대기오염공정시험기준 ES 01608.2

환경대기 중 석면측정용 현미경법 - 주사전자현미경법

2016

(Scanning Electron Microscope Method in Asbestos Measurement)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험방법은 대기환경 중 석면의 농도 측정 방법을 규정함으로써 석면배출을 감시 및 억제하고자 하는데 그 목적이 있다. 대기 중 부유먼지 중의 석면섬유를 위상차현미경법으로 판독이 불가능한 경우에는 주사전자현미경법으로 결정한다.

1.2 적용범위

주사전자현미경 (SEM, scanning electron microscopy)은 1.5 nm 이하의 고분해능으로 고화질의 화상을 얻을 수 있기 때문에 형상관찰에 폭넓게 이용되고 있다.

1.3 간섭물질 "내용 없음"

2.0 용어정의

2.1 배율

주사전자현미경의 배율은 편향코일에서 주사하는 각도에 따른 면적대비 음극관 (컴퓨터 모니터)의 면적비율이다. 즉, 편향코일의 각도에 따라서 저배율에서 고배율을 선택할 수 있다. 편향각도는 전기적인 신호에 의하여 다양한 변화를 줄 수 있다.

2.1.1 기본 배율 (original magnification)

주사전자현미경으로 관찰해서 사진을 촬영한 배율을 뜻한다. 즉, 필름에서 표시된 필름이나 폴라로이드로 촬영한 사진을 뜻한다.

2.1.2 확대배율 (final magnification)

필름을 축소 혹은 확대 (주로)하여 만든 사진의 배율이다. 일반적으로 보는 사진은 대개 확대배율이다.
[주 1] 확대된 사진은 크기 자 (scale bar)가 있어 구조물의 크기를 미루어 짐작할 수 있다. 최근에 일반적인 전자현미경사진은 배율보다 "크기 자"를 더 선호한다.

2.1.3 분해능

현미경의 분해능을 가까운 두 점과의 거리 혹은 두선 간의 거리를 분해할 수 있는 최소한의 거리라고 정의하면 주사전자현미경은 대물렌즈로 주사전자광선 (scanning electron beam)을 아주 작게 수렴시켜 표본의 표면에 초점을 맞추는 일이 중요하다. 높은 분해능을 원한다면 대물렌즈를 투과한 전자를 가능하면 표본의 표면에 근접시키고 수렴된 전자를 가능한 작은 범위를 주사하도록 한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 진공시스템 (vacuum system)

진공시스템은 투과전자현미경 (TEM, transmission electron microscope)의 진공시스템과 유사하게 기계식펌프 (mechanical pumps)와 오일펌프 (oil diffusion pumps)로 구성되어 있다. 진공시스템의 기본 기능은 전자현미경의 컬럼내에서 공기분자들이 고에너지 입사 전자나 시편에서 방출되는 2 차 전자들과의 충돌을 방지하도록 컬럼내의 공기를 빼내는 것이다.

3.2 전기광학 시스템 (electrical optical system)

전자기렌즈 (electromagnetic lenses), 편향코일 (deflection coils), 그리고 필라멘트를 떠난 전자가 시편에 닿을 때까지 전자빔의 경로를 조절하는 스티그마토르 (stigmator)로 구성되어 있다. 전자를 방출시키는 전자총은 주사전자현미경에서 중요한 부분중의 하나인데, 텅스텐 필라멘트 전극 (tungsten filament cathode), 필드방출전극 (field-emission cathode) 등이 사용되고 있다. 가장 일반적으로 사용되는 텅스텐 필라멘트 전극의 구성은 다음과 같다. 필라멘트는 약 100 μm 굵기의 V 자 형태의 텅스텐 와이어가 금속지지대에 용접되어 있고 또 이 금속지지대는 세라믹 절연체로 절연되어 있다. 텅스텐 필라멘트가 약 2,700 K 정도의 온도까지 가열되어 열전자를 방출한다.

3.3 집광렌즈

대물렌즈라고 불리우는 마지막 집광렌즈는 시편의 표면을 스캔할 마지막 크기의 탐침 크기 (spot size)를 결정하는 역할을 하는데 2 개의 편향코일 (deflection coils)과 스티그마토르 (stigmator)로 구성되어 있다.

3.4 편향코일 (deflection coil)

스캔생성기 (scan generator)에 연결되어 시편 표면에 형성된 전자빔 탐침 (spot)을 체계적으로 이동시킬 수 있도록 되어 있다. 주사전자현미경의 배율 변경은 시편을 스캔하는 전자빔의 길이를 변화시킴에 따라서 가능하다. 예를 들어 시편위 10 mm 거리에서 스캔하여 10 cm의 영상을 나타내면 배율이 10 × 가 되고 10 μm의 거리에서 스캔하면 10,000 × 의 배율이 된다.

3.5 교정 (correction)

비점수차와 영상의 일그러짐은 주사전자현미경에서 종종 발생하는데, 이는 화소 (pixel)는 둥근데 반하여 시편에 입사되는 전자빔이나 시편에서 방출되는 2차 전자의 탐침 (spot)이 정확히 둥글지 않기 때문에 발생한다. 시편에 입사되는 타원형의 탐침 (spot)을 화소 (pixel)의 원형으로 맞추고자 할 때 비점수차가 발생하고, 이것이 주사전자현미경의 분해능을 제한하는 가장 큰 원인이 된다. 모든 주사전자현미경은 한 쌍의 스티그마토르 (stigmator)가 장착되어 있는데 일그러진 탐침 (spot)에 반대의 전자기장을 걸어서 교정하기 위함이다.

3.6 조리개 (50 μm ~ 200 μm)

조리개의 크기가 작으면 탐침크기 (spot size)가 작아지고 통과하는 전자들의 수가 감소하며 구면수차 (spherical aberration)를 감소시켜 초점심도 (depth of field)를 증가시킨다. 초점심도는, 마지막 집광렌즈의 아래쪽부터 시편까지의 거리에 의해서 영향을 받는다. 시편까지의 거리가 증가하면 조리개 각도가 감소하므로, 초점심도가 따라서 증가한다.

4.0 시약 및 표본제작방법

4.1 표본제작방법

시편은 보통 금속 (대개 알루미늄)으로 만든 원통형의 홀더 (holder)에 고정되고 입사 전자빔이 시편과 충돌할 때 발생하는 고전압의 정전하를 방지하기 위하여 적절히 접지되도록 고정된다. 대부분의 주사전자현미경은 시편을 회전시키거나 x, y, z축 방향으로 이동시킬 수 있도록 조절이 가능하며 특정 검출기 (detector)에 의해서 전자들의 취합이 용이하도록 시편의 기울기도 조절이 가능하다. 이와 같은 조절의 적절한 조합은 관찰하고자 하는 부위를 정확히 위치시키도록 할 수 있을 뿐만 아니라 배율 (magnification), 대조 (contrast), 해상도, 초점심도 등에도 영향을 미친다. 따라서 관찰한 시편의 영상이 좋지 않을 경우에는 시편의 방향을 재조정하여 영상의 질을 향상시킬 수 있다.

4.1.1 표면처리 (surface cleaning)

4.1.1.1 시편의 파단면 (fractured surface)를 관찰하든지 혹은 다이아몬드 칼 등으로 절단한 다음 알루미나 분말, 다이몬드 페이스트 (diamond paste) 등으로 연마하여 관찰하든지 간에, 최종 코팅 (coating)을 하기 전에 시편을 깨끗하게 청소할 필요가 있다.

4.1.1.2 세라믹이나 금속 시편은 수화반응 (hydration)이 없을 경우에는 연마 과정 중에 흐르는 물로서 깨끗이 한 후, 미세한 연마단계로 넘어가야 한다.

4.1.1.3 연마가 완료되면 시편의 표면에 남아 있는 연마물질이나 시편에서 떨어져 나온 입자들을 씻어내기 위하여 초음파 세척기를 사용하여 기공이나 입구에 남아 있는 불

순물들을 제거한다.

4.1.2 시편코팅 (specimen coating)

4.1.2.1 시편을 적절한 시편대 (specimen stub)에 붙인 다음 약 (20 ~ 30) nm 정도의 얇은 두께로 금, 백금, 혹은 금과 팔라디움합금을 코팅한다. 금속 코팅은 시편에 축적되는 고전압의 하전을 시편대와 접지된 주사전자현미경의 시편재물대 (specimen stage)을 통하여 방전시킨다.

4.1.2.2 시편의 코팅은 정전하를 방지하는 역할 외에도 우수한 2차 전자의 소스로서 작용하고 또 고에너지의 입사빔이 시편과 충돌할 때 발생하는 열을 방출시키는 역할도 한다.

4.1.2.3 주사전자현미경 시편을 얇은 금속막으로 코팅하는데 가장 많이 사용되는 방법은 플라즈마 스프터링 (plasma sputtering) 혹은 스프터 코팅과정 (sputter coating procedure) 라는 방법이다.

4.1.2.4 시편이 부착된 금속 스툽 (stub)을 시편실 (specimen chamber)에 넣은 다음 회전진공펌프 (rotary vacuum pump)를 사용하여 진공을 유지하도록 한다. 이렇게 진공을 유지하는 이유는 시편의 표면에 흠집을 줄 가능성이 있는 수분 및 산소분자를 제거하기 위한 것이다.

4.1.2.5 시편실이 적절한 진공 수준에 이르렀을 때 아르곤과 같은 불활성기체를 100 mtorr 정도의 부분 진공상태를 유지할 정도의 유량으로 서서히 시편실속으로 주입시킨다.

4.1.2.6 1 ~ 3 kV의 전압을 목표 (Au/Pd)에 걸어서 아르곤가스분자들이 Ar^+과 전자들로 되도록 이온화시키면 (-)로 하전된 목표에 Ar^+ 이온들이 충돌하여 금속원자들이 방출된다. 이렇게 방출된 원자들은 시편실내의 Ar^+이나 전자들과 같은 여러 이온과 충돌한 다음 결국 시료의 표면에 쌓여 금속 코팅을 형성한다. 이 때, 금속원자들이 직선이 아니라 임의의 방향으로 쌓이게 된다는 사실이 중요한데, 이는 시료를 여러 각도에서 충돌하게 되어 불규칙하게 생긴 시료의 파단면도 일정한 두께로 코팅이 되도록 해준다.

4.1.2.7 시료에 코팅되는 두께는 시료의 형상과 전류의 양에 따라 차이가 나지만, 일반적으로 (15 ~ 40) nm 정도의 두께가 적절하다.

4.2 표본제작

4.2.1 시료의 채취와 세절

1 × 1 × 0.5 mm 크기로 세절

4.2.2 전 고정과 수세

- 2.5 % 글루타르알데히드 ($C_5H_8O_2$, glutaraldehyde, 분자량: 100.12) 용액 (4 ℃, 2 ~ 8 시간)

- 0.1 M Phosphate Buffer 용액으로 pH 7.0 ~ 7.4로 수세

4.2.3 후 고정과 수세

- 1 ~ 2 % 오스뮴 테트로사이드 (OsO_4, osmium tetroxide, 분자량: 254.23) 용액 (4 ℃, 90 ~ 120분)

- 0.1 M Phosphate Buffer 용액으로 pH 7.0 ~ 7.4로 수세

4.2.4 탈수

50 ~ 100 % 에탄올 (C_2H_5OH, ethanol, 46.07)로 탈수

4.2.5 치환

아세톤 (CH_3COCH_3, aceton, 분자량: 58.08)이나 아밀아세테이트 ($CH_3COO(CH_2)_4CH_3$, amyl acetate, 분자량: 130.18)로 치환

4.2.6 임계 건조

- 기체나 액체가 어떤 온도에 도달되면 압력이 가해져도 액화되지 않고 액체가 기체로 전환되는 원리
- 액화 이산화탄소나 드라이아이스 이용

4.2.7 재물대 (stub)에 접착

알루미늄이나 구리로 만든 시료재물대에 접착제 사용 접착

4.2.8 이온코팅(또는 증착)

- 시료표면의 전기전도도를 높이고 조사된 전자선이 잘 방출되도록 하기 위해 시료의 표면에 금속을 도포하는 과정
- 방법 : 진공 코팅법
- 이온발생장치 : 주로 이용
- 금 (gold) 주로 사용

4.2.9 관찰 및 사진촬영

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취 및 측정방법

5.1.1 시료채취 조건

시료채취는 해당시설의 실제 운영조건과 동일하게 유지되는 일반 환경상태에서 측정하는 것을 원칙으로 한다. 시료채취지점에서의 실내기류는 원칙적으로 0.3 m/s 이내가 되도록 한다. 단 지하 역사 승강장 등 불가피하게 기류가 발생하는 곳에서는 실제조건하에서 측정한다.

5.1.2 시료채취 지점 및 위치

시료채취 위치는 원칙적으로 주변시설 등에 의한 영향과 부착물 등으로 인한 측정 장

애가 없고 대상시설의 오염도를 대표할 수 있다고 판단되는 곳을 선정하는 것을 원칙으로 하되, 기본적으로 시설을 이용하는 사람의 많은 곳을 선정한다. 또한 인접지역에 직접적인 발생원이 없고 대상시설의 내벽, 천정에서 1 m 이상 떨어진 곳을 선정하며, 바닥면으로부터 (1.2 ~ 1.5) m 위치에서 측정한다. 대상시설의 측정지점은 2개소 이상을 원칙으로 하며, 건물의 규모와 용도에 따라 불가피할 경우(대상시설내 공기질이 현저히 다를 것으로 예상되는 경우 등)에는 측정지점을 추가할 수 있다.

5.1.3 시료채취 및 측정시간

주간시간대에 (오전 8시 ~ 오후 7시) 10 L/min 으로 1 시간 측정

5.2 시료채취장치

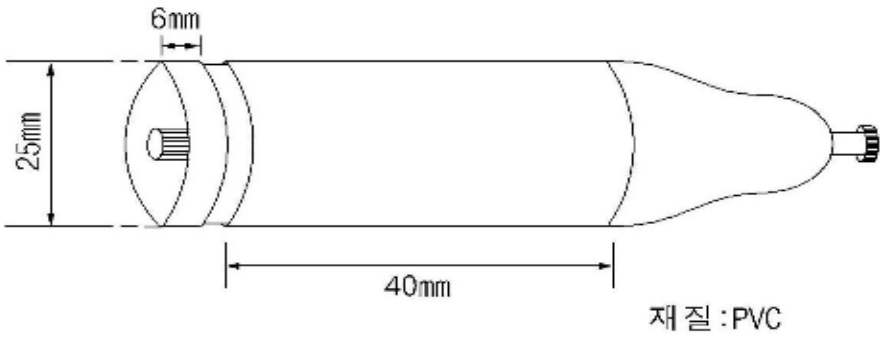
5.2.1 시료채취분석기기 및 기구

5.2.1.1 멤브레인필터

셀룰로오스에스테르제 (cellulose ester) 또는 셀룰로오스나이트레이트제 (cellulose nitrocellulose) 공경크기 (pore size) 0.8 ~ 1.2 μm, 직경 25 mm 또는 47 mm

5.2.1.2 개방형 멤브레인필터홀더

원형의 멤브레인필터를 지지하여 주는 장치로서 아래 그림과 같이 40 mm의 집풍기가 홀더에 정착된 것



open face형 필터홀더 (직경 25 mm 멤브레인 필터의 경우)

그림 10. 멤브레인필터

5.2.1.3 흡입 펌프

20 L/min로 공기를 흡입할 수 있는 로터리펌프 또는 격막 펌프는 시료채취관, 시료채취장치, 흡입기체 유량측정장치, 기체흡입장치 등으로 구성한다.

5.2.2 시료채취조작

5.2.2.1 시료채취장치가 정상적으로 작동하는 가를 확인한다.

5.2.2.2 밀폐 용기 속에 보존하였던 멤브레인필터를 공기가 새지 않도록 주의하면서 홀더에 고정시킨다.

5.2.2.3 시료 포집면이 주 풍향을 향하도록 설치한다.

5.2.2.4 유량계의 부자를 10 L/min 되게 조정한다.

5.2.2.5 전원스위치를 넣고 포집시작 시각을 기록한다.

5.2.2.6 흡입을 시작하고부터 약 10 분 후에 진공계 또는 마노미터로 차압을 측정하여 흡인유량을 정확히 보정한다.

5.2.2.7 포집종료 시각을 기록하고 흡인공기량을 구한다.

5.2.2.8 여과지를 다시 밀폐 용기 속에 넣는다.

5.2.2.9 시료채취가 끝나면 각각의 시료에 시료채취시의 기상과 시료채취의 제반 조건 및 시료채취자의 성명 등에 관하여 기록한다.

5.2.2.10 유량의 보정 및 주의사항에 관하여는 일반적인 규정에 따른다.

6.0 정도보증/정도관리 (QA/QC)

6.1 내부정도관리

6.1.1 방법검출한계 및 정량한계

방법의 검출한계는 포집 여과기의 면적, 채취된 공기의 부피 그리고 측정에서 조사된 시험편의 면적 선택에 따라서 다양해진다. 사용되지 않은 여과기상에서 석면 구조의 바탕함수이기도 하다. 검출한계는 각각의 시료 분석에 대해 인용된다. 실제로 가장 낮은 검출한계는 여과기상의 각 입자를 간섭없이 식별할 수 있는 충분한 간격으로 인접한 입자를 분리하여야 하기 때문에 종종 부유된 입자상 물질의 농도에 의해 결정된다. 일반적인 대기 또는 건물 대기에서 1 구조/L의 분석 감도가 얻어질 수 있음이 밝혀졌다. 어떤 상황에서는 대기가 예외적으로 청정한 곳에서는 0.1 구조/L이나 더 낮아질 수 있다. 5 μm보다 긴 섬유 또는 묶음에 대하여 규정된 감소 배율은 상대적으로 낮은 검출한계의 결과가 나오도록 하고 적절한 시간으로 측정 시험편의 넓은 면을 검사한다. 분석에서 구조가 발견되지 않을 경우 상위 95 % 신뢰도 한계는 농도의 상위 경계로서 인용될 수 있다. 계수된 0 구조에 대해 95 % 신뢰도 한계를 검출한계로서 채택한다. 석면 구조에 의한 새 여과기의 오염이 있을 수 있기 때문에 검출한계에 대한 토론에서 고려해야 한다.

6.1.2 실험실의 정밀도 및 정확도

6.1.2.1 정밀도

얻을 수 있는 분석 정밀도는 계수된 구조의 수와 원래 여과기에 흡착된 입자상 물질의 균성에 의존한다. 구조는 무작위로 여과기에 흡착된다고 가정하고, 100 구조가 계수되고 부하가 적어도 3.5 구조/그리드 구멍일 때 컴퓨터 계수 과정의 모형 제작은 약 10 %의 변수 계수가 예측됨을 보여준다. 계수된 구조의 수가 감소함으로써 정밀도는 약 $\sqrt{N}$ 만큼 줄어들 것이다. 여기에서 N은 계수된 구조의 수이다. 실제로 대기 시료의 여과로 얻은 입자상 물질 흡착물은 이상적으로 분포하지 않으며 정밀도는 감소됨을 알 수 있다. 정밀도의 저하 요인은 다음과 같다.

- 여과된 입자상물질 흡착의 비균일성
- 구조 계수 기준의 응용에 의한 섬유 분포의 흐트러짐
- 섬유성 구조의 해석에서 현미경 학자 사이의 차이 (variation)
- 섬유를 확인하는 검출과 확인하는 능력에서 현미경 학자 사이의 차이

이 분석 방법을 사용한 단일 구조 농도 측정에서 평균에 대한 95 % 신뢰도 구간은 100 구조가 10 개의 그리드 구멍에서 측정되었을 때 ±25 %이다.

6.1.2.2 정확도

정확도를 결정하는데 용이한 독립적인 방법은 없다.

6.1.3 내부정도관리 주기

내부정도관리 주기는 현미경 학자의 능력을 조사하고 전체 방법을 점검하기 위한 방법이다. 여과기에 입자상 물질 흡착의 비균성은 현미경 학자의 수행 능력에 관계없이 차이를 유발한다. 입증된 섬유계수 (모든 차이의 분리도에 의해 둘 또는 그 이상의 조작자에 의해 여과지의 그리드의 똑같은 그리드 구멍에서 석면 구조의 계수)는 조력자를 훈련시키는 것으로서 다른 현미경 학자의 수행 능력을 비교하여 반복적으로 실시하여야 한다. 또한, 분석자의 변경, 분석 장비의 수리나 이동 등 주요 변동사항이 발생한 경우에는 수시로 내부 정도 관리를 실시한다.

6.1.3.1 HSE NPL (health and satety executive national physical laboratory) 테스트 슬라이드

- 미세한 눈금이 표시된 슬라이드로 등급별로 굵기가 정해져 있어 분석자 (관찰자)가 현미경으로 분석 가능한 최소의 굵기를 확인할 수 있다.

6.1.3.2 내부정도관리용 상용 테스트 슬라이드

- 농도나 적합범위를 알고 있는 상용 테스트 슬라이드가 있는 경우 이를 이용한다.

6.1.3.3 외부정도관리용 슬라이드시료

- 외부정도관리에 참여하여 받은 테스트 슬라이드를 보관하여 반복적으로 내부정도관리용으로 활용한다. 설치가 잘 되어 있고 보관을 잘 했을 경우 장기간 사용이 가능하다.

6.1.3.4 동일 시료에 대해 기관내 분석자 (관찰자)간 비교 테스트

6.1.3.5 동일 시료에 대해 기관간 비교 테스트

7.0 분석절차

7.1 분석원리

주사전자현미경은 집광렌즈와 대물렌즈를 가지고 있으나, 광학현미경이나 투과전자현미경처럼 빛의 법칙에 따라서 화면을 형성하지 않고, 전자기렌즈가 전기가 통하는 시편의 표면에 초점을 형성한 전자빔 탐침 (spot)을 형성하고 이 탐침이 관찰하고자 하는 시편부위를 스캔하여 영상을 형성한다.
이 과정 중에 여러가지 형태의 방사 (radiation)이 발생하지만 주사전자현미경에서는 시편의 가장 표면에 가까운 영역에서 발생하는 2차 전자 (SE, secondary electron)를 이용한 것으로 적당한 신호처리 과정을 통하여 영상을 나타나게 한다. 영상의 한점의 밝기 (brightness)는 전자빔과 시편의 상호작용에 의해서 시편의 그 부위에서 발생되는 2차 전자의 갯수에 비례한다.
주사전자현미경은 10^{-3} Pa이상의 진공 중에 놓여진 시료표면을 1 ~ 100 nm정도의 미세한 전자선으로 이차원방향으로 주사하여 시료표면에서 발생하는 2차 전자, 반사전자, 투과전자, 가시광선, 적외선, 엑스 (X)선, 내부기전력 등의 신호를 검출하여 음극선관 (브라운관) 화면상에 확대화상을 표시하거나 기록하여 시료의 형태, 미세구조의 관찰이나 구성원소의 분포, 정성, 정량 등의 분석을 행하는 장치이다. 금속 등의 도체, 산화물 등의 반도체, 고분자재료나 세라믹 등의 절연물의 고체, 분말, 박막시료가 될 수 있다. 주로 2차 전자가 시료의 형태관찰, 반사전자나 엑스 (X)선이 성분분석에 사용된다. 전자선은 전자총 내부의 원통내의 필라멘트 (filament)을 가열하여 발생한 전자가 양극으로 가속되어진다. 통상, 0.5 ~ 30 kV로 가속되어진 전자선은 집속렌즈와 대물렌즈의 전자 렌즈의 작용으로 최종적으로 3 ~ 100 nm의 직경까지 미세해지며 시료표면에 조사된다. 이렇게 미세해진 전자선을 전자프로브 (probe)라고 부른다. 전자프로브는 주사 코일에 의해 전자표면상의 X와 Y의 2차원방향으로 새롭게 설정된 면적에 주사시킨다. 전자총의 주사와 동기된 브라운관 화면상에 시료로부터 발생한 신호를 각각의 신호로 변환시킨 검출기에서 검출, 증폭하여 영상으로 보여준다. 브라운관화상은 전자총의 주사면적을 작게 할수록 확대되어진다. 이 화상을 사진으로 촬영하거나 비디오 프린터로 기억하게 된다. 전자총을 주사하지 않고 시료상의 한 점에 고정하여 얻어지는 X선을 사용하여 조사점의 원소분석이 가능하다. **그림 11**의 열 전자총 대신에 필드방출 (FE, field emission)전자총을 장착한 주사전자현미경 (FE-SEM)은 1.5 nm 이하의 고 분해능으로 고화질의 화상을 얻을 수 있기 때문에 형상관찰에 폭넓게 이용되

고 있다.

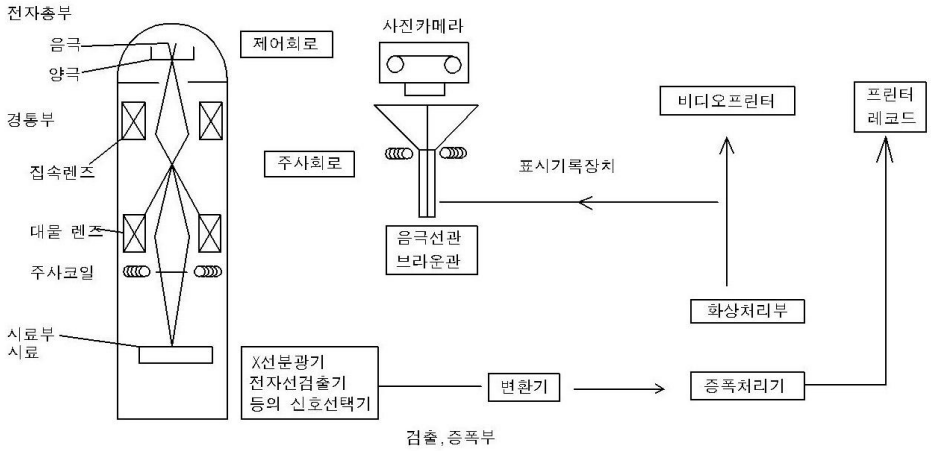


그림 11. 주사전자현미경의 측정원리

광학현미경과 비교하여 얻을 수 있는 화상의 초점심도가 2배 이상 깊으며, 동시에 2배 이상의 높은 분해능 (FE-SEM에서는 최대 0.6 nm)을 얻을 수 있다. 주로 사용되어지는 2차 전자상은 광학현미경보다도 고배율 (1,000x 이상)로서 입체감이 있는 화상이므로 상의 해석을 본 그대로 판단할 수 있다. 2차 전자검출기와 반사전자 또는 X선 검출기를 장착하여 동시에 여러 종류의 정보를 얻을 수 있다. 또, 특수하게 만들어진 1 대 또는 2 대의 2차 전자 검출기, 혹은 반사전자검출기로 얻은 신호를 컴퓨터로 처리하여 시료의 깊이 방향을 포함한 3차원 정보를 얻을 수 있다.

7.1.1 주사전자현미경 (SEM, scanning electron microscope)은 투과전자현미경과는 다르게 전자가 표본을 통과하는 것이 아니라 초점이 잘 맞추어진 전자빔을 표본의 표면에 주사하고, 주사된 전자선이 표본의 한 점에 집중되면 일차전자만 굴절되고 표면에서 발생된 이차전자가 검파기에 의해 수집된다. 그 결과 생긴 신호들이 여러 점으로부터 모여들어 음극선관에 상을 형성하는 원리를 이용하는 것이다.

7.1.2 주사전자현미경의 특징은 초점이 높은 심도를 이용해서 비교적 큰 표본을 입체적으로 관찰할 수 있다는 것이다. 전자빔을 시료 위에 주사시켜서 시료로부터 튀어나온 2차 전자를 모아서 검출한 후 여러 가지 복잡한 기계장치를 거친 후 영상화시키는 전자현미경이다.

7.1.3 검출기 (scintillater)로 검출된 2차 전자는 광전 중배관으로 운반되어 여기서 신호가 증폭 된 후 다시 영상증폭기에서 영상신호 증폭을 거친 후 관찰하게 된다. 따라서 투과전자현미경은 얇은 시편 (60 nm정도)을 빔이 투과하여 관찰하므로 2차적인 또는 단면적인 구조를 나타내지만 주사전자현미경은 시료 위를 주사된 상을 관찰하므로 3차원적인 입체상을 관찰할 수 있다.

7.2 식별방법

ES 01608.1 위상차 현미경의 식별방법에 따른다.

7.3 계수방법

주사전자현미경은 시편의 형상관찰 이외에 x-선 검출용의 반도체소자를 이용한 에너지 분산 엑스레이 미세분석기 (EDXM, energy dispersive X-ray micro analyzer)을 병용하여 석면 한 개의 원소 분석이 가능하며, 통상 1 μg정도까지 검출할 수 있다. 이 기기에 의한 분석을 위해서는 멤브레인필터 (평균기공크기 0.8 μm) 에는 뉴클레포어 (nuclepore) 필터가 이용되며 흡인유량 (속도)는 광학현미경과 같으나 채기량은 다소 많아야 한다. (약 10 L ~ 100 L)

8.0 결과보고

8.1 농도 계산방법

위상차현미경법 농도계산에 따른다.

8.2 결과의 표시

대기환경 중의 석면의 농도 측정 결과의 표시 자리수는 소수 넷째 자리까지 구하고, 측정 결과는 소수 셋째 자리까지 표시한다.

9.0 참고자료

9.1 NIOSH Method 7400, Asbestos and Other Fibers by PCM; NIOSH Manual of Analytical Methods; U.S. Department of Health and Human Services, National Institute of Occupational Safety and Health: Washington, DC, (1994).

9.2 NIOSH Method 7402, Asbestos and Other Fibers by TEM; NIOSH Manual of Analytical Methods; U.S. Department of Health and Human Services, National Institute of Occupational Safety and Health: Washington, DC, (1994).

9.3 환경부, 실내공기질 업무편람, (2004).

9.4 JIS K 3850-1, Determination of airbiorne fibrous particlies-Part1 : Optical microscopy method and scanning electron microscopy method, Japanese industrial standard, (2006)

10.0 부록 "내용 없음"