

## 전자회절을 이용한 분말시료의 격자상수 측정법 연구

이영부, 김윤중, 정종만

기초과학지원연구소 중앙분석기기부

일반적으로 투과전자현미경의 전자회절도형을 이용한 결정체의 면간거리나 격자상수의 측정은 X-선 회절법(XRD)에 비하여 기기적인 원인과 측정오차에 의한 원인으로 인하여 그 오차가 5 - 20% 수준인 것으로 알려져 왔다. 그러나, 기기적인 오차는 내부 표준시료(internal standard)를 이용하여 크게 감소시킬 수가 있다. 이번 연구에서는 전자회절도형을 이용하여 결정질 분말시료의 격자상수를 측정할 때 내부 표준시료를 사용함으로써 그 오차를 최소한으로 줄이는 방법에 대해서 알아보고자 하였다.

내부 표준시료로 이용할 수 있는 물질은 고순도의 Au, Al, TiCl<sub>3</sub> 등이 있으며 이들을 holey film grid 위에 증착시킨 후 여기에 분말시료를 띄워 사용할 수 있다. 표준시료에서 나타나는 ring pattern은 확실한 면간거리(d-spacing) 값을 제공함으로써 관찰 중인 시료의 방향성을 손쉽게 알 수 있게 하고 면간거리에 대한 보다 정밀한 측정값을 얻을 수 있게 한다.

Au 등으로 증착된 grid 위에 시료를 준비하게 되면 이들이 전자산란을 가중시켜 회절도형이나 영상의 질이 저하되는 단점이 있는데, 이러한 경우는 grid의 반쪽 면을 가리고 반쪽 면만을 증착한 후 용도에 따라 이용하면 편리하다. 측정오차를 최소화하기 위해서는 회절점의 정확한 중앙점을 얻어야 하기 때문에 전자빔을 최대한 평행하게 시편에 주입시켜야 하며 가능한 약한 빔을 사용해야 한다. 또한 표준시료에서 나타나는 ring pattern 중 가장 선명한 ring만을 이용하되, 기하학적인 오차를 줄이기 위해서는 이용된 표준시료의 ring에 가장 가까운 시편의 회절점을 선정하여 점간 거리를 측정하여야 한다.

이러한 내부 표준시료의 사용에도 불구하고 실제로 가장 심각한 오차는 전자현미경 사진에서 표준시료의 환도형의 거리나 측정시료의 점도형의 거리 및 각도를 측정할 때에 발생한다. 이러한 문제는 XRD film에서 사용하는 장비와 같은 정밀한 측정장비를 이용하면 그 오차를 면간 거리의 경우 0.05mm이내, 면각의 경우 0.02° 이내로 줄일 수 있다.

실제적인 예로 정밀한 분말 XRD 작업을 통해 신뢰할 수 있는 격자상수를 구한 삼사정계의 장석(albite) 시료에 대하여 상기한 방법으로 격자상수를 측정하여 XRD 자료와 비교한 결과 오차의 범위가 1% 이내로 나타났는데 기존의 5 - 20% 수준과 비교할 때에 매우 좋은 결과임을 알 수 있다. 이러한 방법은 시료의 양이나 크기의 제한 때문에 XRD 방법으로 격자상수를 구할 수 없을 때에는 매우 유용한 대안이 될 수 있다.