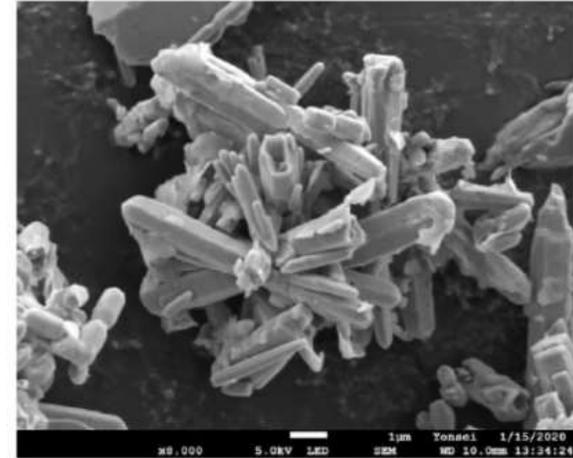
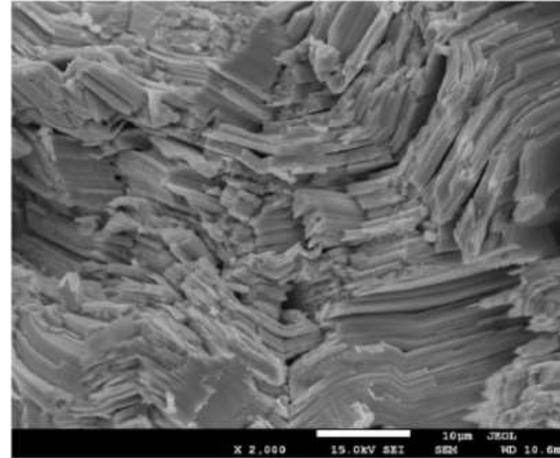
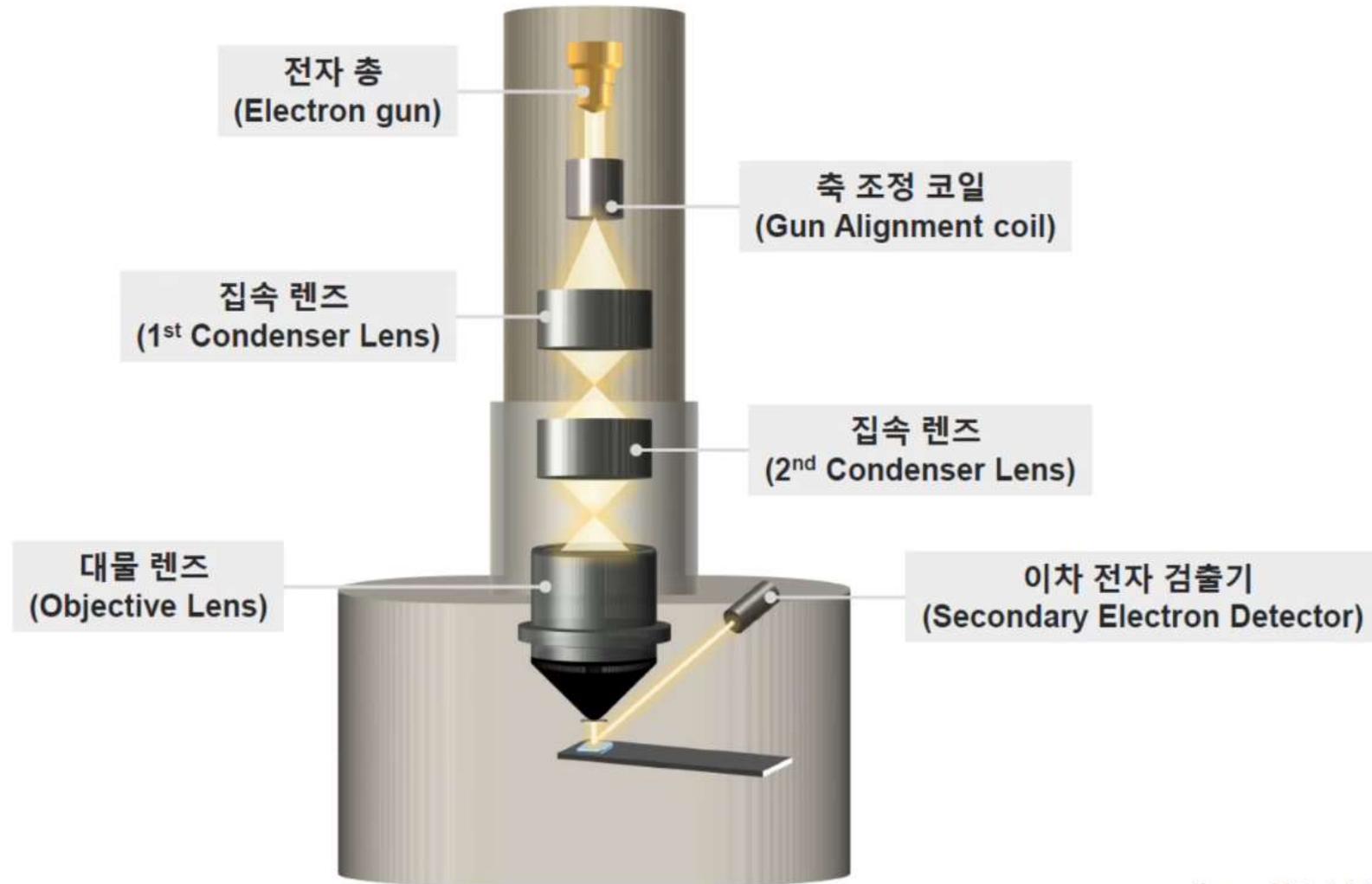


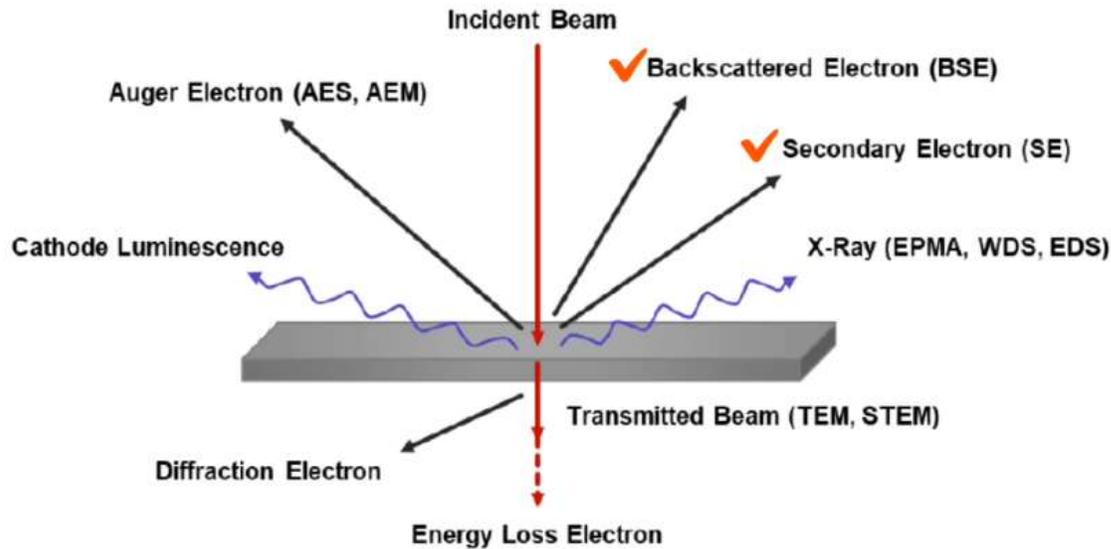
# 주사 전자 현미경 (Scanning Electron Microscope, SEM)



- 고체 상태에서 작은 크기의 미세 조직과 형상을 관찰하는 용도로 사용한다.
- 시료표면에서 발생하는 이차 전자, 후방 산란 전자 등의 신호를 검출하여 시료의 입체적인 형상을 높은 배율로 관찰할 수 있는 분석 장비이다.

# 구성





## 이차 전자 (Secondary Electron)

- 시료 표면에 특정 에너지 이상의 전자 빔을 충돌시킬 경우 금속 내부에 있는 전자가 에너지를 흡수함으로써 일할 수 있는 에너지를 갖고 금속 바깥으로 방출된다.

➡ Morphology

## 후방 산란 전자 (Back Scattered Electron)

- 시료의 표면으로부터 반사(혹은 산란)되어 다시 시료의 표면 밖으로 방출된다.
- 시료의 구성 원자가 무거울수록 후방 산란 정도는 더욱 커지기 때문에 평평한 시료의 표면에서 원자 번호 차이에 의한 대비가 나타난다.

➡ Composition

# 에너지 분산 분광법 (Energy Dispersive Spectroscopy)

: 전자 빔을 시료에 주사할 때 시료에서 발생하는 특성 X선을 반도체 소자를 이용하여 에너지 형태로 검출하는 장비로서 일반적으로 주사 전자 현미경에 부착하여 사용한다.

- 전 범위의 에너지 영역에서 원소 성분 분석 가능하다.
- Spectrum에 의한 구성 원소 분석 및 Line scanning, Mapping 등에 의한 원소 분포 분석 가능하다.



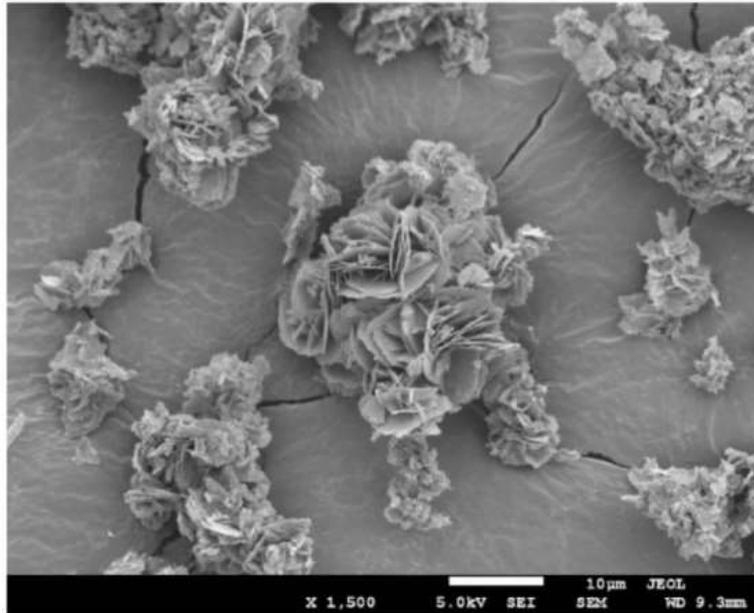
분해능 ?

: 인접해 있는 X선 피크를 구별할 수 있는 능력

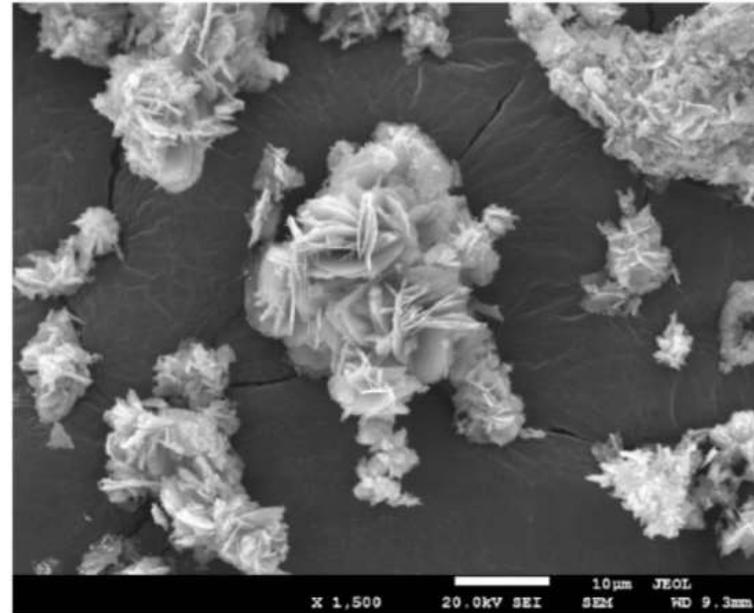
- 이는 X선 에너지의 크기에 따라 달라진다. 즉, 에너지가 작을수록 이온화에 관여하는 오차가 작기 때문에 분해능이 좋아진다.
- Mn  $K\alpha$ 선 에너지에서의 X선 피크의 반가폭을 측정한 값으로 나타낸다. (130-150eV)

# 작동 변수에 따른 이미지 변화

- 가속 전압의 영향



(a) 5kV

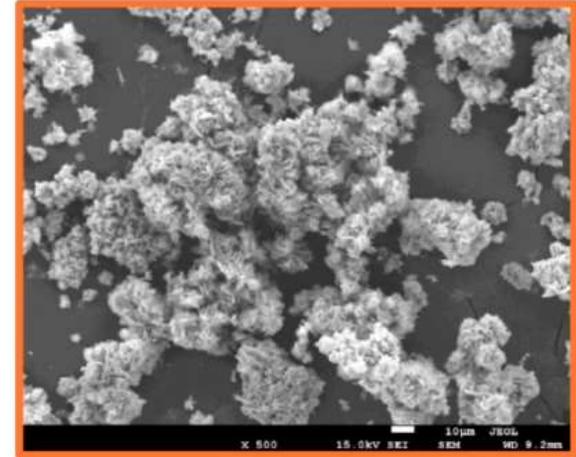
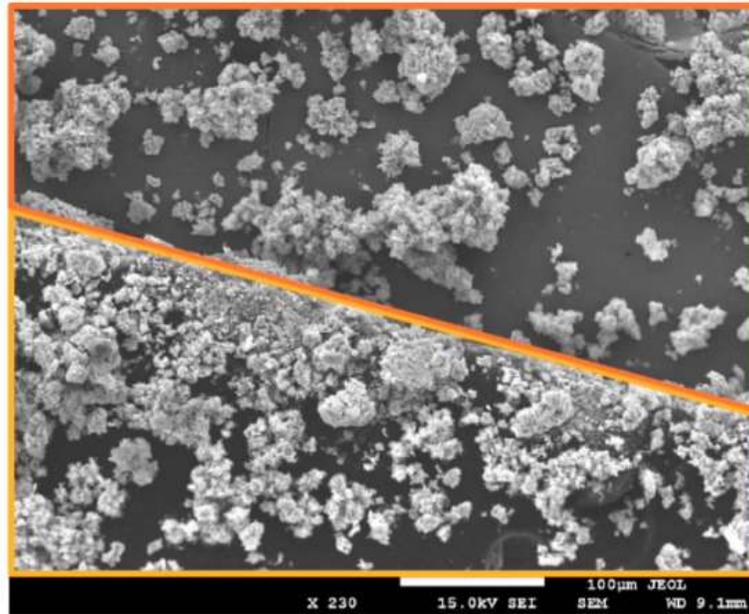
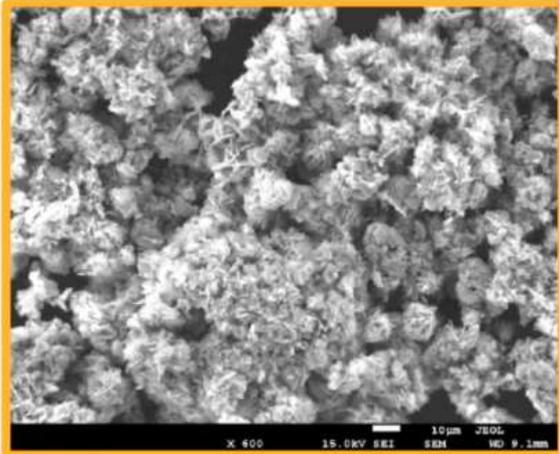


(b) 20kV

# 작동 변수에 따른 이미지 변화

- 코팅 유무

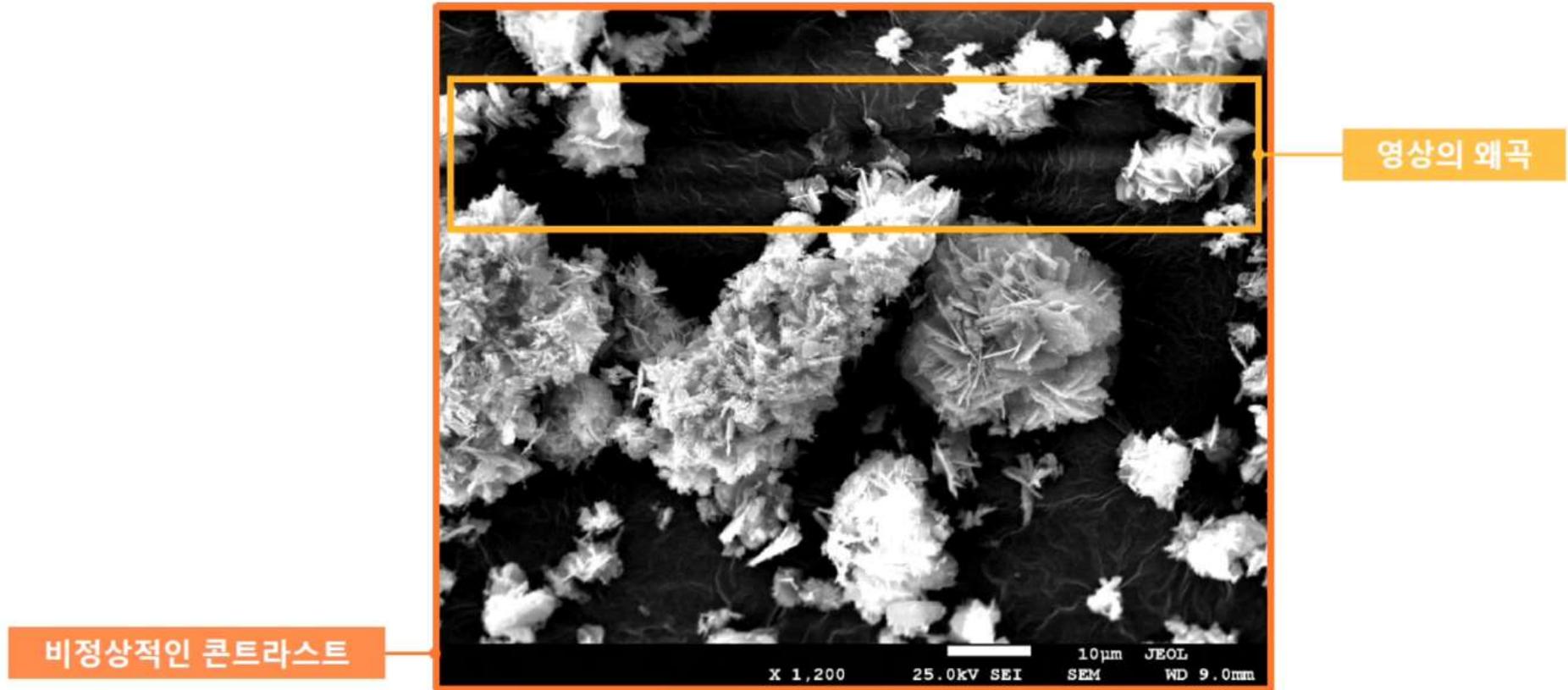
(a) 코팅 x



(b) 코팅 o

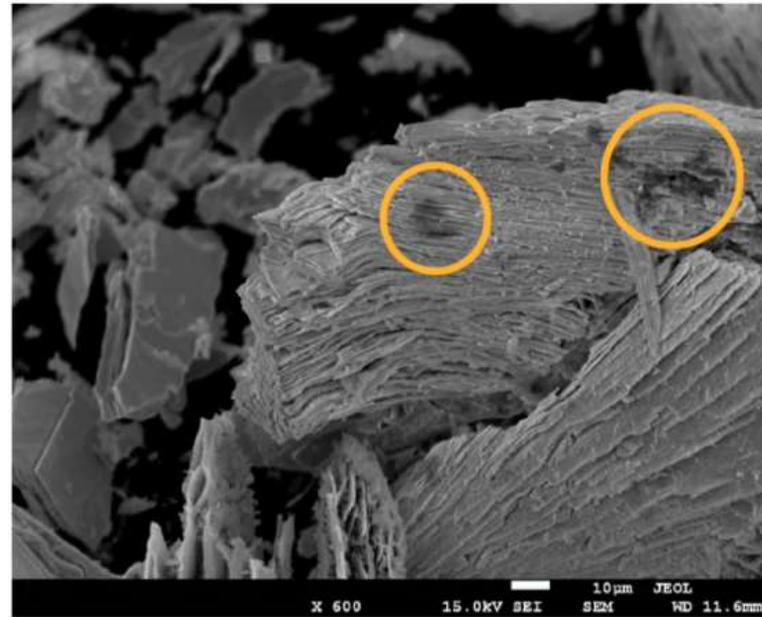
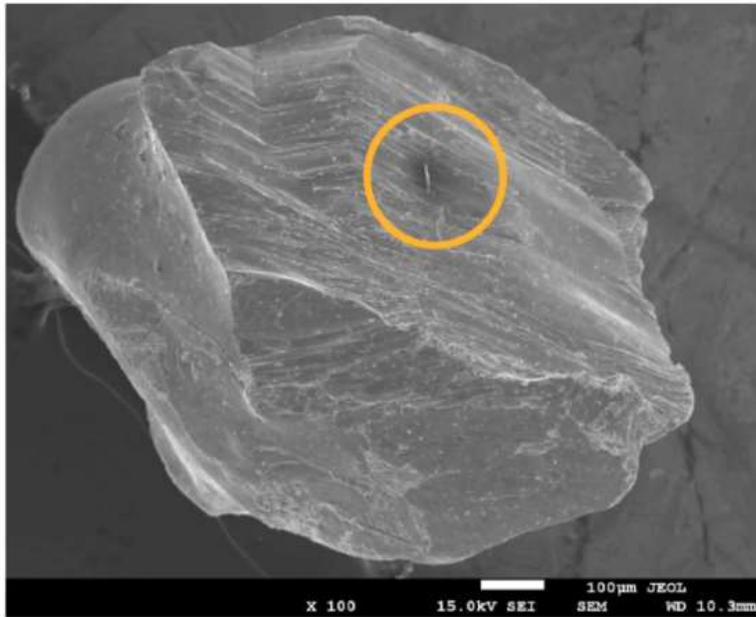
# 분석 시 유의 사항

- 대전 현상에 의한 장애



# 분석 시 유의 사항

- 전자 빔에 의한 시료 손상



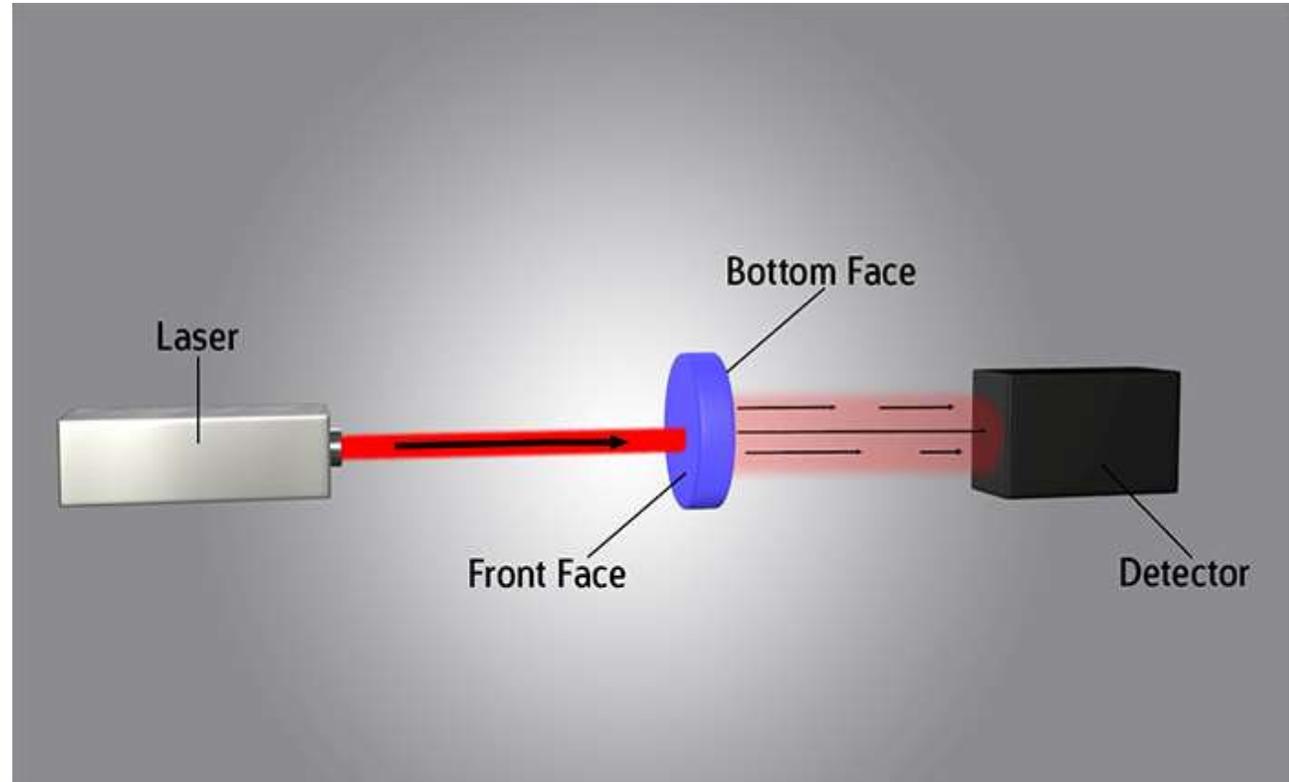
- Melting point
- Thermal shock
- Thermal expansion
- Thermal diffusivity
- Specific heat capacity
- Thermal conductivity

<b>Thermal conductivity</b>	
<b>Steady state method</b>	<b>Transient method</b>
<ul style="list-style-type: none"><li>• Absolute technique</li><li>• Comparative technique</li><li>• Radical heat flow method</li><li>• Parallel conductance method</li><li>• Guarded hot plate method</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Hot wire method</li><li>• Laser flash analysis</li><li>• Transient plane source method</li><li>• Transient line source technique</li></ul>

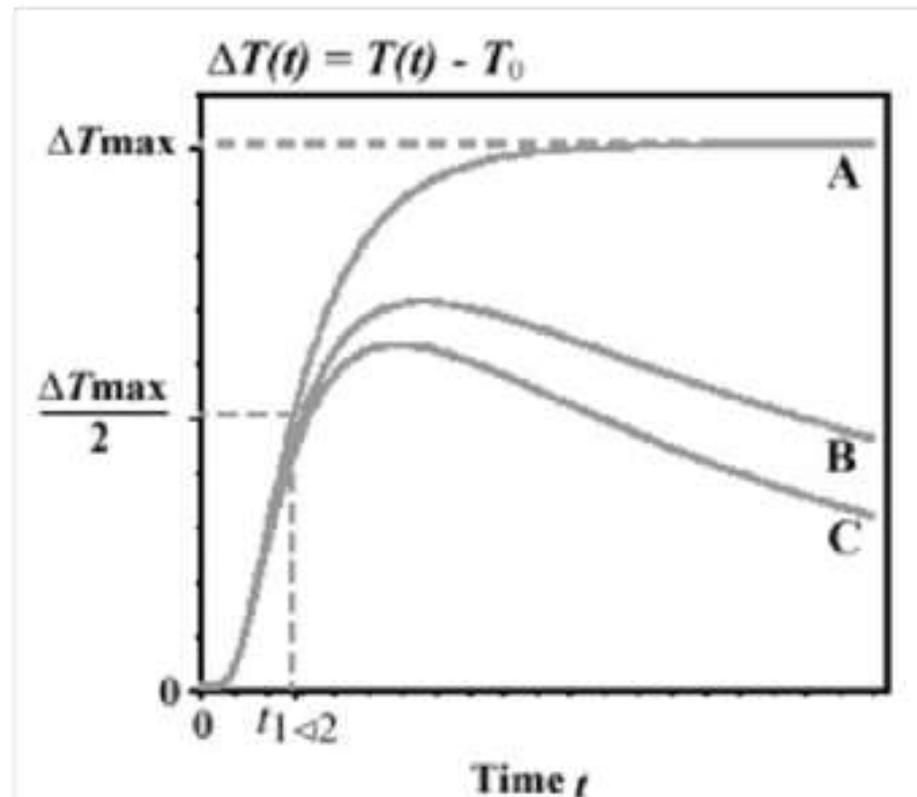
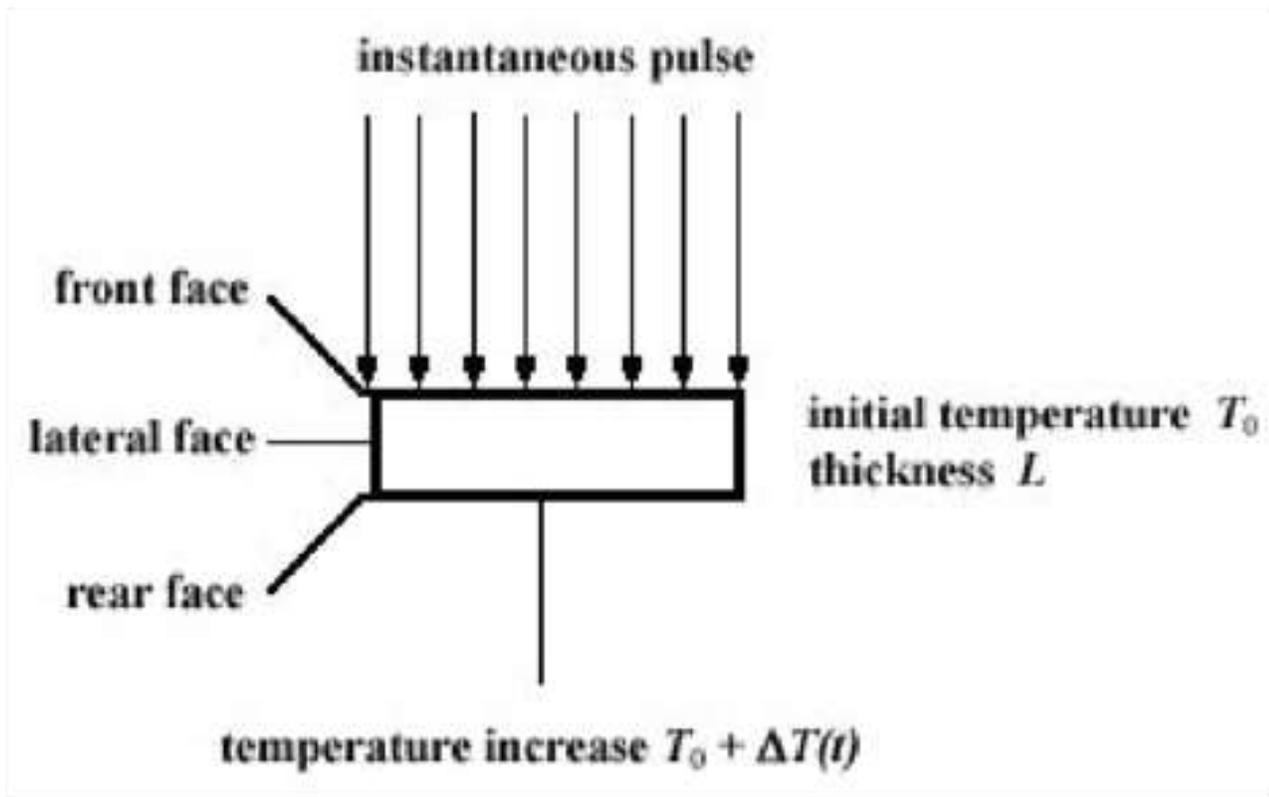
# Laser Flash Analysis

## LFA(Laser Flash Analysis)

Laser를 이용하여 sample 한쪽 면에 에너지를 전달하고 이 에너지로 인해 생성된 반대쪽 면의 온도 변화를 통해 thermal conductivity를 측정하는 방법.



# Laser Flash Analysis 측정 원리



# Laser Flash Analysis 측정 원리

$$\alpha = 0.1388 \times L^2 / t_{1/2}$$

$\alpha$  : thermal diffusivity

L : sample thickness

$t_{1/2}$  :  $\Delta T_{\max}/2$  에 도달하기까지 걸린 시간

$$\lambda = \alpha \times C_p \times \rho$$

$\lambda$  : thermal conductivity

$\alpha$  : thermal diffusivity

$C_p$  : specific heat capacity

$\rho$  : density

# Laser Flash Analysis 특징

## Laser Flash Analysis

### 장점

- 시편의 형상 및 크기에 크게 제약을 받지 않는다.
- 수 초 내 측정이 진행되어 속도가 빠르다.
- 넓은 범위의 열 확산 측정이 가능하다.
- 1500°C의 고온까지 측정 가능하다

### 단점

- 열 펄스 발생장치, 광학 탐지기 및 데이터 수집 장치가 필요해서 가격이 비싸다.
- 다공성 또는 비균질 특성의 소재에 적용이 어렵다.

# Laser Flash Analysis 실험 방법

- ① 홀더 모양에 맞는 sample을 제작한다.
- ② Sample을 홀더에 넣는다.
- ③ 준비한 홀더를 furnace 챔버 내부에 넣는다.
- ④ 챔버를 닫고 vacuum pump를 이용하여 furnace 내부를 진공상태로 만든다.
- ⑤ Sample의 dimension 전도 및 측정 온도를 입력하고 측정을 시작한다.
- ⑥ 설정한 측정 온도가 되면 thermal diffusivity를 측정한다.

# Laser Flash Analysis 장비 모습



Control panel



Sample holder stage



Vacuum pump



Laser power unit



Power unit

# Measurement program

The screenshot shows a software window titled "General" with a tree view on the left and a main configuration area on the right. The tree view includes "Autosampler" (expanded to "1") with sub-items "General", "Sample", and "Initial", and "Initial Conditions", "Temperature Steps", and "Final Conditions". The main area is titled "General" and contains the following fields:

- Sample carrier:** LFA 457 SIC 3-samples
- Identity:** \_\_\_\_\_
- Operator:** \_\_\_\_\_
- Laboratory:** \_\_\_\_\_
- Detector:**
- Temperature Calibration File:** C:\NETZSCH\Proteus\cal5\lcalzero.txt

At the bottom of the window, there are five buttons: "< Back", "Next >", "OK", "Cancel", and "Help".

# Measurement program

The screenshot shows a software window titled "Autosampler" with a tree view on the left and a main configuration area on the right. The tree view includes "General", "Autosampler", "1", "General", "Sample", "Initial", "Initial Conditions", "Temperature Steps", and "Final Conditions". The "Sample" sub-item is selected. In the main area, the "Sample carrier" is set to "LFA 457 SIC 3-samples". Below this, the "Select active samples" section lists "Sample 1", "Sample 2", and "Sample 3". Each sample name is followed by a checkbox: "Sample 1" has a checked checkbox, "Sample 2" has an unchecked checkbox, and "Sample 3" has an unchecked checkbox. At the bottom of the window, there are five buttons: "< Back", "Next >", "OK", "Cancel", and "Help".

General

Autosampler

1

General

Sample

Initial

Initial Conditions

Temperature Steps

Final Conditions

**Autosampler**

Sample carrier LFA 457 SIC 3-samples

Select active samples

Sample 1

Sample 2

Sample 3

< Back Next > OK Cancel Help

# Measurement program

General  
Autosampler  
  1  
    General  
    Sample  
    Initial  
Initial Conditions  
Temperature Steps  
Final Conditions

### Autosampler Position General

**1**

Sample carrier **LFA 457 SIC 3-samples**

Customer     
Remark

Sample Holder Sbd SIC 25.4mm   
Ratio

**Enter name of the customer**

< Back    Next >    OK    Cancel    Help

# Measurement program

General  
Autosampler  
  1  
    General  
    Sample  
    Initial  
Initial Conditions  
Temperature Steps  
Final Conditions

### Autosampler Position Sample

**1** Sample carrier LFA 457 SIC 3-samples

Name  Copy Paste

Coating

Diameter 0.0000 mm

Sample Type Single layer

Model Adiabatic - pulse correction

Baseline Type Linear

Material <new...> Add...

Thickness 0.0000 mm

*Enter name of the sample*

< Back Next > OK Cancel Help

# Measurement program

The screenshot displays a software interface for configuring a measurement program. On the left is a tree view with the following structure:

- General
- Autosampler
  - 1
    - General
    - Sample
    - Initial
- Initial Conditions
- Temperature Steps
  - 0
  - 1
- Final Conditions

The main area is titled "Temperature Steps" and contains the following elements:

- Buttons: "Insert Step" and "Delete Step".
- Text: "Sample carrier LFA 457 SiC 3-samples".
- Table:

	Temp. °C	HR K/min	Pos.1 Shots	Time Dist. min	LN2	GN2
0	25				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
1	550	20.0	3	2.0	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
*					<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

A yellow warning bar at the bottom of the main area contains the text: "Enter time distance between shots (~= 0.0 min)".

At the bottom of the interface are five buttons: "< Back", "Next >", "OK", "Cancel", and "Help".

# Measurement program

The screenshot shows a software window titled "Final Conditions". On the left is a tree view with the following structure:

- General
  - Autosampler
    - 1
      - General
      - Sample
      - Initial
    - Initial Conditions
    - Temperature Steps
      - Final Conditions**

The main area of the window contains the following settings:

- Sample carrier:** LFA 457 SIC 3-samples
- Close Measurement:**  Yes  No
- Furnace Power After Measurement Is Closed:**  Off  On
- Emergency Reset Temp.:** 0 \_\_\_\_\_ °C
- Purge Off Method:**  At once  Delayed

At the bottom of the window, there is a yellow horizontal bar and a set of navigation buttons: "< Back", "Next >", "OK", "Cancel", and "Help".

# Measurement program

