

투과전자현미경의 냉각 시료지지대(TEM Cooling stage)를 이용한 *Amelia albite*의 CBED 연구

이영부, 김윤중

한국기초과학지원연구원 중앙분석기기부

장석광물 중에 Na - end member인 *albite*는 생성온도에 따라 tetrahedral site의 Si와 Al의 ordering의 정도에 따라 고온상과 저온상 그리고 중간상의 구조를 가진다. 미세한 크기의 연정구조와 그에 의한 strain이 자주 유발되는 장석광물의 특징상 광물의 상을 정확히 알기 위해서는 가장 작은 부피에서 정확한 구조를 알 수 있는 CBED연구가 필수적이다. 그러나 이온결합을 주로 하고 있는 장석은 전자 beam에 쉽게 손상을 입으며 또한 삼사정계의 복잡한 구조와 비교적 큰 cell parameter를 가지고 있어 구조 연구와 해석을 어렵게 한다. 여기에서 시료손상은 주로 ionizing damage이므로 이를 최소화하기 위하여 냉각시료 지지대의 사용이 필수적이다. 이번 연구는 전자 beam에 쉽게 손상을 입는 광물에 대하여 냉각 시료지지대를 이용한 CBED연구의 최적 조건을 알아보려고 하였다.

전자현미경은 한국기초과학지원연구원의 CARL ZEISS사의 EM 912 OMEGA(120kV)를 사용하였으며 냉각 시료지지대는 Oxford사의 double tilting이 가능한 지지대를 사용하였다. 냉각은 액체질소를 사용하여 -150에서 실험하였으며 가속전압은 120, 100 그리고 80(kV)에서 최적조건을 알아보았다. 도형의 기록은 노출시간을 줄이기 위하여 현미경에 부착되어있는 CCD camera를 사용하였다. Spot size는 100, 80, 50, 25 그리고 10nm의 조건에서 회절도형을 얻었다. C3 aperture size는 37, 20 그리고 10 μ m을 사용하였으며 CCD camera의 노출시간은 1초, 1.5초 3초 그리고 5초의 노출시간에 대하여 각각의 조건을 알아보았다. 한편 지속적이고 적량의 액체질소 주입을 위하여 자동 액체질소주입장치(Fig. 1)를 제작하여 사용하였다.

CBED연구를 할 때 나타날 수 있는 변수로는 가속전압, camera length, C3 aperture size, spot size(beam intensity), 노출시간, 시료두께 그리고 광물의 zone axis를 들 수 있다. 대부분의 광물들은 금속화합물이나 반도체 시료에 비하여 비교적 cell parameter가 크기 때문에 disk의 겹침을 피하기 위하여 낮은 가속전압의 조건을 요구하며 또한 C3 aperture size의 크기에 제약이 따른다.

이러한 조건들 중에서 선명하고 깨끗한 회절도형을 얻는데 가장 큰 영향을 미치는 것은 C3 aperture size였다. 즉 disk의 겹침을 피하기 위해서는 C3 aperture size의 크

기를 줄이는 것 보다 가속전압을 낮추는 것이 더 유리하다. 그러나 너무 낮은 가속전압은 투과력의 문제를 유발하며 beam에 의한 시료손상을 증가시키는 문제점이 나타났다. Spot size 역시 회절도형을 얻는데 큰 영향을 나타내었으며 선명한 HOLZ line을 얻기 위해서는 작은 beam spot이 유리하지만 intensity의 제약에 따라 얇은 시료두께와 긴 노출시간을 필요로 한다. 또한 보다 높은 지수의 HOLZ line을 얻기 위해서는 충분한 시료 두께가 필요하며 긴 노출시간은 시료의 손상을 유발하므로 이를 관찰하기 위해서는 너무 낮지 않은 beam intensity가 필요하다.

이러한 조건들을 고려하여 HOLZ line을 얻은 결과 최적의 조건들은 C3 aperture size는 사용된 크기 중에 가장 큰 37 μ m이 가장 좋은 결과를 얻을 수 있었으나 이 경우 가속전압에 관계없이 대부분의 방향에서 disk의 겹침이 나타났다. Spot size는 120, 100keV의 조건에서는 25nm가 가장 좋은 결과를 얻었으며 80keV일 경우에는 50nm가 더 나은 결과로 나타났다. 이러한 결과를 종합하여 최적의 조건의 도형인 Fig. 3은 120keV, 37 μ m C3 aperture size 그리고 25nm의 spot size 상태에서 5초의 노출시간으로 얻은 결과이다.

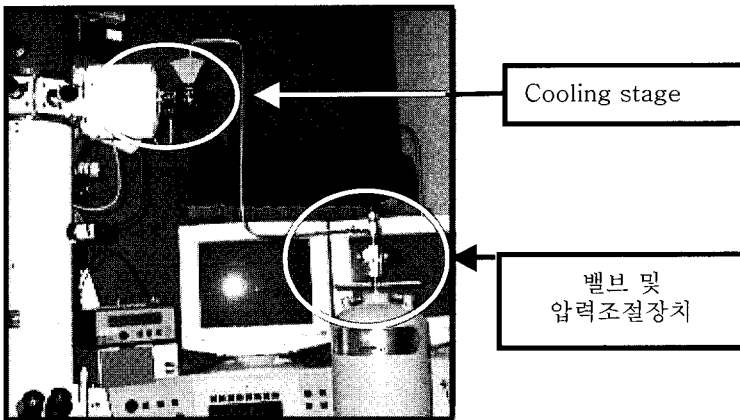


Fig 1. TEM Cooling stage and LN₂ injection set.



Fig. 2. HOLZ line of Albite [103] direction.
TEM and exposure condition of 120keV, 37 μm C3 aperture size, 25nm spot size, and 5sec exposure time.