

TEM 토모그래피를 이용한 나노와이어의 구조 및 형상 규명

김한성^{1,2}, 윤상완², 김규현², 안재평^{2*}, 박정희¹

¹고려대학교 소재화학과, ²한국과학기술연구원 특성분석센터

1. 서 론

카본 나노튜브의 발견 이후, 1차원 나노구조는 광전자 디바이스에 대한 응용가능성으로 인해 상당한 주목과 흥미를 끌고 있다. 최근 ZnO, Si, SiC 성분으로 합성된 helix/spring, ring, bow 등과 같은 곡선 모양의 나노 구조물은 그들이 갖는 구조 형태와 성질 때문에 흥미롭게 연구되고 있다. 지금까지 연구된 곡선 모양의 나노 구조물에 대한 투과전자현미경(TEM)을 통한 분석방법은 보편적으로 2차원적 투영법에 의해 진행되었으나, 실제 합성된 시편에 대한 3차원적 분석의 필요성이 계속 강조되어 왔다. 그것은 2차원적 분석 방법만으로 3차원 시편들이 갖는 중요한 정보를 잃거나 혹은 잘못된 정보를 얻을 가능성이 많았기 때문이다.

본 발표에서는 나선형의 $ZnGa_2O_4$ 나노와이어와 꼬인 형태의 Mn이 도핑된 GaN 나노와이어를 합성하여 TEM을 통한 2차원적인 구조 분석 외에, 토모그래피(Tomography) 분석을 통해 나노와이어의 3차원 정보를 추출하였다. 토모그래피는 $\pm 80^\circ$ 의 틸팅과 함께 약 140~200장의 2차원 투영 이미지로부터 3차원의 영상을 구축하는 방법으로 진행하였다. 이상의 결과로부터 지금까지 연구되었던 곡선 모양의 나노 구조 물질에 대한 분석 결과보다 진보된 형태적 특성 및 구조 분석을 수행하였다.

2. 실험 방법

나선형의 $ZnGa_2O_4$ 나노선과 꼬인 형태의 Mn-doped GaN 나노선은 열적 화학 기상 증착법(CVD)에 의해 합성되었다.

(1) $ZnGa_2O_4$ 나노선

석영 튜브 반응기 안에서 Au 나노입자를 코팅시킨 Si 기판 위에 CoSe (99.99%, Aldrich)/ZnO (99.98%, Aldrich)를 800°C 에서 증착시켜 고순도의 단결정 ZnSe 나노선을 합성하였다. 합성된 ZnSe 나노선을 ZnO/Ga (99.99%, Aldrich) 가 사이에 놓은 후, $600\sim 900^\circ\text{C}$ 에서 10~60분 동안 유지시켰을 때 $ZnGa_2O_4$ 나노선이 합성되었다.

(2) Mn-doped GaN 나노선

석영 튜브 반응기 안에서 Au 나노입자를 코팅시킨 Si 기판 위에 $MnCl_2$ (99.99%, Aldrich)/GaN/Ga (99.99%, Aldrich)를 $800\sim 1150^\circ\text{C}$ 에서 60~90분 동안 유지시켰을 때

Mn이 도핑된 GaN 나노선이 합성되었다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1(a)는 Si 기판 위에서 합성된 덩굴모양의 $ZnGa_2O_4$ 나노선의 SEM 이미지이며, Fig. 1(b)는 ZnSe 나노선 주위에 스프링 모양의 $ZnGa_2O_4$ 로 이루어졌음을 보여주는 TEM 이미지이다. Fig. 1(c)와 (d)는 ZnSe 나노선 없이 자가적 코일 형태를 이룬 스프링 모양의 $ZnGa_2O_4$ 에 각각의 SEM, TEM 이미지이다. Fig. 2는 Mn이 도핑된 GaN 나노선이 Si 기판 위에서 zigzag 형태의 높은 밀도로 합성되었음을 보여주는 SEM, TEM 이미지이다 (HRTEM, SAED pattern, EDX line-scanning을 통한 결정구조, 성분 분석 내용 등은 포스터에 첨부 예정).

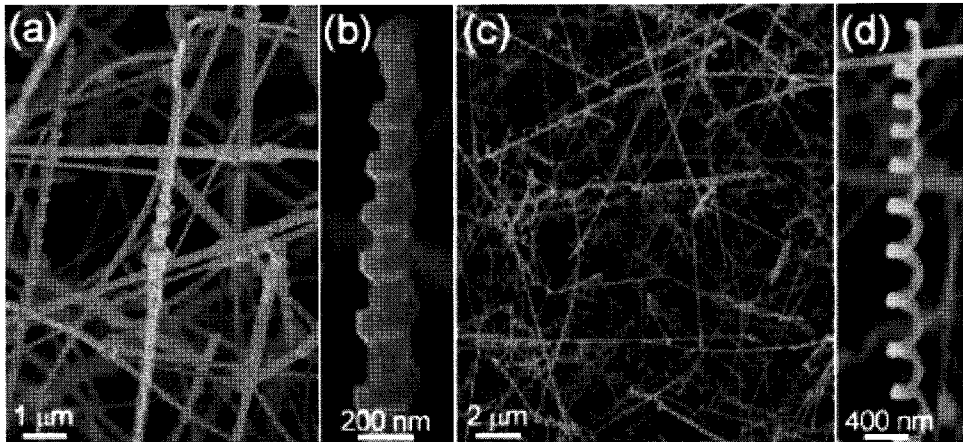


Fig. 1. 덩굴형태(a)(b), 스프링형태(c)(d)의 $ZnGa_2O_4$ SEM, TEM 이미지

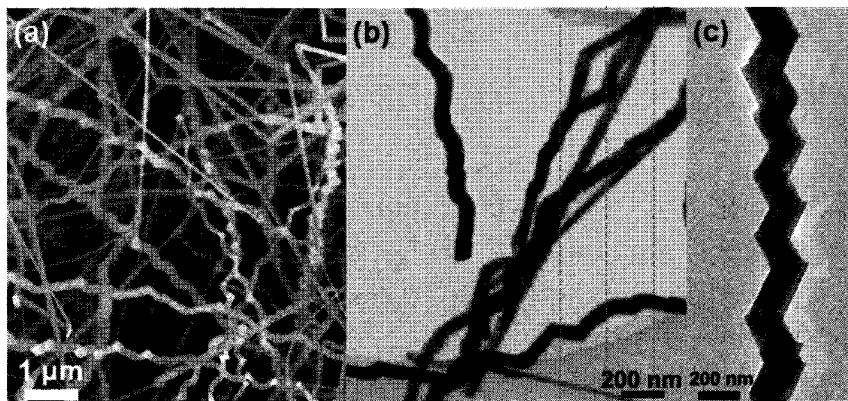


Fig. 2. Zigzag 형태의 Mn-doped GaN 나노선의 (a) SEM과 (b, c) TEM 이미지.

Fig. 3, 4는 각각 spring-like ZnGa_2O_4 나노선, zigzag-shape Mn-doped GaN 나노선으로부터 토모그래피를 이용하여 나노와이어의 3차원 정보를 추출하는 과정을 보여주고 있다. 두 시편의 3차원 정보는 토모그래피의 4단계인 (a) Acquisition, (b) Alignment, (c) Reconstruction, (d) Visualization의 과정으로부터 구축되었으며 그 결과로서 ZnGa_2O_4 는 스프링 형태, Mn-doped GaN는 꼬인 형태인 나노선임을 확인할 수 있었다.

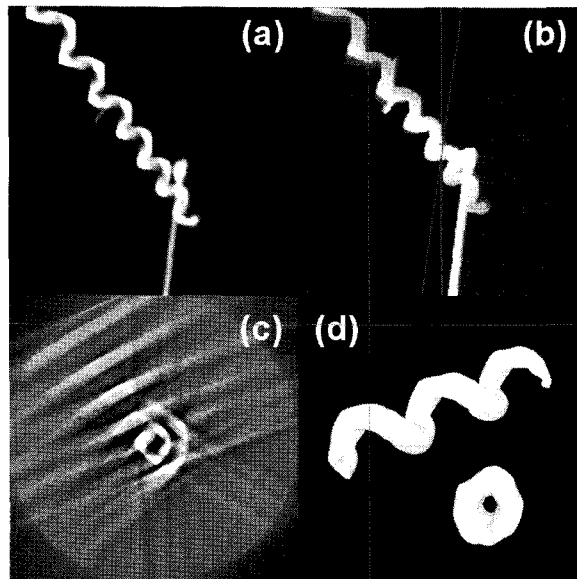


Fig. 3. ZnGa_2O_4 나노선의 STEM HAADF 토모그래피 이미지.

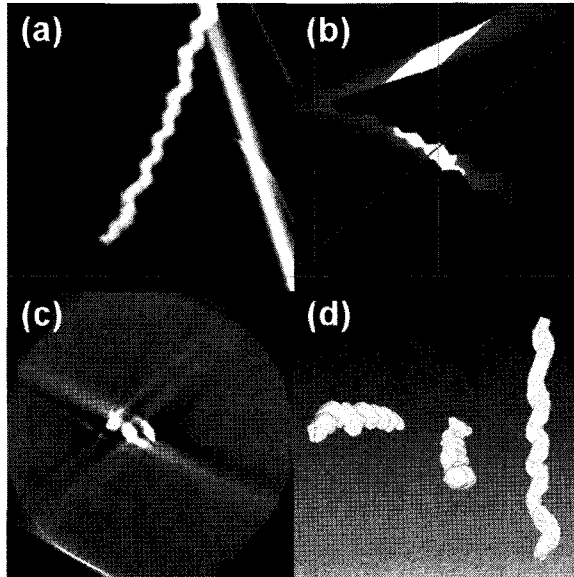


Fig. 4. Mn-doped GaN 나노선의 STEM HAADF 토모그래피 이미지.

TEM 토모그래피는 지금까지 2차원의 영상만을 제공하던 TEM의 제한 요소를 부분적으로 극복할 수 있는 좋은 대안이 될 수 있을 것으로 생각되며 좀 더 적극적인 응용 방안으로 EFTEM 기능을 접목시킴으로서 3차원 형상에 대한 정보뿐만 아니라 3차원 조성 분포에 대한 종합적인 분석을 수행할 수 있을 것이라 기대된다.