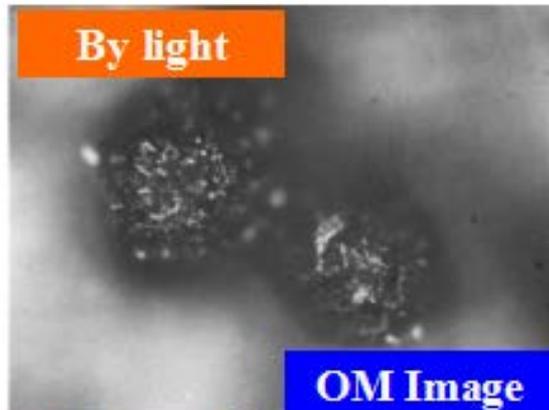


Not resolved



$$\lambda = \frac{1.23}{\sqrt{V}}$$





* 주사전자현미경(SEM:Scanning Electron Microscope)

*. 미세조직학적 분석

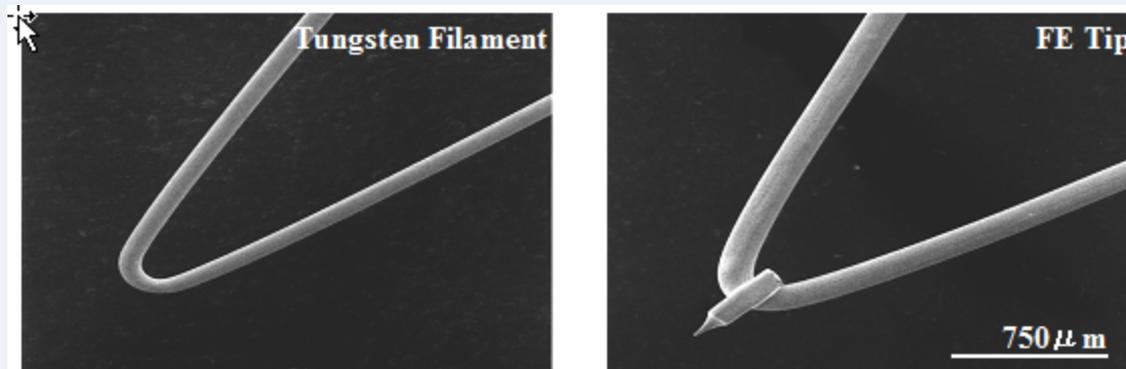
- 1) 미세조직의 관찰:고 배율,고 분해능
- 2) 굴곡진 표면형상의 관찰 : 저 배율,depth of field

*. 화학분석(정성 및 정량)

- 1) EDS : Energy Dispersive Spectrometry
- 2) WDS : Wave-Length Dispersive Spectrometry

*. 결정학적 분석

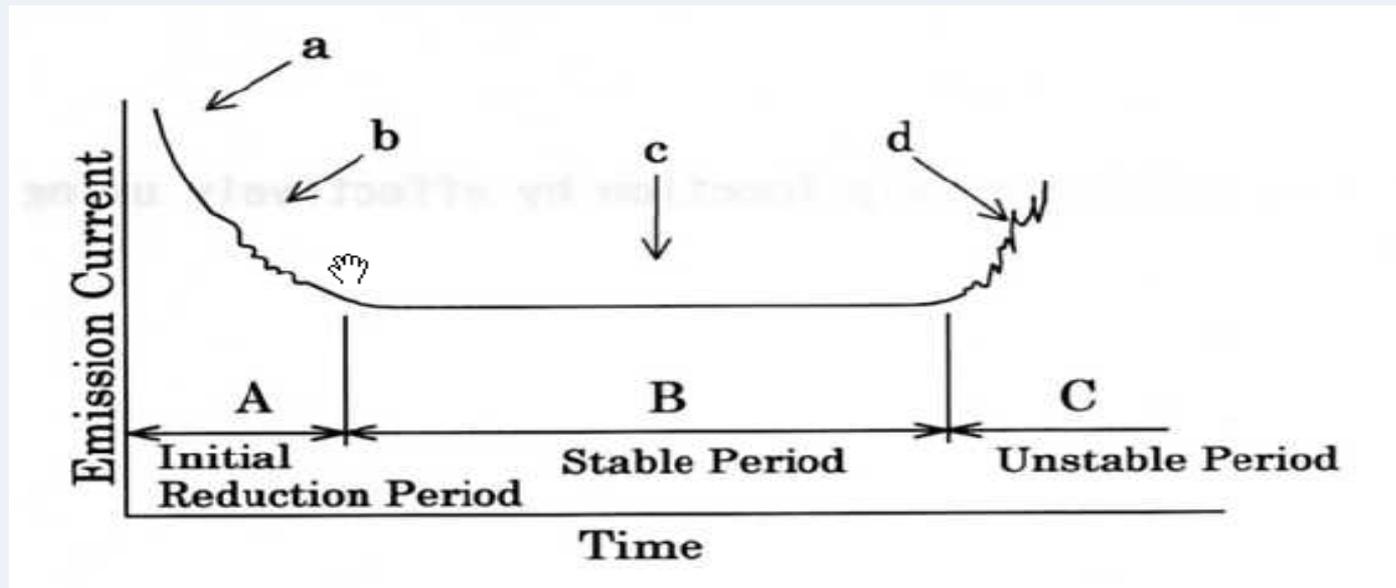
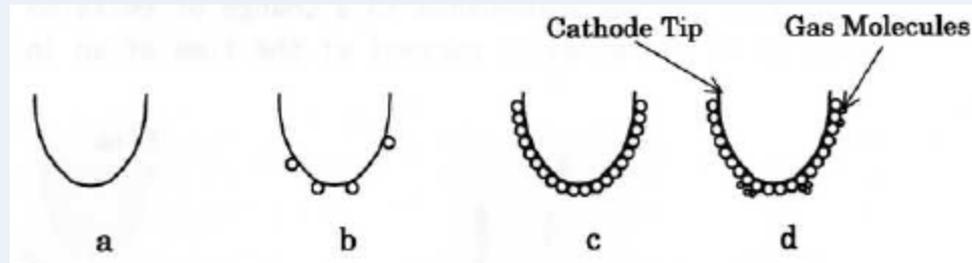
- 1) ECP : Electron Channeling Pattern
- 2) EBSD : Electron Back-Scattered Diffraction



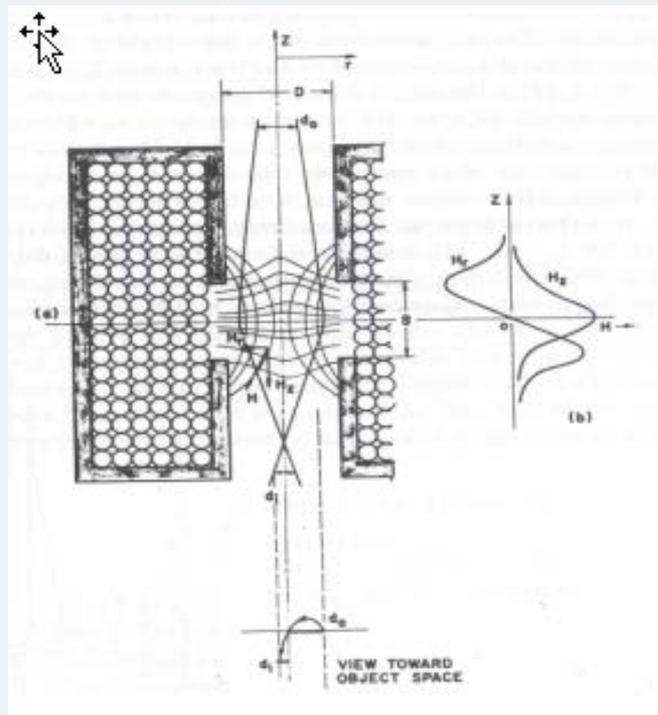
Electron Source	Tungsten Filament	Field Emission
Type of Emission	<u>Thermionic</u>	Cold FE
Operating Vacuum (Pa)	10^{-5}	10^{-8}
Brightness ($A/cm^2 \cdot str$)	5×10^5	10^8
Source Size (μm)	30	0.01
Energy Spread (eV)	2.0	0.2
Life Time (h)	50	4000

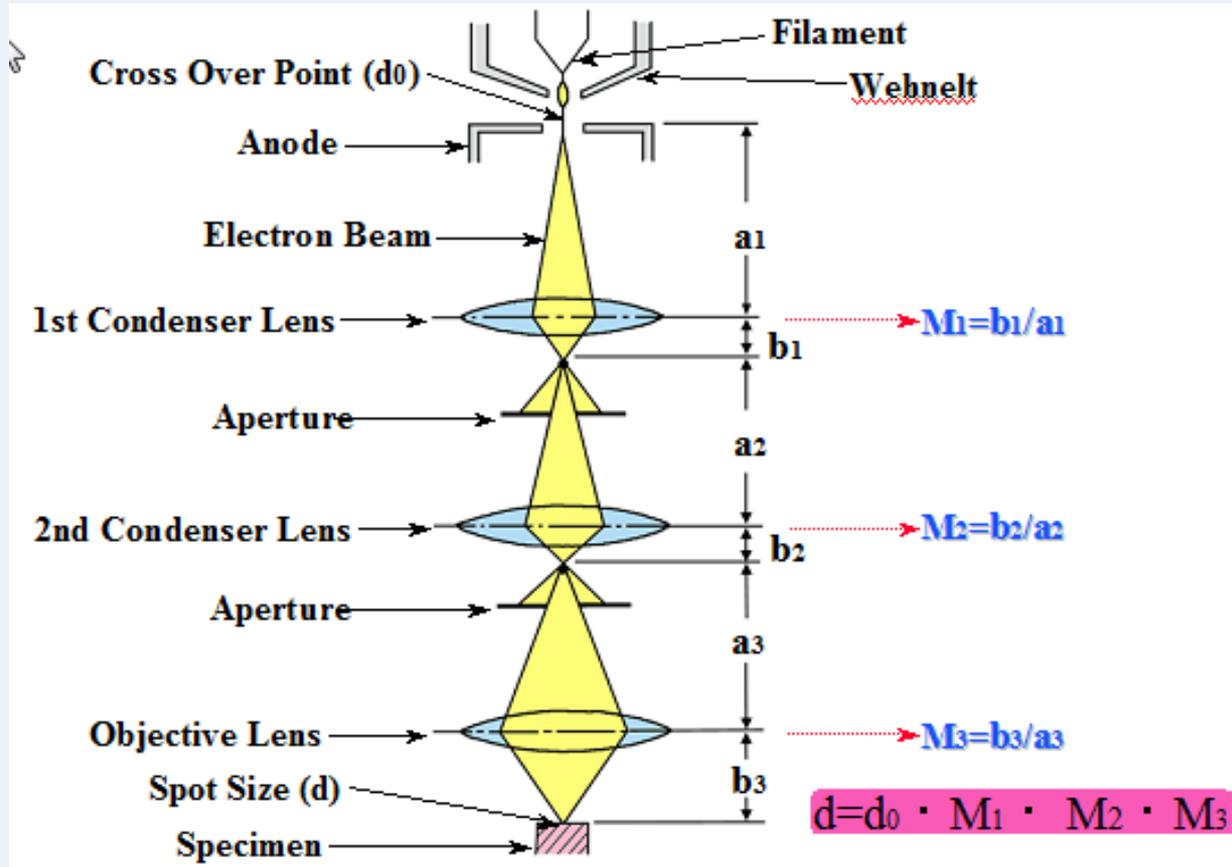
Comparison of electron sources

Source properties	Tungsten W	Thermal FE ZrO/W	Cold FE W(310)
Virtual source size (nm)	100 ~ 200	15 ~ 30	2.5 ~ 3.5
Energy spread (eV)	2.0	0.3 ~ 1.0	0.2 ~ 0.3
Beam fluctuation (%)	Less than 1	1 ~ 2	3 ~ 4
Emission current (mA/sr)	More than 1	0.1 ~ 1	Less than 0.1
Source brightness	1	500	1000
Tip activation	Needed at time of use	Needed continuously	Needed at time of use
Typical exchange period	2 months	8 ~ 12 months	3 ~ 4 years
Source exchange cost	¥4,400 each	¥300,000 without gun exchange	¥80,000 each Only tip
Operating vacuum (Torr)	10^{-5}	10^{-9}	10^{-11}

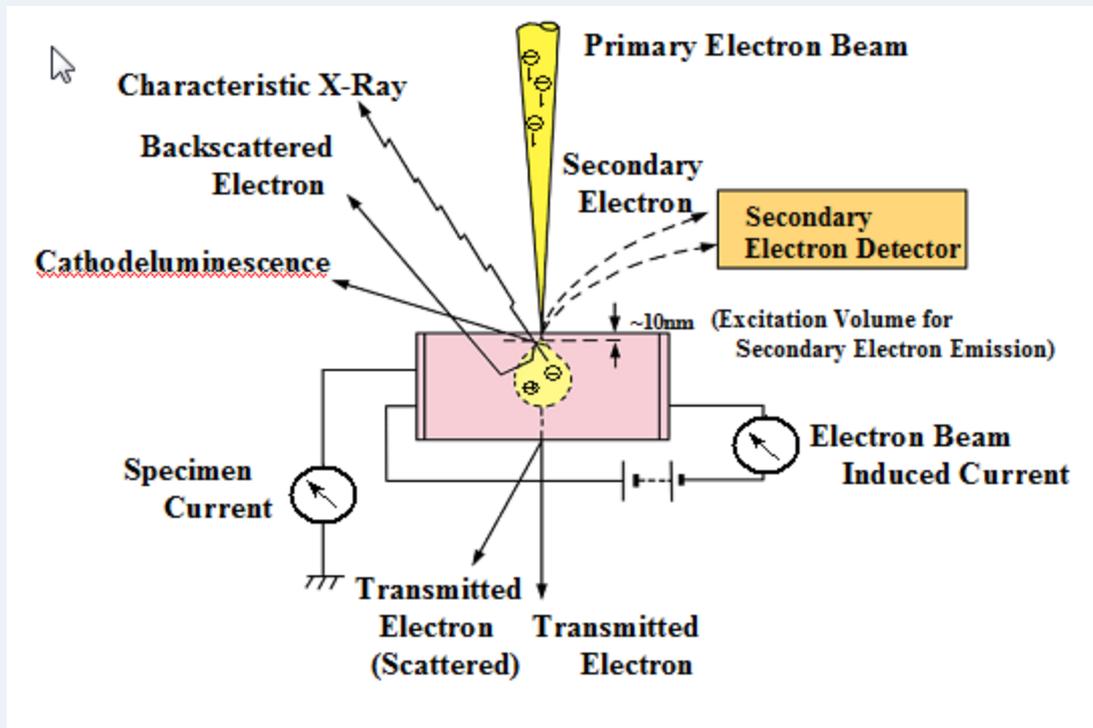


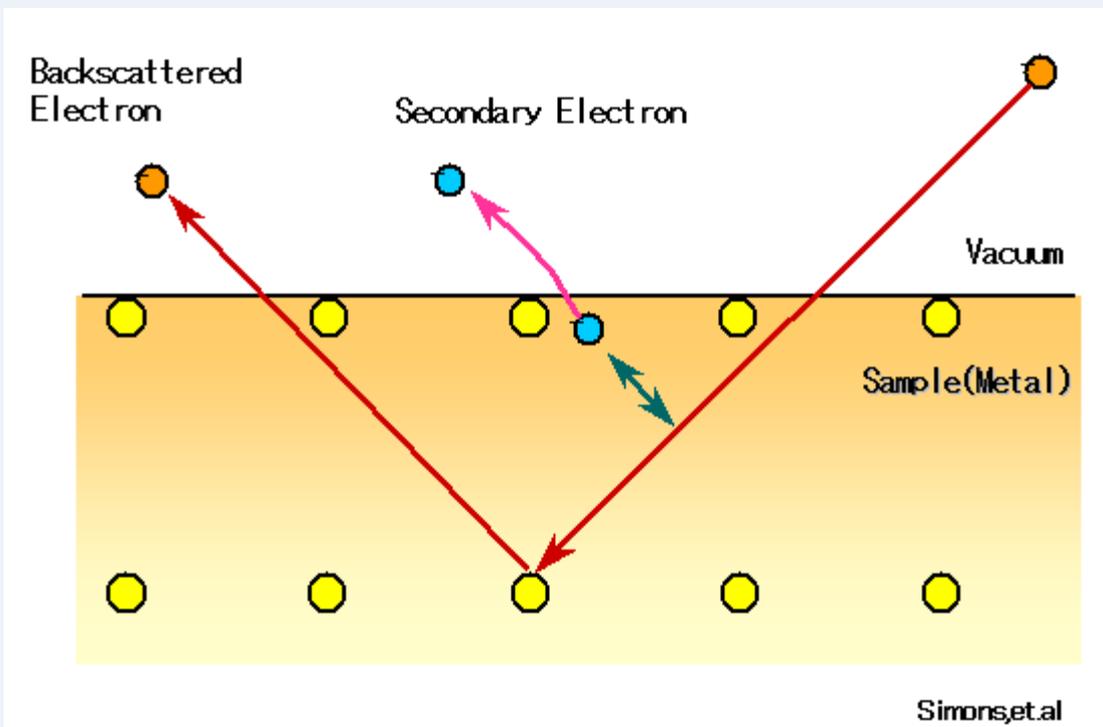
$$F = -e(v \times B)$$

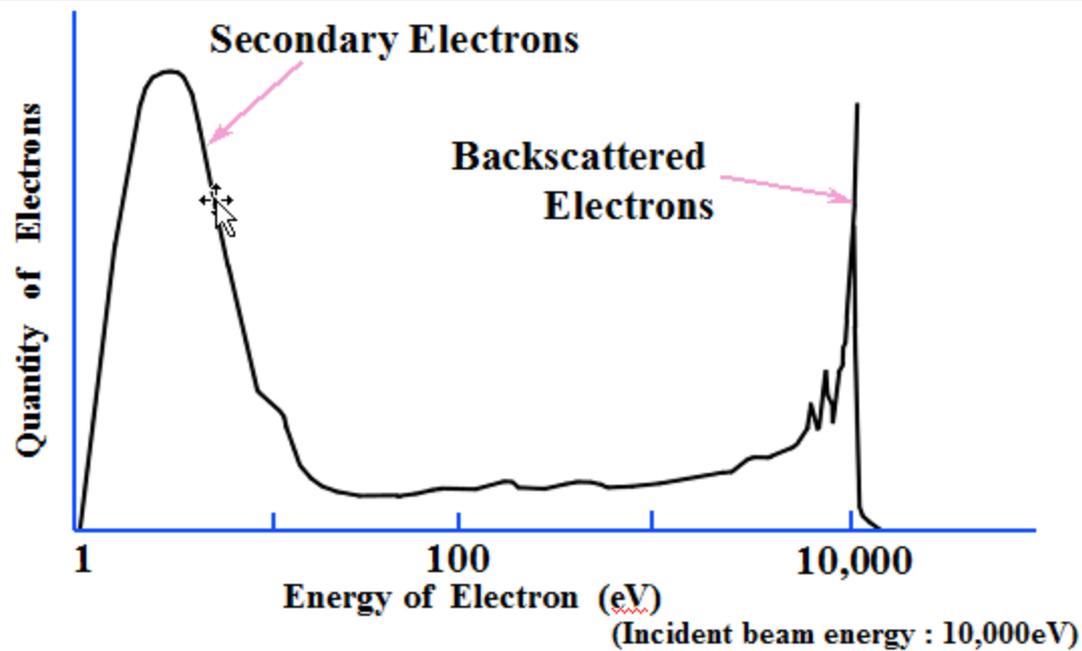




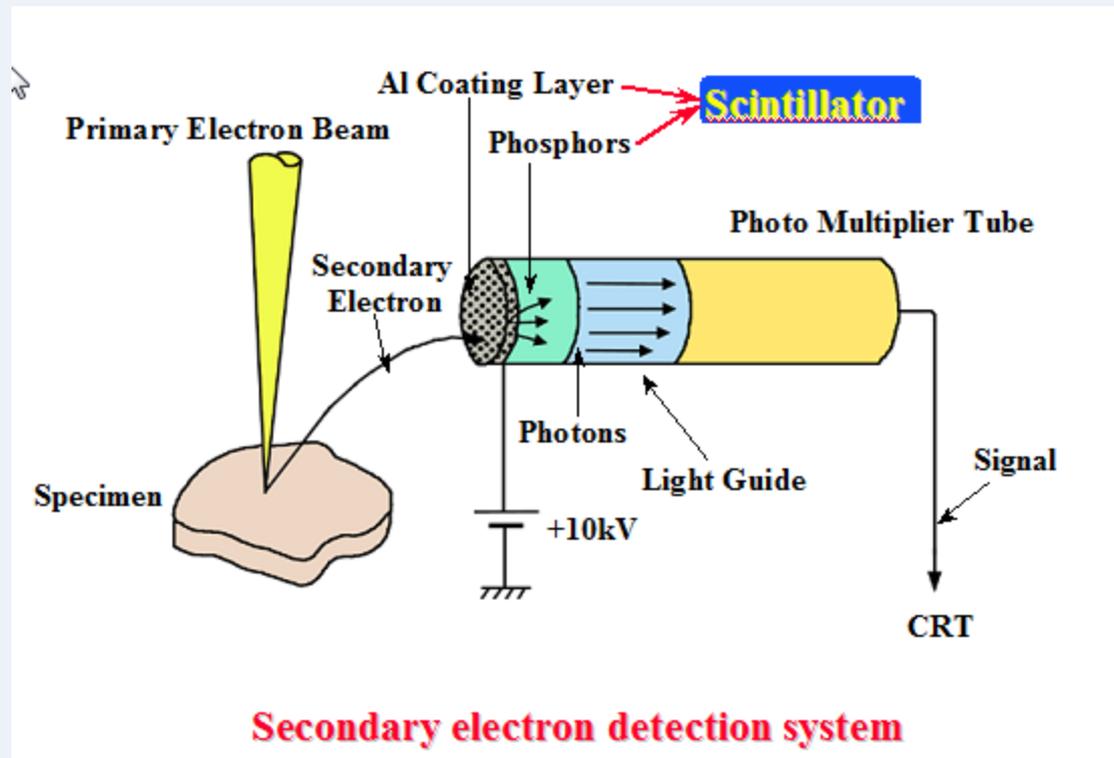
The Lens system of a scanning electron microscope

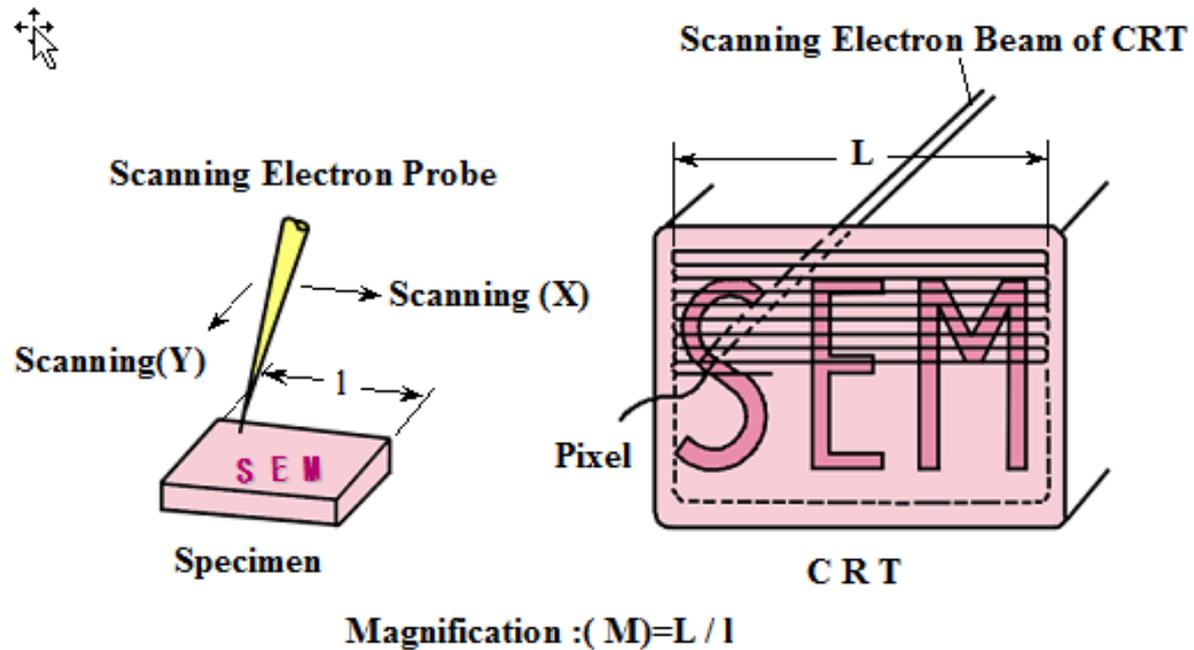




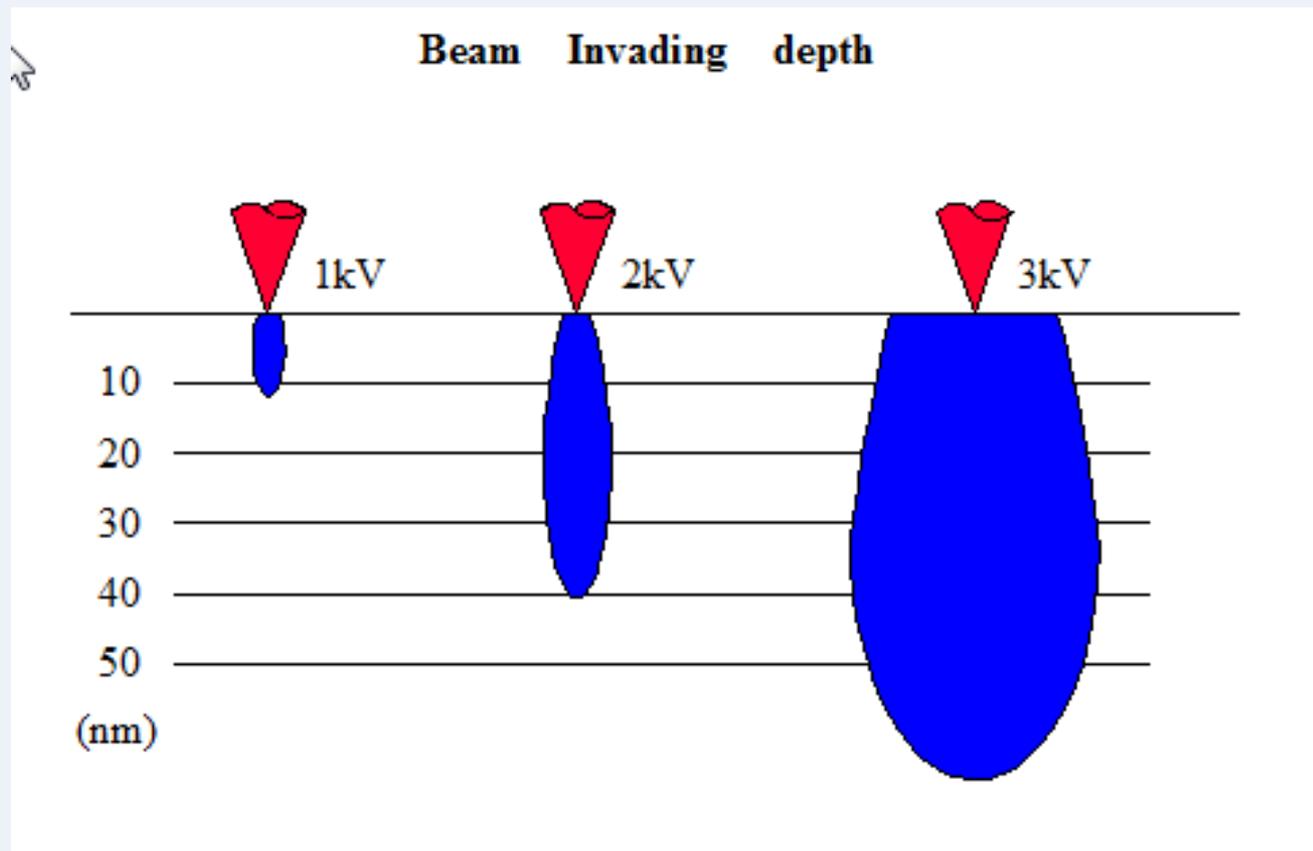


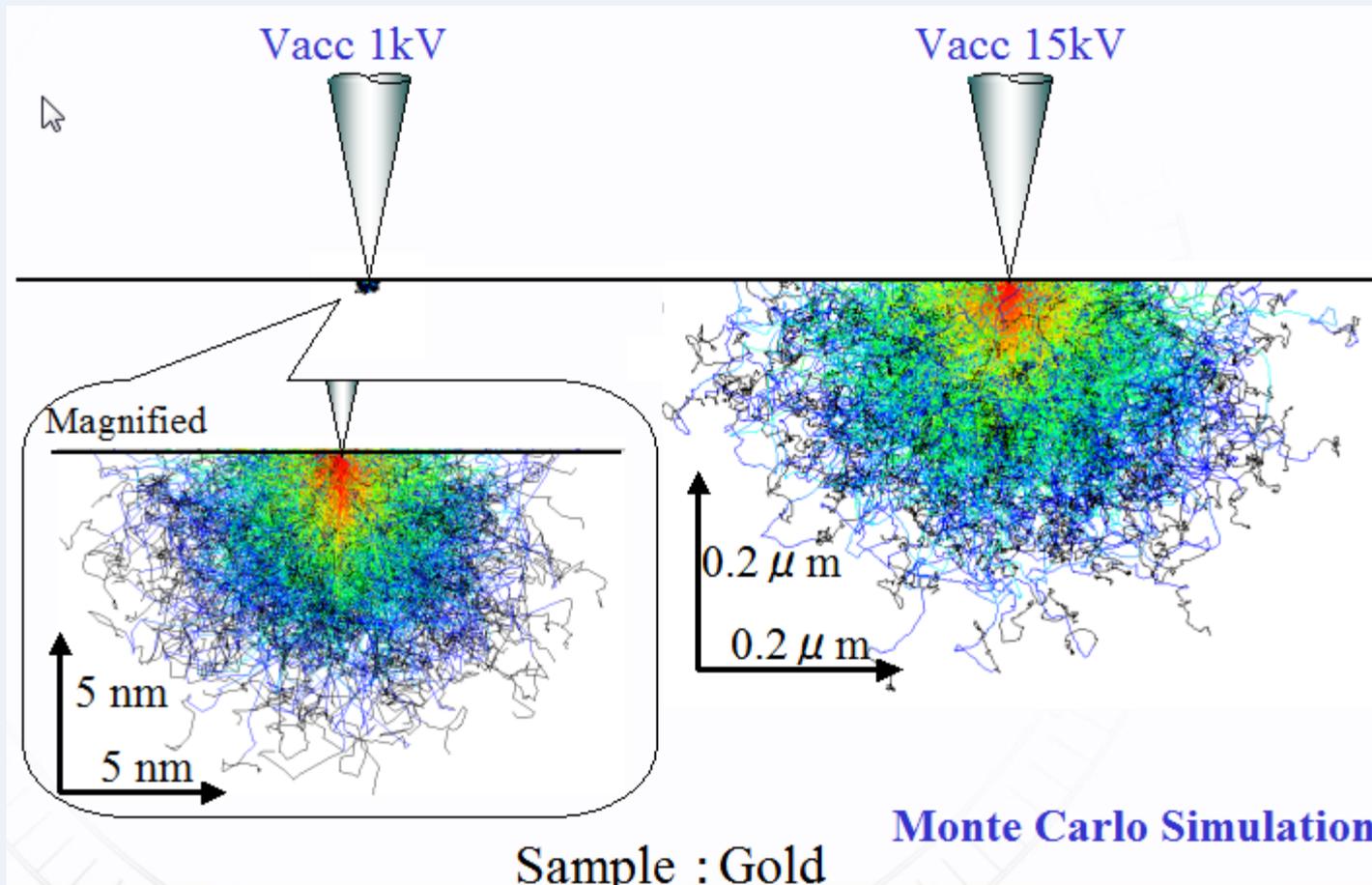
Energy spectrum of the electrons emitted from a specimen

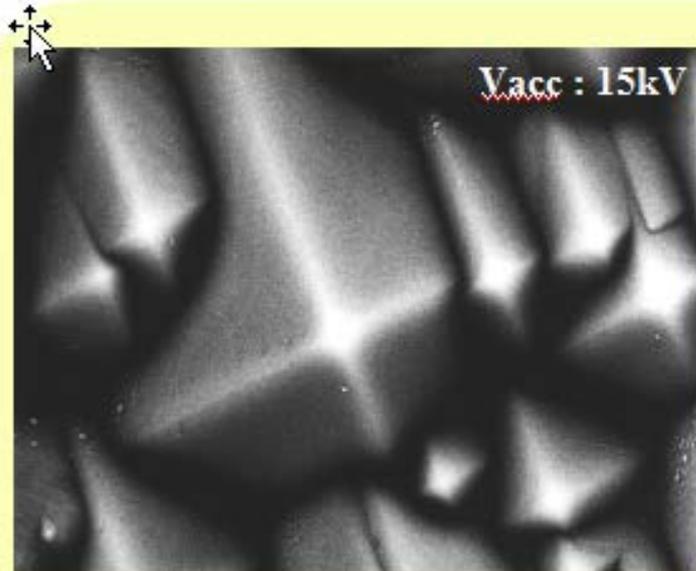




Magnifying mechanism in the SEM

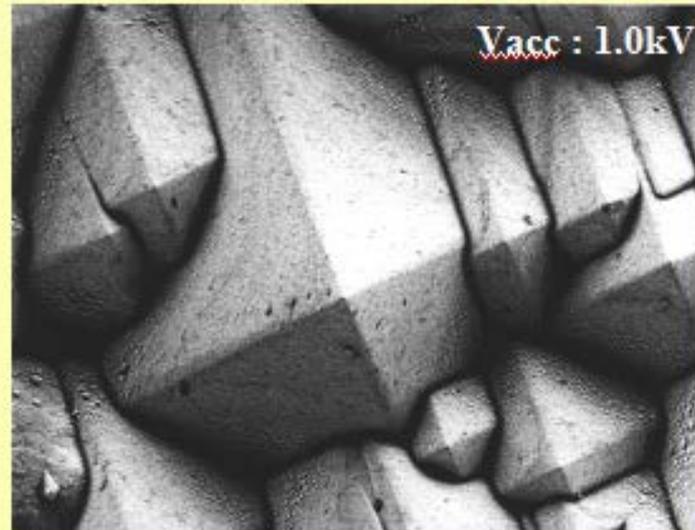






Vacc : 15kV

High Accelerating Voltage

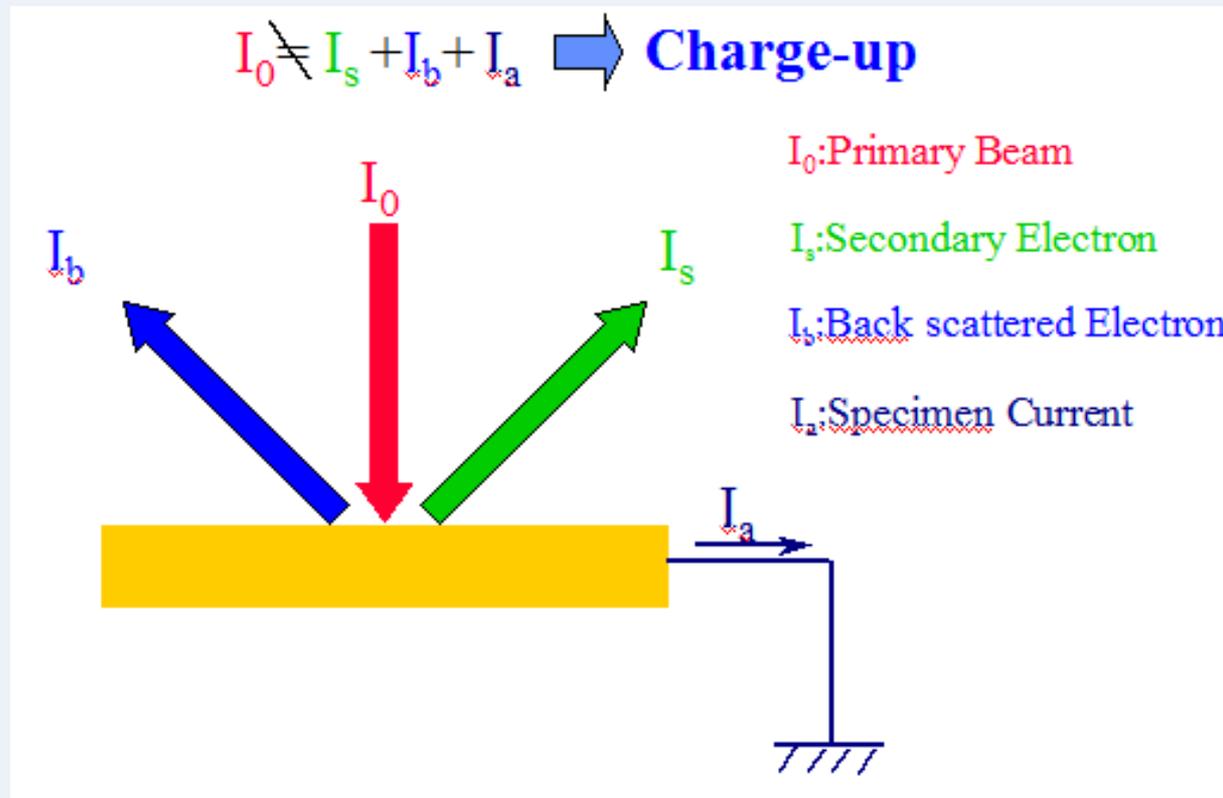


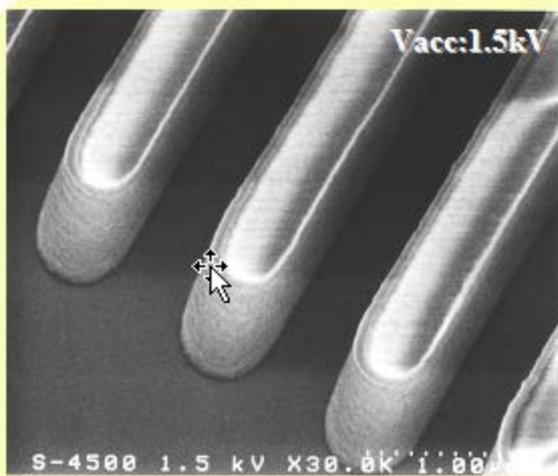
Vacc : 1.0kV

Low Accelerating Voltage

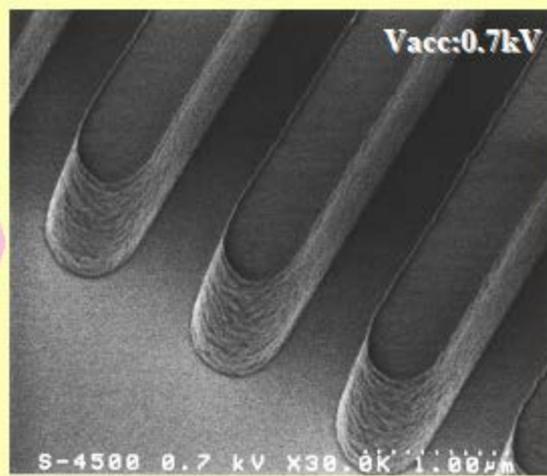
Specimen : Solar Battery

Comparison of high and low accelerating voltage



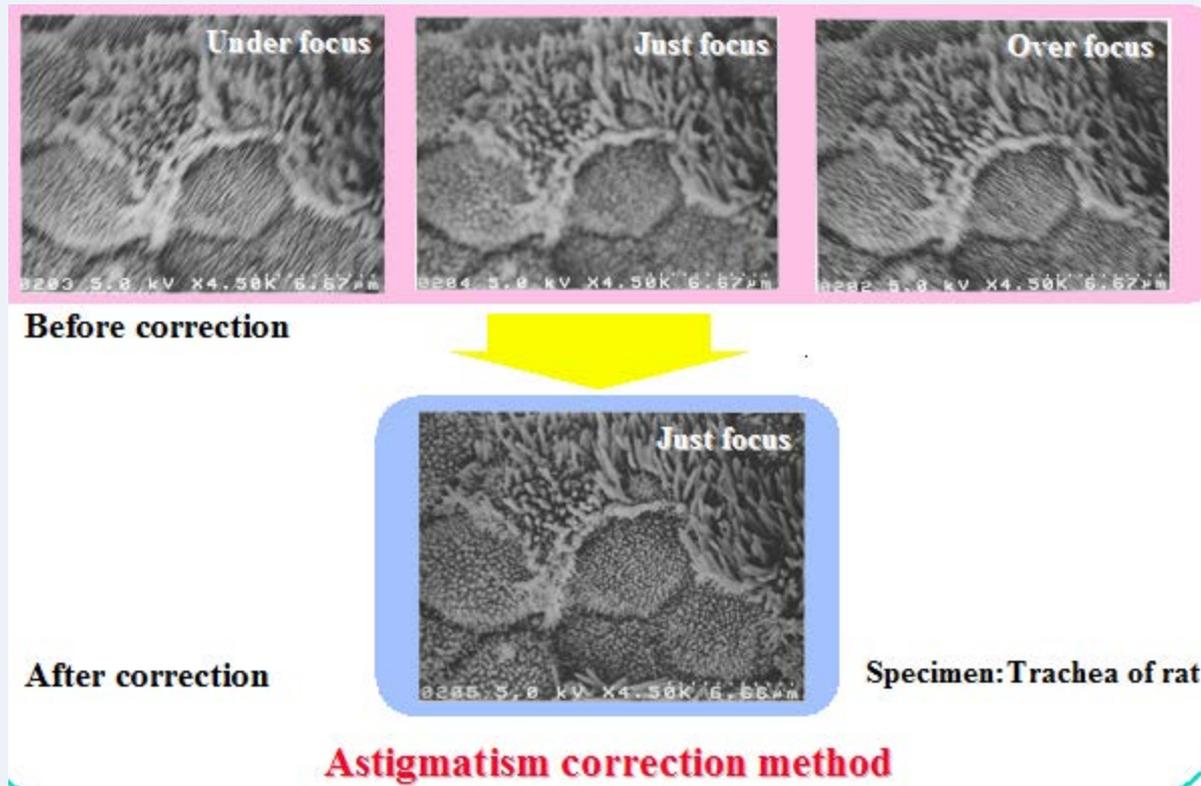


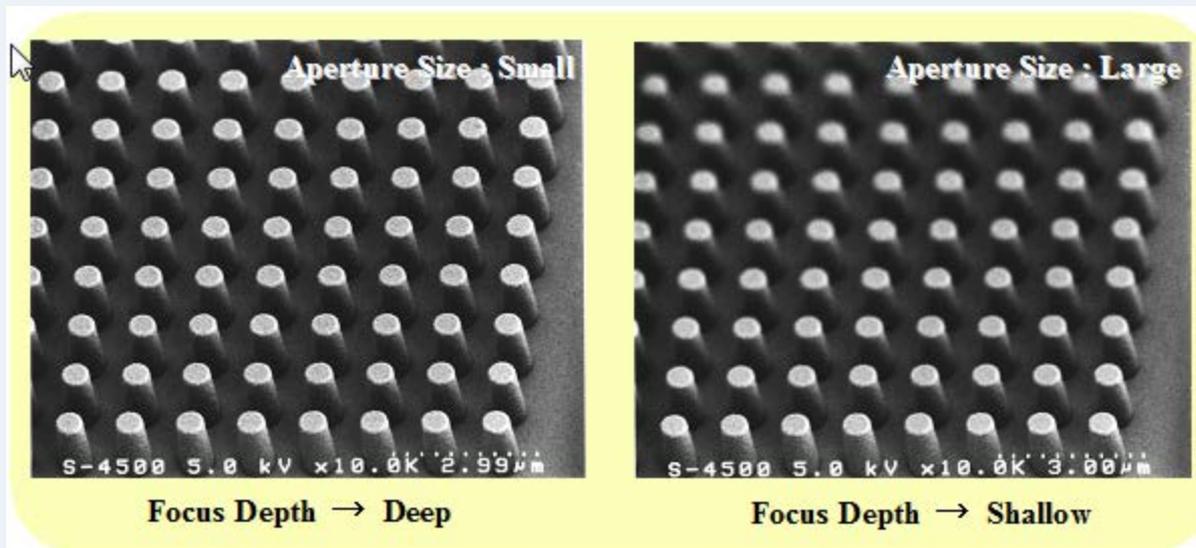
Charge-up Phenomena



Eliminate Charge-up Phenomena

Specimen : SiO₂ on Photo Resist Line Pattern





Specimen : Si on Photo Resist Pattern

Comparison of objective movable aperture hole size

Relationship between Acceleration Voltage and Image Quality

Accelerating Voltage (kV)	5		10		15		25	
	Low	High	Little	Much	Much	Little	Large	Small
Resolution	←	→	←	→	←	→	←	→
Charge-up	←	→	←	→	←	→	←	→
Contamination	←	→	←	→	←	→	←	→
Effect by disturbances	←	→	←	→	←	→	←	→
Image quality	←	→	←	→	←	→	←	→
Non-evaporated specimen observation	←	→	←	→	←	→	←	→
X-ray analysis	<div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;">X-ray</div>							
Secondary electron signal	←	→	←	→	←	→	←	→