

장석의 CBED 관찰을 위한 TEM 냉각 시료지지대의 문제점 고찰

이영부, 김윤중, 정종만

한국기초과학지원연구원 중앙분석기기부

장석 광물 등 삼사정계 광물에 대한 CBED 연구에서는 냉각 시료지지대의 활용과 함께 시료지지대에 대한 정밀한 각도 제어가 필수적이다. 연구에 이용한 전자현미경은 독일 Carl Zeiss사의 EM 912 Omega(120kV)를 사용했는데 시료지지대의 구동에서 x-축 방향, y-축 방향의 tilting이 모두 0.1°까지 제어된다. 실제 작업에서는 보다 더 정밀한 조작이 필요할 때가 많으며 이를 위하여 일반적으로는 beam tilt 기능이 활용된다. 그러나, beam tilt 기능을 사용하면 TEM의 beam alignment가 흩어지게 되고 정량적인 각도 제어 및 자료 획득이 어렵게 되는 문제점이 발생한다. 이에 대한 보완책으로 beam tilt 대신 시료지지대의 보조장치로 미동제어가 가능한 digital mouse의 사용을 들 수 있는데 이를 사용하는 경우 기존의 시료지지대를 사용해도 0.1°이하의 조작이 가능하다. 한편, 냉각시료지지대의 y-축 방향의 tilt는 시료지지대의 구조에 따른 문제점이 발생할 수 있다. 이번 연구에 사용된 지지대는 Oxford사의 double tilting이 가능한 지지대로 wire를 연결하여 구동하는 방식이다. 그러나, 냉각 실험에서는 시료를 포함하여 지지대에 ice가 끼기 때문에 tilting 작업 시 구동이 원활하지 않게 된다. 이 문제의 해결을 위하여 y-축 구동의 힘을 직접 전달하는 방식의 지지대가 더 유용할 것으로 예상되며 또한 보다 정확한 제어가 가능할 것으로 여겨진다.

실제 CBED 작업에서 장석 광물인 albite의 Si-Al ordering의 차이를 가장 잘 보여주는 방향은 [001] 방향과 [-201] 방향을 들 수 있다. 그러나, 이들 방향은 HOLZ line 관찰이 어렵기 때문에 그 근접한 방향인 [-325], [-214], [019] 등의 방향에 대한 관찰에서 유용한 정보를 얻는다. [-325] 방향의 경우에는 HOLZ line의 관찰이 용이할 뿐만 아니라 ordering 정도에 따라 (-5 -12 2) line과 (-9 2 -6) line 그리고 (4 -11 7) line의 위치 변화가 크게 나타남을 관찰할 수 있다.