Korean J. Electron Microscopy Vol. 21, No. 1, 1991

한국전자현미경학회지 제21권 제 1 권 1991
Korean J. Electron Microscopy 21(1), 108－120(1991)

〈講座〉

전자회절도형의 원리와 분석 : Microcomputer의 이용

성 창 모

Principles and Analysis of Electron Diffraction Patterns in Transmission Electron Microscopy : Utilization of Microcomputers

Sung, Chang Mo

(Received December 12, 1990)

Abstract

Principles of electron diffraction patterns in transmission electron microscope are described for beginners in terms of reciprocal lattices and Ewald sphere. Analysis of both ring patterns and spot patterns are illustrated with practical examples as well as basic calibrations of TEM. Especially convergent beam electron diffraction method is emphasized for the determination of lattice parameters, microstrains, and thickness of thin foil followed by a review of microcomputer programs for the electron diffraction analyses explained in this paper.

1. 서 론

전자회절은 1897년에 Thomson에 의해 발견되었고, 1927년 Davisson과 Germer가 de Broglie의 가설을 확인하기 위해 100V전자를 Ni에 반사시켜 확인함으로써 전자회절에 대한 연구가 시작되었다. 그 후 전자의 散亂현상과 전자비임이 전자장에 의해 촛점이 맞추어지고 굽어질 수 있다는 성질이 발견되었고, 1934년에 최초의 전자현미경을 설계하였고 발전시킨 공헌으로 노벨물리학상을 받은 Ruska교수 이래 전자회절은 재료의 물리학적 분석에 널리 사용되어 왔다. 근래에는 생물학 및 의학분야에서도 전자회절의 특성을 이용한 연구가 점차 활발해지고 있다.

그런데 초보자에게는 투과전자현미경에 의해 얻은 전자회절을 이해하고 분석하는 것이 쉬운 일이 아니다. 본 논문의 목적은 투과전자현미경에서 얻어지는 전자회절도형을 분석하는 원리를 초보자를 위해 설명하고, 이 원리에 바탕을 둔 컴퓨터 프로그램

미국 GTE연구소 재료분석실
GTE Laboratories Inc., 40 Sylvan Rd., Waltham, MA 02254, USA

을 이용하여 손쉽게 실험결과를 분석할 수 있는 지침을 보여주는데 있다. 이를 위해 逆格子(Reciprocal Lattice)의 정의와 전자회절의 원리, 전자회절 분석을 위한 전자현미경의 기본점검 및 여러 종류의 전자회절을 분석하는 방법을 설명하고자 한다.

2. 역격자 개념과 전자회절

전자회절의 특성을 바탕으로 결정질 고체로부터 얻은 회절도형은 크게 環圖型(Ring Pattern), 點도형(Spot Pattern), Kikuchi도형, 收斂性비임도형(Convergent Beam Pattern) 등으로 나누어진다. 이 도형들은 어떻게 얻어지는 것이며 왜 그러한 형태를 이루는 것인가? 이 의문점은 역격자와 Ewald구 개념을 도입하여 설명될 수 있다. 결정면간거리 d_1, d_2, d_3…를 가진 결정은 역격자공간의 점들로 표시될 수 있고 역격자는 실제결정면에 수직인 방향으로 $1/d_1$, $1/d_2$, $1/d_3$…의 거리를 둔 점으로 구성된다. 이 개념은 회절면의 각 세트가 회절도형의 한점으로 나타나는 것을 의미하므로 실제 시편으로부터 얻은 회절도형을 해석하는데 편리하게 사용될 수 있다. 따라서 전자회절은 그림 1과 같이 Ewald구를 이용하여 역격자공간으로 설명된다. 실제공간에서 입사비임과 회절비임사이의 각 2θ는 Bragg법칙으로 주어지며 이들은 역격자공간에서 입사 k_o로 표시되고 회절 k은 역격자벡터 g_{hkl}과 k_o의 합으로 표시된다. 즉 k_o의 원점에서 반경 $1/\lambda$를 가진 Ewald구가 역격자공간을 자를 때 회절비임은 k로 표시되고, 역격자간의 거리는 Ewald구의 반경에 비해 매우 작으므로, 회절도형의 중심부분은 Bragg조건을 만족하는 여러개의 역격자점으로 된 2차원적 평면을 나타낸다. 이 점들이 투과전자현미경에 의해 결정체로부터 얻는 전자회절점들인 것이다.

역격자공간과 실제결정과의 관계를 요약해보면

1) 역격자점은 실제 결정에서의 면을 의미한다.

2) 역격자공간에서 원점과 역격자점을 잇는 것을 g벡터라 하며 실제결정의 면에 수직이고 그 길이는 결정면간거리에 반비례한다. 즉 $|g(hk1)| = 1/d_{hkl}$

3) 역격자 벡터 g는 晶對軸[uvw]를 결정하는데 사용된다.

4) 실제결정 FCC는 역격자에서 BCC로, 실제결정 BCC는 역격자에서 FCC로, 실제결정 SC은 역격자에서 SC로 나타내진다.

그러면 시편을 기울였을때(tilting) 변하는 회절도형은 어떻게 설명이 될까? 그것은 그림 2와 같은 역격자공간을 실제공간으로부터 유도하여 그림 후, 시편의 기울기에 따른 입사비임 방향(즉 어떤 정대축)에서 결정의 회절도형을 그려냄으로써 이해될 수 있다. 그림 2는 FCC 실제결정으로부터 그려낸 역격자공간(BCC 형태)이며 이를 (101)단면으로 잘라낸 부분을 2차원적으로 함께 보인 것이다. 즉 이 단면이 [101] 정대축에서의 회절도형을 나타낸다. 이와 같이 모든 결정체에서 결정구조, 정대축, 가속전압 등을 알고 있으면 실험을 하지 않고도 역격자 개념을 이용하여 이론적인 회절도형을 예측할 수 있다. 시편의 결정구조를 알고 전자현미경실험에 임할 때 몇가지 정대축에서의 기본적인 회절도형을 미리 예측하여 알고 있으면 많은 시간과 노력을 절감할 수 있을 것이다. 그리하여 대부분의 결정구조에 대해서 회절도형을 예측할 수 있는 컴퓨터 프로그램이 1970년대 초반부터 개발되기 시작하였다.

일반적으로 종래의 전자회절에 관한 문헌에서는 대개 高對稱 低指數(High-Symmetry Low-Index) 정대축의 회절점이 예로서 부록에 많이 발표되어 있으나 거의 Orthogonal계에 한정되어 왔다. 그러나 이제는 모든 결정계와 정대축에서 회절도형을 IBM-PC 또는 Macintosh같은 Microcomputer를 이용하여

예측할 수 있게 되었다. 따라서 결정의 방향 관계 설정, 이중회절 및 雙晶에 의한 문제점들을 좀더 쉽게 해결할 수 있다. 전자회절 도형을 얻기 위한 전자현미경의 점검이 중요하므로 이들을 먼저 설명하고 컴퓨터를 이용한 실험결과 분석의 예를 나중에 들기로 한다.

3. 전자회절도형 분석을 위한 전자현미경의 점검

투과전자현미경의 3가지 중요한 보정은 배율, 실제영상과 제한시야 회절도형 사이의 회전각 및 가속전압에 따른 전자비임의 파장이다.

3.1 배율보정

전자현미경의 배율은 중간렌즈전류를 변화시킴에따라 변하고 Pole Piece도 이를 변화시킬 가능성이 있다. 따라서 일정한 가속전압하에서 여러조건의 중간렌즈전류에 따른 배율을 보정하여 시편영상의 정확한 크기를 알아내는데 참고로 하는 것이 일반적이다. 배율을 보정하는 한 방법으로서 탄소복사망(Carbon Grating Replica)를 이용하는 것이다. 즉 낮은 배율부터 150,000배 정도의 높은 배율까지 각 배율에서 탄소복사망의 영상(즉, 1인치당 28,800개의 선)을 얻어 보정할 수 있다. 또는 알려진 크기의 Latex Ball(0.2㎛)을 이용하여 각 배율에서 상을 얻어 비교함으로써 실제배율을 계산할 수 있다. 다른 직접적 방법으로는 아주 면간거리가 큰 결정인 Platinum Phthalocyanine으로 격자영상법(Lattice imaging)을 사용하여 원자면을 직접 분석 비교할 수 있다. 물론 전자현미경은 비임정열이 잘된 조건이어야하고 시편은 전자비임하에서 안정하여야하며 적절히 선택된 정대축에서 높은 배율을 사용하여 면간거리를 볼 수 있을 정도이어야 한다.

3.2 회전각 보정

배율을 증가시키거나 감소시키면 시편의 영상이 스크린에서 회전하게 되는 것을 볼 수 있는데, 이는 배율에 따라 전자기렌즈 강도가 달라져서 전자가 나선형경로(Helical Path)를 따르기 때문이다. 제한시야 회절도형을 얻은 뒤 명시야상으로 돌아갈 때 배율에 따라 회절도형과 영상은 서로 다른 양의 회전을 갖게 되는데 이는 대물렌즈전류와 중간렌즈전류가 변화되기 때문이다. 따라서 배율을 중간렌즈전류로 변화시킬 때 회전각은 또 변한다. 따라서 회절도형과 이에 상응하는 영상이 회전각 변화에 맞게 적절히 보정되므로써 실제결정의 영상방향이 정확히 회절도형과 일치되도록 하여야 한다. M_oO_3를 사용하여 특정한 배율에서 상과 회절도형을 함께 한개의 필름에 얻어 회전각을 결정하여 보정할 수 있다. 먼저 [001] 방향을 회절도형에서 결정하고 M_oO_3상의 긴 가장자리쪽에 평행한 선을 긋는다. 이때 M_oO_3와 [001] 방향사잇각으로 회전각을 결정할 수 있다. 따라서 일정한 가속전압에서 회절도형의 회전각과 시편의 배율과의 관계를 알 수 있으며 가속전압이 바뀌는 경우에는 다시 보정을 해야한다.

참고로 회전각 보정에 관련되는 것으로 전자현미경사진에 자주 나오는 g벡터 표시법에 대하여 서술하고자 한다. 앞에서 설명한 회전각 보정을 참고로하여 회절점(hk1)로부터 얻은 중앙 암시야상이 그 배율에서 회절도형과 어떤 회전각 관계를 가지고 있는가를 확인한다. 그리고 g_{hkl}을 보정각 관계에 입각하여 그에 해당하는 배율에서 방향을 그려넣는다. 이렇게 g벡터를 표시하였을 경우에는 회절도형을 함께 첨가하여 보이는 것은 일종의 넌센스이다. 실제예로서 그림 3는 새로운 항공기재료로 각광을 받고 있는 Al-Li합금에서 얻은 명시야상(bright field)과 중앙 암시야상(centered dark field)이다. 강화현상의 근원이 되는 준안정상 석출물인 δ'(Al_3Li)의 상만을 얻고자 그 회절점을 이용하여 중앙 암시

야상(하얗게 보이는 원형의 석출물)을 얻었다. 석출물의 회절점을 이 배율에서의 보정각에 의거하여 회전시킨 후 출발점을 (000), 종착점을 회절점 (011)으로 하여 g벡터를 중앙암시야상에 그림 3와 같이 넣으므로써 석출물과 모체와의 방향관계를 표시할 수 있다.

3.3 전자파장의 보정

전자파장의 보정은 종래에는 Kikuchi선을 이용하였다. 그러나 최근에 개발된 방법인 수렴성비임 전자회절을 이용한 홀즈(HOLZ : Higher Order Laue Zone)도형 분석에 의해 가속전압의 정밀한 보정을 할 수 있다 (Sung, 1990).

4. 회절도형의 종류와 분석방법

각 회절도형의 종류에 따른 특징과 그것을 어떻게 분석하는가에 대한 설명은 다음과 같다.

4.1 환도형

결정시편으로부터 환도형을 얻는 경우, 시편의 입자가 매우 작아 제한시야 조리개 내에 10개이상의 입자가 포함된다는 것을 의미한다. 입사비임에 가까운 환일수록 결정면간거리가 크고 회절의 직경이 클수록 면간거리는 점점 작게 된다. 결정구조가 알려지지 않은 시편의 환도형을 어떻게 분석하는가를 다음과 같이 설명해 보자.

1) 미지의 시편과 표준시편 Au를 함께 이중 시편홀더(specimen holder)에 넣는다.

2) 촛점이 맞추어진 상을 알고 제한시야 조리개을 이용하여 회절도형을 얻는다.

3) 회절도형의 촛점을 회절렌즈로 맞추고 사진을 찍는다.

4) 표준시편 Au에서 얻은 환도형으로부터 환의 직경(2R)을 잰 후 카메라정수(λL)을 보정한다.

5) 미지 시편의 환도형에서 직경 2R을 잰다.

6) 조정된 카메라 정수에서 $d=\lambda L/R$을 이용하여 미지시편의 면간거리 d값을 알아낸다. 각 환도형의 지수를 계산하여 시편의 결정구조를 알아낼 수 있고 이를 JCPDS카드를 이용하여 확인한다.

4.2 제한시야 점도형(Spot Pattern) 분석

회절점도형에서는 3가지의 정보, 즉 투과점 (000)와 다른 회절점사이의 거리 R, (000)점과 각 회절점을 이은 사잇각 θ, 그리고 (000)점과 다른 회절점의 비교강도를 얻을 수 있다. 따라서 점도형의 R과 θ로부터 회절점의 지수와 정대축을 분석할 수 있는데 Al시편에서 얻은 회절도형을 예로 들어 설명해보자(그림 4). 이때 이용할 수 있는 분석법은 비례법, 사잇각법 및 카메라정수법이다.

4.2.1 비례법

그림 4에서 Al은 입방정계이므로 회절점 1과 2에서 다음 관계를 가지며

$$|g_{hkl}| = 1/d_{h_1 k_1 l_1} = (h_1^2+k_1^2+l_1^2)^{1/2}/a$$

$$|g_{hkl}| = 1/d_{h_2 k_2 l_2} = (h_2^2+k_2^2+l_2^2)^{1/2}/a$$

여기에서 d는 결정면간거리이고 a는 격자상수이다. 각 회절점사이의 거리비례를 취하면

$$R_2/R_1 = d_{h_1 k_1 l_1}/d_{h_2 k_2 l_2}$$
$$= (h_2^2+k_2^2+l_2^2)^{1/2}/(h_1^2+k_1^2+l_1^2)^{1/2}$$

을 얻는데 이를 일반화시켜 FCC를 만족하는 회절점에 대한 이론적 비례값을 표 1과 같이 만든다. 예를 들면 (111)과 (200)에서

Table 1. Ratios of Interplanar Spacings in FCC Structure.

hkl	$\frac{d_{111}}{d_{hkl}}$	$\frac{d_{200}}{d_{hkl}}$	$\frac{d_{220}}{d_{hkl}}$
111	1		
200	1.1547	1	
220	1.6330	1.4142	1
311	1.9149	1.6583	1.1726
331	2.5166	2.1794	1.5411
420	2.5820	2.2361	1.5811

$d_{111}/d_{200}=1.1547$을 얻는다. 실험적으로 얻은 R_2/R_1값이 약 1.63이라하면 표 1로부터 1.6330의 이론값을 채택할 수 있고 $R_1(hkl)=(111)$, $R_2(hkl)=(200)$를 얻는다. 마찬가지로 $R_2(hkl)=(220)$, $R_3(hkl)=(111)$을 얻는다. 이때의 주의사항으로는 적어도 3개의 비례를 계산할 것, 약간의 오차를 감수할 것, 정대법칙(Zone Law)에 위배되지 않게 일정한 지수를 채택할 것, 그리고 사잇각방법과 카메라 정수법에 의해 그 결과를 확인할 것 등을 들 수 있다.

4.2.2 사잇각방법

R_1과 R_2, R_2과 R_3의 사잇각을 재어보니 각각 36°이었다. 이때 두개의 결정면간의 관계식에서 R_1과 R_2에 대해

$$\cos 36^\circ = (h_1h_2+k_1k_2+l_1l_2) /[(1^2+1^2+1^2)(2^2+2^2+0^2)]^{1/2}=0.809$$

R_2와 R_3에 대해

$$\cos 36^\circ = (h_2h_3+k_2k_3+l_2l_3) /[(1^2+1^2+1^2)(2^2+2^2+0^2)]^{1/2}=0.809$$

를 얻는다. 이미 $R_1(hkl)=(111)$, $R_2(hkl)=(220)$, $R_3(hkl)=(111)$의 값을 비례법으로 얻었음을 염두해 두고 위의 식을 이용하여 계산하면 $R_1(\bar{1}1\bar{1})$, $R_2(02\bar{2})$, $R_3(11\bar{1})$가 위의 식을 만족함을 알 수 있다. 그리고 나머지 회절점들은 위의 3점을 기본으로 하여 벡터덧셈에 의해 결정된다.

4.2.3 카메라 정수법

위에서 얻은 값들은 $\lambda L=Rd$의 카메라 정수법으로 확인할 수 있다. 즉, λL은 알려진 값이고 R값도 필름에서 잴 수 있는데 이 값을 Al의 면간거리 d값과 비교하여 위의 결과를 확인한다.

4.2.4 정대축의 결정

정대축은 다음식의 Cross Product에 의한 계산으로 얻어진다.

$$B=(h_1k_1l_1)\times(h_2k_2l_2)=[uvw]$$
$$=(111)\times(022)=[011]$$

따라서 위의 회절도형에 대해 [011] 정대축을 얻을 수 있다. 이런 계산은 회절도형필름에서 얻은 몇가지 정보를 가지고 컴퓨터를 이용하여 손쉽게 해낼 수 있다. 특히 그 결정구조가 입방정계가 아닌 경우 많은 시간이 걸리는데 이러한 시간과 수고를 덜고자 거의 모든 결정구조의 적용되는 프로그램이 개발되었다.

4.3 수렴성비임 전자회절도형(Convergent Beam Electron Diffraction Pattern)

수렴성비임 전자회절에 의한 결정구조연구는 근래에 활발히 연구되기 시작하였다. 매우 미세한 탐침과 큰 회절각을 이용하는 이 기술은 3차원적 결정구조와 대칭성을 아주 작은 영역(<1㎛)의 2차상에서도 알아낼 수 있게 한다. 종래의 제한시야 회절에서는 평행한 비임이 시편에 조사되어 후방촛점면에 점으로서 회절도형이 형성되는데, 시편의 조사영역이 대물렌즈의 조리개 크기에 의해 제한된다는 것이 단점중의 하나이며 또한 대물렌즈의 색수차때문에 정확하게 관심영역이 선택되기 어렵다. 한편 수렴성비임이 시편에 조사될 때 회절도형은 원반형태를 나타내고 그 직경은 수렴각에 의존하게 되므로 회절에 의한 정보를 얻는 영역이 전자탐침의 크기에 따라 결정되는 장점이 있다. 이와 같이 제한시야회절 도형으로는 할 수 없었던 분석이 가능하게 된 예는 다음과 같다.

4.3.1 결정격자상수 및 미소변형측정

그림 5에서 보는 바와 같이 원반의 바깥쪽에 있는 날카로운 선은 고차 Laue정대(홀즈 : High Order Laue Zone)면에서의 비탄성산란의 결과로 생긴 일종의 Kikuchi선이다. 이들은 X-선방법에서 말하는 Kossel선과 유사하며 수렴성비임에서는 "홀즈 Kikuchi선"으로 명명된다. 이 홀즈선은 투과원반 (000)의 내부에까지 연결되는데 홀즈면에서의 탄성산란의 결과로 생긴다고 알려져 있다. 이 홀즈선은 역격자 벡터가 좁

즈(ZOLZ : 영차 Laue정대)에서의 회절도형 즉 제한시야 회절점도형에 비해 상당히 크므로 격자상수와 전자파장에 매우 민감하여 가속전압의 측정, 격자상수의 결정, 미소변형, 격자어긋남 및 정량적 화학성분 결정까지도 응용되고 있다. 이러한 홀즈선을 얻는 실험방법은 이미 발표된 바 있어(Sung, 1988) 여기에서는 상세히 서술하지 않고 결과분석을 위해 전자회절의 역학적(Kinema-tical) 조건을 가정한 프로그램을 이용하여 홀즈선을 예측하는 것을 중점적으로 설명하고자 한다. 프로그램의 입력자료는 시편의 예상되는 결정격자, 가속전압에 따른 λ값, 홀즈면 지수(이 면지수들은 정대축과 가속전압에 따라 다름) 등이다. 대개의 경우 가속전압은 일정하므로 일정한 λ값에서 결정격자값을 바꾸어 입력하여 실험 홀즈선결과와 비교하므로써 컴퓨터로 예측된 홀즈선과 동일할 때 격자상수가 결정될 수 있다. 그림 5은 격자상수를 바꿈에 따라 예측 홀즈선이 어떻게 변하는가를 순수한 Ni의 실험결과를 바탕으로 보여준다. 그리하여 가장 적절한 격자상수값 0.3524nm를 얻었는데 이 값은 X-선 방법을 의해 결정된 값과 잘 일치한다. 또한 약간씩 다른 격자상수값을 넣었을 경우의 예측 홀즈선을 보면 이 선들이 격자상수에 얼마나 민감한지를 알 수 있다. 이 결과를 앞서 설명한 점도형에 의한 분석(약 1%정도의 오차를허용)과 비교한다면 이 수렴성비임의 정확도가 0.1%로써 훨씬 정확한 격자상수를 더 작은 시편영역에서 측정할 수 있음을 알 수 있다. 비록 수렴성비임 회절기술을 익히는데 많은 시간과 노력이 따르기는 하나 일단 습득하고 프로그램을 이용하면 결정의 특성화에 큰 도움이 될 것이라 믿는다.

4.3.2 시편의 박판두께 측정

전자현미경에 의한 재료 연구에 있어서 특히 1980년대 초기부터 본격적으로 연구되기 시작한 분석 전자현미경 분야에서는 정량분석 등을 위해 시편의 박판두께에 대한 정보를 아는 것이 매우 중요하다. 그리하여 두께 줄무늬법(Thickness Fringes), 탄소오염에 의한 측정, 입계 줄무늬법(Grain Roundary Fringes), 분산 피이크(EDXS Peak)에 의한 측정 등이 시도되어 왔다. 그러나 이들에는 여러가지 단점과 큰 오차가 따르므로 최근에는 수렴성비임에 의한 방법이 가장 정확히 시편두께를 측정할 수 있는 방법으로 인정되고 있다(Kelly *et al.*, 1975). 즉 시편이 2개 비임(Two-Beam)회절조건에 있으면 2개의 수렴성비임 회절원반내에서 평행한 줄무늬를 볼 수 있고 이들의 상호거리로부터 결정의 두께를 다음과 같이 결정할 수 있다.

1) 시편을 기울여서 특정(hkl)에 대한 강한 "2개 비임"조건을 잡는다.

2) 대물렌즈를 조절하여 시편면에 탐침을 형성한다.

3) 적당한 2차 집광렌즈 조리개를 선택하여 (000)와 (hkl)의 원반이 서로 겹치지 않게 비임을 수렴시킨다. 회절도형의 촛점이 맞추어지지 않는 상태에서 투과원반내에서 시편의 상을 볼 수 있는데 대물렌즈나 1차 집광렌즈로 촛점을 맞춘다. 그리하여 그림 6과 같은 적절한 Kossel-Mollenstedt 줄무늬도형을 얻게 된다.

4) 회절도형으로부터 (hkl)을 (200)로 지수결정하고 λ와 d_{hkl}를 결정한 후 다음 식을 이용하여 $\Delta\theta_i$와 $2\theta_d$에 대해 편차변수(Deviation Parameter) S_i를 각각의 i값(i=1, 2, 3,...)에 대해 결정한다.

$$S_i=(\lambda/d^2_{hkl})(\Delta\theta_i/2\theta_B)$$

이때 $\Delta\theta_i$는 그림 6a에 보여진 바와 같이 정의되고 $2\theta_B$는 원반사이의 거리이다. 만약 소멸거리 ξ가 시편과 회절조건에서 알려진 값이면 그 두께는 직접 다음식에 의해 구해진다.

$(S_i^2+1/\xi^2)t^2=n_i^2$

5) 그러나 대개의 경우 그렇지 못하므로 최소한 3개이상의 줄무늬결과를 이용하여 t와 ξ값을 Least Square방법에 의해 구한다. 직선의 기울기에서 ξ를, y축과의 교차점에서 t값을 구할 수 있다(그림 6b). 실제로 $(S_i/n_i)^2$ $1/n_i^2$을 계산기를 이용하여 그 기울기를 결정하고 n_i값을 1부터 시작하여 몇개의 정수를 대입하여 최상의 답을 얻는데 적어도 2시간이 걸리는데 이것을 프로그램을 이용하면 불과 몇분만에 표준편차값과 함께 가장 정확한 t와 ξ값을 구할 수 있다. 따라서 10%이하의 오차 범위내에서 결정의 두께를 수렴성비임 전자회절에 의해 손쉽게 구할 수 있다.

5. Microcomputer의 이용

회절도형 분석을 효율적으로 하기 위한 컴퓨터 프로그램이 개발되어온 역사를 살펴보자. 1970년대 초반에 대형 컴퓨터를 이용한 프로그램이 많이 소개되었는데 정대축에서의 회절도형 예측, 쌍정이 있는 경우의 도형, 모체/석출물간의 방향관계, 그리고 역격자 형태에 근거한 회절도형모양의 예측등이었다(Ploc and Kleech, 1972 ; Lodder and Berg, 1973). 또한 회절도형의 지수결정은 지루하고 시간이 많이 걸리고 오차가 많이 생길 수 있는 작업인데 이 과정을 컴퓨터로 대치하고자 하는 시도가 1970년대 후반에 시작되었다(Goehner and Rao, 1977). 그리하여 정대축의 결정은 물론이고 2차 석출물의 방향관계도 무난히 추측해 낼 수 있었다. 컴퓨터의 이용에 따른 큰 장점의 하나는 회절도형 계산에 있어서 회절면간의 거리 및 각의 오차 한계를 정해줄 수 있으므로 손쉽게 해답을 얻을 수 있다는 이다.

Kikuchi선을 이용한 연구에서 지수결정을 하는것이 특정한 低指數 방향이 아닌 경우 외에는 쉽지 않다는 것은 널리 알려져 있다. 이 문제점을 컴퓨터로 해결하고자 하는 시도의 한 예로 1980년 초의 Schwarzer의 프로그램을 들 수 있다(Schwarzer and Weiland, 1984). 이 프로그램을 사용한 결과, 수렴성비임 전자회절로 얻은 Kikuchi도형에서 얻는 결정방위성은 종래의 제한시야 회절도형보다 훨씬 정확다는 것이 보고되었다. 그리고 컴퓨터의 Digitizer를 이용하여 좀 더 쉽게 Kikuchi도형을 분석하는 프로그램이 발표되었다(Heilmann *et al.*, 1982). 한편 전자현미경을 만드는 회사에서는 이러한 프로그램들을 전자현미경에 설치되어있는 컴퓨터에 설치하여 소위 말하는 "동시 회절분석"의 개념을 도입하였는데(Carr and Chambers, 1984 ; Tokiwai *et al.*, 1983) 그 사용이 국한되었다고 말할 수 있다. 왜냐하면 전자현미경 자체가 워낙 비싸므로 전자현미경 사용시간에 회절도형 분석을 위해 컴퓨터를 사용하는 것이 어려웠기 때문이다.

지금까지 소개한 프로그램들은 거의 중형 컴퓨터에서만 작동되었으므로 널리 사용되지 않았는데, 최근에는 마이크로 컴퓨터의 급속한 보급에 힘입어 전자회절 도형 분석 프로그램이 더욱 많이 개발되어 누구나 쓸 수 있게 되었다. 많은 수의 공용 프로그램(public domain)과 상업용이 소개되었는데 이를 사용자의 컴퓨터 기종과 목적에 맞게 선택하여 회절도형 분석에 이용할 수 있다. 공용 전자회절 도형 분석 프로그램이 가장 많이 소개된 곳으로 미국 전자현미경학회(EMSA)에서 운영하는 "EMMPDL"을 들 수 있는데 약 40여 종의 프로그램이 있으며 새로운 프로그램을 개발한 경우 이곳에 보낼 수도 있다(Zaluzec, 1989). 한편, 좋은 평판을 얻고 있는 상업화된 프로그램으로는 Staley, Steadlemann의 것이 있다. 참고로 현재 널리 사용되고 있는 회절도형 분석에 관계된 프로그램들을 표 2에 소개하였다.

Table 2. List of Computer Programs for Electron Diffraction Analyses

Author	Applications	Computer	Resources
P. Heilmann(1983)	Kikuchi-line Analysis	IBM-AT	The Ohio State University
T. F. Kelly(1988)	SADP Simulation	IBM-AT	University of Wisconsin-Madison
W. Prantl(1984)	Indexing ED Pattern	VAX II	Inst. of Metallphysik, Austria
P. A. Stadelmann (1987)	Electron Diffraction Analysis(EMS)	IBM-AT, VAX	Switzerland
J. T. Staley(1988)	Electron Diffraction Simulation(Diffract)	IBM-AT, Macintosh	Scientific Software
C. M. Sung(1987)	HOLZ Line Simulation, Thickness Measurement	IBM-AT	GTE Labs.
J. Sutliff(1989)	Electron Diffraction Simulation(DFT)	IBM-AT	Lehigh University
J. M. Zuo(1989)	CBED Patterns(Bloch Wave Method)	VAX 750	Arizona State University

저자가 이 프로그램들을 모두 소유하고 있으므로 관심있는 독자에게 도움을 줄 수 있을 것이다.

References

Carr, M. J. and W. F. Chambers. 1984. A review of crystallographic calculational methods used in the RAD group of computer programs for AEM. J. Microscopy 134, 55-72.

Goehiner, R. P. and P. Rao. 1977. Computer-aided indexing of transmission electron diffraction patterns. Metallgraphy 10, 415-424.

Heilmann, P., W. A. T. Clark and D. A. Rigney. 1982. Computerized method to determine crystal orientations from Kikuchi patterns. Ultramicroscopy. 9, 365-372.

Kelly, P. M., A. Jostsons, R. G. Blake and J. G. Napier. 1975. The determination of foil thickness by scanning transmission electron microscopy. Phys. Stat. Sol. A31, 771.

Lodder, J. C. and K. G. Berg. 1973. A method for accurately determining lattice parameters using electron diffraction in a commercial electron microscope. J. Microscopy 100, 93-98.

Ploc, R. A. and G. H. Keech. 1972. Computer-generated electron diffraction patterns. J. Appl. Cryst. 5, 244-247.

Prantl, W. 1984. A computer program for unique indexing of electron diffraction patterns. J. Appl. Cryst. 17, 39-42.

Prantl, W. 1987. A computer program for the evaluation of orientation relationships from single electron-diffraction spot patterns. J. Appl. Cryst. 20, 439-440.

Schwarzer, R. A. and H. Weiland. 1984. Computer-aided indexing of Kikuchi patterns from cubic, tetragonal, and hexagonal crystals in the determination of grain orientations. 8th European Congress on EM. 341-342.

Sung, C. M. 1988. Introduction to Convergent Beam Electron Diffraction. J. of Ko-

rean Inst. of Metals 26, 34.

Sung. C. M. 1990. Convergent Beam Electron Diffraction II : Principles and Applications of HOLZ lines, J. of Korean Inst. of Metals. to be published.

Tokiwai, M., S. Moriguchi, T. Shikawa and E. Watanabe. 1983. Automatic computer of electron diffraction patterns. JEOL news 21E, 2-6.

Zaluzec, N. J. 1989. In the computer corner : EMMPDL. EMSA Bulletin 18, 114-115.

Zuo, J. M., K. Gjonnes and J. C. H. Spence. 1989. FORTRAN source listing for simulating three-dimensional convergent beam patterns wigh absorption by the Bloch wave method. J. electron Micro. Tech. 12, 29-55.

Figure Legends

Fig. 1. The Ewald sphere construction for a crystal showing the reciprocal lattice vector g.

Fig. 2. a) The reciprocal space of BCC lattice derived from the real crystal of FCC structure. b) The cross-sectional view of (101) reciprocal lattice plane corresponding to the zone axis pattern of [101] in FCC.

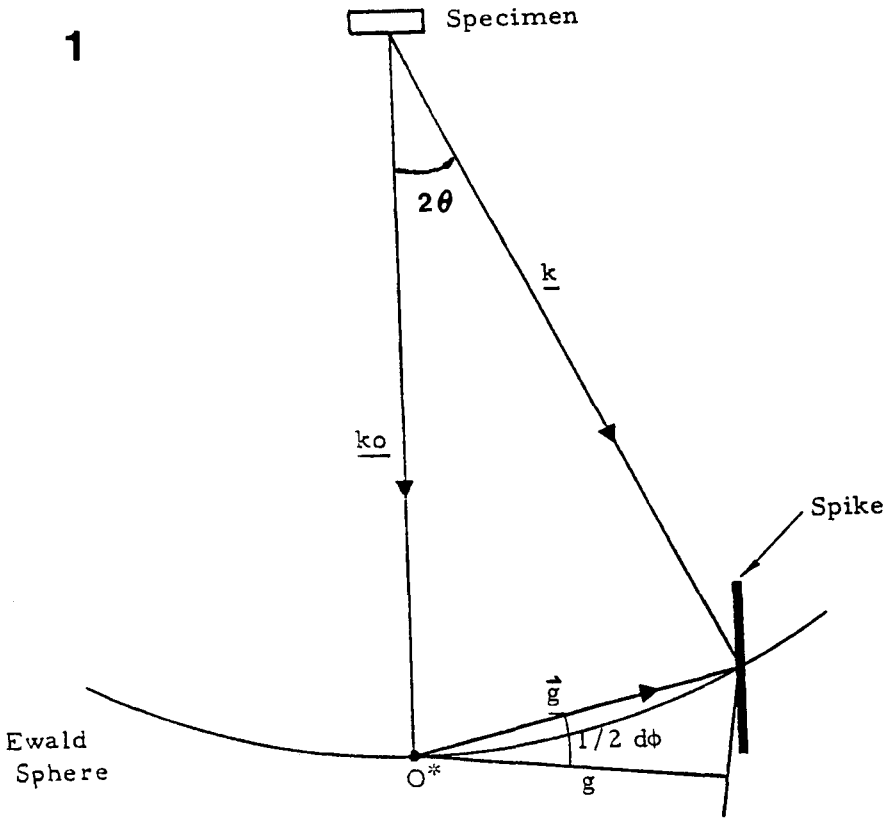
Fig. 3. Bright and centered dark field images of $\delta'(Al_3Li)$ phase

Fig. 4. Selected area electron diffraction pattern obtained from pure Al.

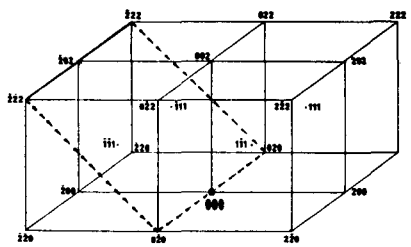
Fig. 5. Experimental HOLZ lines and computer-simulated patterns of the [334] zone axis obtained from pure Ni.

Fig. 6. a) Two-beam CBED pattern showing the fringe-spacings for thickness determination. b) Graphical determination of thickness t and extinction distance ξ from CBED results.

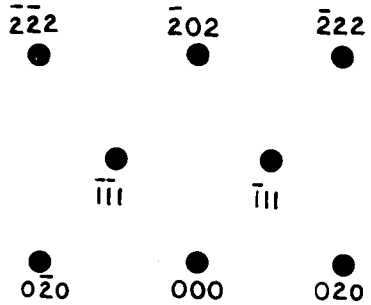
1

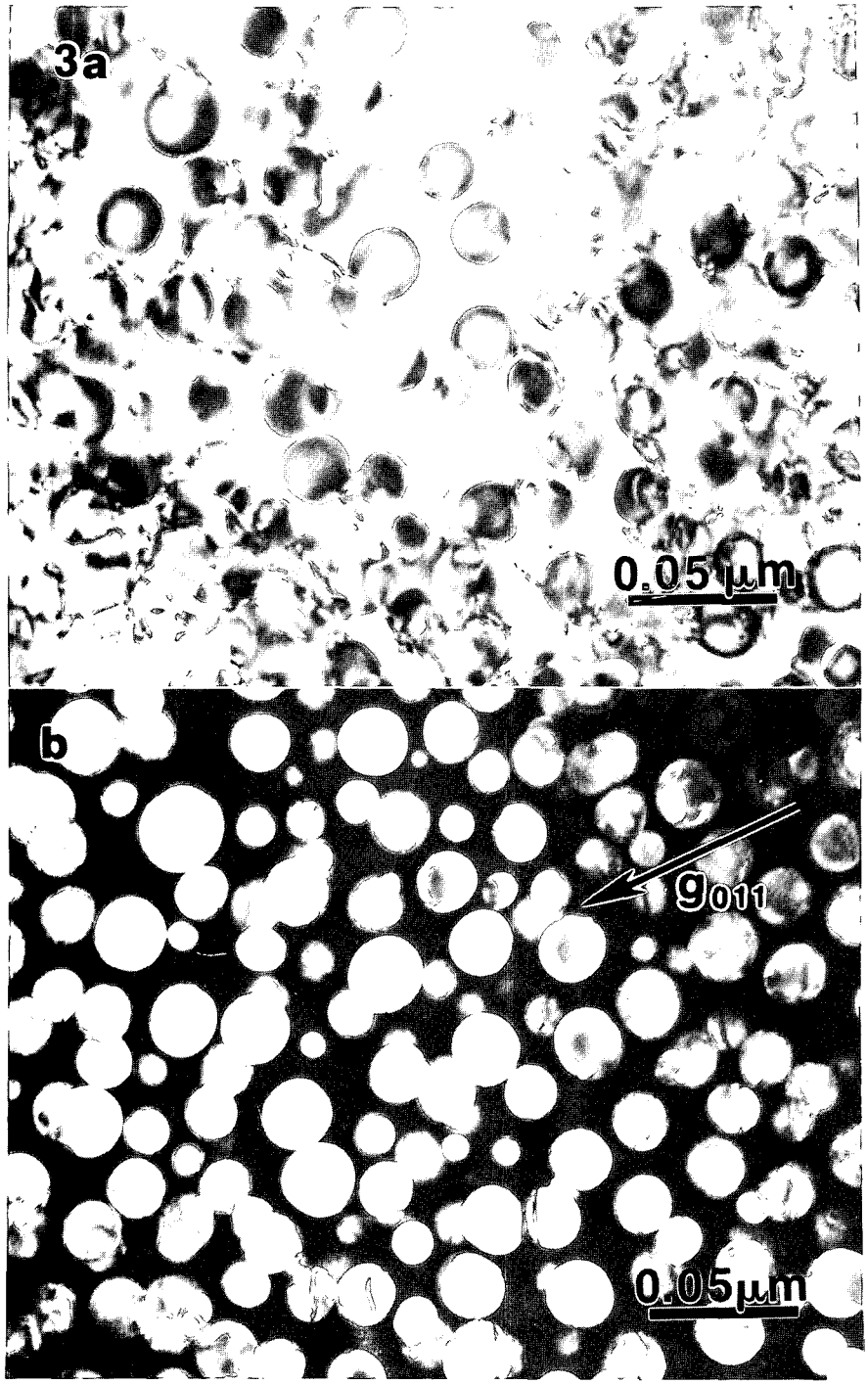

Specimen
2θ
k
ko
Spike
g
1/2 dϕ
Ewald
Sphere
O*
g

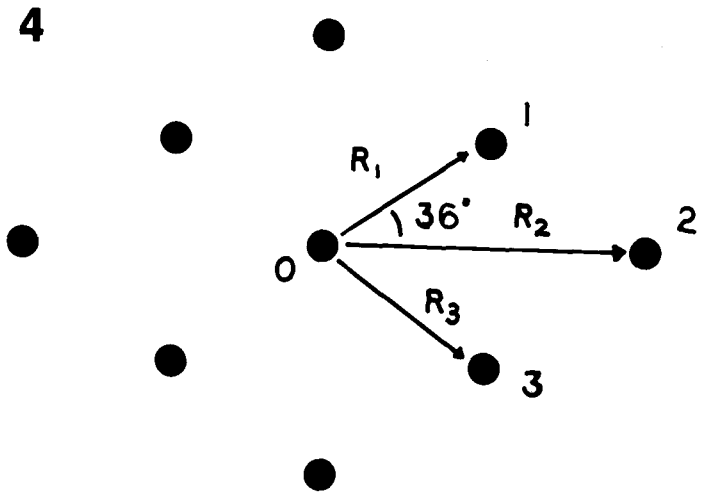
2a

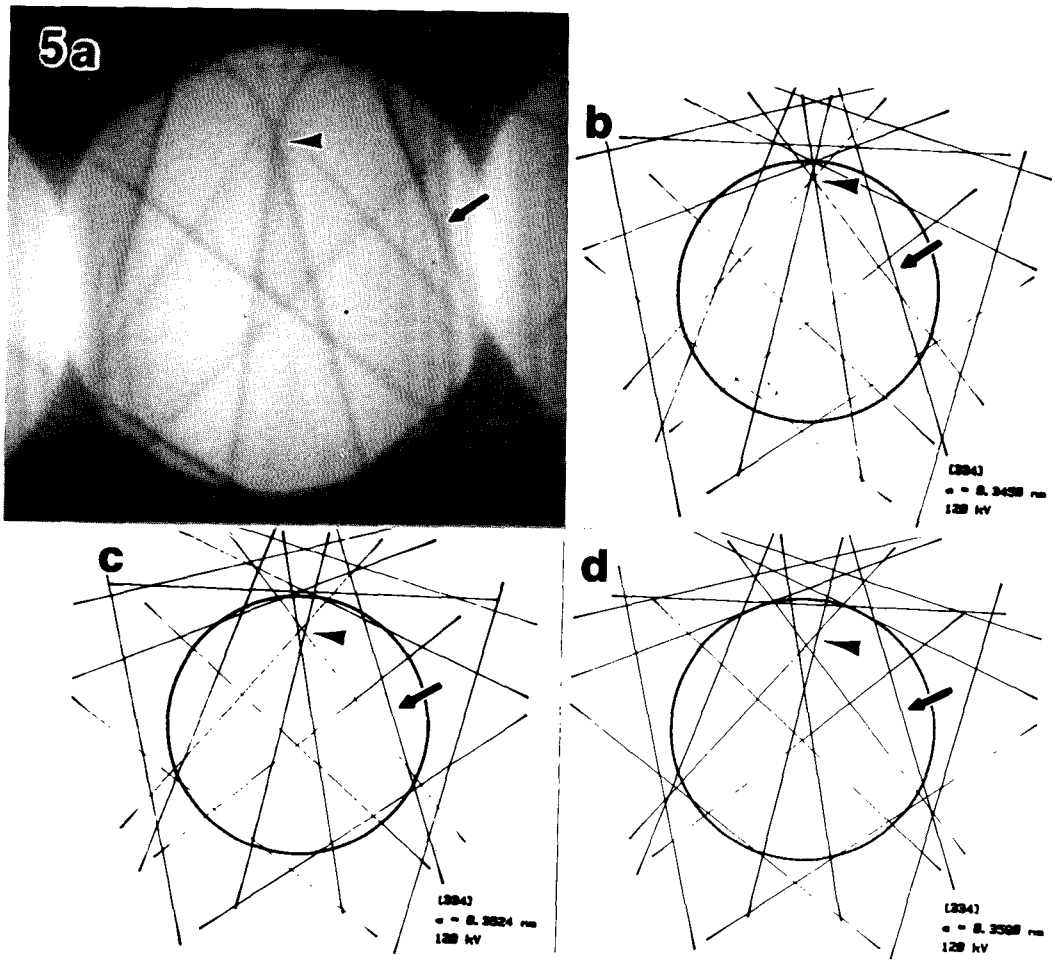
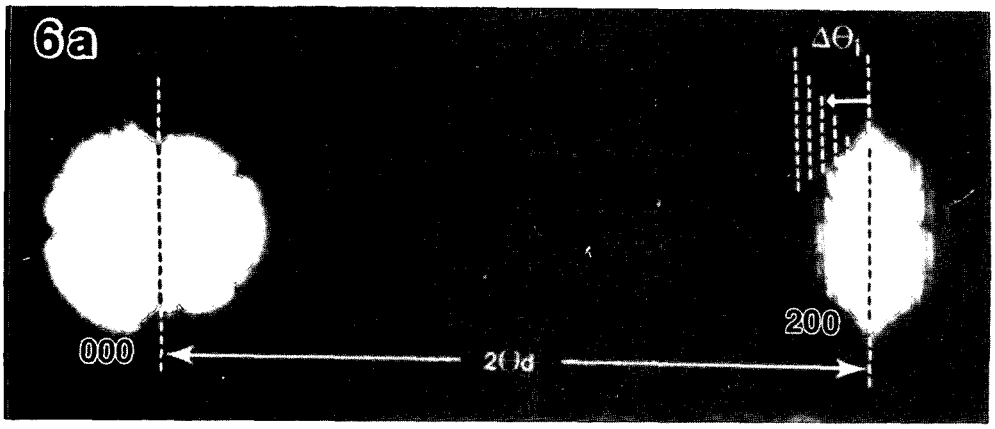
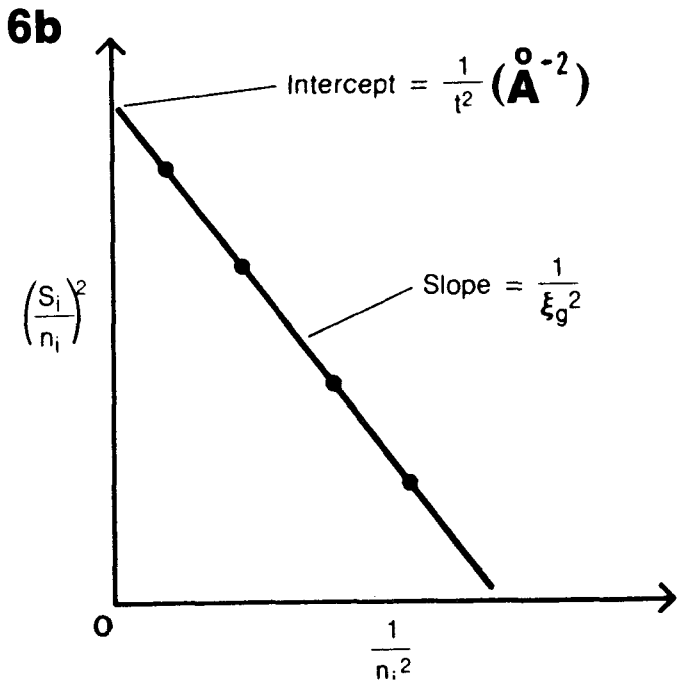


2b


$\bar{2}\bar{2}2$
$\bar{2}02$
$\bar{2}22$
$\bar{1}\bar{1}1$
$\bar{1}11$
$0\bar{2}0$
000
020


3a
0.05μm
b
g011
0.05μm


4
1
R_1
36°
R_2
2
0
R_3
3


5a
b
c
d

Korean J. Electron Microscopy, Vol. 21, No. 1, 1991