

KBSI-HVEM의 대물렌즈 구면수차계수(C_s) 및 분해능 평가 Evaluation of Spherical Aberration Coefficient (C_s) of the Objective Lens and Resolution for the KBSI-HVEM

김영민, 정종만, 김윤중

한국기초과학지원연구원 나노환경연구부 전자현미경팀

1. 서론

전자현미경의 대물렌즈에 대한 구면수차계수(C_s) 및 defocus(Δf)의 대표적인 측정 방법은 BF/DF displacement를 측정하는 방법[1,2]과 WPO(weak phase object) 가정에 합당한 C나 Ge과 같은 얇은 비정질 막에 대해 diffractogram을 얻고 투과파와 회절파간의 $n\pi/2$ 주기의 phase shift를 측정하는 방법[3,4]이 있다.

BF/DF displacement 측정법은 1942년 Hillier와 Baker[1]에 의해 제안된 방법으로 그 측정 정밀도가 $\pm 10\%$ (최소)로서 정밀한 측정방법은 아니다. 이는 astigmatism이나 voltage axis alignment 등 사전 alignment가 무결한지에 대한 검증이 쉽지 않고 aperture positioning시 나타나는 위치 오차와 배율 및 파장 값에서의 측정 오차가 포함되고 Gaussian focusing을 할 때 나타나는 실험적 오차 등도 피할 수 없기 때문이다. 그러나 시편선택에서 보다 자유로우며 우리가 알고 있는 방위의 시편이라면 얼마든지 적용가능하다.

Diffractogram을 이용한 측정방법은 1966년 Thon[3]에 의해 제안된 방법으로 BF/DF displacement 측정법에 비해 측정오차를 줄여줄 수 있고 Gaussian focusing과는 무관하게 임의의 defocus 하에서 C_s 를 측정할 수 있으며 독립적으로 Δf 를 평가할 수 있다. 또한 측정 data의 alignment가 정확한지도 diffractogram을 통해 편리하게 평가할 수 있으며 through focus series로 data를 획득하면 장비의 분해능도 동시에 평가할 수 있다. 그러나, WPO 가정에 준한 얇은 비정질 시편이어야 하고 defocus값이 증가할수록 spatial frequency 값이 작아지면서 diffractogram 상의 contrast 반전의 곡률이 증가하므로 저차수에 대한 phase shift 측정 오차가 증가하게 된다.

본 실험에서는 2003년 말 한국기초과학지원연구원(KBSI)에 설치 완료한 초고전압 투과전자현미경(HVEM)의 대물렌즈 구면수차계수를 측정하기 위해 Thon[3]의 diffractogram을 이용한 측정방법을 사용하였으며 through focus series로부터 장비의 분해능 평가도 동시에 실시하였다.

2. 실험 방법

C_s 를 구하기 위한 사전 astigmatism 조정은 40,000배의 배율에서 GIF(Gatan Imaging Filter)의 MS-CCD(Multi-Scan Charge Coupled Device, 1Kx1K) 상에 형성된 비정질 Ge thin film 영상의 live FFT(fast fourier transform)를 이용하였다. 비록 현미경 배율은 낮을 지라도 post-column 방식의 GIF로 인하여 실제 관찰 배율은 현미경 관찰 배율의 약 19.2배가 되고 MS-CCD 영상의 LCD screen상에서의 확대가 약 4.7배에 이르므로 실제 astigmatism을 조정할 때 사용되는 배율은 약 4,000,000배에 이르기 때문에 조정에 대한 정밀도를 향상시킬 수 있었다. Voltage axis alignment는 300,000배에서 비정질 Ge thin film위에 놓인 Au particle의 가속전압 변화에 따른 이미지의 비대칭적 변동을 관찰하면서 최소화되도록 조정되었고 Au particle의 영상은 diffractogram의 내부표준으로 사용되었다. Alignment가 완성된 뒤 300,000배에서 focus 조절 knob을 일정한 click 수로 돌려가면서 through focus series로 시편영상을 필름에 기록하였다.

3. 결과 및 고찰

1) Resolution 및 Alignment 평가

Diffractogram을 이용하면 장비의 분해능과 three-fold astigmatism을 제외한 alignment 상태를 확인할 수 있다. 따라서 비록 본 방법이 임의의 focus 지점에서 장비에 대한 C_s 와 Δf 값을 평가할 수 있더라도 through focus series로 기록하는 것이 바람직하다. 단 한 가지 유의할 것은 Budinger[5]가 지적하였듯이 diffractogram을 얻기 위해 Δf 를 변화시킬 때 그 변화범위는 약 $\pm 400\text{nm}$ 이내에서 이루어져야 한다. 왜냐하면 해당범위 이상에서 얻은 diffractogram은 Δf 값의 측정 오차가 오히려 BF/DF displacement법에 의해 측정된 경우보다 더 커지기 때문이다.

그림 1은 through focus series로 기록된 시편 영상의 diffractogram 중 Scherzer defocus에 해당하는 위치에서 얻은 결과이다. 그림 1의 (a)는 비정질 Ge thin film 위에 놓여진 Au particle에 대한 영상이며 해당 영상의 diffractogram은 그림 1의 (b)와 같다. 영상에 대한 배율 보정은 사전에 배율 보정을 실시한 뒤 해당 배율에 대한 보정 인자를 가지고 프로그램 상에서 실시하였다. 본 장비의 점분해능은 제조사에서 1.2\AA 을 보증하는데 본 diffractogram에서 내부표준으로 쓰인 Au particle (222)면의 면간 거리인 1.17\AA 에 대한 회절점이 출현하는 것으로 볼 때 장비의 사양분해능을 충분히 만족한다는 것을 확인할 수 있었다. 또한 diffractogram이 최대 분해능 위치에서도 대칭적으로 나타난 것으로 볼 때 three-fold astigmatism을 제외한 alignment 상태는 최선으로 조정되었으며 시편 또한 유동 없이 안정한 상태를 유지하고 있음을 확인할 수 있었다.

2) 대물렌즈의 구면수차계수(C_s) 및 Minimum Focus Step(f)의 측정

실험적으로 diffractogram을 이용한 C_s 및 Δf 를 구하는 원리는 다음과 같다. Coherent illumination 하에서 시편에 대한 diffractogram 상의 phase intensity를 결정하는 contrast transfer function에서 그 위상 contrast가 $n\pi/2$ 의 위상변화에 따라 반전된다는 가정 하에

$$\frac{n}{q^2} = -C_s\lambda^3q^2 + 2\Delta f\lambda \quad (1)$$

라는 식을 얻게 되는데 diffractogram 상의 n 이 짝수가 되는 contrast minima에 대한 반경 (spatial frequency q)을 측정하던지 n 이 홀수가 되는 contrast maxima에 대한 반경을 측정하면 q^2 의 함수인 n/q^2 의 1차 선형 곡선을 얻게 된다. 다시 말하면 기울기가 $-C_s\lambda^3$ 이고 절편이 $2\Delta f\lambda$ 인 1차 선형 곡선을 그릴 수 있게 된다. 1차 선형 방정식에 대한 graphical method를 적용하여 기울기와 절편을 구하게 되면 그 값으로부터 C_s 와 Δf 를 평가할 수 있게 된다.

그림 2는 실험적으로 n 이 짝수인 contrast minima에 대한 q 값을 측정하는 과정을 나타낸다. 그림 2의 (a)와 같이 임의의 defocus 지점에서 기록된 영상의 diffractogram(그림 2(b))으로부터 spatial frequency(q) 값의 증가에 따른 phase intensity 그래프와 intensity minima의 위치를 평가하였다(그림 2(c)). 이러한 방법으로 일련의 through focus series로 기록된 diffractogram들로부터 변수 x 에 해당하는 q^2 값과 종속변수 y 에 해당하는 n/q^2 값을 정리한 뒤 해당 data를 선형 그래프로 그리고 선형 기울기와 절편을 구한다.

그림 3은 식 (1)에 근거하여 underfocus의 증가에 따라 n 이 짝수가 되는 각 차수에 대해 contrast minima의 spatial frequency(q) 값의 변화를 나타낸 곡선과 임의의 underfocus하에서 n 의 증가에 따라 나타나는 contrast minima의 spatial frequency(q)에 대한 선형 그래프를 도시한 결과이다. 선형 그래프들의 기울기로부터 C_s 의 실험적 계산값은 $1.76\pm 0.12\text{mm}$ 로 평가되었으며 각각의 micrograph에서 평가된 Δf 값과 defocus 시 기록해 둔 대물렌즈 focus knob의 click 수를 이용한 minimum focus step (f)는 $2.19\pm 0.32\text{nm}$ 로 측정되었다. 실험적으로 측정된 C_s 와 f 값은 제조사에서 제공한 사양값들($C_s=2.65\text{mm}$, $f=4.1\text{nm}$)보다 훨씬 좋은 값을 나타내는데 그 원인에 대해선 다각적 고찰과 검증이 필요할 것으로 사료된다. 현재 장비제조사로부터 JEM-ARM1300S 모델의 pole-piece 개조에 따른 정밀한 자장 분포 측정과 이에 따른 C_s 값의 계산과정에 대한 reference 자료를 요청한 상태이다. 앞으로 BF/DF displacement 측정법을 이용한 저배율에서의 측정 병행과 정밀 측정장비를 이용한 색수차 계수(C_c) 측정 시 가속전압의 절대값과 전압 안정도 및 대물렌즈 전류 안정도를 측정하여 전자 파장 및 f 에 대한 cross-check를 실시하고, 장비의 instability(Δ) 값을 도출하여 장비 성능 안정화에 대한 기여 또한 고찰할 예정이다.

References

- [1] Hillier J, Baker RF, Phys Rev 61 : 722, 1942.
- [2] Hall CE, J Appl Phys 20 : 631-632, 1949.
- [3] Thon F, Naturforschung 21a : 476, 1966.
- [4] Park GS, Shindo D, J Electron Microsc 45 : 152-158, 1996.
- [5] Budinger TF, Glaeser RM, Ultramicroscopy 2 : 31-41, 1976.

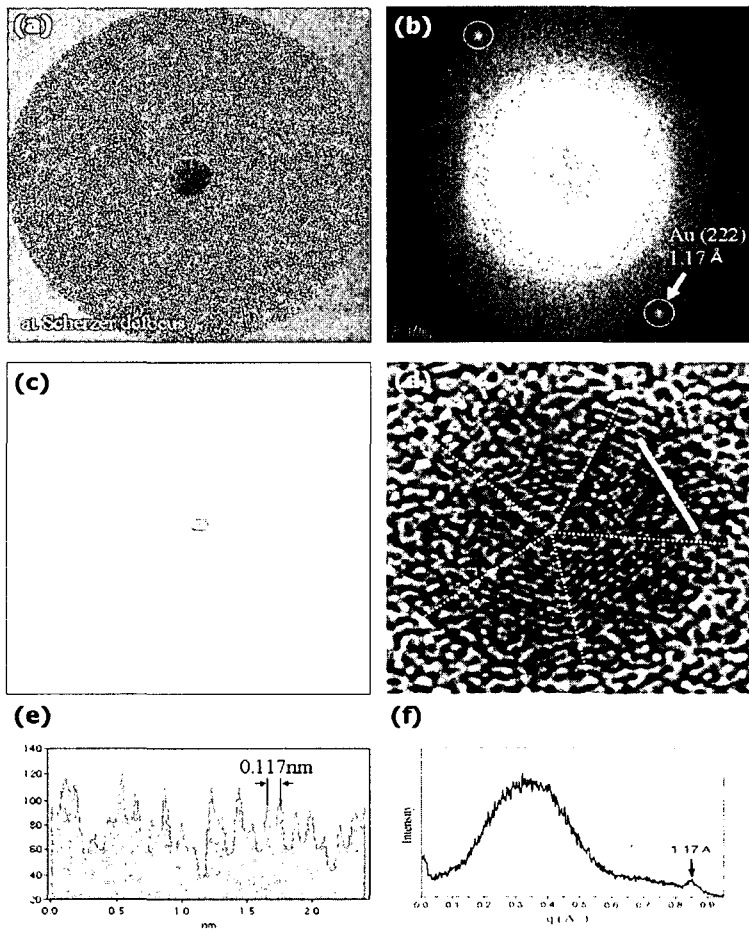


Fig. 1. (a) Micrograph of an Au particle on the amorphous Ge thin film to estimate resolution at Scherzer defocus and (b) its digital diffractogram. (c) Masked image of the component of Au (222) spot in (b). (d) Enlarged micrograph of the Au particle in (a). (e) and (f) are measurement of the Au (222) in real space using the image (d), and in reciprocal space using the diffractogram (b).

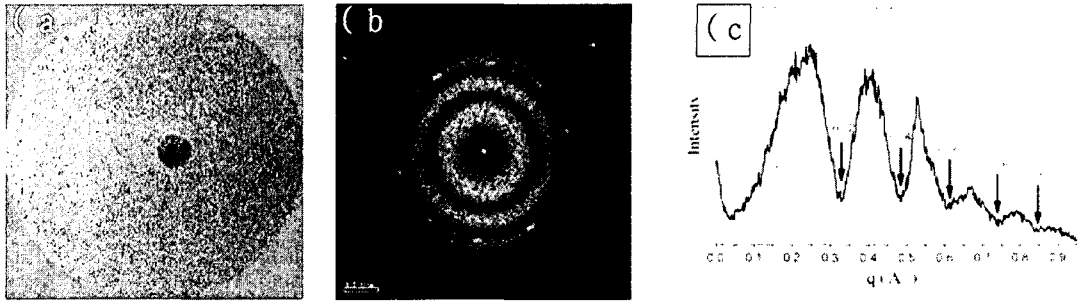


Fig. 2. Measurement of the spacial frequency q at contrast minima (n =even) by intensity profile of the diffractogram (b).

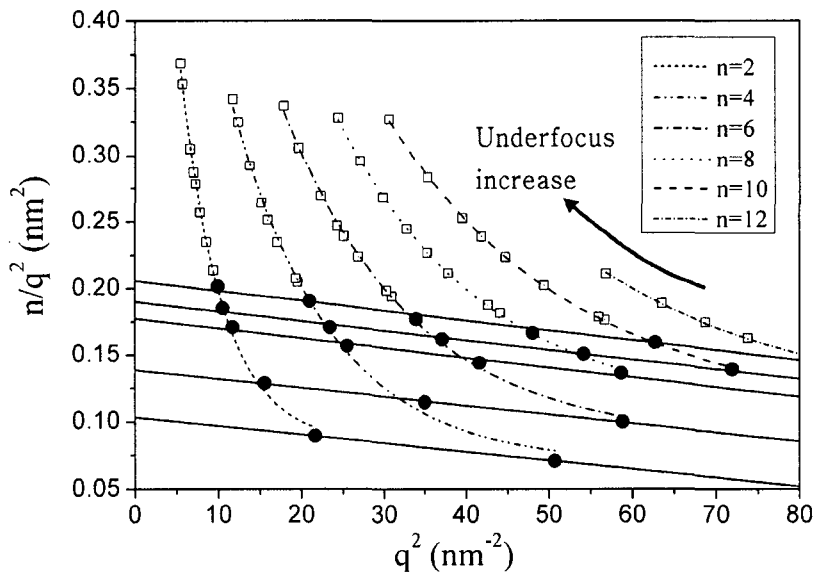


Fig. 3. The measured frequency plot for minimum contrast position with respect to increase of phase order n (even) and underfocus Δf , and linear analysis by eq. (1).