

투과전자현미경 조사에 의한 사파이어 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) 합성 결정내의 결함특성 분석

김 황 수*, 송 세 안¹
경성대학교 이과대학 물리학과, ¹삼성종합기술원

Characterization of Defects in a Synthesized Crystal of Sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) by TEM

Hwang Su Kim* and Se Ahn Song¹

Department of Physics, Kyungseong University, Namku, Busan 608-736, Korea
¹Samsung Advanced Institute of Technology, P.O.Box 111, Suwon 440-600, Korea
(Received July 20, 2006; Accepted September 21, 2006)

ABSTRACT

The defects in a synthesized crystal of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ used as substrate for growing of semi-conductor materials such as GaN were examined by the conventional transmission electron microscopy (TEM), Large Angle CBED and High-Angle Annular Dark Field (HAADF) STEM methods. The dominant defects found in the specimen are basal microtwins with the thickness of ~ 2 to 32 nm and the associated strong strain field at the interface of microtwin/matrix, basal dislocations and complex dislocations in the one of $\{2\bar{1}\bar{1}3\}$ pyramidal slip plane. All these basal and pyramidal dislocations seem to be strong related to basal microtwins. It was also found that the density of defects is very uneven. In the certain area with the dimension of a few μm , the dislocation density is quite high as an order of $\sim 10^{10}/\text{cm}^2$, but the average density is roughly estimated to be less than $\sim 10^5/\text{cm}^2$, as is usually expected in general synthesized crystals.

Key words : Sapphire, Microtwins, Dislocations, LACBED

서 론

사파이어 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$; R $\bar{3}c$ (167), $a=0.4759$ nm, $c=1.299$ nm, Hexagonal, for primitive cell: $a=0.5127$ nm $\alpha=55^\circ$ 16.7', Rhombohedral)는 고대로부터 알려진 보석의 가

치 뿐만 아니라, 다이아몬드 다음의 경도, 높은 용해점 ($2,040^\circ\text{C}$), 일반적인 산화의 대한 강한 저항 및 광학적 특성 등으로 인해 산업용으로 널리 이용되고 있는 중요한 재료이다. 물론 이 결정의 합성방법 (Verneuil's & Czochralski's methods)이 개발되면서 원하는 다양한 형태로 제작되어 산업적 이용이 한층 높아졌다. 이 사

이 논문의 일부분은 2005년도 한국전자현미경학회 추계학술대회에 발표된 것임.

* Correspondence should be addressed to Prof. Hwang Su Kim, Department of Physics, Kyungseong University, Busan 608-736, Korea. Ph.: (051) 620-4621, FAX: (051) 628-6059, E-mail: jwa@ks.ac.kr

파이어의 가치, 이용도, 및 합성은 이 재료내의 결합 형성 특성과 불가피하게 연관되어 있으므로 과거로부터 이 결합 형성에 대한 많은 연구가 보고되어 있다 (Kronberg, 1957; Blide-Sørensen et al., 1976; Mitchell et al., 1976; Phillips et al., 1982; Pletka et al., 1982; Lagerlöf et al., 1984; Lagerlöf et al., 1994; Bilde-Sørensen et al., 1996; Geipel et al., 1996; Chen & Howitt, 1998; Heuer et al., 1998; Nakamura et al., 2002). 이들 논문들은 대부분 순 사파이어 결정시료에 대해 플라스틱 변형이 일어나는 고온($\sim 1,100^\circ\text{C}$)에서 높은 외부의 역학적 압력을, 원하는 특정방향으로 가해 일어나는 전위결합들을 포함하는 결합의 특성 분석이 주류를 이루고 있다. 이들 연구로부터 공통적으로 보고되는 3개의 전위 결합 미끄럼면 계(Hexagonal 계에서는 $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (0001) (Burgers 벡터크기 $b=0.476$ nm, basal slip), $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ $\{1\bar{2}10\}$ ($b=0.822$ nm, prism-plane slip) 및 $1/3 \langle 10\bar{1}1 \rangle$ $\{\bar{1}101\}$ 혹은 $\{\bar{1}012\}$ 혹은 $\{\bar{1}\bar{1}23\}$ ($b=0.513$ nm, pyramidal slip)들이다. 그리고 이들 전위 결합계와 밀접한 관련이 있는 적층결합(stacking fault), 쌍정(twin) 등도 함께 보고되고 있다.

그러나 합성된 사파이어-GaN와 같은 반도체 재료의 성장 기관 내지 그 자체로도 산업적으로 널리 이용되는 결정내의 존재 할 수 있는 결합 특성 분석에 대한 체계적인 연구 보고는 본 저자들은 현재 인지하지 못하고 있다. 따라서 본 논문에서 실제로 GaN 반도체를 성장시킨 한 사파이어의 기관에서 관찰된 결합의 특성분석을 보고하고자 한다. 이 결과는 사파이어 합성제조 과정에 중요한 참고자료가 될 뿐만 아니라 이 판 위에 성장시킨 반도체 재료 결합 분석에서도 참고가 되는 분명하다.

재료 및 방법

1. 실험관측

이 실험에서 사용된 시료는 삼성종합기술원에서 사파이어 기관(일본 K (Kyocera)사 제품)의(0001)면 위

에 GaN를 MOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) 방법에 의해 약 $2\ \mu\text{m}$ 성장시킨 재료 즉 GaN/ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 투과 전자현미경(TEM) 관찰에 적합하도록 준비된 것이다. 이것은 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3/\text{GaN}$ 계면이 현미경의 입사 빔과 평행하도록 절단한 다음 표준적인 Dimple-grinding과 Ar^+ -ion milling에 의해 전자빔이 투과 할 수 있도록 얇게 한 것이다. 사용된 투과 전자현미경은⁺ 주로 J2010 TEM (200 kV)이고, 또한 300-kV Titan FE-TEM (fitted with HAADF-STEM & EDS & GIF)도 사용되었다. 이 현미경 조사 실험에는 여러 방위의 회절패턴들, 투과빔 상(Bright Field (BF) images)과 회절빔 상(Dark Field (DF) images) 및 LACBED 패턴들 관찰이 포함된다. 또한 300-kV Titan FE-TEM로부터 HAADF-STEM 방법에 의한 결합 관찰도 이루어졌고 EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)로 성분 분석을 통해 순수한 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 및 GaN 결정인가도 검증하였다.

결 과

1. 미소쌍정 (Microtwin) 및 전위 결합들

시료의 전체적인 면에서 볼 때 결합들은 드물게 나타나지만 어떤 영역($\text{수}\ \mu\text{m}$ 의 크기)에서는 많은 결합이 밀집되어 있는 것이 비교적 자주 관찰되었다. Fig. 1은 약 $3\ \mu\text{m}$ 크기 영역에서 관찰된 이들 밀집된 결합 형태의 한 예를 보여주고 있다. (a)는 (b)의 $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}0]$ -축 회절패턴의 투과 빔상(BF image)이고, (c)는 $(10\bar{1}\bar{2})$ 에 의한 회절빔 상(DF image)이다. (b)의 회절패턴에서 회절지수 표시는(hkl)로 나타냈고 이 표시에서 점 “.”은 $i=-(h+k)$ 를 의미한다. 이 패턴에는(0001)면 쌍정(basal twin)에 의한 회절 점들이 규칙적으로 분명히 나타나 있다. 즉 $[00.6]^*$ -축에 대하여 180° 회전하면(hkl) 회절 점들은 쌍정 회절 점들과 합치된다. 예로서 (10.4)는 쌍정 회절 점($\bar{1}0.4$), ($\bar{1}02$)는 쌍정의(10.2)로 (10. $\bar{2}$)은 쌍정의($\bar{1}0.\bar{2}$)점들과 합치된다. 사파이어 모체 결정(matrix)의 역 격자 회절지수는 조건 $-h+k+l=3n$ (n 은 정수)를 만족해야 하고(0001)면 쌍정의 역 격

⁺J2010은 부경국립대학교 공동실험실습관 보유 장비이고, 300-kV Titan FE-TEM은 삼성종합기술원 장비임.

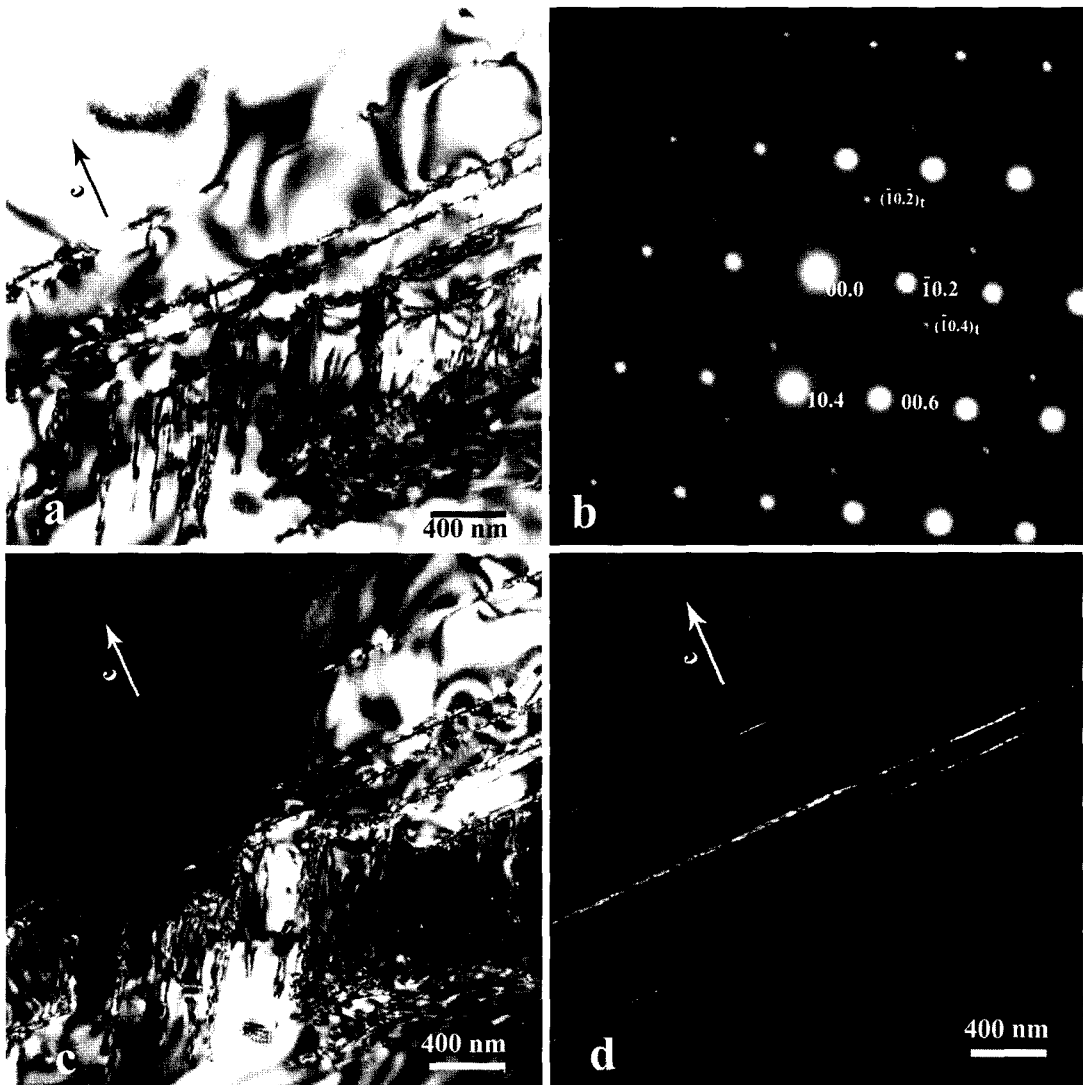


Fig. 1. (a) Bright field image of complex defects in a certain area of the specimen of sapphire substrate, (b) Diffraction pattern with $[1\bar{2}\bar{1}0]$ zone axis. The "i" in reflection index means $i = -(h+k)$. The spots, $(\bar{1}0.4)_t$, $(10.2)_t$, $(\bar{1}0.2)_t$, are due to reflections from microtwin shown in (d). (c) Dark field image from $(\bar{1}0.2)_t$ reflection, (d) Microtwin image from $(\bar{1}0.2)_t$ reflection. Note that the images are rotated by 180° to the diffraction pattern of (b).

자 지수는 $-h+k-l=3n$ 를 만족해야 한다. 물론 (b)의 표시된 회절 지수는 모두 이 조건들을 만족한다. 이 패턴은 Heuer et al. (1998)의 논문의 matrix/twin 계면에서의 회전 패턴 Fig. A1과 일치한다. 부가적으로 위의 회절지수 조건을 만족하지 않은 약한 회절 점들이 나타나 있다. 이 점들은 matrix/twin의 이중회절에 의

한 것으로 설명된다. 가령 (00.2) 및 (00.4) 의 약한 회절 점들은 $-h+k+l=3n$ 및 $-h+k-l=3n$ 의 조건을 만족하지 않지만 다음의 이중회절에 의해 관측될 수 있다 :

$$\begin{aligned} (10.4) + (\bar{1}0.2)_t &= (00.2) \\ (\bar{1}0.2)_t - (\bar{1}0.2)_t &= (00.4) \end{aligned} \quad (1)$$

여기서 밀침자 t 는 쌍정(twin)에 의한 회절 점을 의미한다. 그리고 이들 점들이 비교적 선명하게 나타난 사실은 쌍정들이 이 시료내부에 박혀있음을 의미한다. (d)는 쌍정의 $(\bar{1}0\bar{2})_1$ 에 의한 회절빔 상이다. 이로부터 이 쌍정의 c -축 (0001) 방향에 따른 두께는 대체로 2~32 nm 정도의 미소 쌍정들(microtwins)로 판명된다. 아울러 (a)와 (b)의 사진에서 좌우로 경사지어 직선 형태로 나타난 것들은 미소 쌍정들에 의한 상들임을 알 수 있다. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 공간군은 $R\bar{3}c(167)$ 이기 때문에 결정구조가 (00.1) 면에 대해 거울대칭을 갖지 않는다. 따라서 쌍정과 모체결정과의 (00.1) 의 경계면에서도 원자배열이 금(Au)이나 알루미늄(Al)의 경우처럼 정합되지 않는다. 이점에 대해서 Heuer et al. (1998), Geipel et al. (1996)들의 논문에서 분명하게 논의되어 있다. 이러한 부정합성은 계면 주위 결정구조의 변형 및 전위 결함들을 파생시킴이 예상되고 본 (a) 및 (c)의 BF/DF 상들에서도 이러한 결함 형태가 관찰 된다. 이들 (00.1) 면 결함 이외에 (a)와 (c)의 그림에는 이 면과 약 58° 각을 이루면서 상하에 걸쳐 많은 복잡한 양상을 가진 전위 결함 집단을 볼 수 있다. 이들 결함이 일어나는 결정 면을 분석한 결과 $(2\bar{1}.3)$ 임이 판명되었다. 이 면이 Fig. 1의 수직 축 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 에 따라 투영되었을 때 (00.1) 면과 57.6° 를 이루고 그 폭은 65 nm(시료 두께를 130 nm로 봄, Fig. 3의 LACBED 분석 참조)로 계산되고 이 값들은, (a)와 (c)에서 이 결함 집단에 대한 측정치와 일치한다. 그리고 이 $(2\bar{1}.3)$ 면- $\{\bar{1}\bar{1}.3\}$ 면들과 대칭적으로 동등한 면-은 서론에서 밝힌 피라미드 미끄럼 면(pyramidal slip plane) 중의 하나이다.

Fig. 2는 GaN/ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 계면 근처에서의 사파이어 결정내의 결함형태를 300 kV FE-TEM에 의해 얻은 HAADF-STEM 상이다. 이 상의 수직 축은 Fig. 1과 같다. 이 방법의 장점은 비교적 넓은 범위의 걸쳐 일어나는 결정 변위(long range strain field)에 대한 상(image)이 약하게 나타나고 결함 중심부의 상이 상대적으로 우세하기 나타나는 점이다. 따라서 전체적으로 결함의 중심부를 따르는 선들을 비교적 쉽게 파악할 수 있다. 이점은 Fig. 1과 Fig. 2를 비교하면 곧 알 수 있다. 즉 Fig. 2의 결함 주변의 넓은 범위의 결정 변형상들이 거의 나타나 있지 않다. 그리고 $(2\bar{1}.3)$ 면에서 전위결함 선들이 이 사진에는 그 형태가 잘 나타나 보

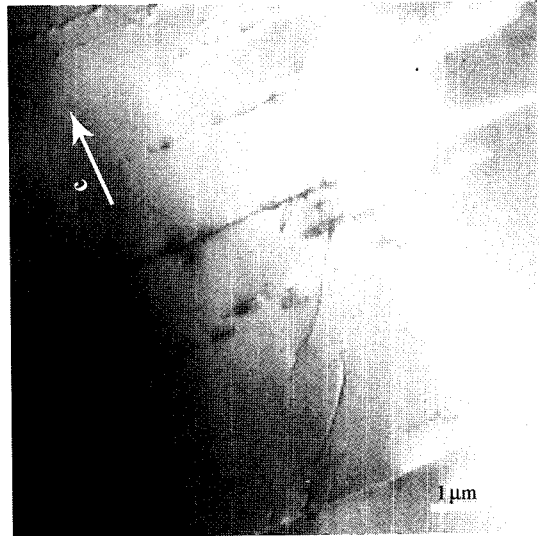


Fig. 2. HAADF-STEM image of defects near an interface with GaN. The incident beam direction is the same as that of Fig. 1.

임을 알 수 있다. 또 다른 흥미로운 점은 Fig. 1a, c의 하단부 우측에 복잡하게 나타난 변형 상과 Fig. 2의 상단 우측의 상과 비교 검토를 해 볼 때, 이 복잡한 상은 (00.1) 면의 전위결함들이 밀집되어 일어나는 결정변형 상임을 알 수 있게 한다.

2. LACBED 패턴 분석

Fig. 3은 시료의 또 다른 부위의 결함들에 대한 J2010 현미경 관찰 사진들이다. (a)는 (b)의 회절 패턴 조건에서의 투과 빔 상이다. 이 회절 패턴의 수직 방향 축은 $[5\bar{4}\bar{1}0]$ 이고 미소 쌍정에 의한 회절 점들 $(24.\bar{1})$, $(12.\bar{2})$, $(\bar{1}\bar{2}.8)$, $(\bar{1}\bar{3}.\bar{1}\bar{1})$ 등이 나타나있다. 이 회절 패턴은 (d)의 LABED 패턴을 관찰하기 위한 TEM5-3 모드(입사 빔이 본질적으로 convergent beam임)에서 얻은 것이기 때문에 방위축의 수직에서 다소 벗어난 회절벡터 점들(High order Laue zone reflections), $(\bar{1}\bar{3}.\bar{1}\bar{3})$ $(\bar{1}\bar{3}.\bar{1}\bar{0})$ 도 관찰됨을 유의하였다. (c)는 이 패턴의 $(12.\bar{1})$ 의 회절 빔에 의한 DF 상이다. 이들로부터 (00.1) 면의 결함 형태는 역시 Fig. 1에서 보여준 같은 형태의 미소 쌍정 및 전위 결함들임을 쉽게 알 수 있다. (a)와 (c)에서 보여주는 중-하단부로 뻗어있는 복

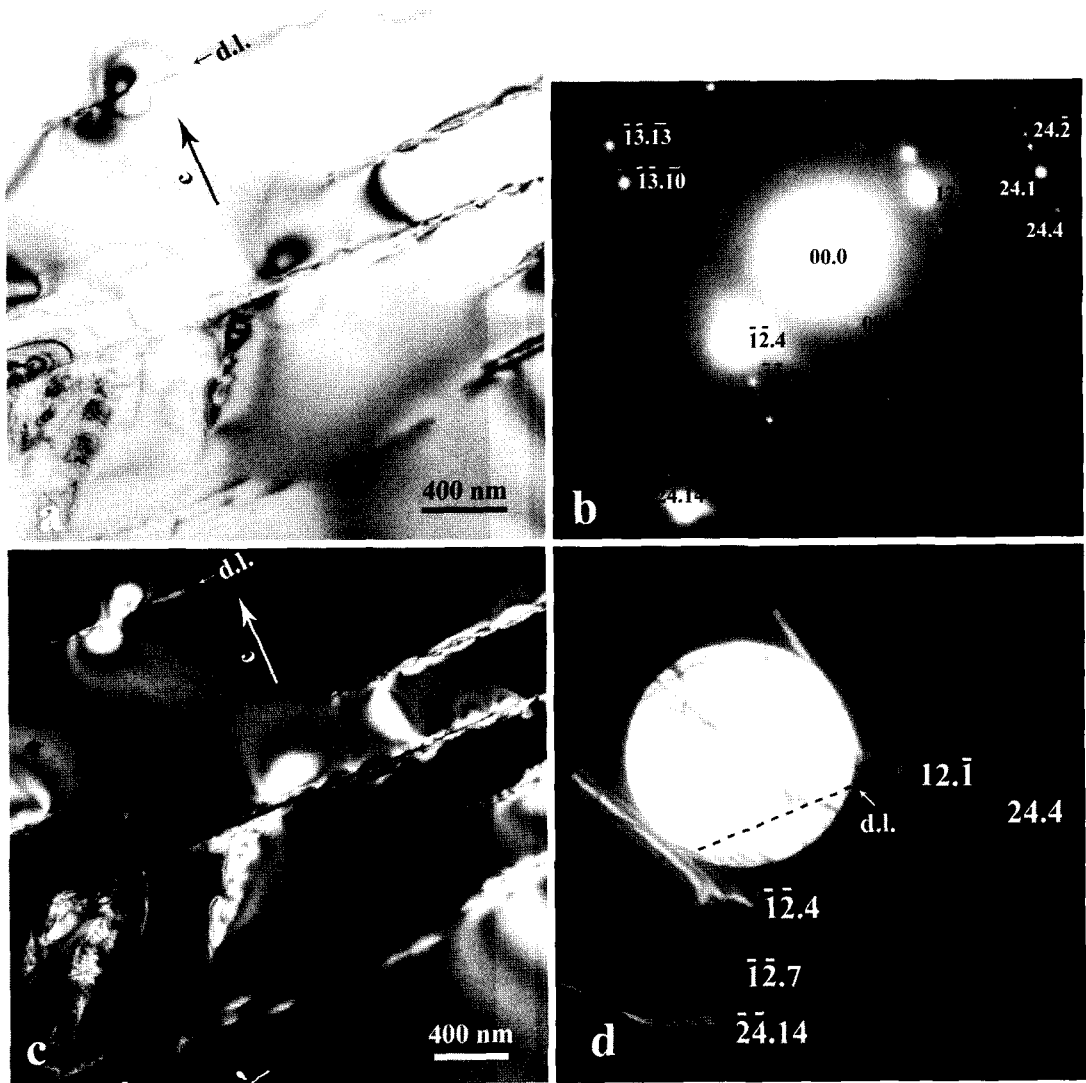


Fig. 3. (a) Bright field image for an another area containing many defects, (b) Corresponding diffraction pattern with $[54\bar{1}0]$ zone axis taken under TEM5-3 mode, (c) Dark field image from $(12.\bar{1})$ reflection, (d) LACBED pattern taken at the area containing the dislocation line (d.l.).

잡한 전위결함 밀집형태는 (00.1) 면과 $\sim 50^\circ$ 를 이루고 그 폭은 ~ 110 nm로 측정되는데, 이것은 $(\bar{1}2.3)$ 면이 Fig. 3의 수직 축 $[54\bar{1}0]$ 에 따라 투영되었을 때 (00.1) 면과 이루는 각 및 폭의 계산치와 일치한다. 물론 $(\bar{1}2.3)$ 면은 Fig. 1의 $(2\bar{1}.3)$ 면과 대칭적으로 등등한 면이다. (d)는 (a)와 (c)에서 d.l.로 표시되는 전위결함선에 대한 LACBED 패턴이다. 이 관찰에 목적은

(00.1) 면의 결함 형태가 완전 혹은 부분적인 전위 결함 형태 (perfect or partial dislocation)인지를 판정하고 또 해당되는 Burgers 벡터를 분명히 정하고자 함에 있다. 완전 전위 결함인 경우, CPs 규칙: Bragg 회절선이 완전 전위 결함선을 가로 지를 때, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = n$ (n 은 정수, \mathbf{g} 는 역 격자 회절 벡터, \mathbf{b} 는 Burgers 벡터)을 만족하는 $|n|$ 의 줄무늬로 분리되는 규칙 적용으로 \mathbf{b} 벡터를 결정

할 수 있다(Cherns & Preston, 1989; Chou et al., 1992; Kim, 2005). Fig. 3의 패턴에 대한 이 CPs 규칙을 적용하면 다음 관계식이 얻어진다.

$$\begin{aligned}(\bar{1}\bar{2}.4) \cdot \mathbf{b} &= 2 \\ (\bar{2}\bar{4}.14) \cdot \mathbf{b} &= 4 \\ (24.4) \cdot \mathbf{b} &= -4 \\ (12.\bar{1}) \cdot 2\mathbf{b} &= -4 \\ (\bar{1}\bar{2}.7) \cdot 2\mathbf{b} &= 4\end{aligned}\quad (2)$$

이 관계식으로부터 Burgers 벡터는 팔호 안에 회절 지수의 점이 $i = -(h+k)$ 를 정의 되었음을 상기하면 $\mathbf{b} = 1/3[\bar{1}\bar{2}10]$ 로 분명하게 결정된다. 이 결과로부터 다음이 추론 된다. Fig. 3의 d.l.로 표시된 (00.1)의 전위 결함은 완전 전위 결함으로 분류될 수 있고 우측은 단일 결함선인 반면 좌측은 두 전위 결함이 적어도 10 nm 이내로 떨어진 이중 전위결함 형태가 되어야 한다. 그리고 시료두께는 ~ 130 nm 정도이다. 이들 결론들은 이 패턴의 시뮬레이션과의 비교 분석함으로써 얻어진 것이다(이 시뮬레이션을 통한 분석은 Kim & Song, 2005 참조). 그러나 다른 결론의 가능성도 있을 수 있다. 왜냐하면 이 LACBED 분석방법은 전위 결함

선에서 수 nm 이내의 중심부에 대한 변형구조의 정보는 주지 못한다. 하나의 완전 전위 결함이 그 에너지를 최소화 하기 위해 두 개의 부분 전위 결함으로 분리 되면서 적층 결함이 형성될 수 있음은 이론적으로 잘 알려진 사실이다(Hirth & Lothe, 1968). 따라서 위의 관측된 (00.1)면의 전위 결함들은 이상적인 단일 완전 전위 결함이 아닌 수 nm 이하의 극히 적은 크기의 단일 적층 혹은 다중 적층 결함 혹은 미소 쌍정 결함 등의 구조를 가질 가능성이 충분히 있음이 고려되어야 한다.

3. 전위 결함 밀도 분석

또 다른 부위에서 관찰된 (BF)상과 회절 패턴을 Fig. 4에서 보여주고 있다. (b)의 회절 패턴의 수직 축은 $[\bar{1}\bar{1}00]$ 이다. 이 경우 (00.1)면 쌍정의 회절 패턴은 나타나지 않는다. 왜냐하면 이 패턴은 $[00.1]^*$ 축에 대해 대칭, 즉 이 축에 대해 180° 회전에 대해 동일한 패턴을 얻기 때문이다. 고로 (a)의 투과 빔 상(BF image)에는 순수한 전위 결함 및 미소 쌍정 주위의 변형결함만 나타난다고 볼 수 있다. 이 (a)의 사진에는

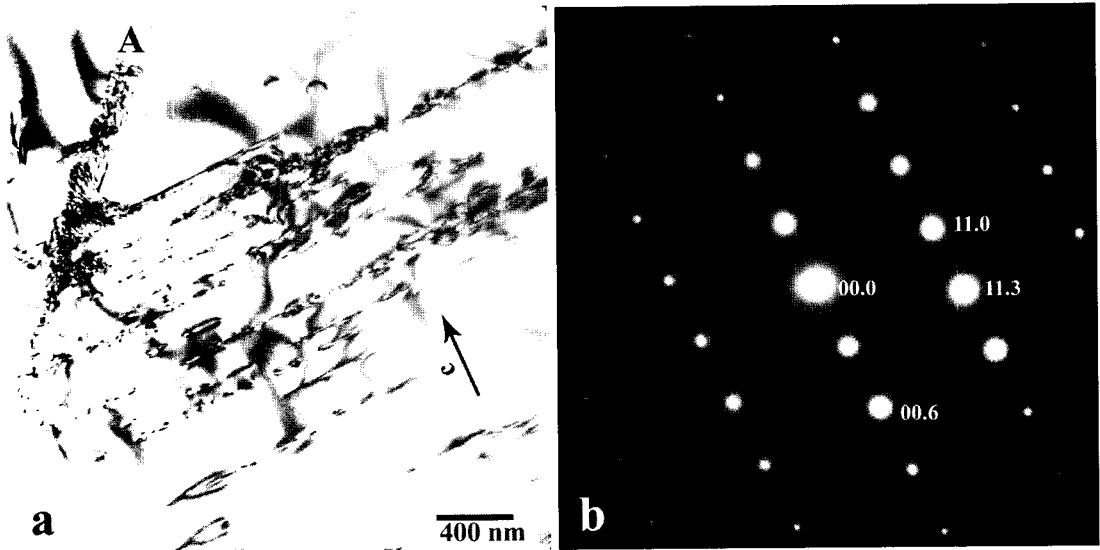


Fig. 4. (a) Bright field image for an other different area from Figs. 1, 2, 3, (b) Diffraction pattern with $[\bar{1}\bar{1}00]$ zone axis. In this pattern the basal twin reflections can not be observed (for detail, see text). The strong intensity of (00.3) is due to double diffractions.

(00.1)면에 밀집된 전위결함을 보여주고 있고 이 이외에 좌측 상단에 A로 표시된 영역에서 복잡한 전위결함의 밀집 형태도 볼 수 있다. 이 결함은 $(2\bar{1}.3)$ 면에서 일어나는 것으로 분석된다. 이 면이 $[1\bar{1}00]$ 축에 따라 투영되었을 때 (00.1)면과 약 42° 를 이루고 그 폭은 150 nm의 값을 갖는데, 이들은 (a)의 사진에서 측정되는 값들과 일치되는 값이다.

따라서 이 Fig. 4는 시료에 관한 중요 인자인 전위결함 밀도 값을 측정하는데 좋은 예이다. 이 사진 영역에서의 평가된 결함 밀도는 대체로 $\sim 10^{10}/\text{cm}^2$ 정도가 되는데 이 값은 아래 GaN의 결함 밀도 값과 비교되는 높은 값이다. 그러나 평균적으로 볼 때 시료의 중앙의 1.5 mm의 주위에 관찰된 위의 밀집 결함 영역은 Figs. 1, 2, 3, 4를 합쳐 10여 군데로 추정되고 그 외 영역은 결함들이 매우 드물게 나타나 있다. 이 관측 결과를 3차원 공간으로 확대하여 계산하였을 때 전위결함 밀도는 $\sim 10^5/\text{cm}^2$ 정도로 추정된다. 이 값들은 잘 성장된 GaAs결정의 결함 밀도와도 비교된다. 최근 Xiao et al. (2004)는 Czochralski's 방법에 의해 $[0001]$ 방향으로 성장시킨 사파이어 결정의 전위결함 밀도를 ESEM (Environmental Scanning Electron Microscope)를 이용 측정했는데 그 값은 $1\sim 2 \times 10^5/\text{cm}^2$ 이다. 이를



Fig. 5. Bright field image of defects in GaN grown along $[0001]$ direction on the sapphire substrate used in this experiment. The beam direction is close to $[1010]$ of GaN crystal.

미루어 볼 때 전체적으로 본 실험에 이용된 합성된 사파이어 기판이 평균적으로 생산되는 결정 형태로 추정해도 무리가 없어 보인다.

4. 이 사파이어 기판 위에 성장된 GaN에 대한 간략한 논의

Fig. 5는 사파이어 기판 위에 성장된 GaN에 대한 투과빔 상이다. 이 사진에는 많은 실 모양의 전위결함 (threading dislocation) 관찰되는데 이것은 사파이어 기판 위에 성장시킨 GaN 결정에서 전형적으로 나타나는 형태이다 (Liliental-Weber et al., 2002). 그리고 전위결함 밀도는 $\sim 10^{10}/\text{cm}^2$ 정도가 되는데 이 값은 과거 발표된 논문에서의 보고되는 값과도 일치한다 (Cherns, 2002; Liliental-Weber et al., 2004). 즉 이 시료에 성장된 GaN의 결정의 질은 평균적임을 알 수 있다.

고찰 및 결론

본 실험에 사용된 합성 사파이어 기판의 결함 형태는 앞에 서론에서 밝힌 고온에서 외부 압력에 의해 형성되는 결함 형태와는 분명한 차이가 있다. 우선 이 박막에는 $\{1\bar{2}.0\}$ (prism-plane slip)면의 전위결함들은 전혀 관측되지 않았다. 그리고 피라미드형 면의 결함 형성에도 (00.1)면과 일정한 각 61.2° 를 이루는 $\{2\bar{1}.3\}$ 의 여러 면 중 하나에서 복잡한 전위결함 밀집 형태를 이루고 있다. 이 기판의 결함 형태에서 두드러진 특징은 두께 2~32 nm의 범위의 많은 미소 쌍정들의 형성이고 (00.1)면의 전위결함도 많이 관측된다. 그리고 이들 결함들은 형태가 전체적으로 일정한 패턴으로 나타나는 것으로 보아서 사파이어 결정의 성장의 방향 $[0001]$ 과 관계되고 서로 독립적으로 일어나는 것이 아니라 상호 작용하에 관련되어 형성되는 것으로 추정된다. 또 다른 특징은 이러한 결함들이 시료 전체에 균등하게 분포되어 있지 않다는 점이다. 결함 밀집지역이 있는 반면 매우 드문 구역이 존재한다. 밀집 지역에서 밀도는 $\sim 10^{10}/\text{cm}^2$ 정도로 높은 반면 전체적 평균으로는 $\sim 10^5/\text{cm}^2$ 정도로 보통 합성 결정에서 예상되는 수준 값이다.

마지막으로 밀집 지역의 결함들이 시료준비과정 혹은 전자 빔의 의한 손상 결과가 아닌지 의심을 가질 수 있다. 그러나 Tomokiyo et al. (1991, 1993)의 발표된 논문에 의하면 전자 빔의 의한 사파이어 결정의 손상 결함 형태는 주로 시료 표면근처에서 수 nm크기의 결함 형성이고 내부의 평면적 결함(planar defects)도 수 nm의 크기로서 쌍정과는 무관한 것이다. 즉 전자 빔에 의한 손상 결함들은 이 논문에서 관측된 결함 형태와는 전혀 다르다. 시료준비 과정에서 일어날 수 있는 결함 가능성은 *dimple grinding/ion milling*에 의한 것일 수 있을 수 있다. 그러나 일반적으로 이 경옥에 결함을 일으키기 위해서는 $\sim 1,100^{\circ}\text{C}$ 의 고온에서 강한 외부 압력을 요한다. 더욱이 이 시료에서 관찰된 결함 형태는 일정한 패턴을 가지며 균일하게 분포되어 있지 않다. 반면 *dimple grinding/ion milling* 과정은 당연히 평균적으로 모든 방향으로 넓은 범위에서 시료에 역학적 압력을 주게 되므로 이 실험에서 관찰된 비 균일적인 일정 패턴의 밀집 결함 형태를 일으킬 수는 없다고 본다.

참 고 문 헌

- Bilde-sørensen JB, Lawlor BF, Geipel T, Pirouz P, Heuer AH, Lagerlöf KPD: On basal slip and basal twinning in sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)-I. Basal slip revisited. *Acta Mater* 44 : 2145-2152, 1996.
- Bilde-sørensen JB, Thöles AR, Gooch DJ, Groves GW: Structure of the $\langle 01\bar{1}0 \rangle$ dislocation in sapphire. *Phil Mag* 33 : 877-889, 1976.
- Chen SJ, Howitt DG: Observations of partial dislocations and basal twin boundaries in shock-wave-deformed sapphire. *Phil Mag A* 78 : 765-776, 1998.
- Cherns D: TEM characterization of defects, strains and local electric field in AlGaIn/InGaIn/GaN structures. *Mater Sci Eng B* 91-92 : 274-279, 2002.
- Cherns D, Preston AR: Convergent beam diffraction studies of interfaces, defects and multilayers. *J Electro Microscop Tech* 13 : 111-122, 1989.
- Chou CT, Preston AR, Steeds JW: Dislocation contrast in large angle convergent-beam electron beam diffraction patterns. *Phil Mag A* 65 : 863-888, 1992.
- Geipel T, Bilde-sørensen JB, Lawlor BF, Pirouz P, Lagerlöf KPD, Heuer AH: On basal slip and basal twinning in sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)-III. HRTEM of the twin/matrix interface. *Acta Mater* 44 : 2165-2174, 1996.
- Heuer AH, Lagerlöf KPD, Casting J: Slip and twinning dislocation in sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). *Phil Mag A* 78 : 747-763, 1998.
- Phillips DS, Mitchell TE, Heuer AH: Climb dissociation of dislocations in sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) revisited: crystallography of dislocation dipoles. *Phil Mag A* 45 : 371-385, 1982.
- Hirth JP, Lothe J: *Theory of Dislocation*. McGraw-Hill, Inc. 1968.
- Kim HS: On the LABED method to determine the nature of the dislocation defect in crystalline materials. *K J Electro Microscop* 35 : 253-262, 2005. (Korean)
- Kim HS, Song SA: An investigation of the nature of dislocation defects in a $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ thin crystal with LACBED method. The 36th KSEM meeting at Chosun Univ., Nov. 2005.
- Kronberg ML: Plastic deformation of single crystals of sapphire: Basal slip and twinning. *Acta Metall* 5 : 507-524, 1957.
- Lagerlöf KPD, Heuer AH: Slip and twinning in sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). *J Am Ceram Soc* 77 : 385-397, 1994.
- Lagerlöf KPD, Mitchell TE, Heuer AH, Rivière JP, Cadoz J, Casting J, Phillips DS: Stacking fault energy in sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). *Acta Metall* 32 : 97-105, 1984.
- Liliental-Weber Z, Zakharov D, Jasinski J, O'Keefe MA, Morkoc H: Screw dislocations in GaN grown by different methods. *Microsc Microanal* 10 : 47-54, 2004.
- Liliental-Weber Z, Jasinski J, Washburn J, O'Keefe MA: Screw dislocation in GaN. *Microsc. Microanal* 8 (Suppl. 2): 1198CD-1199CD, 2002.
- Mitchell TE, Pletka BJ, Phillips DS, Heuer AH: Climb dissociation of dislocations in sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). *Phil Mag* 34 : 441-451, 1976.
- Nakamura A, Yamamoto T, Ikuhara Y: Direct observation of basal dislocation in sapphire by HRTEM. *Acta Mater* 50 : 101-108, 2002.
- Pletka BJ, Mitchell TE, Heuer AH: Dislocation substructures in doped sapphire ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) deformed by basal slip. *Acta Metall* 30 : 147-156, 1982.
- Tomokiyo Y, Kuroiwa T, Kinoshita C: Defects occurring at or

near surfaces in α -Al₂O₃ during electron irradiation. Ultra-microscopy 39 : 213-221, 1991.

Tomokiyo Y, Manabe T, Kinoshita C: Structural change induced near surfaces of in α -Al₂O₃ during electron irradiation. Microsc Microanal Microstruct 4 : 331-339, 1993.

Xiao J, Yin S, Shao M, Zang X: Observation of dislocation etch pits in a sapphire crystal grown by Cz method using environmental SEM. J Crystal Growth 266 : 519-522, 2004.

< 국문초록 >

합성 사파이어 기판 시료- GaN 반도체의 성장기판으로

사용된-의 내재하는 결함 형태를 전통적인 투과식 전자현미경 조사기법 (TEM), LACBED, HAADF-STEM 방법으로 관찰 분석하였다. 이 시료에서 주로 발견된 결함들은 두께 ~2 nm에서 32 nm를 가진 (0001)면 미소 쌍정 (basal microtwins), 모체 결정과의 계면 주위의 변형 결함, (0001)면 전위결함 (basal dislocations), 그리고 {2 $\bar{1}\bar{1}$ 3} 피라미드 미끄럼면 중 한 면에서 일어나는 복잡한 형태의 전위 결함들이다. 이들 (0001)면 및 {2 $\bar{1}\bar{1}$ 3}면에 전위 결함들은 미소 쌍정과 강하게 관련되어 일어나는 것으로 보인다. 또한 전위결함 밀도는 매우 균일하지 않으며 수 μm 의 크기의 결함 밀집 영역에서는 그 밀도가 $\sim 10^{10}/\text{cm}^2$ 정도 많음 높지만 시료 전체에서의 평균은 대체적으로 $\sim 10^5/\text{cm}^2$ 보다 작다. 이 값은 보통 합성되는 결정에서 평균적으로 예상되는 수치이다.