Seeing is Believing! (TEM for Polymer Microscopy)

정 희 태

1. 서 론

현대과학이 매크로한 공정중심에서 마이크로미터 이하의 과학기술로 발전하면서 물질의 미세한 부분을 해석할 수 있는 구조분석에 관심을 가지게 되었다. 특히, 유기재료에서 나타나는 다양하고, 새로운 형태의 구조가 제안되면서, 간접적인 방법보다는 명확하고 직접적인 관찰 방법이 더욱 중요하게 되었다. 유기재료의 구조는 마이셀, 리포조옴의 저차원적 구조에서부터, lamellae, hexagonal, cubic 등의 고차원적 구조까지 매우 복잡하고 다양하다. 이러한 미세 구조의 직접관찰은 광학현미경에서부터 전자 및 원자현미경까지 다양한 형태의 현미경을 사용하여 관찰하고 있다. 산란법, 분광학 등의 간접방법은 평균적인 구조해석에 기인하고, 정확한 구조해석을 위해서는 모델이 제시되어야 한다. 이에 비하여, 직접관찰법은 평균적인 구조관찰 뿐만 아니라 특정위치의 구조를 직접 관찰할 수 있다는 보다 적극적인 방법이다. 원자 및 분자구조, 결함, 계면과 경계의 미세한 부분과 기계, 전기, 광학적 물성과의 상관관계가 직접관찰에 의하여 해석되고 있다.

최근에 명확하게 밝혀지고 있는 대부분의 지식은 직접관찰을 근간으로 하여 입증되고 있다. 예를 들면, 계면활성제의 수용액에서 나타나는 worm-like 마이셀의 존재는 오랫동안 간접적인 지식을 통하여 알고 있었으나, entangle 형태로 존재한다는 사실은 전자현미경을 이용한 직접관찰에 의하여 최근에 밝혀진 사실이다. 뿐만 아니라, 액정에서 나타나는 기존의 구조들도 직접관찰에 의하여 새로운 형태로 제안되고 있다. 대부분의 우수한 과학잡지가 직접관찰법을 중요하게 다루는 이유도 "seeing is believing"이라는 평범한 사실에 기인하기 때문이다. 본고에서는 고분자를 포함한 유기재료의 직접관찰에 사용되는 현미경을 비교하고, 특히 상대적으로 해상도가 매우 우수한 분석방법이면서도 사용법이 난이한 투과전자현미경(Transmission Electron Microscopy: TEM)의 유기재료 분석방법과 장단점에 관하여 고찰함으로써 고분자재료의 미세구조분석에 도움이 되고자 한다.

2. 본 론

정희태
1987 연세대학교 화학공학과 (학사)
1989 KAIST 화학공학과 (석사)
1989-1994 삼성종합기술원 광소자연구실
1994-1998 Case Western Reserve University 고분자공학과 (박사)
1998-2000 University of California, Santa Barbara 화공 및 재료공학과 (Post-Doc.)
2000-현재 KAIST 생명화학공학과 조교수

Seeing is Believing! (TEM for Polymer Microscopy)
KAIST 생명화학공학과 (Hee-Tae Jung, Department of Chemical & Biomolecular Engineering, Korea Advanced Institute of Science & Technology, Daejeon 305-701, Korea)

2.1 현미경의 종류

그림 1은 물질의 크기를 개략적으로 나타내었다. 일반적으로 인간의 눈은 0.1 mm까지 관찰이 가능하다. 그 이하의 크기인 고분자 결정에서 나타나는 구정(spherulite)은 수십 마이크로미터(μm) 크기로서 광학현미경(Optical Microscopy: OM)에 의존해야한다. 수백 나노(nm) 크기인 액정의 도메인은 광학현미경으로 관찰이 불가능하므로, 특수광학현미경, 전자현미경, 주사탐침현미경(Scaning Probe Microscopy: SPM)을 사용하여야 한다. 원자결정의 크기인 나노미터 크기 이하는 고해상도 투과형 전자현미경(high resolution TEM : HR-TEM)이나, SPM이 적합하다. 고분자구조를 예로 들면, 결정성 고분자의 벌크 상태는 눈으로 관찰이 가능하며, 결정성 고분자를 형성하고 있는 고분자 구정은 광학현미경으로, 구정을 형성하고 있는 사슬이 folding된 lamellae 구조는 전자현미경으로, lamellae를 형성하는 고분자사슬의 분자 및 원자배열형태는 HR-TEM 및 SPM으로 관찰 가능하다. 광학현미경의 일반적인 해상도는 대략 500 nm 수준이며, 이는 사용하는 광원의 파장이 가시광선 영역이기 때문이다. 따라서, near-field scanning 광학현미경을 제외한 투과, 반사 메카니즘을 이용하는 모든 형태의 광학현미경, 즉, 편광, 형광, 상 컨트라스트(phase contrast), 간섭(differential interference), brewster angle, confocal, infrared, Raman 광학현미경의 해상력은 이 범위에 적용된다. 마이크로미터 이하의 크기 관찰을 위해서는 전자현미경과 SPM을 이용하여야 한다. 해상도가 4 nm 수준인 주사전자현미경(Scaning Eelectron Microscopy:SEM)과 0.3 nm의 해상력을 가지고 있는 SPM은 시료의 표면을 관찰하며, 일반적으로 TEM에 비하여 컨트라스트(contrast)와 해상력은 다소 떨어지나, 비교적 측정이 간단하며 시편의 제조가 용이하다. SEM은 TEM과 유사한 현미경구조로 되어 있으며, TEM이 투과 빔을 이용하는 반면에 SEM은 스캐닝한 시료의 electron detector가 시료로부터 나오는 반사 신호(secondary electron과 backscattered electron)를 감지하고 이미지화 한다. 최근에 SPM중 유기재료와 같은 부도체에 사용하는 Atomic Force Microscopy(AFM)의 혁신적인 기술개발은 TEM의 해상도에 근접하고 있을 뿐만 아니라, 고진공을 필요로 하지 않기 때문에 박막의 구조와 같은 광 혹은 전자투과에 손상되기 쉬운 물질의 분석 등, 그

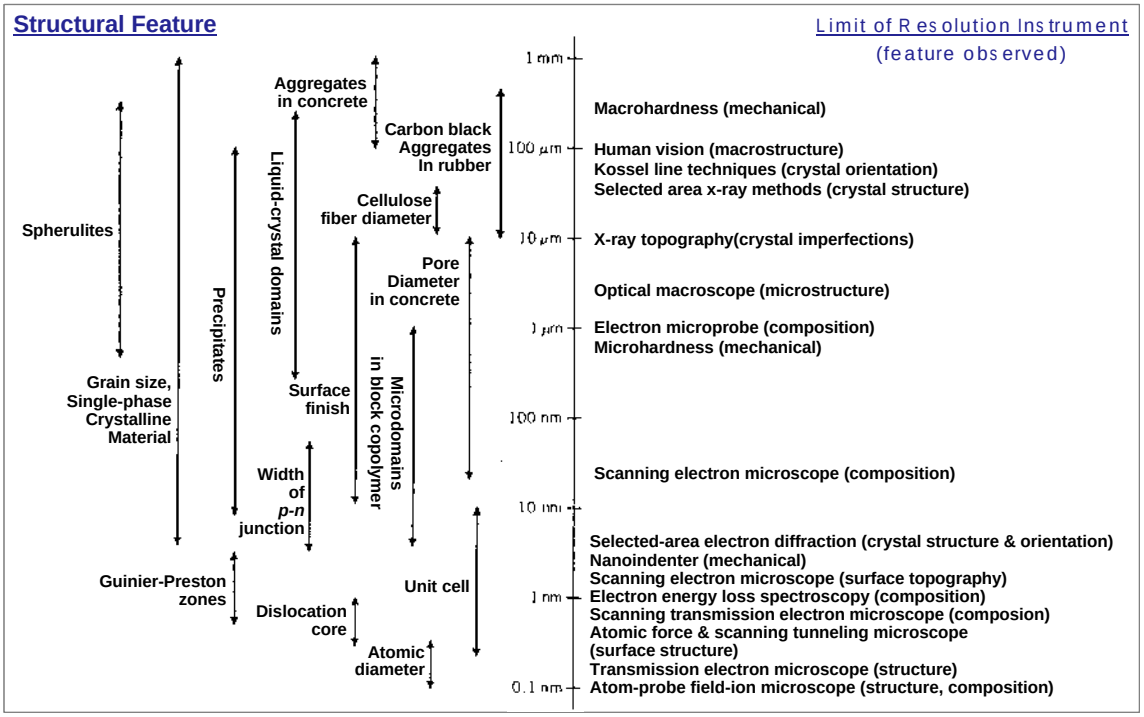

그림 1. 물질 구조의 크기와 상응하는 현미경의 해상도.

표 1. 현미경의 종류와 비교

Technique	OM	SEM	TEM	AFM
Resolution	300 nm	10 nm	0.2 nm	0.3 nm
Magnification range	2 - 2000	20 - 1×10^5	200 - 2×10^6	1000 - 2×10^6
Can observe	surface, or bulk if transparent	Surfaces only	'bulk', but very thin films, less than 0.2 mm	surface
Specimen environment	ambient	High vacuum	High vacuum	Ambient, high Vacuum or fluid
Radiation damage	none	little	severe	none
Specimen preparation	easy	easy	very difficult	easy
Chemical analysis	no, unless connected to μ Raman	yes, X - ray	yes, X - ray and electron Energy loss	no
Can detect molecular orientation	yes	no	yes	no

응용범위가 매우 넓다고 할 수 있다. 앞에서 서술한 현미경들과 비교하여 TEM은 상대적으로 시편 제조와 사용법이 매우 어렵다. 특히, 유기재료와 같은 전자빔에 약한 물질은 높은 수준의 장비 조작 기술을 반드시 이해하여야 관찰이 가능하다. 그러나, TEM의 사용법을 깊이 이해하고, 조작법에 익숙하게 되면 컨트라스트가 가장 명확하고 고해상도를 얻는 최상의 방법이며, 전자산란(electron diffraction:ED)을 이용할 수 있다는 장점과 냉동전자현미경의 보완으로 인한 수용액에서의 구조를 관찰할 수 있는 lyotropic system의 직접관찰도 가능하게 하는 가장 우수한 직접관찰 방법이다. 표 1에 여러 형태의 현미경을 비교하였다.

2.2 TEM의 개략도

TEM의 구성은 기본적으로 광학현미경과 유사한 구성으로 되어 있으나, 광원, 렌즈의 형태 등이 광학현미경에 비하여 복잡하다(그림 2). 고진공상태에 있는 전자총, 전자기렌즈, 조리개, 스크린으로 구성이 되어있고, 전자총의 종류는 텅스텐과 LaB_6와 같이 열전자방식과 Field Emission Gun (FEG) 방식이 있다. 일반적으로 FEG의 교차점 직경이 가장 작아서 해상도가 우수하고, 수명도 상대적으로 길다는 장점이 있으나, 가격이 고가라는 점과 진공도가 다른 전자총을 이용하는 것 보다는 높아야 한다는 단점이 있다. 전자총에서 나온 전자들은 교차점을 형성하고, 집광렌즈(condenser lens)에서 집광되어 시편을 통과한다. 시편은 X-Y를 축으로 하여 좌우 이동할 수 있을 뿐 아니라, 시편을 여러 각도로 기울임(tilt)이 가능하다. 고분해능 전자현미경의 경우 렌즈의 간격이 상대적이 작기 때문에 경사각도가 작다. 이러한 tilt 방법은 현미경의 2차원적 이미지를 3차원적으로 관찰 가능하다는 관점에서

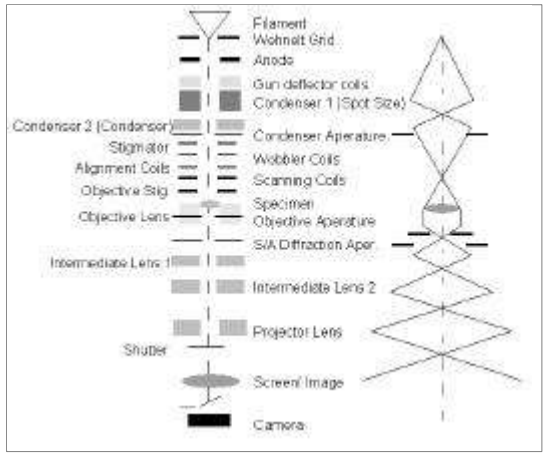

그림 2. TEM 개략도.

매우 유용하다. 시편을 통과한 전자들은 투과와 산란전자를 형성하여 대물렌즈(objective lens)를 통과하며, 이러한 산란전자의 영향은 대물렌즈의 설계와 수차가 매우 중요하게 되며 전체 TEM의 전체적인 성능에 중요한 영향을 미친다. 대물렌즈에 의하여 형성된 영상은 50 - 100배 정도가 되며, 이는 중간렌즈와 투영렌즈에 의하여 원하는 크기로 확대되어 스크린에 투영된다.

2.3 분해능 (TEM Resolution)

TEM의 분해능은 세가지 효과에 의하여 결정된다.

$$d_{diff} = \frac{0.6l}{a} \quad (1), \qquad d_{chromatic} = C_c\, a\, \frac{\Delta E}{E} q_{max} \quad (2),$$

$$d_{spherical} = C_s\, a^3 \quad (3)$$

여기서, λ: 파장, α: 대물렌즈의 조리개와 이루는 각도, C_c : chromatic aberation constant, C_s : spherical aberation constant, E : 전기장을 나타낸

다. 파장은 가속전압의 함수로서, 가속전압이 높을수록 전자파의 파장이 작아지므로 해상도가 증가한다. Chromatic 수차(aberation)는 전자총으로부터 나오는 전압의 편차에 의한 영향으로서 100 eV에서 1 eV의 에너지 분산이 0.2 nm의 해상도를 감소시킬 수 있지만, 최근에 기술개발로 인하여 이러한 문제는 많이 보완되어 왔다. 렌즈의 집광면의 위치 분산에 의하여 생기는 구면 수차 (spherical aberation)는 TEM의 해상도에 중요한 영향을 미친다. 따라서, TEM의 해상도는 위의 세가지 효과를 고려한 값이 실제 해상도 값이 된다. 위의 식을 이용하고, 렌즈 수차등을 고려하면, 400 kV 가속전압에서 0.17 nm 정도까지의 해상도가 가능하다. 최근에는 500 kV에서 수 MV 가속전압의 사용으로 해상력(~0.1 nm)을 더욱 높였을 뿐만 아니라, 두꺼운 시료의 분석에도 유용하게 사용하여, 벌크에 상당하는 두께 시료의 분석에도 접근하고 있다.

2.4 컨트라스트 메카니즘 (Contrast Mechanism)

현미경을 통하여 재료의 구조 이미지가 나타나는 이유는 분석하고자 하는 부분과 주위의 contrast 차이 때문이다. Contrast는 mass contrast, diffraction contrast, phase contrast로 구분된다. Mass contrast는 특정부위와 주위와의 밀도차이에 의한 전자빔 흡수 차이를 이용한 것으로서(beer's 법칙), 예를 들면, staining 한 물질과 하지 않은 물질의 contrast 차이가 크게 다른 이유이기도 하다. Staining한 물질 부위의 전자밀도가 증가하여 흡수가 강하게 일어나므로 전자빔의 통과량이 상대적으로 크게 감소하여, contrast 증가효과를 일으키게 한다. Diffraction contrast는 전자빔이 결정을 통과하면 회절하게 되어 contrast가 생기는 것이고 phase contrast는 두께와 굴절률 차이에 기인한 위상차 변화를 이용한 contrast로서 대부분의 물질에 존재한다. 물질의 상태에 따라 contrast 메카니즘이 서로 다르게 나타나며, contrast 차이가 매우 작으면, 물질의 구조가 변화하지 않는 범위에서 물리화학적으로 다른 물질을 첨가하여 contrast를 가능한 극대화 하는 것이 필요하다. 결정성 물질에서는 세가지 효과가 모두 나타나며, 블록공중합체와 유기초분자 등에서 나타나는 lamellae, hexagonal, cubic 구조 등의 contrast는 mass contrast와 phase contrast가 복합적으로 존재한다(그림 3). Staining을 하지 않은 블록공중합체 구조의 경우에는 phase contrast가 주된 contrast 메카니즘으로 작용한다.

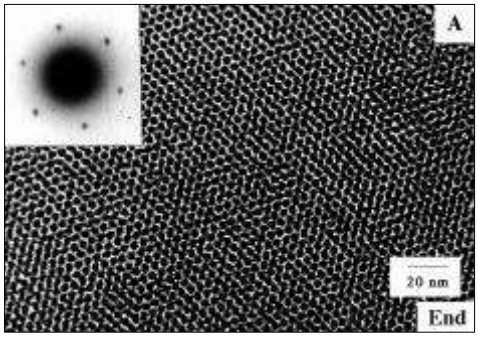

그림 3. Mass contrast와 phase contrast를 나타내는 유기초분자의 hexagonal 구조: Inset은 ED를 나타내며, RuO_4로 staining하여 mass contrast를 증가시켜, column의 내부가 더욱 진하게 보임. TEM 시료를 위한 박막은 solution spreading 방법으로 제조하였음.

또한 마이셀이 일반적으로 bilayer로 구성되어 있는 리포조옴구조에 비하여 contrast가 낮게 나타나는 이유는 리포조옴에서 상대적으로 높은 phase contrast가 나타나기 때문이다. 실격자 시료를 통과한 전자파는 역격자로 나타나며, 대물렌즈를 통과한 전자파는 렌즈함수와 합하여 다시 실격자 형태로 나타난다. 렌즈에 의하여 위상차(phase shift)가 발생하며, 격자크기의 함수로서 최적의 contrast function을 구할 수 있다. 따라서, contrast는 focusing 상태에 따라서도 영향을 받는다. 일반적으로 시료의 contrast가 가장 높은 focus는 in-focus 상태가 아니고 under-focus 상태인 이유도 렌즈에 의한 위상차 때문이다.

2.5 박막시편 제조법

TEM 시편제조는 투과빔의 최적조건을 위해서는 ~50 nm 두께의 시료를 준비해야 하며, 박막시편을 만들기 위한 많은 방법이 제시되어 있으나, 본고에서는 일반적으로 많이 사용하는 방법을 서술하였다. 자세한 TEM 시편제조방법은 참고문헌에 비교적 자세하게 소개되어 있으니 참조 바란다. 유기재료에서 자주 사용되는 시편제조 방법은 다음과 같다.

1) Thin Solid Film

- Solution Casting : 시료를 용매에 녹여 비용매 표면에 분산하는 방법.
- Surface Tension Spreading : 시료를 표면장력이 매우 큰 용매(예를 들면, phosphoric acid) 표면에 분산하여 녹는점 근처에서 표면장력에 의한 박막 형성법으로서 고분자 액정시편 제조에 용이함.

- Solution or Melt Drawing : 시료를 기판위에서 온도를 가하여 녹인 후 박막으로 drawing한 후, poly(acrylic acid) 등으로 replica하는 방법.

2) Microtome: 고체시편을 diamond knife 등으로 ~50 nm 수준의 박막으로 자르는 방법.

3) Collect Small Dispersed Objects

- Single Crystals : dilute solution으로 제조한 single crystal 시편을 mica 등의 표면에 분산하는 방법.
- Clusters : 입자형태를 분산하여 TEM grid에서 분석.
- Ultrasonic fractures : 뭉쳐져 있는 입자를 초음파로 분산후에 TEM grid에 올림.

4) Replica Surface : Poly (acrylic acid)나 salt crystal 등의 재료에 시편을 형성 후, 시편을 물표면에 녹여 박막을 형성하는 방법.

적정두께의 시편을 만드는 방법은 사용하는 시료의 형태에 따라 다양하며, 참고문헌에 나타나 있지 않은 새로운 아이디어를 도출하여야 할 경우도 있다.

2.6 Staining

고분자와 같은 유기재료의 TEM 분석이 기존의 무기 물질과 비교하여 매우 어려운 이유는 금속과 같은 무기재료와 비교하여 상대적으로 매우 낮은 녹는점에 있다. 녹는점이 매우 낮은 시편의 경우에 staining과 같은 물리화학적 조작 없이는 난이하며, 빔의 에너지를 최소화하는 low dose 방법을 수행하여야 한다. 유기재료는 전자빔이 가지는 에너지와 격자의 크기에 따라 빔에 의한 감도 때문에 이미지화

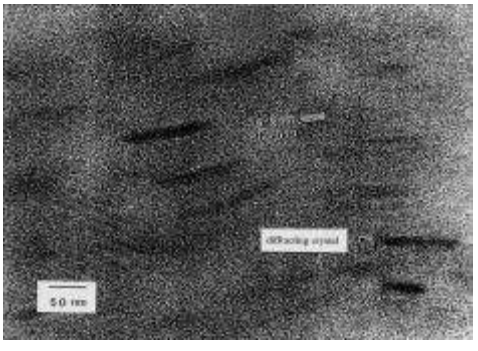

그림 4. Low dose 방법에 의한 smectic liquid crystal의 layer ordering: 이 시료는 staining이 불가능하며, staining agent를 사용하면, 구조가 변하게 된다. Low dose에 의하여 image이며, image contrast는 phase contrast에 의한 효과가 대부분이며, 박막은 surface tension spreading 방법으로 제조하였음.

표 2. 고분자종류에 따른 각종 Staining Agents

Polymers	Stains
Unsaturated hydocarbons, alcohols, ethers, amines	Osmium tetroxide
Acids or esters	(a) Hydrazine (b) Osmium tetroxide
Unsaturated rubber (resorcinolformaldehyde-latex)	Ebonite
Saturated hydrocarbons (PE and PP)	Chlorosulfonic acid/uranyl acetate
Amides, esters and PP	Phosphotungstic acid
Ethers, alcohols, aromatics, amines, rubber, bisphenol A and styrene	Ruthenium tetroxide
Esters, aromatic polyamides	Silver sulfide
Acids, esters	Uranyl acetate

가 불가능한 시료가 매우 많다. 금속의 물성을 가지는 고결정성 액정고분자의 경우는 상대적으로 쉬운 경우가 있으나, 이 또한 좋은 이미지를 얻기 위해서는 많은 노력이 필요하다. 그림 4는 staining처리 없이 low-dose 방법을 이용하여 smectic liquid crystal의 layer ordering을 나타낸 것으로, phase contrast 효과에 의한 이미지 contrast에 의하여 layer를 분명하게 나타나고 있다. 이러한 이미지를 얻기 위해서는 많은 노력과 기술이 필요하므로, 쉽게 이미지를 얻기 위해서는 유기재료 시편을 staining하는 것이 좋다. Staining의 다른 중요한 목적은 electron density를 증대시켜 contrast를 증가시키는 효과이다. 표 2에 대표적인 고분자의 staining agent 종류를 나타내고 있다. 생물분자 등의 시료에서는 negative staining을 사용하는 경우가 많이 있다. Staining agent를 사용할 경우에 물질의 구조가 변화하지 않아야 함으로 staining agent 사용 전후에 물질의 구조를 산란법 등으로 격자 크기와 구조 등을 반드시 확인하여야 한다. 일반적으로 수 nm이하의 구조는 staining에 의하여 구조가 파괴되는 경우가 많이 있으니 특별한 주의를 요한다.

2.7 Cryo-TEM & FF-TEM

지금까지는 주로 고체 유기재료의 구조분석을 위한 현미경법을 소개하였으나, 유기재료의 구조는 농도의 변화에도 변화한다. 수용성 고분자, 계면활성제, 생체분자, 단백질 등의 재료는 농도변화에 의하여 구조가 변화하는 유기재료들이다. 이러한 물질은 기존의 전통적인 TEM 방법으로 분석이 불가능하며, cryogenic TEM (cryo-TEM)이나 freeze fracture TEM (FF-TEM) 방법을 사용하는 것이 적합하다(표 3 참조). 일정농도를 가지는 구조체를

액체질소 온도로 냉동하여 구조를 고정시킨 후에 관찰하는 방법으로서, cryo - TEM 방법은 점도가 낮은 묽은용액에서 나타나는 마이셀, 리포조옴 등의 구조분석에 적합하며, 시편을 carbon 코팅된 TEM grid위에 농도를 변화시키지 않으면서 빠른 시간내에 박막화하고 냉동화 하여야 한다. –150 ℃ 이상에서 H_2O가 결정화되기 때문에 냉동된 시료를 반드시 이 온도 이하로 유지하여야 한다. 이때, TEM 내부도 액체질소로 냉각하여 시편 관찰시에 냉동을 유지해야 한다. 반면에 FF - TEM 방법은 점도가 다소 높은 용액상태가 더욱 적합하며, 시편을 양쪽의 grid에 sandwich 형태로 삽입한 후에 냉동상태에서 양면을 fracture하면 표면에 구조가 형성되며, replica를 통하여 내부의 구조를 관찰할 수 있다. 따라서, cryo - TEM 방법은 beam sensitive한 방법이며, freeze - facture법은 replica를 이용함으로 beam sensitivity와는 무관하다. cryo - TEM 방법이 일반적으로 분석이 어려우며, 해상도는 두 방법 모두 2 nm 수준이다. 이 보다 작은 구조를 나타내는 시료는 다른 방법을 사용하여야 한다. Freeze - fracture 방법은 replica 방법을 이용하기 때문에 고온에서 구조를 형성하는 물질의 이미지화에도 매우 우수한 방법이다. 고온에서 나타나는 여러가지 액정상의 구조도 freeze - fracture법으로 밝혀진 바 있다. 그림 5에 묽은 용액에서 나타나는 vesi - cle구조를 cryo - TEM과 FF - TEM방법에 의한 이미지를 나타내고 있다.

표 3. FF - TEM 과 cryo - TEM 의 비교

FF - TEM	cryo - TEM
Multi-step sample preparation	Quick sample preparation
Viscous samples OK	Not suitable for viscous samples with long-length scale structures
Permanent replica of specimen; can be imaged many times	Delicate specimen; Can be imaged only once
Amplitude contrast	Phase contrast
Topographical image	Sample imaged in original state
Excellent depth resolution	Poor depth resolution; Structures appear superimposed

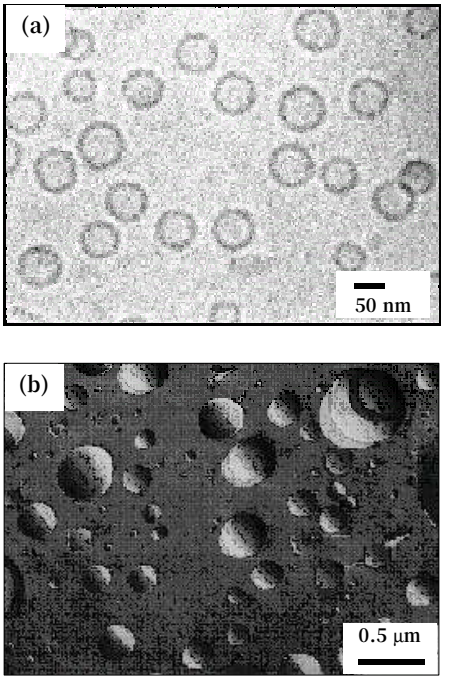

그림 5. (a) cryo - TEM과 (b) FF - TEM에 의한 vesicle의 bilayer 구조: Replica 방법에 의한 FF - TEM 방법에 의한 이미지는 부분적인 3차원적인 이미지를 나타내며, 빔의 세기에 영향을 받지 않는다는 장점이 있으나, 묽은 용액에서는 분석이 어렵다는 단점이 있다.

2.8 TEM의 단점과 해결방법

고해상도, 명확한 구조해석 등의 많은 장점에도 불구하고, TEM 방법은 1) Electron beam damage, 2) sample preparation, 3) Interpretating images, 4) Sampling의 단점이 있다. Electron Beam damage는 앞서 서술한 바와 같이 특히 고분자와 같은 유기재료에서 TEM 분석이 어려운 결정적인 이유이다. Low dose 방법이나, staining이 해결책이 될 수 있으나 모든 종류의 시료에 적용되지는 않는다. 시편을 박막수준으로 얇게 만들어야 하는 문제는 최근 많은 연구로 인하여 제조법은 개발되어 있으나, bulk와 박막에서의 구조가 변화할 경우에는 신중한 주의를 요한다. 수 MV의 가속전압을 이용하는 고전압 투과 전자 현미경의 사용이 해결책이 될 수가 있으나, 고분자의 경우에는 전문성을 필요로 한다. 또한, 현미경법은 3차원적인 구조를 2차원의 평면에서 관찰하는 방법이기 때문에 3차원의 구조를 해석하기 위해서는 시편을 tilt 하는데 익숙해야 하며, 전자산란 (ED), XRD, Nuetron Scattering (NS)의 실험결과와 상호 보완하여야 한다. 국소적인 부분의 관찰이 일반적인 물질구조의 대표성을 나타내는 것이 많으므로, ED의 해석과 사용에 익숙해야 한다. 따라서, 먼저 평균적인 구조를 XRD와 같은 방법으로 분석하고, ED를 이용하여 동일한 산란

을 가지는 부분을 찾아가면서 이미지화하여야 한다. 현미경법은 전체 이미지중에 가장 좋은 것을 찾는 것이 아니고 대표적으로 나타나는 구조를 찾는 것이 매우 중요하다.

3. 결 론

유기재료의 현미경법을 짧은 지면에 서술하는 것은 불가능하며, 분석에 앞서 연구내용을 정확하게 이해하는 것이 무엇보다도 중요하다. 기타 자세한 사항은 참고문헌을 참조하기 바란다. 결론적으로 전문적인 현미경 분석을 위해서는 다음의 사항을 고려하는 것이 중요하다.

1) 정확한 연구내용의 이해 없이는 좋은 현미경 결과를 얻을 수 없다. 단순히 분석의 역할이 아니고, 과학 및 공학자로서의 자세를 가지는 것이 중요하다.

2) 분석하고자 하는 시료가 어떤 크기 범위인지를 이해하고 광학현미경으로 분석 가능한 시료인지를 판단해야 한다. 광학현미경으로 가능하면 전자현미경이나 원자현미경을 사용할 이유는 없다. 실제로 계면활성제의 상변이 분석은 70% 이상이 인간의 눈에 의하여 결정된다. 최근에 광학현미경의 한계를 극복한 3차원 광학현미경인 confocal microscopy와 near field optical microscopy 방법의 이용가능성을 타진하는 것도 유용하다. 따라서, 시료의 scale limit와 현미경의 분해능을 정확하게 이해하여야 한다.

3) 전자 및 원자현미경으로 분석하기 전에 가능한 많은 구조정보를 역격자인 산란법 등을 이용하여 얻어야 한다. 이는 실격자인 전자 및 원자현미경 결과를 얻는데 결정적인 정보를 제공한다. 즉, 시료의 diffraction pattern이 있으면, 반드시 상응하는 실격자가 있다는 확신을 가져야 한다. 따라서, TEM의 경우에 ED의 이해와 사용법을 반드시 숙지하여야 한다.

4) Beam sensitive한 시료의 경우, 인내심을 가지고 장비와 재료의 물성을 숙지하여야 하며, staining 방법을 고려할 필요가 있다. Staining 처리시에는 시편의 구조가 변화하지 않는가를 반드시 관찰하여야 한다. Staining이 가능하지 않은 시료의 경우 low dose 방법으로 시도한다.

5) 문헌등에 나타나 있지 않은 처음으로 관찰한 현미경 이미지는 의심할 필요가 있으며, 재현성 실험을 반드시 수행하여야 한다.

6) 현미경 사용 전에 광전자 렌즈구성을 최상으로 배열하여 해상력을 극대화 하여야 하여, 특히, 고배율에서 astigmatism과 lattice image를 혼돈하지 말아야 한다.

참 고 문 헌

1. Jenny P. Glusker and Kenneth N. Trueblood, “Crystal Structure Analysis”, Oxford Press, New York, 1985.
2. S. M. Allen and E. L. Thomas, “The Structure of Materials”, John Wiley & Sons, New York, 1999.
3. D. B. Williams and C. B. Carter, “Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science”, Plenum Press, New York, 1996.
4. L. C. Sawyer and D. T. Grubb, “Polymer Microscopy”, 2nd Ed., Chapman & Hall, New York, 1996.
5. D. A. Bonnell, “Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy: Theory, Techniques, and Applications”, John and Wiley and Sons, New York, 2000.
6. S. D. Hudson, H. T. Jung, V. Percec, W.-D. Cho, G. Johansson, G. Ungar, and V. S. K. Balagurusamy, *Science*, 278, 449 (1997).
7. D. C. Martin and E. L. Thomas, *Polymer*, 36, 1743 (1995).
8. H.-T. Jung, S. D. Hudson, and R. W. Lenz, *Macromolecules,* 31, 637 (1998).
9. J. A. Zasadzinski and S. M Bailey, *J. Electron Microscopy Technique*, 13, 309 (1989).