

고분해능 투과전자현미경을 이용한 신소재 원자 배열 분석

Atomic arrangement characterization of new materials  
using high resolution transmission electron microscopy

620.11  
73937  
C.2

한국과학기술원



과학기술부

# 제 출 문

## 과학기술부 장관 귀하

본 보고서를 “고분해능 투과전자현미경을 이용한 신소재 원자배열 분석에 관한 연구”과제의 보고서로 제출합니다.

2002 . 1.

주관연구기관명 : 한국과학기술원

주관연구책임자 : 이 정 용

연 구 원 : 최 재 형  
“ : 이 주 욱  
“ : 임 영 수  
“ : 신 유 균  
“ : 조 형 균  
“ : 이 호 성  
“ : 허 윤  
“ : 유 동 철  
“ : 정 종 석  
“ : 문 윤 재  
“ : 김 문 주  
“ : 전 희 정  
“ : 김 영 헌

# 요 약 문

## I. 제목

고분해능 투과전자현미경을 이용한 신소재 원자배열 분석

## II. 연구개발의 목적 및 필요성

투과전자현미경 분석 기술은 높은 공간 분해능과 콘트라스트로 재료 미세구조 분석에 기본이 되는 기술이며, 특히 고분해능 투과전자현미경 분석 기술은 각종 재료의 계면, 구조 및 결함을 포함한 미세 구조를, 관찰가능한 최소 단위인 원자 하나 하나의 배열까지 분석할 수 있고, 원자 종류까지 알 수 있는 유일한 방법이다.

산업이 고도화됨에 따라 특수 기능 혹은 복합 기능을 갖는 신소재의 개발이 끊임 없이 요구되고 있다. 한 예로 정보통신 산업에 이용되는 소자들은 집적도 증가와 크기 감소 및 고성능에 대한 요구가 커짐에 따라 소자를 구성하는 재료 분야에서는 신소재의 도입과 함께 복합화 및 박막화가 이루어지고 있다. 이로 인해 재료 특성을 분석/평가하는 데 그 어려움이 갈수록 가중되고 있으며, 이에 상응하는 높은 수준의 재료 특성 분석 기술이 요구되고 있다. 소자의 특성은 이를 이루고 있는 재료의 완전성에 의해 결정되기 때문에, 미세 구조를 분석 가능한 최소 단위인 원자 단위의 배열까지 관찰하여 그 완전성 여부를 판단할 수 있는 고분해능 투과전자현미경 분석 기술을 확보하는 것은 산업의 발달에 없어서는 안될 핵심 기반 기술이다. 원자들의 크기는 머리카락의 약 1,000,000분의 1에 해당되며, 이와 같이 원자들을 직접 관찰하기 위해서는 시편제작의 단계에서부터 관찰까지 고난도의 기술이 필요하다. 따라서 미국이나 일본 등의 선진국에서는 national center를 설립하여 투과전자현미경 분석 기술 연구를 지원하고 있으며 국내에도 national center 형태의

연구 조직이 절대적으로 필요한 분야이다.

고분해능 투과전자현미경 분석 기술은 크게 시편제작 기술, 고분해능 전자현미경을 이용하여 원자 배열을 관찰하는 결상 기술, 얻어진 상을 처리 및 분석하고 전산 모사하는 기술로 이루어져 있다. 이에 본 과제에서는 차세대 정보통신 산업용 소재를 포함한 각종 신소재의 미세구조적 완전성을 판단할 수 있는 원자배열 분석을 목표로 이에 적합한 투과전자현미경 시편제작법 확립, 현미경 일반 작동조건 최적화 및 수차 최소화를 통한 회절 및 고분해능 투과전자현미경 결상 기술 및 얻어진 상을 분석하고 전산 모사하는 기술을 개발하고자 하며, 개발된 결과를 관련 산업체와 연구소에 제공하고 분석에 필요한 장비를 공개하여 국내 신소재 및 고기능 신소재의 개발에 도움을 주고자 한다. 또한, 원자 배열 관찰을 위한 공간 분해능의 한계를 극복하기 위해 선진국에서 활발히 연구되고 있는 신장비 제작 및 장비 성능향상을 통한 분석 기술 발전을 도모하여 분석 기술을 선진국 수준으로 발전시키고자 한다.

현재까지 재료의 미세구조 분석에 널리 사용되어온 X-선 회절, 주사전자현미경(SEM), AES 등의 분석 기술은 초박막화 및 복합화된 신소재의 미세구조를 평가함에 있어서 공간 분해능의 한계를 보이고 있다. 이에 비하여 투과전자현미경, 특히 고분해능 투과전자현미경 분석 기술은 0.2 nm 이하의 우수한 공간 분해능으로 재료의 구조 및 결함과 재료간 계면의 원자배열을 직접 관찰할 수 있는 장점이 있다. 따라서 미래 정보통신산업용 소재를 포함한 각종 신소재의 완전성을 분석/평가하기 위해서는 고분해능 투과전자현미경 분석 기술의 확보는 필수적이다.

현재 국내 기술은 분해능이 약 0.2 nm이며 이는 원자간 거리가 큰 Si, GaAs의 원자배열을 관찰할 수 있는 수준이다. 그러나 금속 또는 이온 결합을 하는 금속, 세라믹스를 포함한 대부분의 신소재는 결합 특성상 조밀 충전 구조로 이루기 때문에 이들보다 작은 원자간 거리를 가지며 현재의 분해능으로는 원자배열 분석이 불가능

하다. 본 분야의 선진국 수준은 분해능이 0.15 nm - 0.17 nm 정도이며 선진국과의 분해능 격차를 극복하기 위해서는 시편제작 기술 및 고분해능 결상 기술 분야에서 획기적인 break-through가 필요하다.

세계적으로 보면 투과전자현미경 분석 기술은 미국의 Berkeley 대학, Arizona 주립대학, Stanford 대학, 일본의 동경공업대학, JEOL 연구소, 독일의 Max Planck 연구소 등에서 활발히 연구되고 있으며 이를 바탕으로 자국의 신소재 개발, 불량분석 및 공정개선에 이용하고 있다. 특히, 정보통신용 소자의 집적도가 증가함에 따라 소자 특성을 결정하는 재료의 임계 크기가 크게 감소하고 있기 때문에 재료의 원자 배열을 직접 관찰해야할 필요성이 크게 증가하고 있으며, 그 수단으로 고분해능 투과전자현미경 분석 기술에 대한 연구가 더욱 활발해지고 있는 실정이다. 하지만 현재 국내 실정은 그 필요성에도 불구하고 정보통신용 소자의 성능, 수율 및 신뢰도 재고를 위한 재료의 특성 해석 및 불량 분석을 위한 고분해능 투과전자현미경 분석 기술의 개발은 부진한 상태이다. 따라서 본 분석 기술의 개발과 함께 우수한 투과전자현미경 전문가를 배출하여 고분해능 투과전자현미경 분석 기술을 정보통신 산업을 포함한 각종 소재 산업 분야의 재료 특성 및 불량 분석에 기여하게 하는 것도 본 과제 의 목표이다.

### III. 연구개발의 내용 및 범위

1. 1차 년도: 투과전자현미경은 재료의 미세구조 분석에 있어서 매우 강력하고 유용한 장비이나, 전자는 산란을 많이 하기 때문에 공기 중을 투과하지도 못하므로 전자가 시편을 투과하기 위해서는 시편이 매우 얇아야 한다. 대부분의 경우 현미경 관찰보다 시편 제작에 시간이 많이 걸리고 제작하기도 어렵다. 이에 본 연구에서는

다음과 같은 전략과 방법으로 원자배열 분석에 적합한 시편 제작기술을 개발한다.

가. 연마속도 차이가 커 제작이 어려운  $WSi_2/Si$  단면 다층박막시편 제작기술을 개발한다.

(1) Si 기판 위에 Si과 연마 속도 차이가 매우 커 시편 제작이 어려운 반면, 반도체 소자 제조에 널리 사용되는 Pt,  $WSi_2$  등이 포함된 단면 다층박막시편을 사용하여 개발한다.

(2) 사파이어 기판 위에 사파이어와 연마속도 차이가 매우 크고, 깨어지기 쉽기 때문에 시편 제작이 매우 어려운 반면, 광소자 재료로 널리 연구되고 있는 GaN 등이 포함된 단면 다층박막시편을 사용하여 개발한다. 사파이어 기판은 깨어지기 쉽기 때문에 시편제작이 매우 어렵다.

나. 기존 단면 다층박막 시편 제작기술을 개선하고 최적화한다.

다. 기존 방법과 전혀 다른 새로운 기계적 연마만을 이용한 기술을 개발한다.

라. 시편에서 기판에서의 두께를 10nm를 기준으로 재료간 두께차를 측정하여 두께차 20%이내 달성 여부를 확인한다.

마. 두께도 얇고 시편의 오염, 손상 등이 없는 양질의 시편이 제작된 것을 검증하기 위해 실제 고분해능 상을 관찰한다.

2. 2차년도: 투과전자현미경 여러 분석기술 중 고분해능 분석 기술은 각종 재료의 계면, 구조 및 결함을 포함한 미세구조를, 관찰 가능한 최소 단위인 원자 하나 하나의 배열까지 분석할 수 있는 핵심 기술이다. 고분해능 분석기술에서 원자간 거리가 작은 재료의 원자배열을 관찰하기 위해서는 분해능 향상이 필수적이다. 본 과제에서는 원자간 거리 0.17 nm인 재료의 원자배열 관찰에 필요한 고분해능 분석기술 확보 및 원자배열 관찰을 위해 다음과 같은 전략과 방법으로 고분해능 결상 기술을 개발한다.

가. 기존 투과전자현미경(가속전압 200kV)을 이용하여 시설 및 장비 투자를 최소화하여 장비 분해능 0.21nm보다 작은 원자간 거리를 관찰할 수 있는 기술을 개발한다.

나. 1차년도 결과인 시편제작기술을 최대한 활용한다.

다. 현미경의 분해능을 저해하는 요소를 최소화한다.

라. 관찰하고자 하는 원자간 거리에 최적인 현미경 결상 기술을 개발한다.

마. 최적인 현미경 결상기술 개발을 위해 탈초점 조절을 이용한다.

바. 장비 분해능(0.21nm)보다 작은 원자간 거리(0.17nm)를 갖는 재료의 고분해능상을 관찰하여 기술 개발 여부를 확인한다.

#### IV. 연구개발결과

## 1. 원자배열 관찰을 위한 고분해능 투과전자현미경 시편제작법 확립

(이종 재료간 두께차 20% 이내)

가. 새로운 기계적 연마만을 이용한 시편 제작기술을 개발하였다. 개발된 기술은 시편의 수평을 정밀하게 유지하면서 단면 시편의 한쪽을 기계적으로 연마하고 시편을 뒤집어 반대 면을 약간의 경사각을 주어 기계적으로 연마하여 끝 부분이 매우 얇은 췌기 모양을 만드는 방법이다.

개발된 기계적 연마만을 이용한 기술로 Si 기판 위에 Si과 연마 속도 차이가 매우 큰  $WSi_2$  등이 포함된 다층박막시편을 제작한 후 재료간 두께차이는 1.3 nm로 매우 작았으며, 두께차(%)는 13%(목표: 20% 이내)로 목표를 초과 달성하였다. 두께차(%)는 기판 두께에 대한 재료간 두께차 비의 %로 정하였다. 이 때 기판의 두께는 10 nm으로 하였으며 이는 원자배열을 관찰하기 위해서는 시편의 두께가 수십 nm 정도가 되어야 하기 때문이다.

한편, 기존 이온 연마 방법으로 제작한 경우 실리콘 기판과 박막 사이의 두께차는 59 nm로 매우 컸으며, 단면 시편의 재료간 계면과 이온빔 사이의 각도에 따라 시편의 회전 속도를 조절하여 이온 연마기술을 최적화하더라도 재료간 두께 차는 9nm로 기존 방법에 비하여서는 작지만 여전히 크다. 이로부터 개발된 기계적 연마만을 이용한 시편 제작기술의 우수성을 확인하였다.

나. 기계적 연마만을 이용하여 제작한  $WSi_2/Si$  시편으로  $WSi_2$  박막 전체에서 원자배열을 관찰 하였다. 따라서 양질의 시편이 제작되었음을 확인할 수 있다. 기존 이온 연마 기술로 제작하였을 경우는 관찰이 거의 불가능하다.



다. 실제적인 적용 예로 기계적 연마만으로 제작된 InGaN/GaN 양자우물 구조에서 광효율의 증가가 In 응집 현상에 의한 결과임을 직접적으로 밝혀냈다. 기존 이온 연마 기술로 사파이어 기판 위에 InGaN/GaN 양자우물 구조 재료의 단면 다층박막시편을 제작할 경우 장시간의 이온 연마로 InGaN와 GaN 사이의 계면 원자 확산, 약한 결합에너지를 가지는 InGaN의 우선적인 연마 등에 의해 In 응집 현상이 없는 부분에서 응집 현상이 관찰된다. 하지만 기계적 연마만을 이용하여 제작된 시편은 이러한 잡음들이 완전히 제거되어 실제 발광 효율의 증가에 대한 정확한 원인을 규명할 수 있었다.

## 2. 원자간 거리 0.17nm인 신소재 원자배열 관찰에 필요한 고분해능 분석 기술 확보 및 원자배열 관찰

가. 재료의 원자간 거리에 최적인 결상기술을 이용하여 여러 가지 재료의 고분해능 상을 얻었다. GaAs 기판 위에 CoGa 박막이 증착 된 시편으로, GaAs(격자상수  $a=0.5650\text{nm}$ ) 기판 위에 한 개의 GaAs 격자 간격에 두께의 금속 격자 간격이 일치하도록 하기 위해 격자상수가 GaAs의 반이 되는 금속인 CoGa(격자상수  $a=0.2878\text{nm}$ )을 분자선 에피택시 방법으로 성장시킨 시편을 [110] 방향에서 관찰한 고분해능 상을 얻었다. CoGa의 {111} 면간 각도는  $70.32^\circ$ 이고, {111} 면 간격 ( $d_{hkl} = a/\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ )이  $0.1662\text{ nm}$ 로 장비분해능( $0.21\text{ nm}$ )보다 매우 작지만 원자들이 분리된 점으로 나타나 있다. 목표( $0.17\text{ nm}$ )보다 더 작은 원자간 거리 ( $0.1662\text{ nm}$ )를 관찰함으로써 목표를 초과 달성하였다.

나. Cu(격자상수  $a=0.3600\text{ nm}$ )를 [110], [001] 방향에서 관찰한 고분해능 상을 얻었다. 여기서 Cu {111} 면 간격은  $0.2078\text{ nm}$ , {200} 면간격은  $0.1800\text{ nm}$ 으로 장비

분해능 0.21 nm보다 작다. Ni(격자상수  $a=0.3524$  nm)를 [110] 방향에서 관찰한 고분해능 상을 얻었으며 Ni {111} 면 간격은 0.2035 nm으로 장비 분해능 0.21 nm보다 작다. 또한 Au(격자상수  $a=0.408$  nm)를 [001] 방향에서 관찰한 고분해능상을 얻었으며 Au {200} 면 간격은 0.204 nm으로 장비분해능 보다 작다.

다. 원자간거리 0.17 nm인 원자배열 관찰을 위해서 우선 현미경의 분해능을 저해하는 색수차, 구면수차, 비점수차 등을 최소화하고 시편의 drift, 현미경의 진동, 냉각수에 의한 진동, 자기장의 영향을 최소화하였다.

현미경의 분해능을 향상시키기 위해 관찰하고자 하는 원자간 거리에서 시편의 위상정보가 상의 강도로 가장 잘 전달되는 조건을 구해, 관찰하고자하는 원자간 거리에 최적인 결상 기술을 개발하였다.

관찰하고자 하는 원자간 거리에 맞는 결상기술을 개발하기 위해 탈초점 값을 이용하였다. 탈초점 값 조절은 프리넬 줄무늬까지의 거리 및 비정질의 푸리에 회절상으로부터 구하였다.

### 3. 대표적 성공사례

가. 기계적 연마만을 이용하여 단면 다층박막시편에서 재료간 두께차가 13%인 재료의 원자배열관찰에 적합한 시편제작기술 개발에 성공하였다. 이 기술을 이용하여 원자배열을 관찰 할 수 있는 손상 및 오염이 없는 고분해능 상을 얻었다.

나. 장비 분해능이 0.21nm인 가속 전압 200kV 투과전자현미경에서 관찰하고자 하는 재료의 원자간 거리에 적합한 고분해능 결상 기술을 개발하여 CoGa(격자상수  $a=0.2878$ nm)에서 원자간거리 0.1662nm를 점으로 구분할 수 있는 고분해능상을 얻는

데 성공하였다.

다. 기계적 연마만을 이용하여 시편 제작이 매우 어려운 사파이어 기판 위에 InGaN/GaN 양자우물 구조가 포함된 단면 다층박막시편제작에 성공하였다. 이로부터 기존 이온연마에서는 이온빔에 의한 손상 때문에 관찰할 수 없었던 In 원자의 응집 현상을 정확히 관찰하여 InGaN/GaN 양자우물 구조의 발광 기구와 In 응집 현상의 관계를 밝혔다.

#### 4. 기타 계획하지 않은 연구성과

가. 기계적 연마만을 이용한 시편 제작기술로 시편의 특정영역을 관찰할 수 있는 시편을 제작하여 특정 영역의 원자배열 분석 가능한 고분해능상 얻었다.

나. Si/SiGe superlattice 구조에서 기계 연마만을 이용하여 시편을 제작하여 손상이 전혀 없는 고분해능상을 얻어 정확한 well의 두께를 측정할 수 있었다.

다. Si, GaAs 등 단결정 기판이 잘 쪼개지는 면인 결정의 벽개면(cleavage plane)을 따라 벽개되는 현상을 이용하여 벽개만으로 고분해능상을 관찰할 수 있는 시편 제작기술을 개발하였다.

라. 우수한 분산 특성을 갖는 분산 매와 초음파 진동 처리 기술을 개발하여 탄소나노튜브의 원자배열을 분석할 수 있는 고분해능상을 얻었다.

## V. 연구개발결과의 활용

### 1. 기계 연마만을 이용한 단면 다층박막시편 제작기술

삼성전자, 현대전자 등 4개 회사, 삼성종합기술원, LG화학기술원 등 2개 연구소, 한양대, 한국과학기술원 등 8개 대학교에 기술을 이전하여 이미 활용하고 있다.

### 2. 특정 영역 관찰 가능한 기계 연마기술

삼성전자, 현대전자 등 4개 회사, 삼성종합기술원, LG화학기술원 등 2개 연구소, 한양대, 한국과학기술원 등 8개 대학교에 기술을 이전하여 이미 활용하고 있다.

### 3. 촉매 분말 및 나노 분말의 시편 제작 기술

삼성전자, 포항제철 등 3개 회사, LG화학기술원, 산업과학연구원 등 4개 연구소, 서울대, 포항공대, 고려대 등 13개 대학교에 기술을 이전하여 이미 활용되고 있다.

### 4. 벽개만으로 시편을 제작하는 기술

삼성전자, 포항제철 등 2개 회사, 한국기계연구원, 동부한농화학 유화기술연구원 등 2개 연구소, 한국과학기술원, 한양대 등 5개 대학교에 기술을 이전하여 이미 활용되고 있다

5. 기계적 연마만을 이용한 GaN 시편 제작기술

진우테크, 한백 등 3개 회사, LG전자 기술원 등 연구소, 서울대, 한양대 등 9개 대학교에 기술을 이전하여 이미 활용되고 있다.

6. 연구 결과를 활용하여 국외 논문 37편, 국내 논문 12편 등 총 49편의 논문게재, 1건의 특허 출원, 34건의 국내외 학술발표를 하였다. 특히 국외 논문 중 impact factor 4.184인 Applied Physics Letters에 8편의 논문을 게재하였다.

7. 개발된 고분해능 결상 기술은 최소한의 장비와 시설투자로 국내에 널리 보급되어 있는 200kV급 투과전자현미경으로도 분해능을 향상시킬 수 있는 기술이다. 따라서, 200kV급 투과전자현미경을 보유하고 있는 기업, 연구소, 대학교에서 쉽게 활용할 수 있고, 고분해능 결상 기술은 차기년도에도 계속 향상을 목표로 개발 할 기술 이므로 3차년도 개발 후 활용 가능성이 크다.

# Summary

## I. Subject

Atomic arrangement characterization of new materials using high resolution transmission electron microscopy

## II. Purpose

Transmission electron microscopy (TEM) is a basic analytical technology with high spacial resolution and contrast. In particular, high resolution transmission electron microscopy (HRTEM) is used in order to characterize the microstructure including interfaces, structures and defects of various materials, to analyze the atomic arrangement, to investigate atomic species.

The development of new materials with specific or complex functions incessantly required. For example, devices used in information-communication industry have become complex and thin together with the development of new materials as the increase of integration, the decrease of size, and high performances are required. Therefore, it has become difficult to analyze and estimate the properties of materials. The analytical technology of the properties of materials has been required in high level. Because the properties of devices are determined by the perfectness of the constituent materials, HRTEM, which is used to determine the microstructures and atomic arrangements, is an indispensable core technology. The atomic size is

approximately 1/1,000,000 times of a hair. A high technology from the sample preparation to observation is required to observe atoms directly. USA or Japan has established the national center, supported the research of HRTEM. So, domestic national center is needed absolutely.

An analytical technology of HRTEM consists of the technology of sample preparation, the technology of imaging to observe the atomic arrangement by using HRTEM, the technology of computer simulation and image processing. Therefore, we aim to analyze to atomic arrangement to decide the perfectness of the microstructure of various new materials including materials of the next generation information-communication industry. We also want to develop the specimen preparation for high resolution transmission electron microscopy, the imaging technology through the optimization of general TEM operational condition and the minimization of the various stigmatism, computer simulation and image processing technology. We want to provide the developed results to related research institution, to open the equipment necessary to analysis, to help the development of domestic new materials and high functional new devices. We want to develop the analytical technology a well-developed nation level through the fabrication of new equipment and the improvement of equipment to get over the spacial resolution limit.

So far, analytical technologies including X-ray diffraction, scanning electron microscopy, Auger electron spectroscopy used to analyze the microstructure of materials have shown the spacial resolution limit in estimating the microstructure of ultra-thin and complex new materials. On the other hand, analytical technology of HRTEM is used to directly observe the

atomic arrangement of defects and interfaces between materials, the microstructure of materials with spacial resolution 0.2 nm. Therefore, the analytical technology of HRTEM is needed in order to analyze and estimate the perfectness of various new materials including materials for future information-communication industry.

The present domestic resolution limit is approximately 0.2 nm. This is the level which one can observe the atomic arrangement of Si and GaAs, which have large atomic distance. However, it is impossible to analyze the atomic arrangement of most new materials including metal and ceramic, which are small atomic distance, through present resolution. The resolution limit in well-developed nation is approximately from 0.15 to 0.17 nm. A break-through is needed in specimen preparation and high resolution imaging technology in order to overcome the resolution gap in comparison with well-developed nation.

The analytical technique of HRTEM is actively studied in University of Berkeley, Arizona, Stanford in USA, JEOL research institute in Japan, Max Plank research institute in German and used to improve the process, to analyze the defects, to develop its own new materials based on research results. Especially, as an integration of information technology device increases, a critical size of materials which determinate the property of devices is decreasing. Therefore, the observation of atomic arrangement of materials gets more important. To realize that, many research group are studying actively the analysis technique of transmission electron microscopy. However, in spite of the needs for analysis technique of TEM, a domestic



situation for a development of the analysis technique of TEM is inactive. Therefore, in this research, we develop the analysis technique of TEM and produce excellent specialists for TEM. the object of this research is also that from development of analysis technique of high-resolution TEM we contribute various material industries containing an information technology industry.

### III. Contents and Domain of research development

1. 1st year: A transmission electron microscopy is a very powerful analysis equipment in the analysis of microstructure of materials. Because transmission of electron is too hard due to dispersion of electron, a TEM specimen must be thin for electron to transmit it. Therefore, in this research, we develop the technique of TEM specimen preparation like the following.

a. Development of technique preparing cross-section TEM specimen of  $\text{WSi}_2/\text{Si}$ , of which TEM specimen preparation is very difficult due to large difference of milling rate.

(1) We develop the technique of TEM specimen preparation of multi-layered semiconducting materials containing Pt,  $\text{WSi}_2$ , etc. on Si substrate, of which milling is very hard as compared with Si substrate so a specimen preparation is very difficult.

(2) We develop the technique of TEM specimen preparation of multi-layered semiconducting materials containing GaN etc. GaN is very fragile and its milling rate is very different as compared with sapphire substrate so a specimen preparation is very difficult, however GaN is widely studied as optical device.

b. Improvement and optimization of conventional TEM specimen preparing technique of multi-layered materials.

c. Development of new TEM specimen preparation technique using only mechanical polishing

d. Confirmation of whether it is achieved or not that a difference of thickness is below 20%. In this case we assume that a thickness of substrate is 10 nm.

e. TEM observation to verify that prepared specimen is very thin and has no defect and damage.

2. 2nd year: Analysis technique of high-resolution TEM (HRTEM) is core of TEM analysis technique and from this technique we are able to analyze microstructure of materials containing interface, structure, and defect as atomic scale. In HRTEM analysis technique, to observe atomic arrangement of

materials having small atomic distance, improvement of resolution of TEM is necessary. In this research, we establish the HRTEM analysis technique to observe atomic arrangement of materials having atomic distance of 0.17nm. To develop HRTEM imaging technique, we use following strategy and method.

- a. Using the existing transmission electron microscopy with the minimum of the additional investment, we develop the technique with which the atomic distance less than 0.21nm, the resolution of TEM, can be observed.
- b. The technique of specimen preparation that is the results in the first year is used in maximum.
- c. The factors that obstruct the resolution of TEM is minimized.
- d. The TEM imaging technique that is optimum to the atomic distance to observe is developed.
- e. The adjustment of defocus is used in order to develop the optimum TEM imaging technique.
- f. We observe the high resolution transmission electron microscopy images of the materials which have the atomic distance(0.17nm) less than the resolution of TEM(0.21nm), and confirm whether we develop the technique.

## IV. The results of research and development

1. establish the HRTEM specimen preparation to observe the atomic array.

a. Using only the new mechanical polishing, the specimen preparation technique was developed. One side of the cross-sectional specimen is polished mechanically with keeping the horizon of specimen precisely. And then, after turned backside out, the other side of it is polished mechanically with being tilted in a low angle. Therefore the edge of specimen becomes a thin wedge shape.

After we prepared a multi-layer thin film specimen including  $\text{WSi}_2$ , the sputtered rate of which is very different from that of Si substrate with the our newly developed technique, we knew that the difference of thickness between materials is very small by 1.3nm. Therefore we achieved our goal in excess as the difference of thickness is 13% (our goal is less than 20%). The difference of thickness(%) was defined as the ratio(%) of the difference of thickness between materials for the thickness of substrate. At this time, we made the thickness of substrate as 10nm in order to observe the atomic array.

In case of preparing the specimen with the existing method, the difference of thickness between Si substrate and thin film was very large by 59nm. Even though we optimized ion milling method in adjustment of the rocking speed of the specimen in ion miller varying the angles between the interface between the materials in the cross-sectional specimen and ion beam, the difference of

thickness between materials is large by 9nm until as before with comparison to the existing method. From these experiments, we confirmed the excellence of the specimen preparation technique using only our developed mechanical polishing.

b. The atomic array was observed at the whole  $\text{WSi}_2$  thin film in  $\text{WSi}_2/\text{Si}$  specimen that had been prepared using only mechanical polishing. Therefore, we confirmed that the specimen with a good quality was prepared, but we can't observe the atomic array in case of the preparation using the existing ion milling method.

c. For practical applications, we directly clarified that the increase of optical efficiency results in the agglomeration of In in the quantum well structure of InGaN/GaN which was prepared using only mechanical polishing. When the cross-sectional multi-layer thin film specimen of InGaN/GaN quantum well structural material was prepared on sapphire substrate using the existing ion milling method, the agglomeration was observed in the part without In agglomeration because of the diffusion of atoms in the interface between InGaN and GaN and the preferred sputtering of InGaN which has a weak binding energy due to a long-time ion milling. But, because these obstructs were eliminated completely in the specimen which was prepared using only mechanical polishing, we were able to clarify the precise cause about the increase of a real lighting-emission efficiency.

2. Atomic arrangement observation and high-resolution analysis technique confirming for observing atomic arrangement of new material whose atomic distance is 0.17 nm

a. High resolution images of various materials were obtained by the optimum imaging technique in atomic distance of materials. From Specimen deposited CoGa thin film on GaAs substrate, we have obtained high resolution image that was observed in [110] direction of specimen that was grown CoGa (lattice constant  $a=0.2878$  nm) whose lattice constant is a half of GaAs ( $a=0.5650$  nm) for coinciding metal lattice distance in GaAs lattice distance on GaAs substrate by MBE (molecular beam epitaxy). In that case, because the angle between {111} planes of CoGa is  $70.32^\circ$ , distance between {111} planes ( $d_{hkl} = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ ) is 0.1662 nm, it is much smaller than TEM resolution (0.21 nm). But we could observe atoms being separated. Because of observing the atomic distance that is smaller than our goal (0.17 nm), we could have extra achievement in result.

b. High resolution images that were observed in [110], [001] directions of Cu (lattice constant  $a=0.3600$  nm) were obtained. Because the distance between {111} planes of Cu is 0.2078 nm and the distance between {200} planes of Cu is 0.1800 nm, those were smaller than TEM resolution 0.21 nm. High resolution images being observed in [110] direction of Ni ( $a=0.3524$  nm) were obtained, and the distance between Ni {111} planes is 0.2035 nm. So the distance is smaller than TEM resolution 0.21 nm. Moreover, high resolution

images being observed to [001] direction of Au( $a=0.408$  nm) were obtained. For the distance between Au {200} planes being 0.204 nm is smaller than TEM resolution.

c. For observation of atomic arrangement in atomic distance 0.17 nm, we have minimized chromatic aberration, spherical aberration, astigmatism, etc those obstruct TEM resolution, and influences of vibrating and electric field by drift of specimen, vibrating of TEM and vibrating of cooling water have minimized.

For improving TEM resolution, we had sought the condition that transfer from phase information of specimen to intensity of phase, so we could develop the optimum imaging technique in being observed atomic distance.

For developing imaging technique that is suitable in atomic distance being observed, defocus value is used. Controls of defocus value were obtained from Fourier diffraction pattern of amorphous and distance to Fresnel fringe.

### 3. Representative Success Case

a. We have achieved development of specimen manufacture technique for observing atomic arrangement of materials whose thickness difference was 13% in cross-section multi-layered thin film specimen. By this technique, we have obtained high resolution image without contamination and damage.

b. In acceleration voltage 200 kV Transmission Electron Microscopy having

0.21 nm resolution, by developing high resolution image technique that was suitable in atomic distance of materials, we have achieved to obtain high resolution image that could separate atomic distance 0.1662 nm in CoGa( $a=0.2878$  nm) to dot.

c. It is very difficult to prepare of cross-section multi-layered thin film specimen including InGaN/GaN quantum well structure on a sapphire substrate by only mechanical polishing. But we have succeeded. So we could perfectly observe cohesive phenomenon of In atoms that hadn't been observed for damage by ion-beam and make clear the relation luminescence mechanism of InGaN/GaN quantum well structure and In cohesive phenomenon.

#### 4. Other unplanned research results

a. As a TEM specimen preparation methods using only mechanical polishing, we fabricated TEM specimen to be able to observe a specific region and obtained high-resolution TEM images which can be analyzed with atomic level.

b. In Si/SiGe superlattice structures, the well thickness of the only mechanical polished specimen is exactly measured in high-resolution TEM images, which has no damage during a sample preparation.

c. Using cleavage phenomenon along cleavage plane in some materials such as Si and GaAs, specimen preparation method was invented to be able to observe



high-resolution TEM images.

d. Dispersion matrix which has good dispersion properties and ultra-sonic treatment methods was developed to observe high-resolution TEM images of carbon nano tubes

#### V. Application of research development results

1. Specimen preparation methods of multilayer thin films using only mechanical polishing.

These sample preparation methods were transferred to 4 companies included in Samsung Electronic company, Hyundai Electronic company etc., Samsung Advanced Institute of Technology, LG Chemical LTD, 8 universities included in HanYang Univ., KAIST etc. and have already been applied.

2. Mechanical polishing methods to be able to observe sepecific region in specimen.

These sample preparation methods were transferred to 4 companies included in Samsung Electronic company, Hyundai Electronic company etc., Samsung Advanced Institute of Technology, LG Chemical LTD, 8 universities included in HanYang Univ., KAIST etc. and have already been applied.

3. Specimen preparation methods for catalyst powders and nano powders.

These sample preparation methods were transferred to 3 companies included in Samsung Electronic company, Pohang Iron & Steel company etc., 4 research institutes included in LG Chemical LTD, Research Institute of Industrial Science etc. and Technology, 13 universities included in Seoul National Univ., Korea Univ. etc. and have already been applied.

4. Specimen preparation methods using only cleavage.

These sample preparation methods were transferred to 2 companies included in Samsung Electronic company, Pohang Iron & Steel company, 2 research institutes included in Korea Institute of Machinery and Materials and Dongbu Hannong Chemical Petrochemical Research Institute, 9 universities included in HanYang Univ., KAIST etc. and have already been applied.

5. GaN specimen preparation methods using only mechanical polishing.

These sample preparation methods were transferred to 3 companies included in Jinwoo Tech. company, HanVac company etc., LG Electronic Institute of Technology, 9 universities included in Seoul National Univ. and HanYang Univ. etc. and have already been applied.

6. Applying research results, we have got results such as 37 international

papers, 12 domestic papers, 1 patent application, 34 international and domestic conference-papers. Especially, among international papers, 8 papers are published at Applied Physics Letters of which impact factor is 4.184.

7. Developed high-resolution imaging technique is very promising methods to enhance the resolution of Transmission Electron Microscopes (operated at 200 kV) which is prevailed in domestics with the minimum equipments and investment in equipments. Therefore, this technique is easily applied at many companys, research institutes, universities which have 200kV TEMs. After the third year development, the high-resolution imaging technique has the more applied possibilities because this technique continuously aims at enhancement.

# CONTENTS

Chapter 1 Introduction .....	31
Chapter 2 Present conditions of international and domestic technology developments .....	38
Chapter 3 Contents of research and Results .....	44
Paragraph 1 High-resolution TEM specimen preparation methods for observing atomic arrangements (within thickness difference 20 % between hetrostructures) .....	44
1. Specimen preparation method using only mechanical polishing .....	47
2. Specimen preparation method using only mechanical polishing for analysis of specific region .....	79
3. Specimen preparation method using only cleavage .....	88
4. Devlopment of optimum ion polished technique by controlling sector speed .....	103
5. Specimen preparation methods combined between mechanical and ion-beam polishing .....	116
6. Specimen preparation methods for powder sample .....	123
Paragraph 2 High-resolution TEM analysis technique for 0.17 nm atomic distance of new materials and observation of atomic arrangements .....	129
1. Background theory for optimum imaging condition at atomic distance of materials .....	129

2. Research Results .....	176
Chapter 4 Achievement of research aims and contribution for outterior ...	204
Paragraph 1 Achievement of research aims .....	204
1. Estabilishment of high-resolution TEM specimen preparation methos for observation of atomic arrangement (within thickness difference 20 % between hetrostructures) .....	204
2. Estabilishemnt of high-resolution TEM analysis technique for observation of atomic arrangement of new materials with atomic distance of 0.17nm .....	204
Paragraph 2 Contribution for outterior .....	205
1. The achievements of public function performance .....	205
2. The present active states for co-operation point of industry, academy and research .....	206
Chapter 5 The forthcoming plan to use the results of research and development .....	208
Paragraph 1 The forthcoming plan to use the results of research and development .....	208
1. Technique transfer and application of achievements .....	208
2. Offer of advanced technique information and public application of research facilities .....	209
3. Co-operation with overseas research institutes .....	209
4. Practical consultation activities such as conference about technique over short course and exchange of technique .....	210
Chapter 6 Reference .....	212

# 목 차

제 1 장 서론 .....	31
제 2 장 국내외 기술개발 현황 .....	38
제 3 장 연구개발 수행 내용 및 결과 .....	44
1 절 원자배열 관찰을 위한 고분해능 투과전자현미경 시편제작법 확립 (이종 재료간 두께차 20% 이내) .....	44
1. 기계적 연마만을 위한 시편 제작 기술 개발 .....	47
2. 특정 영역의 분석을 위한 기계 연마만을 이용한 시편 제작법 개발 .....	79
3. 벽개를 이용한 시편 제작법 개발 .....	88
4. 시편 회전 속도 조절을 통한 이온 연마법 최적화 기술 개발 .....	103
5. 기계 연마/이온빔 연마 조합형 시편 제작법 개발 .....	116
6. 분말 시편 제작법 개발 .....	123
2 절 원자간 거리 0.17nm 고분해능 투과 전자현미경 분석기술 확보 및 신소재 원자 배열 관찰 .....	129
1. 관찰할 재료의 원자간 거리에 최적의 결상 조건 개발을 위한 이론적 배경 .....	129
2. 연구 결과 .....	176
제 4 장 연구개발 목표 달성도 및 대외 기여도 .....	204
1 절 연구개발 목표 달성도 .....	204
1. 원자배열 관찰을 위한 고분해능 투과전자현미경 시편제작법 확립 (이종 재료간 두께차 20% 이내) .....	204
2. 원자간 거리 0.17nm인 신소재 원자배열 관찰에 필요한 고분해능 분석 기술	

확보 및 원자배열 관찰 .....	204
2 절 대외기여도 .....	205
1. 공공기능수행실적 .....	205
2. 산·학·연 협력거점 활동현황 .....	206
제 5 장 연구개발 결과의 활용계획 .....	208
1절 연구개발결과의 활용계획 .....	208
1. 기술이전 및 성과 활용 .....	208
2. 첨단 기술정보의 제공, 연구기기 공동활용 .....	209
3. 해외 연구기관과의 협력 .....	209
4. 단기 강좌를 통한 기술협의, 기술교류 등 실질적 자문활동 .....	210
제 6 장 참고문헌 .....	212

## 제 1 장 서론

투과전자현미경 분석 기술은 높은 공간 분해능과 콘트라스트로 재료 미세구조 분석에 기본이 되는 기술이며, 특히 고분해능 투과전자현미경 분석 기술은 각종 재료의 계면, 구조 및 결함을 포함한 미세 구조를, 관찰가능한 최소 단위인 원자 하나 하나의 배열까지 분석할 수 있고, 원자 종류까지 알 수 있는 유일한 방법이다.

산업이 고도화됨에 따라 특수 기능 혹은 복합 기능을 갖는 신소재의 개발이 끊임 없이 요구되고 있다. 한 예로 정보통신 산업에 이용되는 소자들은 집적도 증가와 크기 감소 및 고성능에 대한 요구가 커짐에 따라 소자를 구성하는 재료 분야에서는 신소재의 도입과 함께 복합화 및 박막화가 이루어지고 있다. 이로 인해 재료 특성을 분석/평가하는 데 그 어려움이 갈수록 가중되고 있으며, 이에 상응하는 높은 수준의 재료 특성 분석 기술이 요구되고 있다. 소자의 특성은 이를 이루고 있는 재료의 완전성에 의해 결정되기 때문에, 미세 구조를 분석 가능한 최소 단위인 원자 단위의 배열까지 관찰하여 그 완전성 여부를 판단할 수 있는 고분해능 투과전자현미경 분석 기술을 확보하는 것은 산업의 발달에 없어서는 안될 핵심 기반 기술이다. 아래 그림 1.1은 면심입방 결정 구조를 갖는 Au를  $\langle 100 \rangle$  방향에서 관찰한 고분해능 투과전자현미경 상으로 단위포 내에서 면심 및 꼭지점에 존재하는 Au의 원자배열을 직접 확인할 수 있다. 그림 1.2는 고분해능 투과전자현미경을 이용하여 소자 특성에 영향을 미치는 계면 결함을 원자 단위에서 직접 관찰한 결과이다. 그림에서 보이는 원자들의 크기는 머리카락의 약 1,000,000분의 1에 해당되며, 이와 같이 원자들을 직접 관찰하기 위해서는 시편제작의 단계에서부터 관찰까지 고난도의 기술이 필요하다. 따라서 미국이나 일본 등의 선진국에서는 national center를 설립하여 투과전자현미경 분석 기술 연구를 지원하고 있으며 국내에도 national center 형태



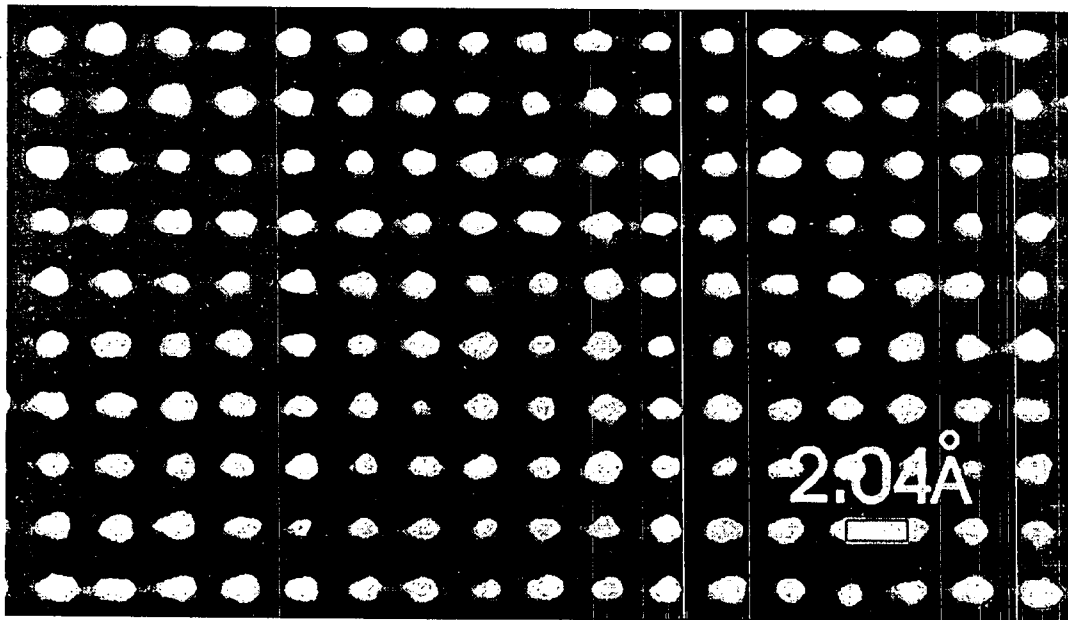


그림 1.1 면심입방결정구조를 갖는 Au를  $\langle 100 \rangle$  방향에서 원자배열 관찰한 사진

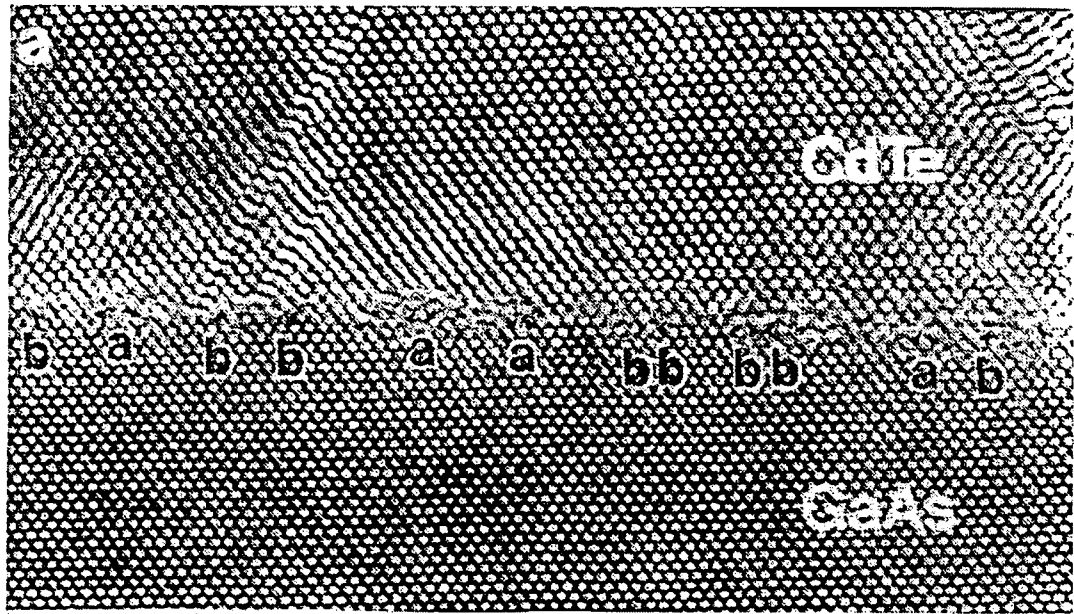


그림 1.2. CdTe의 GaAs 기판위 성장시 계면에서 발생하는 원자들의 배열과 결합의 전파를 고분해능 투과전자현미경으로 관찰한 사진

의 연구 조직이 절대적으로 필요한 분야이다.

고분해능 투과전자현미경 분석 기술은 크게 시편제작 기술, 고분해능 전자현미경을 이용하여 원자 배열을 관찰하는 결상 기술, 얻어진 상을 처리 및 분석하고 전산 모사하는 기술로 이루어져 있다. 이에 본 과제에서는 차세대 정보통신 산업용 소재를 포함한 각종 신소재의 미세구조적 완전성을 판단할 수 있는 원자배열 분석을 목표로 이에 적합한 투과전자현미경 시편제작법 확립, 현미경 일반 작동조건 최적화 및 수차 최소화를 통한 회절 및 고분해능 투과전자현미경 결상 기술 및 얻어진 상을 분석하고 전산 모사하는 기술을 개발하고자 하며, 개발된 결과를 관련 산업체와 연구소에 제공하고 분석에 필요한 장비를 공개하여 국내 신소재 및 고기능 신소재의 개발에 도움을 주고자 한다. 또한, 원자 배열 관찰을 위한 공간 분해능의 한계를 극복하기 위해 선진국에서 활발히 연구되고 있는 신장비 제작 및 장비 성능향상을 통한 분석 기술 발전을 도모하여 분석 기술을 선진국 수준으로 발전시키고자 한다.

현재까지 재료의 미세구조 분석에 널리 사용되어온 X-선 회절, 주사전자현미경(SEM), AES 등의 분석 기술은 초박막화 및 복합화된 신소재의 미세구조를 평가함에 있어서 공간 분해능의 한계를 보이고 있다. 이에 비하여 투과전자현미경, 특히 고분해능 투과전자현미경 분석 기술은 0.2 nm 이하의 우수한 공간 분해능으로 재료의 구조 및 결함과 재료간 계면의 원자배열을 직접 관찰할 수 있는 장점이 있다. 따라서 미래 정보통신산업용 소재를 포함한 각종 신소재의 완전성을 분석/평가하기 위해서는 고분해능 투과전자현미경 분석 기술의 확보는 필수적이다.

현재 국내 기술은 분해능이 약 0.2 nm이며 이는 원자간 거리가 큰 Si, GaAs의 원자배열을 관찰할 수 있는 수준이다. 그러나 금속 또는 이온 결합을 하는 금속, 세라믹스를 포함한 대부분의 신소재는 결합 특성상 조밀 충전 구조로 이루기 때문에 이들보다 작은 원자간 거리를 가지며 현재의 분해능으로는 원자배열 분석이 불가능

하다. 본 분야의 선진국 수준은 분해능이 0.15 nm - 0.17 nm 정도이며 선진국과의 분해능 격차를 극복하기 위해서는 시편제작 기술 및 고분해능 결상 기술 분야에서 획기적인 break-through가 필요하다.

또한, 분해능이 향상되면 Si과 같이 원자간 거리가 큰 재료에서도 이제까지 하나의 점으로 보이던 두 개의 원자를 원자 하나 하나의 배열로 관찰할 수 있다. 아래 그림 1.3(a), (b)는 동일한 재료를 서로 다른 분해능을 갖는 고분해능 투과전자현미경 분석 기술로 원자 단위 분석을 실시한 예를 보여주고 있다. 낮은 분해능(그림 1.3(a))에서는 원자 두 개가 하나의 점으로 나타나던 상이 분해능이 높은 경우에(그림 1.3(b)) 두 개 그대로 분리되어 나타남을 알 수 있다. 이로부터 분해능이 향상되면 보다 작은 원자간 거리를 갖는 대부분의 신소재의 재료 내부의 구조 및 결합과 재료 간 계면의 원자배열 분석이 가능해지고 따라서 분해능 향상이 신소재의 원자 단위 배열 분석에 획기적인 전기를 마련할 수 있다.

세계적으로 보면 투과전자현미경 분석 기술은 미국의 Berkeley 대학, Arizona 주립대학, Stanford 대학, 일본의 동경공업대학, JEOL 연구소, 독일의 Max Planck 연구소 등에서 활발히 연구되고 있으며 이를 바탕으로 자국의 신소재 개발, 불량분석 및 공정개선에 이용하고 있다. 특히, 정보통신용 소자의 집적도가 증가함에 따라 소자 특성을 결정하는 재료의 임계 크기가 크게 감소하고 있기 때문에 재료의 원자 배열을 직접 관찰해야할 필요성이 크게 증가하고 있으며, 그 수단으로 고분해능 투과전자현미경 분석 기술에 대한 연구가 더욱 활발해지고 있는 실정이다. 하지만 현재 국내 실정은 그 필요성에도 불구하고 정보통신용 소자의 성능, 수율 및 신뢰도 재고를 위한 재료의 특성 해석 및 불량 분석을 위한 고분해능 투과전자현미경 분석 기술의 개발은 부진한 상태이다. 따라서 본 분석 기술의 개발과 함께 우수한 투과전자현미경 전문가를 배출하여 고분해능 투과전자현미경 분석 기술을 정보통신 산업을 포함한 각종 소재 산업 분야의 재료 특성 및 불량 분석에 기여하게 하는 것도

본 과제의 목표이다.

전자현미경이 발명된 후 지난 50년간 재료공학 및 생물학, 의학 발전에 전자현미경이 미친 영향은 분해능이 매우 크다. 특히, 최근 성능과 기능의 향상에 따라 전자현미경은 재료공학에서 재료 연구 및 재료 분석의 필수 불가결한 연구 수단이 되었다. 현미경의 발달로 인하여 현재는 원자 규모로 결정의 원자 배열을 육안으로 직접 관찰할 수 있게 되었고 그 원자의 종류까지 알아낼 수 있는 정도가 되어 재료공학뿐만 아니라 의학의 세포 분석이나 생물학의 조직 검사와 같은 여타 학문에도 큰 영향을 주고 있다. 투과전자현미경은 분해능이 0.17nm 정도로 아주 뛰어나기 때문에 이를 이용하여 정확한 구조를 파악하는 것은 재료공학 발전과 더불어 의학, 생물학, 생명공학, 유전공학 등 기타 학문 발달에도 큰 기여를 할 수 있다. 전자현미경은 필수 연구 장비로 외국은 물론이거니와 현재 국내에서도 산업체, 연구소, 대학교에서 전자 현미경을 많이 보유하고 있으며 이를 이용한 연구를 많이 수행하고 있다.

첨단 소재의 계면 원자구조 및 결함을 확인할 수 있는 기술의 습득은 재료의 물성 향상과 신소재 개발에 크게 기여할 것으로 기대된다. 또한 다양한 투과 전자현미경 분석 기술이 개발되어 기업체나 연구소에서 공정 개선, 불량 원인 분석 등에 적극 활용되면 최적의 공정을 확립하고 기술 발전에 필요한 분석 기술에 대한 사회적 인식이 확대될 것이다. 그리고 전산 모사상을 이용하여 전자현미경 결과 분석의 신뢰도를 높임으로써 완벽한 시스템을 추구할 수 있는 기반 기술을 제공하여 사회 공동 기반의 연구체제 구축에도 기여할 것이다.

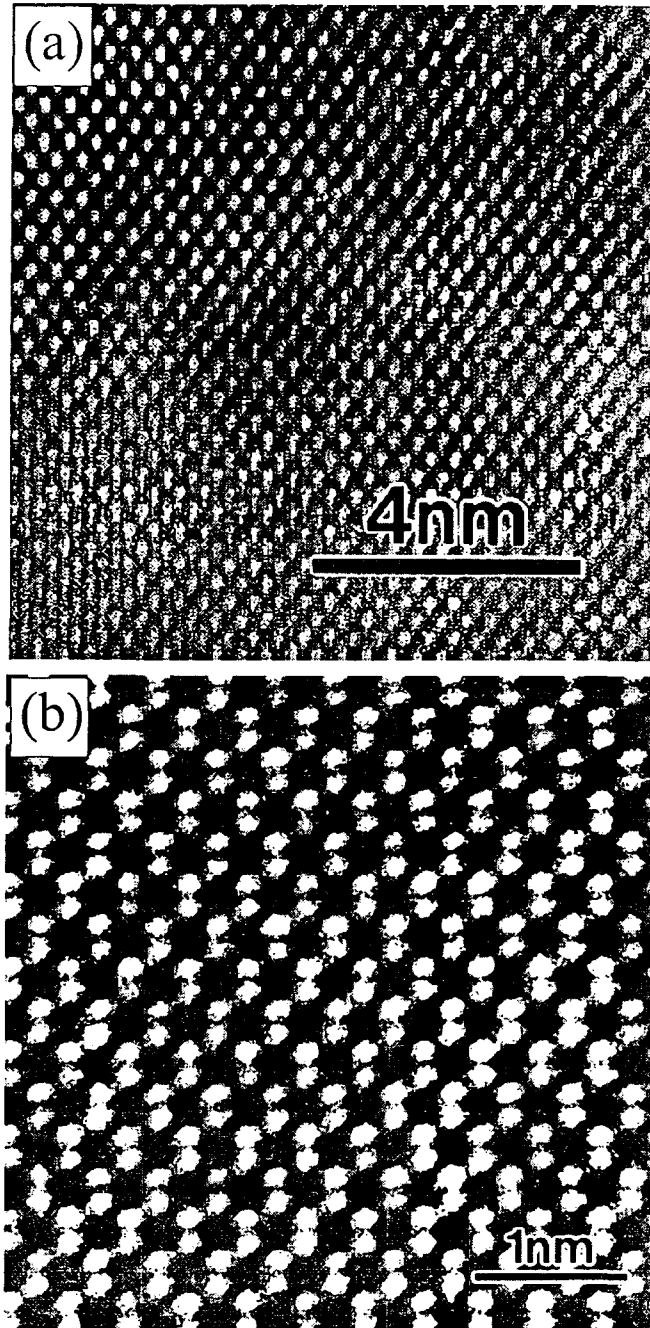


그림 1.3 (a) 낮은 분해능으로 관찰한 재료의 원자배열, (b) 동일한 재료를 높은 분해능으로 관찰한 원자배열

## 제 2 장 국내외 기술 개발 현황

고분해능 투과전자현미경이 갖는 재료의 구조 및 결함과 재료간 계면의 원자배열을 직접 관찰할 수 있는 장점과 분해능이 향상됨으로써 원자배열을 관찰할 수 있는 재료의 범위가 획기적으로 확대되는 점 때문에 외국에서는 정책적으로 national center를 설립하여 지원하고 있다. 예를 들면 미국 Arizona 주립 대학의 Center for High Resolution Microscopy, Berkeley 대학의 National Center for Electron Microscopy, Illinois 대학 Center for Microanalysis of Materials, 네덜란드 Delft University of Technology의 National Center for High Resolution Electron Microscopy, 호주 Western Australia 대학의 Center for Microscopy and Microanalysis 등이 있다. 이들 national center에서는 새로운 분석 기법과 분해능 향상을 위한 연구, image processing 및 data analysis 연구, image simulation, crystallography 등의 지원 software의 개발을 수행하고 있다. 특히 재료의 최소 단위인 원자단위까지 정밀하게 분석하기 위해 high technology를 이용하여 분석 가능한 분해능의 한계를 계속 줄여 구조 분석의 한계를 극복하고, atomic modelling 등의 소프트웨어적인 접근 방법을 동시에 활용하려 하고 있으며, 한편으로는 이들 분석의 도구들을 상품화하여 전세계적으로 판매하고 있는 실정이다. 또한, 미국의 Northwestern 대학, Stanford 대학, Case Western 대학, MIT, IBM, 일본의 동경 공과대학, JEOL 연구소, 영국의 Oxford 대학, Cambridge 대학, 독일의 Max Planck 연구소 등 수 많은 선진국들의 우수 연구소 및 대학에서도 center와 유사한 조직을 설립하여 고분해능 전자현미경 분석기술에 대한 새로운 분석 기법의 개발과 분해능 향상을 위한 연구를 계속하고 있다. 그 대표적인 예를 표 1.1에 정리하였다.

국내의 경우는 반도체 산업의 급속한 발전과 함께 본 기술에 대한 관심이 확대되

표 1.1 전자현미경을 이용하는 해외의 대표적인 그룹 및 연구동향

연구 기관	주요 연구 내용
미국 Arizona 주립대학 Center for High Resolution Electron Microscopy(CHREM)	- 가속 전압 400kV, 분해능 0.16nm - InGaAs, InAlAs, AlGaAs 등의 박막 성장에 대한 연구
미국 Berkeley 대학 National Center for Electron Microscopy(NCEM)	- 가속 전압 300kV, 분해능 0.17nm - 0.1nm 분해능을 갖는 상을 얻는 기술 (holography, focal-series restoration, illumination system' 개조, energy-filtered imaging) 연구.
	- 가속 전압 400-800kV, 분해능 0.15nm - 원자단위 구조 분석 연구.
	- 가속 전압 1.5MV - 두꺼운 시편의 거동을 dynamic <i>in-situ</i> 로 관찰하는 연구.
	- Image simulation, crystallography, image processing 및 data analysis 등을 지원하는 software의 개발도 동시에 수행하고 있음
미국 Illinois 대학 Center for Microanalysis of Materials(CMM)	- 가속전압 300kV, 분해능 0.19nm - Si, III-V족 화합물 반도체, Ge, GaN 박막의 원자단위 결정 성장 기구, 표면 및 계면 연구
네덜란드 Delft 대학 National Center for High Resolution Electron Microscopy	- 가속 전압 300kV, 분해능 0.17nm - 반도체 재료의 입계 및 계면 연구 - 규칙 합금, 초전도체, 상변태 연구
호주 Western Australia 대학 Center for Microscopy and Microanalysis(CMM)	- 가속전압 400kV, 분해능 0.15nm - 재료의 거시적 거동과 원자단위 구조 사이의 관계 연구
미국 Stanford 대학 Center for Research on Information Storage Materials(CRISM) Center for Materials Research(CMR)	- 단결정 정보저장물질(Co/Cu, NiO)의 epitaxial growth 및 layer by layer 특성 연구 - Si 기술 및 컴퓨터 하드디스크 공정에 대한 고분해능 투과전자현미경 연구
영국 Cambridge 대학 Microstructural Physics	- 고분해능 투과전자현미경을 이용하여 실리콘 산화물/질화물 구조 분석 - 초고분해능 현미경용 이론과 결상 과정 개발
영국 Oxford 대학 재료공학과	- 가속전압 400kV - 복잡한 구조를 갖는 산화물 구조 연구



고 있다. 특히, 반도체 산업을 중심으로 정보통신용 소자의 고집적화에 따라 각종 소자의 특성을 결정하는 재료의 임계 크기가 크게 감소하고 있기 때문에 초박막 재료의 특성을 이해하기 위해서는 원자 수준에서 구조와 특성을 파악해야 할 필요성이 크게 증대되고 있으며, 지금까지는 반도체 2사를 중심으로 분석 기술 확보 및 연구 지원을 확대하고 있는 실정이다. 그러나 본 분야에 대한 선진국의 치열한 연구 경쟁과 달리 고분해능 투과전자현미경에 대한 연구는 미미한 실정이다. 산업에 미치는 영향이 커지는 반면에 단기적으로 성과가 나오기 힘든 본 분야의 특성 때문에 제한적인 투자만이 반도체 2사를 중심으로 이루어지고 있으며, 학계에서는 그 중요성은 인식하고 있지만 기술적인 어려움 때문에 일반 투과전자현미경 기술만이 보급되고 있다.

본 전자현미경연구실에서는 지난 12년간 고분해능 투과전자현미경을 이용하여 반도체용 금속실리사이드, 반도체 metalization, Si 및 Si/Ge의 결정화, 이온주입/건식식각 관련 결함, III-V, II-VI 화합물 반도체 재료의 미세구조 분석에 대한 연구를 계속해 오고 있으며, 산업체 및 연구소의 프로젝트 및 국가 기반기술 과제를 수행해 왔다. 특히, 고분해능 투과전자현미경 기술을 이용한 미세 구조 분석 및 이미징 전산 모사, 원자 모델링 등에 꾸준히 관심을 가지고 연구하여 점분해능 0.19 nm의 고분해능 기술을 확보하고 있다. 현재는 II-VI 화합물 반도체 재료, 실리콘 반도체용 0.2 마이크로 수준 트렌치 형성 기술, 저저항 배선 재료인 Cu 배선 및 확산 방지막 형성 기술, FRAM용 고유전체 박막 재료 및 전극 재료 등 신기능 재료의 미세 구조 분석 및 제어를 위해 고분해능 투과전자현미경을 이용하여 원자 단위 관찰을 위한 연구를 수행하고 있다. 또한 광소자, 광통신 및 광 감지기용 재료로 InGaAs, InAlAs, CdTe, ZnSe 등 화합물 반도체에서 이종 접합 계면의 응력에 의해 발생하는 계면 결함에 관한 연구를 꾸준히 계속해 오고 있다. 또한, 연구 범위를 확장하여 리튬 이차전지용 탄소 부극제에서 리튬이온의 삽입/탈리와 탄소의 원자

단위 구조와의 관계를 고분해능 투과전자현미경으로 연구하고 있으며, 신광소자 재료인 GaN 재료 연구에서 고휘도의 광소자를 얻기 위해 필수적인 계면 제어 및 에피층 전위 분석 등의 연구를 시작하고 있다.

산업의 발달에 따라 재료의 특성을 결정하는 임계 크기가 크게 감소하고, 사용되는 재료의 복합화 및 다층 박막화가 이루어지고 있다. 따라서 재료 내 각종 결함을 원자 단위 배열로 분석할 수 있는 공간 분해능의 향상이 요구되고, 재료 간 계면 특성이 소자 특성에 미치는 영향이 점점 커지고 있기 때문에 계면을 원자단위 분석해야 할 필요성이 크게 증대되고 있다. 이러한 요구를 만족시키기 위해서는 고분해능 투과전자현미경 분석 기술을 구성하는 시편제작 기술, 고분해능 전자현미경을 이용하여 원자 배열을 관찰하는 결상 기술, 얻어진 상을 처리 및 분석하고 전산 모사하는 기술에서는 다음과 같은 기술의 개발이 요구된다.

재료의 원자배열을 육안으로 분석하기 위해서는 100Å 이하의 두께를 가지는 균일한 시료를 얻어야 하고 다층 박막에서 재료간 두께 차이를 최소로 할 수 있는 시편 제작 기술이 요구된다. 이를 위해서는 시편 제작 단계의 하나인 이온 연마에서 새로운 기술의 개발이 요구된다. 특히, 강도가 강한 재료는 기계적 연마 및 이온 연마에 많은 시간이 소요된다. 따라서 시편 제작 중 재료의 변형 및 오염의 가능성이 매우 크고 다른 재료와 다층을 이루고 있을 때 연마율 차이가 크기 때문에 새로운 시편 제작 기술의 개발이 요구된다. 현재 기계 연마 단계에서 최적의 연마 조건을 찾는 기술과 이온 연마 조건 최적화 기술이 연구되고 있다.

고분해능 투과전자현미경 결상 기술은 원자의 전하 밀도 분포를 봄으로써 재료 내의 원자 배열, 계면, 구조 및 결함을 원자 단위로 관찰하는 기술이다. 재료 내 및 재료간 계면을 보다 우수한 분해능으로 관찰하기 위해서는 전자광학계 정렬기술, 현미경 일반 작동조건(전류밀도, 조사면적, 결정방향, 진동) 최적화 기술, 현미경 수차(구면수차, 색수차, 수렴각, 비점수차)의 최소화 기술, 그리고 탈초점에

의한 최적의 고분해능 결상조건 기술(쉬르처 탈초점, 무구면 수차조건)을 신소재 관찰에 적합하게 최적화하여야 한다. 또한, 투과전자현미경의 분해능은 가속 전압에 큰 영향을 받기 때문에 고압 전자현미경의 도입 또는 개선이 요구된다.

상처리(image processing) 기술은 고분해능 투과전자현미경 상을 CCD(charge coupled device) 카메라로 컴퓨터에 입력하여 처리 대상 상의 강도 분포에서 투과 함수를 계산하고 이를 푸리에 변환 등의 과정을 거쳐 수 nm 크기의 영역의 회절 정보를 얻고, 얻어진 회절상에서 배경 잡음을 제거한 후 다시 상을 만들어 잡음이 제거된 상을 얻는 기술이다. 이를 이용하면 매우 작은 수 nm 크기 영역에서 특정 결정의 분석 및 원자 배열을 관찰할 수 있다. 따라서 소자 특성을 좌우하는 재료의 임계 크기가 매우 작은 초고집적 소자에서 분해능 향상의 한 방법이며 선진국에서는 상처리를 위한 software를 개발하여 보급하고 있다.

전산모사(computer image simulation) 기술은 원자 모델을 사용하여 전자 현미경 관찰 조건으로 전산모사하고 이를 고분해능 투과전자현미경 상과 비교하여 전자현미경 자체보다 더 높은 분해능으로 결정, 계면, 결함 등의 원자배열을 알 수 있는 기술이다. 미국 Berkeley 대학의 National Center for Electron Microscopy(NCEM)에서는 고분해능 상을 전산모사할 수 있는 software를 개발하였으며 이를 이용하는 수준이다. 따라서 기존 software를 정보통신용 신소재에 적합하게 개선하는 작업과 함께 궁극적으로는 새로운 software 개발이 요구된다.

산업 고도화에 따라 새로운 재료의 도입이 활발히 이루어질 것으로 예상된다. 정보 산업 분야의 반도체 기술, 광기술, 센서 기술, 소재/물질 산업 분야의 기능재료 기술, 고분자 소재 기술, 세라믹 소재 기술, 원자력/에너지 산업 분야에서 새로운 재료 도입을 위해서는 재료 특성 및 기존 재료와의 적합성 평가가 선행되어야 하며 이때 고분해능 투과전자현미경 기술을 이용한 원자단위의 배열 분석이 필수적이므로 본 기술에 대한 수요는 급증할 것으로 예상된다. 결론적으로, 새로운 재료의 개

발이나 도입이 계속되는 한 고분해능 투과전자현미경 기술에 대한 수요는 계속 증가할 것으로 예상된다. 따라서 본 분석 기술이 확보되면 정보통신 산업 발전의 기반 구축에 큰 기여를 할 것이다.

## 제 3 장 연구개발수행 내용 및 결과

### 1 절 원자배열 관찰을 위한 고분해능 투과전자현미경 시편제작법 확립 (이종 재료간 두께차 20% 이내)

투과전자현미경(Transmission Electron Microscopy, TEM) 분석 기술은 높은 공간 분해능(resolution)과 콘트라스트(contrast)를 가지는 재료 미세구조 분석에 기본이 되는 기술이며, 특히 고분해능 투과전자현미경(High-Resolution TEM) 분석 기술은 각종 재료의 계면, 구조 및 결함을 포함한 미세 구조를, 관찰 가능한 최소 단위인 원자 하나 하나의 배열까지 분석할 수 있고, 원자 종류까지 알 수 있는 유일한 방법이다 [1, 2].

산업이 고도화됨에 따라 특수 기능 혹은 복합 기능을 갖는 신소재의 개발이 끊임 없이 요구되고 있다. 한 예로 정보통신 산업에 이용되는 소자들은 집적도 증가와 크기 감소 및 고성능에 대한 요구가 커짐에 따라 소자를 구성하는 재료 분야에서는 신소재의 도입과 함께 복합화 및 박막화가 이루어지고 있다. 이로 인해 재료 특성을 분석, 평가하는 데 그 어려움이 갈수록 가중되고 있으며, 이에 상응하는 높은 수준의 재료 특성 분석 기술이 요구되고 있어 투과전자현미경의 중요성은 더욱 증가되고 있다.

그러나 투과전자현미경을 통해 만족한 결과를 얻기 위해서는 상당한 수준의 기술과 경험이 요구된다. 특히 성공적인 투과전자현미경 분석을 위해서는 우수한 시편 제작 기술 확보가 선행되어야 하며, 이러한 이유로 투과전자현미경 시편 제작 역시 아주 중요하게 다뤄지고 있다 [3, 4].

시편 제작의 궁극적 목표는 모재의 미세 조직, 화학성분 등을 있는 그대로 보여

줄 수 있는 얇은 시편을 제작하는데 있다 [5]. 따라서 시편은 충분히 얇고 균일하며 재료 고유의 특성이 손상되지 않아야 한다. 그리고 분석할 수 있는 영역이 가능한 넓어야 하며, 신속한 분석을 위해 제작 시간이 짧아야 할 뿐만 아니라 드는 비용 역시 적어야 한다. 분석할 재료 종류에 따라서 시편 제작 방법이 각각 다를 뿐 아니라 동일한 재료에 있어서도 분석 목표에 따라 가장 적합한 방법을 선택해야 하기 때문에 시편의 특성 및 분석 목적을 정확히 알고 시편 제작 방법을 선택하는 것이 매우 중요하다 [2].

시편이 갖추어야 할 조건에는 여러 가지가 있으며 그 중 반도체 재료의 TEM 시편 제작시 중요시 되는 것들을 중심으로 설명하면 다음과 같다.

시편 제작의 궁극적 목표는 모재의 미세 조직, 화학 성분 등을 있는 그대로 보여 줄 수 있는 얇은 시편을 제작하는데 있다. 따라서 시편은 충분히 얇고 균일하며 재료 고유의 특성이 손상되지 않아야 한다. 분석할 재료 종류에 따라서 시편 제작 방법이 각각 다를 뿐 아니라 동일한 재료에 있어서도 분석 목표에 따라 가장 적합한 방법을 선택해야 하기 때문에 모든 경우에 대한 시편 준비 방법을 알기는 어려우며 따라서 대표적인 방법들의 기본 원리를 이해하고 충분한 경험을 축적함으로써 매 경우 이를 적절히 응용할 수 있는 능력을 갖추는 것이 최선이라 하겠다. 대표적인 방법의 기본 원리와 제작 과정에 앞서 이상적인 시편이 갖추어야 할 요소는 무엇이며 왜 이러한 조건이 요구되는 지를 알아두는 것은 매 경우 적절한 시편 제작 방법을 선택하는 데 도움이 된다.

이상적 시편으로서 갖추어야 할 요소들 중 모재 특성을 있는 그대로 나타낼 수 있는 대표성이 가장 중요한 사항이 된다. 시편 준비 과정에서 연마 시 외부 응력이 나 연마 시 떨어져 나온 원소들에 의한 재 도포 등에 의해 모재 특성이 변화되는 경우가 종종 있으며 이러한 현상은 시편 분석에 있어서 치명적인 결과를 가져온다.

또한 시편 두께가 충분히 얇아야 투과 전자 빔에 의한 뚜렷한 결상이 가능하다.

하지만 적당한 시편 두께는 재료의 종류, 전자 빔 가속 전압, 분석 기법 등에 따라서 결정되기 때문에 일괄적으로 말하기는 어렵다.

깨끗한 시편 표면 역시 매우 중요하다. 전술한 바와 같이 시편 표면에 시편에서 떨어져 나온 원소 또는 이물질들이 도포 되는 경우 에너지 분산 x-선 분광분석 (energy dispersive x-ray spectroscopy, EDS)이나 전자 에너지 손실분석(electron energy loss spectroscopy, EELS)으로 화학 성분 분석 시 잘못된 결과를 초래할 뿐 아니라 좋은 이미지를 얻기가 불가능해진다. 또한 미소회절 수렴성 빔 전자회절 등의 분석 기법 적용 시에는 수십 혹은 수백 Å 크기의 미소 전자 빔을 시편 위 한곳에 집중시켜서 비교적 장시간 유지시키게 되는데 이때 시편 표면에 분산되어 있던 오염 물질들이 전자빔 주위에 모여들어서 비탄성 산란을 일으키게 된다. 따라서 이 경우에도 시편이 얼마나 깨끗한 상태인가가 성공적인 분석 여부를 결정짓는 중요 요소가 된다. 특히 시편 표면에 일정 두께의 비정질 층이 형성되었을 경우 강한 비탄성 산란 효과 때문에 선명한 이미지를 기대할 수 없다.

전자 빔을 비교적 장시간 조사하여도 시편의 화학 조성이 변하거나 시편이 이동하는 일이 없도록 화학적 물리적으로 안정한 시편을 제작할 필요가 있다. 또한 시편 분석 시 처음과 다른 조건에서 분석할 필요가 종종 발생하므로 상온 대기 중에서 장기간 보관하여도 고유 특성이 그대로 유지되면 더욱 좋다.

시편 양쪽 표면이 서로 평행하고 요철 없이 평탄한 점 역시 이상적 시편이 갖추어야 할 요소이다. 시편이 휘어있거나 두께 경사가 심한 경우에 이미지 상에 굴곡 줄무늬, 두께 줄무늬 등이 나타나서 분석에 어려움이 있을 뿐 아니라 화학 성분 정량 분석 시에도 전자 빔이 투과하는 부피가 부위마다 달라져서 정확한 결과를 기대하기 어렵다. 덧붙여서 열과 전기전도도가 우수하고 비자성체인 시편이 바람직하다.

이상과 같은 모든 요소들을 다 만족하는 시편을 제작하기는 거의 불가능하다. 따

라서 시편 제작 방법을 구체적으로 결정하기에 앞서 어떠한 분석 기법을 적용할 것인가 즉, 최종 분석 목표가 무엇인가를 명확히 설정할 필요가 있다. 여기에 따라서 시편에서 어떠한 점이 가장 중요하게 취급되어야 하는 지가 결정되기 때문이다. 또한 어떠한 시설과 장비가 사용 가능한가를 고려해서 이 범위 내에서 제작 방법을 결정하는 것도 실질적인 측면에서 매우 중요하다.

투과전자현미경 분석이 필수적이라 할 수 있는 반도체 재료의 경우에 일반적으로 딥플링(dimpling) [6-11]과 이온 연마법(ion milling) [12]이 이용되고 있다. 딥플링의 경우 wheel tool을 정확히 관찰하고자 하는 작은 영역에 위치시켜야 하기 때문에 딥플링된 영역을 관찰하고자 하는 영역과 일치시키기가 어렵고, 연마 영역이 제한되어 넓은 범위에 걸쳐 관찰 가능한 영역을 얻기 어렵다 [5]. 이온 연마는 가장 널리 사용되는 방법인데 반해 제작 시간이 오래 걸리며, 오염, 손상, 기판과 박막간의 연마율 차이에 의한 단차 등과 같은 많은 artifact들이 존재한다 [13, 14]. 성공적인 TEM 분석을 위해서는 이러한 문제들을 해결할 수 있고, 또한 반도체 산업에서 집적도 증가로 인해 특정 영역 단면 시편을 1 micron 이하의 정확성을 가지고 재현성 있게 만들 수 있는 기술이 필요하다 [15]. 이러한 특정 영역을 관찰하기 위해서는 FIB(Focused Ion Beam)와 같은 고가의 장비가 필요하나 높은 비용으로 인해 상용으로 이용하기에는 한계가 있다.

이러한 시편 제작 시 요구되는 여러 조건들을 충족시키기 위해 새로운 시편 제작법의 개발이 절실하다고 하겠다.

## 1. 기계적 연마만을 이용한 시편 제작 기술 개발

### 가. 연구수행방법



반도체 재료의 시편 제작에 있어 중요한 점은 주로 오염, 손상, 기판과 박막간의 연마율 차이에 의한 두께 차이 등과 같은 artifact들이 없는 시편을 제작할 수 있느냐 하는 것이다. 지금까지 일반적으로 사용되고 있는 이온 연마법으로는 앞에 열거한 문제가 존재하지 않는 우수한 시편을 만드는데 어느 정도의 한계가 있다.

이러한 문제들은 이온 연마 과정에서 발생하는 문제들로서 이온 연마 없이 기계 연마만으로 시편을 제작하거나 이온 연마 과정을 거의 거치지 않을 경우 방지할 수 있으며, 특히 다양한 재료로 구성된 단면 다층 박막 시편의 경우 기계 연마만으로 시편을 제작할 경우 이온 연마에서 발생하는 재료간 연마 속도 차이가 없기 때문에 재료간 연마 두께 차이를 근본적으로 제거할 수 있다.

기계적 연마를 이용하여 단면 다층 박막 시편을 만드는 방법은 여러 가지가 있으나 그중에서 간편한 연마법은 경제적이고 한번 숙달되고 나면 비교적 빠른 시간 내에 시편을 제작할 수 있어 그동안 많이 이용되어 왔다. 이러한 간단한 기계 연마법을 아래에 간단히 설명하였다. 그러나 더 얇고 정교하면서 손상이 적은 단면 시편을 제작하고자 한다면 딤플러(dimpler)나 트라이포드 연마기(Tripod polisher)를 사용하여야 한다.

#### (1) 간편한 연마

기계적 연마의 경우 시편에 손상이 되지 않는 한 시편 두께가 얇으면 얇을수록 좋다. 기계적 연마로 시편이 얇게 되어 있을 경우 시편의 이온 연마 시간을 크게 단축할 수 있다. 시편 제작 시간이 절약되는 것은 물론이고 이온 연마 때에 발생하는 여러 가지 단점을 크게 줄일 수 있어 양질의 단면 시편을 제작할 수 있다. 접촉된 시편의 단면을 그대로 연마하기에는 크기가 너무 작아 손으로 잡을 수가 없으므로 취급을 용이하게 하기 위해 녹는점이 낮은 왁스를 이용하여 슬라이드 유리 위에

시편을 부착한다. 두 박막 표면의 경계면, 즉 에폭시 면이 유리판 위에 수직이 되면서 관찰하고자 하는 단면이 유리판에 평행이 되도록 한다. 왁스를 상온에서 식혀 시편을 유리 위에 단단히 고정시키고, 이렇게 유리 위에 고정된 시편에서 단면을 관찰할 수 있도록 단면의 두께를 얇게 기계적으로 연마를 한다.

Sand paper 위에서 그릿( grit) 크기를 600, 1000, 1500, 2000 순으로 줄이며 앞 단계에서의 연마로 인해 만들어진 스크래치가 모두 없어질 때까지 연마한다. 다음은 연마천( polishing cloth) 위에서 순차적으로 1  $\mu\text{m}$ , 0.3  $\mu\text{m}$ , 0.05  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  분말을 이용하여 연마면이 거울면이 될 정도로 연마하는 단계이다. 연마 면이 완전한 거울면이 되면 연마 중에 생길 수 있는 이물질에 의해 오염되지 않도록 에탄올을 이용하여 시편을 깨끗이 세척한다.

다음은 시편을 유리판에서 떼어낸 다음 뒤집어 반대쪽을 연마하는 단계이다. 시편을 이전의 방법으로 시편의 두께가 약 10  $\mu\text{m}$ 가 될 때까지 연마한다. 최종 연마 두께는 여기서 silicon 기판을 기준으로 한 것이고 기판 및 박막의 종류와 연마하는 사람의 숙련 정도에 따라 달라진다.

Silicon 기판의 경우 시편에 밝은 빛을 쬐어 그 투과 정도와 색깔로부터 그 두께를 짐작할 수 있다. 시편이 검붉은 색깔을 나타내면 시편의 두께가 15 ~ 20  $\mu\text{m}$  이고, 두께가 더 얇아져 황갈색을 나타내면 두께가 300 ~ 800 nm 정도가 된다. 더 얇아져 노란색을 띠게 되면 그 두께는 10 ~ 50 nm가 된다. 다른 재료의 경우, 광학현미경의 미세 초점 조절 나사나 마이크로미터를 이용한다.

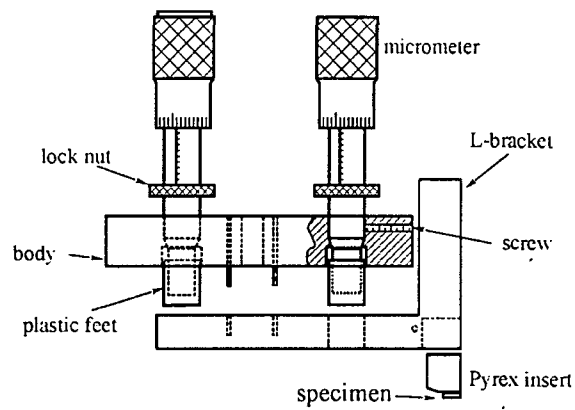
이렇게 만들어진 시편은 조그만 힘에도 손상을 입으므로 구리 그리드를 접촉하여 이온 연마나 현미경 관찰을 할 때 시편을 다루기 편하도록 한다.

## (2) 트라이포드 연마기 연마

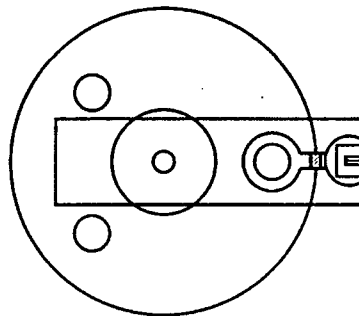
이온 연마 전의 기계적 연마에서 시편을 가능한 한 얇게 만들면 장시간의 이온 연마 과정에서 일어날 수 있는 단점들을 없앨 수 있다. 그림 3.1.1과 같은 세 개의 발이 달린 트라이포드 연마기(Tripod polisher)를 사용하여 시편의 두께를 매우 얇게 기계적으로 연마할 수 있다. Si 기판이나 GaAs 기판을 기준으로 하면 시편을 1 ~ 5  $\mu\text{m}$  정도까지 기계적으로 연마할 수 있고 재현성과 신뢰성을 확보할 수 있다. 이 트라이포드 연마기로는 한 시편으로 주사 전자현미경 분석을 하고, 그리고 그 시편으로 투과 전자현미경 시편을 만들어 투과 전자현미경 분석까지 할 수 있다.

트라이포드 연마기는 그림 3.1.1에 있는 본체에 몇 개의 부속품이 부착될 수 있도록 되어있다. 연마기의 본체에는 알루미늄 원판에 가운데에 파이렉스(Pyrex) 유리가 들어갈 구멍이 있고, 세 개의 마이크로미터가 알루미늄 원판에 부착되어 있다. 이들 마이크로미터는 시편을 연마할 때 높이를 조절하여 시편의 수평을 유지하기 위한 것이다.

세 개의 마이크로미터는  $120^\circ$  떨어져 있고 끝에는 바꾸어 질 수 있는 플라스틱 발(feet)이 달려 있다. 발 모두는 실제 연마를 할 때 시편과 함께 연마가 되는 면이므로 관찰하고자 하는 단면과 평행으로 수평이 되어야 한다. 이 트라이포드 연마기의 제일 큰 장점은 연마 휠(polishing wheel)에 닿는 것이 실제로 연마되고 있는 시편 자체와 마이크로미터 끝에 붙어 있는 부드러운 플라스틱 발뿐이라는 것이다. 시편 자체만이 연마지나 연마천에 접촉하는 유일한 단단한 물체이다. 따라서 다른 재료에 의한 오염과 연마기에 의해 연마지나 연마천이 찢어지는 것을 방지해 준다. 단면 다층 박막 시편을 준비하기 위해서는 접착된 샌드위치 단면 시편의 양쪽을 모두 기계적으로 연마하여야 한다. 먼저 녹는점이 낮은 왁스를 이용하여 시편을 트라이포드 연마기의 유리 인서트에 접착한다. 왁스가 경화된 후, 단면 시편의 두께가 약 500  $\mu\text{m}$ 가 되도록 단면의 한쪽을 기계적 연마한다. 초기 연마를 위해 연마제의 크기가 30  $\mu\text{m}$ 인 3M 회사의 다이아몬드 연마지에서 연마하기 시작하여 점차 연마



(a) Side View



(b) Bottom View

그림 3.1.1 L 브레킷과 유리 인서트와 시편의 위치를 보여주는 트라이포드 연마기의 옆과 아래에서 바라본 모습.

제 크기를 줄이면서 0.5  $\mu\text{m}$ 인 다이아몬드 연마지 까지를 사용하여 연마한다. 중간 중간 마이크로미터들을 조정하여 계속 평행을 유지한다. 거울면을 만들기 위한 마지막 연마를 하기 위해 연마천 위에서 실리카(구 크기 50 nm) 현탁액인 사이톤 HT-50(Syton, Remet Chemical Co., Chadwicks, NY, USA)이나 글랜족스(Glanzox)를 사용하여 연마한다.

기계 연마가 끝난 시편은 에탄올로 먼저 세척하고 비눗물로 면봉 세척을 한 다음 헹구어 바람에 말린다. 만들어질 시편이 매우 얇기 때문에 깨지기 쉽다. 취급하기 간편하고 시편이 잘 깨지지 않도록 보호하기 위해 구리 그리드를 시편에 붙인다. 두께가 1  $\mu\text{m}$ 보다 더 얇은 시편이 연마될 때 이 시편이 부러지는 일이 없도록 보호하기 위해 매우 작은 구멍이 뚫린 그리드를 사용한다.

앞에서 떼어낸 다층 박막 단면 시편을 유리 인서트에 붙인다. 연마기에 유리 인서트를 부착한 후 각각의 마이크로미터를 조정하여 유리 인서트의 끝의 바로 위까지 오게 한다. 이제는 조정할 때를 제외하고는 마이크로미터들을 잠가둔다. 이렇게 하면 연마하고자 하는 시편 단면과 플라스틱 발이 모두 한 평면에 있게 된다. 다음은 시편을 이전과 같은 순서로 연마한다.

연마된 시편의 표면은 비눗물 면봉으로 닦아내고 물로 헹군 후, 표면에 있는 사이톤을 없애기 위하여 질소로 불어 말린다. 시편을 더 보호하기 위해 이 과정에서 두 번째 그리드를 부착하기도 한다. 유리 인서트를 연마기에서 떼어내고 시편이 붙은 그리드를 아세톤에 담가 떼어낸다. 마지막으로 아세톤, 프레온-TF, 순수 에탄올 용액에서 세척한다.

이렇게 만든 시편은 그 두께가 1  $\mu\text{m}$ 로 매우 얇아 이온 연마의 시간을 획기적으로 줄일 수 있다. 따라서 이온 연마 시간이 절약되는 것은 물론 이온 연마에 의한 여러 가지 단점들을 제거할 수 있다.

본 연구에서는 연마 속도 차이가 매우 큰 여러 서로 다른 재료로 구성된 단면 다

층 박막 시편에서 기존의 이온 연마를 사용하지 않고 기계 연마만으로 시편의 두께가 매우 얇아(수백 Å 이내) 투과전자현미경에서 고분해능 상을 관찰할 수 있으며 연마에 의한 어떠한 손상도 발생하지 않는 얇고 양호한 시편을 제작할 수 있는 새로운 시편 제작법을 개발하였다.

이를 위해 트라이포드 연마기를 이용하여 시편의 수평을 정밀하게 유지하여 단면 시편의 한쪽을 기계 연마하고 시편을 뒤집어 반대 면을 약간의 경사각을 주어 기계 연마하여 시편에 이온 연마에 의한 여러 가지 손상들이 없고, 또한 기계 연마에 의한 손상을 주지 않고 고분해능 상을 얻을 수 있을 정도로 얇은 시편을 제작할 수 있는 기계 연마법을 개발하였다.

본 연구에서는 Si 기판 위에 Si와 연마 속도 차이가 매우 큰 Pt,  $\text{WSi}_2$ , Cu 등의 박막이 포함된 다층 박막 시편으로서 BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si,  $\text{WSi}_x/\text{poly-Si/SiO}_2/\text{Si}$ , Cu/TiN/Ti/Si의 재료를 선택하였다. 이들 재료들은 재료간의 큰 연마 속도 차이에 의해 일반적인 이온 연마법으로 시편을 제작할 경우 모든 박막을 관찰 가능한 시편을 제작하기가 어렵다. 또한 이온 연마시 층간 interdiffusion이나 intermixing과 같은 artifact가 쉽게 발생하는 SiGe/Si superlattice 재료들을 택하였다. 이러한 재료 시스템에 있어서의 일반적인 시편 제작법으로 시편을 제작하였을 경우 생기는 문제를 규명하고, 기계적 연마법을 이용하여 이러한 문제를 해결하였다.

### (3) 시편 제작 방법

재료간 연마율 차이에 의한 단차를 해결하기 위해 BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si,  $\text{WSi}_x/\text{poly-Si/SiO}_2/\text{Si}$  시편의 AFM 관찰 용 시편과 Si sample의 기계 연마로 연마한 면의 단면 시편, 그리고  $\text{WSi}_x/\text{poly-Si/SiO}_2/\text{Si}$  sample의 TEM 단면 시편을 기계 연마법으로 제작하였다.

트라이포드 연마기는 그림 3.1.1과 같다. 먼저 시편을 이온 연마법에서와 같은 방법으로 절단하고 접착하였다. 이렇게 접착된 시편을 왁스를 이용하여 그림 3.1.2(a)와 같이 유리 인서트(glass insert)에 부착한다. 이때 계면이 유리 인서트에 수직이 되도록 부착하여야 한다. 이렇게 시편이 부착된 유리 인서트를 트라이포드 연마기의 L 브래킷에 부착시킨다. 트라이포드의 세 개의 다리 중 시편과 가까운 쪽은 완전히 내리고 나머지 둘은 유리판을 이용하여 서로 높이가 같도록 조절한다. 그리고 시편의 관찰하고자 하는 위치의 높이와 동일하게 두 발을 조절한다. 그리고 난 후 연마에 들어간다.

먼저 단면 시편의 두께가 약 500  $\mu\text{m}$ 이 되도록 단면의 한쪽을 연마기를 사용하여 기계적으로 연마한다. 초기 연마를 위해 연마제의 크기가 30  $\mu\text{m}$ 인 3M 회사의 다이아몬드 연마지(diamond lapping film)에서 연마하기 시작하여 15, 6, 3, 1  $\mu\text{m}$  순으로 점차 연마제 크기를 줄이며 연마한다. 이 때 연마는 에폭시와 박막의 손상을 방지하기 위해 그림 3.1.2(b)와 같이 계면에 수직방향으로 한다. 거울면을 만들기 위한 마지막 연마를 하기 위해 연마천(polishing cloth) 위에서 실리카(구 크기 50 nm) 현탁액인 사이톤 HT-50(Syton, Remet Chemical Co., Chadwicks, NY, USA)이나 글랜족스(Glanzox)를 사용하여 연마한다. 트라이포드 연마의 경우 이온 연마 단계를 거치지 않으므로 조그마한 스크래치도 최종 연마단계에서 시편에 큰 영향을 미치므로 아주 조심스럽게 스크래치가 없도록 완전한 거울면을 만든다. 이 때의 연마 방향 역시 계면과 수직 방향이다.

이 과정이 끝난 후 기계 연마에 의한 표면 상태를 확인하기 위하여 AFM 관찰을 하였다.

Si sample을 트라이포 연마기로 연마한 표면의 단면을 관찰하기 위하여 앞에서 설명한 과정까지 Si sample을 연마하고 보통의 박막 시편처럼 연마면을 서로 마주 보게 부착하여 이온 연마하여 TEM 단면 시편을 제작하였다.

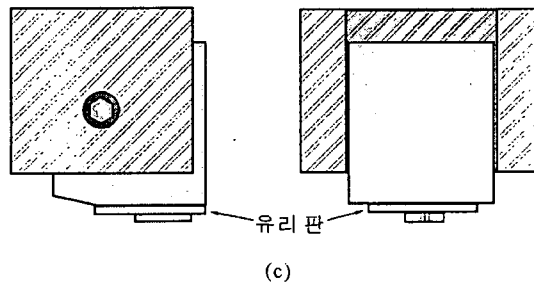
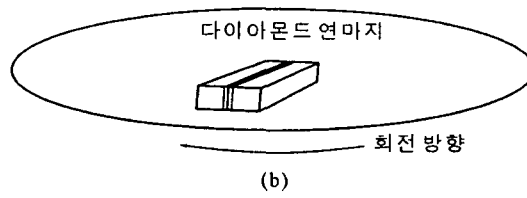
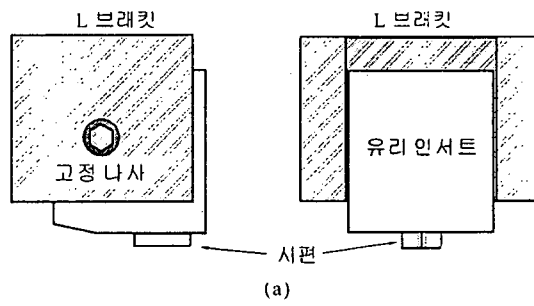


그림 3.1.2 시편 부착 방법 및 연마 방향을 보여준다.



한쪽 면의 연마가 끝난 시편은 유리 인서트에서 떼어낸 후 시편을 완전히 뒤집어서 그림 3.1.2(c)와 같이 유리 인서트에 붙인다. 유리 인서트의 표면은 여러 번의 연마로 인해 고르지 못한 경우가 있어 시편과 유리 인서트 사이의 공간이 생길 수 있다. 이러한 공간은 최종 연마 과정에서 시편에 crack을 발생시키기 때문에 깨끗한 유리 조각을 잘라내어 유리 인서트에 먼저 부착시키고 그 위에 시편을 부착한다. 연마기에 유리 인서트를 부착한 후 처음 연마와 마찬가지로 시편에서 먼 두 개의 마이크로미터의 높이를 모두 유리 인서트의 끝과 일치하도록 조절한다. 그 다음 쇠기 형 시편을 제작하기 위하여 마이크로미터들을 한 바퀴 같은 높이로 더 전진시킨다.

3  $\mu\text{m}$  다이아몬드 연마지까지의 연마 과정은 이전과 같다. 시편의 두께가 15  $\mu\text{m}$  이하가 되면 1  $\mu\text{m}$  다이아몬드 연마지를 사용하여 조심스럽게 연마한다. 연마 휠의 속도는 시편에 응력을 줄이기 위하여 전 과정 모두 초당 2 ~ 3 회전으로 매우 느리게 한다. 수시로 색깔을 관찰할 수 있는 현미경으로 두께와 시편 상태를 살핀다. 이 과정에서는 쉽게 시편이 부서지므로 각별한 주의가 필요하다.

시편의 두께가 3  $\mu\text{m}$  정도가 되면 시편은 콜로이드 형태의 실리카인 사이톤 HT-50을 사용하여 물을 떨어뜨리면서 쇠기형 시편의 끝부분 두께가 1  $\mu\text{m}$  이하로 얇아질 때까지 연마천 위에서 마지막 연마를 한다. 연마의 마지막 단계는 휠을 아주 천천히 회전시키고, 수시로 현미경으로 관찰하는 과정을 반복하는 것이다. 시편이 전자현미경으로 관찰 가능할 정도로 얇아지면 색깔이 선명한 노란색을 띄며, 광학 현미경으로 일련의 평행 광학 줄무늬를 관찰할 수 있다. 연마된 시편의 표면에 남아 있을 수 있는 실리카 현탁액을 제거하기 위하여 물을 충분히 하여 연마천 위에서 몇 바퀴 더 연마한다. 시편을 공기 중에 건조시키고 에폭시를 이용하여 그리드를 부착한다. 이 시편의 경우는 쇠기의 끝부분이 매우 얇아 전자현미경 관찰 시에 시편의 흔들림 현상이 발생할 수 있으므로 그리드 구멍이 좁은 2 mm  $\times$  1.5 mm 그

리드를 사용하였다. 제작이 끝난 시편을 TEM으로 관찰하였다.

기계 연마 과정에서 발생한 오염을 제거하기 위한 cleaning 과정은 이온 빔 전압 5 kV, 전류 0.3 mA, 이온 빔 입사각 8 °인 조건에서 5분간의 이온 연마를 통해 이루어졌다.

이렇게 제작된 시편의 AFM 결과와 투과전자현미경 관찰 결과를 이온 연마법, 특히 sector speed control 이온 연마법으로 제작된 결과와 비교하였다. 이온 연마에 의한 손상 연구에 있어서는 이온 빔 전압의 변화에 따른 시편에 발생하는 손상이 얼마나 심해지는 지 관찰하고 이것을 기계 연마만으로 제작한 시편의 결과와 비교하였다.

## 나. 연구내용 및 결과

### (1) 기계 연마를 이용하여 재료간 두께 차이 제거

#### (가) AFM 분석 결과(이온 연마법과 비교)

그림 3.1.3과 그림 3.1.4에서 보는 바와 같이 sector speed control 이온 연마법으로 제작한 시편의 AFM 결과를 보면 재료간 연마율 차이에 의한 두께 차이가 어느 정도는 나타난다. 그러나 기계 연마만을 이용하여 시편을 제작한 경우 AFM 결과에서 두께차이는 거의 나타나지 않았다. 즉 재료간 연마된 두께 차이의 목표치인 20%보다 훨씬 우수한 결과를 달성하였다.

기계 연마로 인해 시편 표면이 어떤 상태인지를 확인하기 위하여 기계 연마한 면을 단면으로 하여 TEM 시편을 제작하여 그 표면의 단면을 관찰하였다. 그림 3.1.5는 기계 연마면의 단면 고분해능 상이다. 기계 연마면이 TEM 시편 제작 과정에서

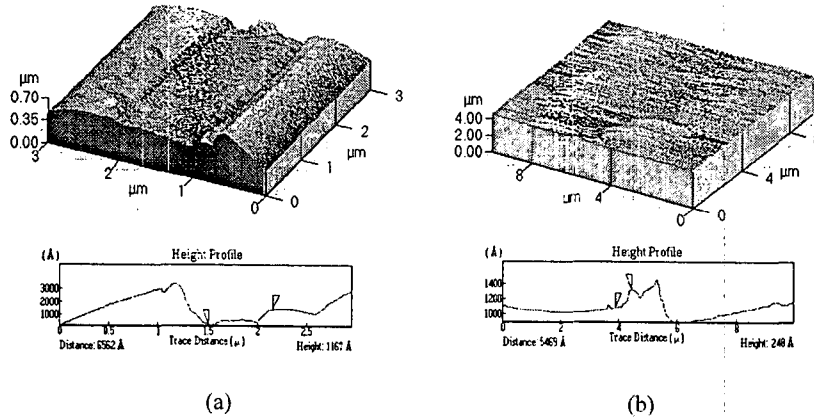


그림 3.1.3 BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 다층박막 구조의 시편 제작법에 따른 AFM 결과 (a) sector speed control 이온 연마법으로 시편 제작, (b) 기계 연마만으로 시편 제작

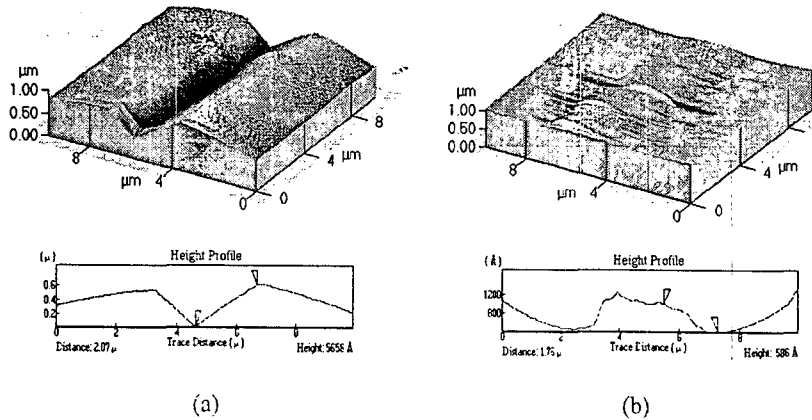


그림 3.1.4 WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 다층박막 구조의 시편 제작법에 따른 AFM 결과 (a) sector speed control 이온 연마법으로 시편 제작, (b) 기계 연마만으로 시편 제작

이온 연마에 의해 연마되어 버리면 의미가 없기 때문에 에폭시와 연마면이 맞닿은 부분을 관찰하였다. 그림에서 알 수 있듯이 연마면에 특별하게 관찰되는 결함이나 artifact는 없다. 또한 기계적 연마에 의해 표면의 roughness가 문제가 될 수 있으나 고분해능 상에서 계면의 roughness는 심하지 않다는 것을 알 수 있다. 그림 상에서 나타나는 연마면의 roughness는 10 Å 정도로 실제 TEM 상에서 전혀 문제가 되지 않는다. 따라서 기계 연마로 인해 시편의 표면이 손상을 입는다거나 스크래치 등과 같은 심한 artifact는 실제 TEM 상에서 나타나지는 않으며 기계적 연마라는 점에도 불구하고 연마면은 아주 sharp하다는 것을 알 수 있다. 하지만 실제 연마 과정에서 묻게 되는 왁스나 실리카 현탁액과 같은 이물질들에 의한 오염이 발생하며 이것은 시편 표면에 얇게 도포 되어 실제 위의 단면 TEM 사진에서는 나타나지 않았다. 이러한 이물질들은 워낙 얇고 비정질이기 때문에 에폭시와 구별할 수 없어 관찰이 불가능하기 때문이다. 이 후에 언급하겠지만 이러한 이물질에 의한 오염은 그림 3.1.5에서는 나타나지 않지만 실제 TEM 상에서 문제가 될 수 있다.

#### (나) TEM 관찰 결과

WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 다층박막 구조를 기계 연마만을 이용하여 제작하였고, sector speed control 이온 연마법으로 제작하여 실제 TEM 결과를 비교하였다. 위에서 살펴보았던 AFM 결과와 실제 TEM 관찰 결과는 아주 잘 일치하였다.

그림 3.1.6의 명시야 상에서 알 수 있듯이 sector speed control 이온 연마법으로 시편을 제작한 경우 WSi<sub>x</sub> 층이 관찰은 가능하였으나 구조를 관찰할 수 있을 정도의 명확한 결과를 얻지는 못하였다. 하지만 기계 연마만으로 시편을 제작한 경우 WSi<sub>x</sub> 층을 명확하게 관찰 가능하였다. 그 결과 WSi<sub>x</sub> 층은 columnar 구조로 성장하였음을 알 수 있다.

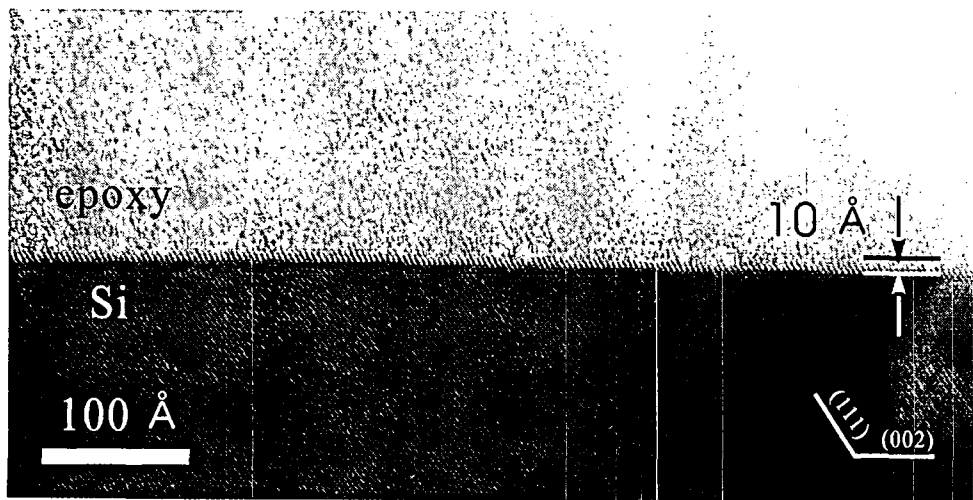
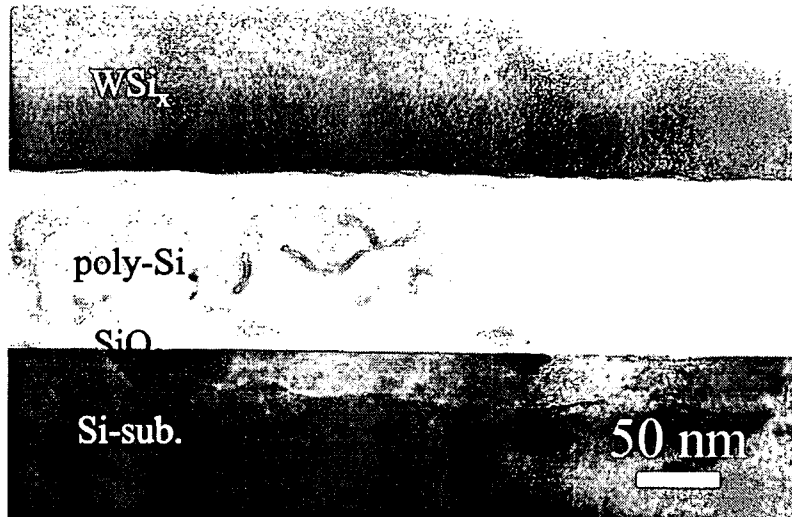


그림 3.1.5 기계 연마한 실리콘의 표면을 보여주는 단면 TEM 사진



(a)



(b)

그림 3.1.6  $WSi_x/poly-Si/SiO_2/Si$  다층박막 구조의 단면 명시야 상 (a) sector speed control 이온 연마법으로 시편 제작, (b) 기계 연마만으로 시편 제작

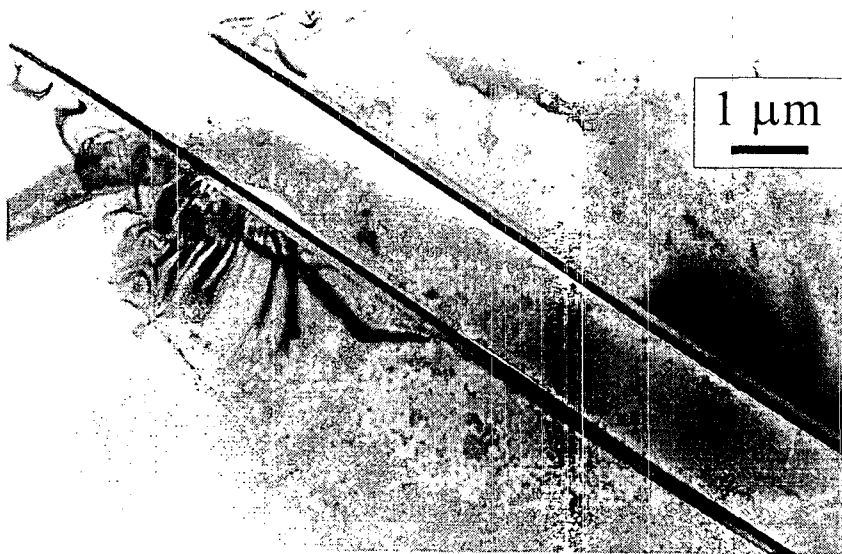


그림 3.1.7 기계연마로 제작한  $WSi_x/poly-Si/SiO_2/Si$  구조의 명시야 상

뿐만 아니라 그림 3.1.7에서 알 수 있듯이 기계 연마만으로 시편을 제작하였으나 기계 연마에 의한 어떠한 손상도 없었으며 넓은 영역을 관찰 가능한 양질의 단면 시편을 제작할 수 있었다.

또한 기계 연마만으로 시편을 제작한 경우 이온 연마과정으로 제작한 경우에는 관찰하기 힘들었던 고분해능 상까지도 얻을 수 있었다. 그림 3.1.8과 그림 3.1.9는 기계 연마만으로 제작한  $W_{Si_x}/poly-Si/SiO_2/Si$  구조의 고분해능 상을 보여주고 있다. 그림 3.1.8은  $poly-Si/SiO_2/Si$  사이의 계면을 보여주고 있다. 그림에서 알 수 있듯이  $SiO_2$  층과 아래 위 층간의 계면 roughness 뿐만 아니라 그 층의 두께를 충분히 분석할 수 있다. 그림 3.1.9는  $W_{Si_x}$  층의 고분해능 상이다. 이온 연마법으로는 재료간 연마율 차이에 의해 연마가 잘 되지 않는  $W_{Si_x}$  층은 상당히 관찰하기 힘든 층이다. 그럼에도 불구하고 기계 연마만으로 시편을 제작한 경우 grain size, 결정 구조, 내부 결함, 그리고 표면 roughness 등을 충분히 관찰할 수 있을 정도의 우수한 이미지를 얻었다.

기계 연마법은 제작자의 상당한 숙련도를 요구하며 제작 과정에서 세심한 주의가 필요하다. 또한 이온 연마 시에는 표면에 기계적 연마 과정에서 발생할 수 있는 여러 가지 오염들을 이온 연마 과정에서 제거할 수 있지만 이 방법에서는 그렇지 못한 것이 단점이라 할 수 있겠다. 이러한 단점에도 불구하고 고분해능 상은 시편의 아주 국부적인 부분을 관찰하기 때문에 그림 3.1.8 과 그림 3.1.9와 같은 깨끗한 고분해능 상을 얻을 수 있다. 그러나 고분해능 관찰 시 중요한 관찰 부위에 오염이 있다거나 명시야 상과 같은 저배율의 이미지에서는 이러한 기계 연마 과정에서 발생하는 오염은 아주 큰 문제가 될 수 있다 [16, 17]. 그림 3.1.6(b)에서 마치 분말이 도포 되어 있는 것처럼 나타나는 이러한 오염을 관찰할 수 있다.

그림 3.1.10은 기계적 연마과정에서 발생하는 오염에 대한 광학현미경 이미지이다. 그림 3.1.5의 트라이포드 연마면의 단면 TEM 결과에서는 나타나지 않았지만



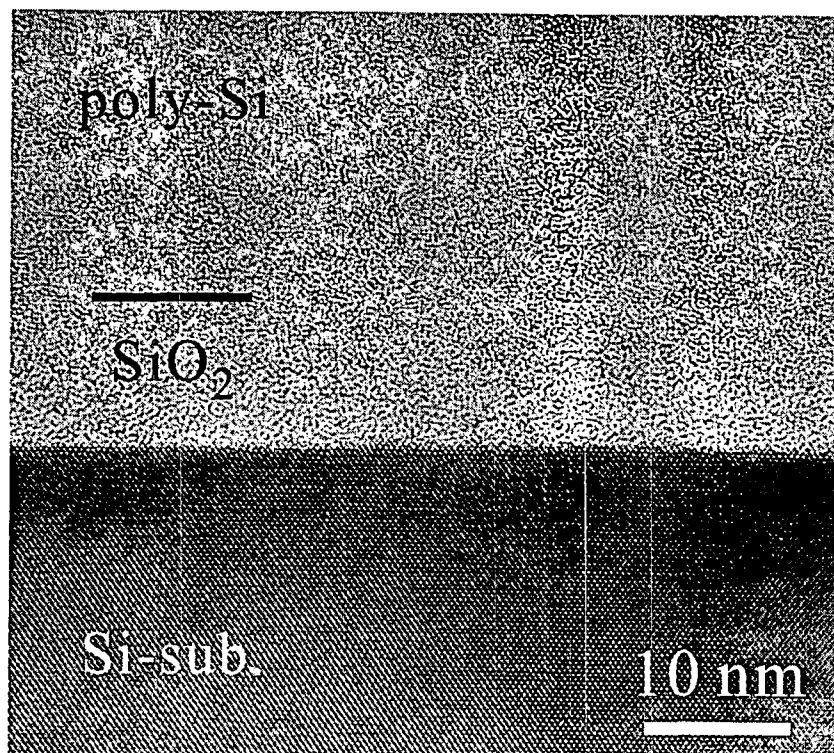


그림 3.1.8 기계 연마만으로 제작한 WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 구조의 고분해능 상

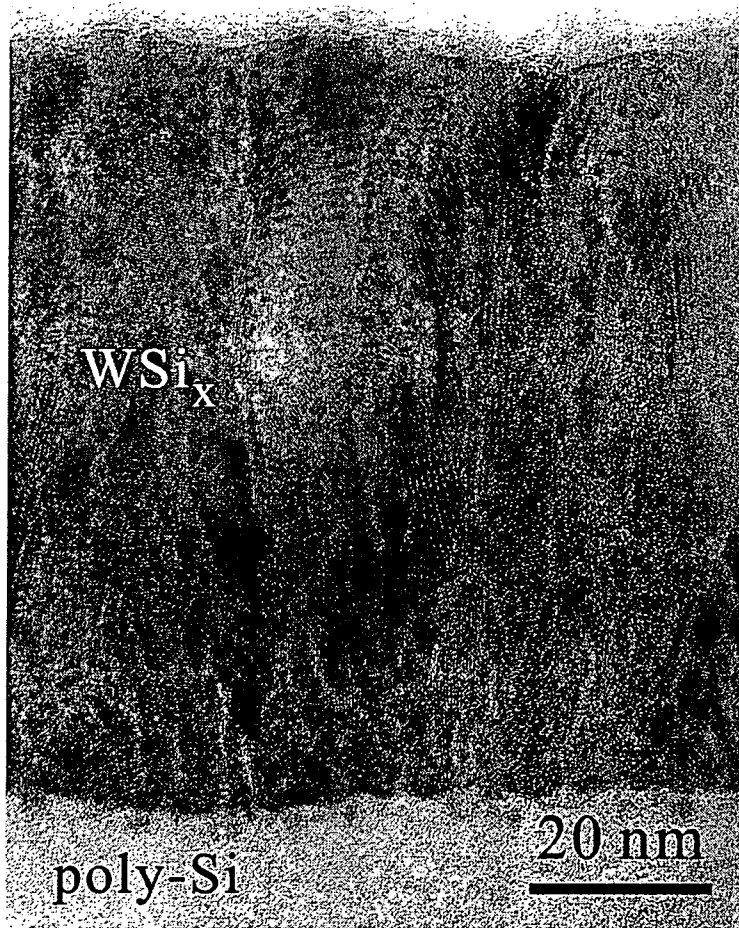


그림 3.1.9 기계 연마만으로 제작한 WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 구조의 고분해능상

그림 3.1.10에 명백하게 오염이 나타나고 있다. 이는 트라이포드로 제작하고 유리 인서트에서 막 떼어낸 시편의 광학현미경 이미지로서 왁스나 기계적 연마 과정에서 묻을 수 있는 왁스나 실리카 현탁액 등에 의한 오염이다. 순수한 왁스는 아세톤에서 완전히 제거할 수 있지만 연마 과정에서 이물질이 섞인 왁스는 쉽게 제거되지 않는다. 이러한 문제들은 트라이포드 연마로 시편을 제작한 후 이온 빔 전류를 줄이고 이온 빔 입사 각을 낮추어 짧은 시간 동안 이온 연마를 해줌으로써 제거할 수 있다.

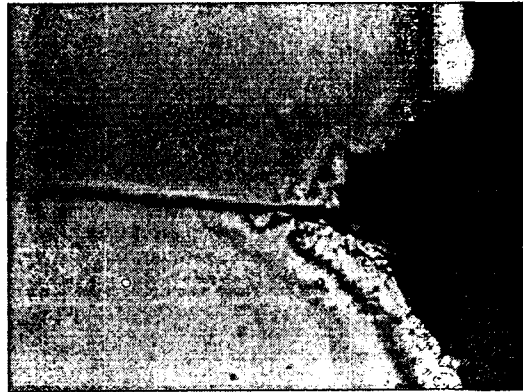
그림 3.1.10(b)는 그림 3.1.10(a) 시편을 이온 연마한 후에 관찰한 광학현미경 이미지이다. 이온 빔 전압 5kV, 전류 0.3 mA, 이온 빔 입사각을 8 °인 조건에서 5분 동안 이온 cleaning하였다. 그림 3.1.10(b)의 광학현미경 이미지에서 알 수 있듯이 그림 3.1.10(a)에서 관찰되던 이물질들이 제거되어 깨끗한 이미지를 보이고 있다. 이온 cleaning의 결과는 실제로 TEM 명시야 상에서도 나타난다.

이와 같이 짧은 시간 동안만 이온 cleaning 하는 이유는 이온 연마에 의한 단점을 제거하기 위해 이온 연마 시간을 최소한으로 해야 하는 이유도 있겠지만 이러한 오염 물질은 약간의 이온 연마로도 쉽게 제거되기 때문이다. 또한 기계 연마로 완성된 얇은 부분이 이온 연마로 인해 연마되어 버릴 수가 있기 때문이다. 따라서 이온 cleaning은 가능한 한 짧게 하는 게 좋다.

Cleaning을 오래 하였을 경우 기계 연마에 의해 형성된 얇은 부분이 손상을 입고, 기계 연마에서는 나타나지 않았던 artifact가 오히려 나타나게 되는 경우를 그림 3.1.11에 나타내었다. 이 결과는 그림 3.1.7의 시편을 이온 빔 전압 5kV, 전류 0.6 mA, 이온 빔 입사각을 12 °인 조건에서 10분 동안 이온 연마한 시편으로부터 얻었다. 그림 3.1.6(b)에서 나타나던 분말이 도포 되어 있는 것 같은 오염은 사라졌지만 기계 연마를 통해 만든 시편의 얇은 부분은 이온 연마에 의해 이미 모두 연마되어 버리고 이온 연마에 의해 잘 연마되지 않는 tungsten silicide 박막만 남아



(a)



(b)

그림 3.1.10 기계 연마로 제작된 WSix/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 시편의 광학 이미지: (a) 이온 cleaning 전, (b) 5분 간 이온 cleaning.

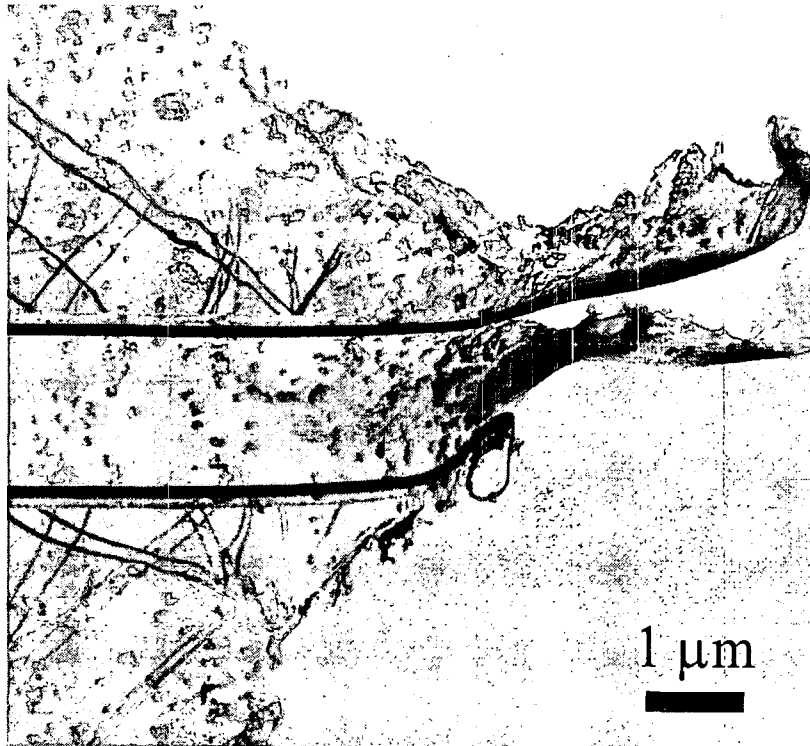


그림 3.1.11 기계 연마만으로 제작된  $WSi_x/poly-Si/SiO_2/Si$  시편을 10분간 이온 cleaning 한 시편의 TEM 이미지. 이온 빔에 의한 심한 손상을 보여주고 있다.

끝부분이 휘어 버렸음을 알 수 있다. 또한 오히려 이온 연마에 의해 Si 기판 쪽이 많은 손상을 입었음을 알 수 있다. 이것은 비록 오염은 제거되었으나 cleaning 이전 보다 더 나쁜 결과이다. 따라서 오염을 제거할 목적의 cleaning은 아주 짧은 시간 동안 이루어져야 하며 그러한 조건이라면 충분히 기계 연마의 단점을 보완할 수 있다.

결과적으로 기계 연마법을 이용하여 다층 박막 재료의 기판과 박막들 간의 이온 연마 속도 차이에 의한 단차를 제거할 수 있었으며, 이온 연마 단계를 거치지 않기 때문에 방사 손상(radiation damage), 시편의 가열, 표면의 비 평탄성 등과 같은 이온 연마에 따른 단점을 제거할 수 있었다. 또한 기계 연마 과정과 이온 연마 과정을 조합함으로써 기계 연마법에서 발생하는 오염은 충분히 제거할 수 있었다. 하지만 다음 절에서 논의할 SiGe/Si superlattice와 같이 층간 intermixing이 심한 경우는 오염보다는 이러한 intermixing이 TEM 분석에서 더 큰 문제이기 때문에 이 과정을 되도록 거치지 않는 것이 좋다.

## (2) 기계 연마를 이용하여 손상 없는 시편 제작

이온 연마 과정에서 심각한 손상이 발생할 수 있을 것이라 예상되는 재료로서 SiGe/Si superlattice(SL) 구조를 갖는 재료를 선택하였다. SiGe/Si SL 구조의 이온 연마 과정에서 발생할 수 있는 artifact를 확인하고 이를 분석, 제거하기 위하여 기계 연마법 만으로 TEM 단면 시편을 제작하였고, 또한 그 결과를 비교하기 위하여 이온 연마법으로 시편을 제작하였다. 이온 연마는 이온 빔 전압을 4, 5, 6, 7 kV로 변화시켜 가며 시행하였으며 이렇게 제작된 시편들의 TEM 결과를 비교, 분석하였다.

기계 연마로 제작된 시편으로부터 strained SiGe layer의 정확한 두께를 계산하

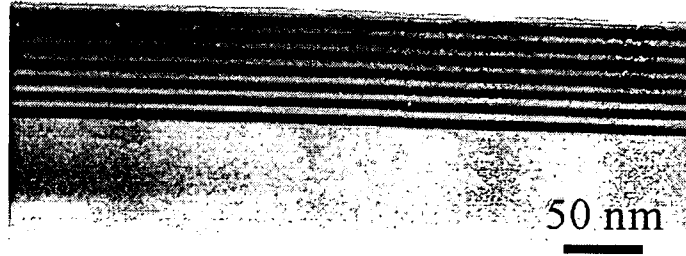
였으며, 이온 연마법으로 제작한 일련의 고분해능 상으로부터 이온 빔에 의한 손상인 SiGe 층과 Si 층의 intermixing과 interface roughening의 정도를 계산하였다.

기계 연마만으로 SiGe/Si SL 구조의 TEM 단면 시편을 제작하였다. 그림 3.1.12는 기계연마만으로 제작한 TEM 단면 시편의 명시야 상과 고분해능 상이다. 명시야 상뿐만 아니라 고분해능 상 역시 선명함을 알 수 있다. 고분해능 상에서 Si 기판에서부터 SL의 전체를 뚜렷이 관찰할 수 있었다.

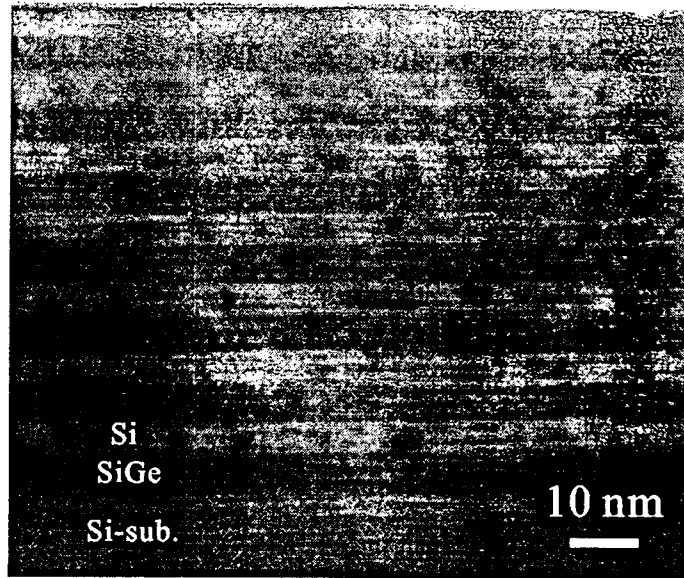
이온 빔 전압을 바꿔가며 일반적인 이온 연마법으로 SiGe/Si SL 구조의 TEM 단면 시편을 제작하였다. 그림 3.1.13에서 이온 연마법으로 제작된 시편들의 TEM 관찰 결과와 기계 연마만으로 제작한 시편의 TEM 결과를 비교하였다.

그림 3.1.13의 기계 연마로 제작한 시편의 고분해능 상은 아주 깨끗하며 계면이 선명하게 구별된다. 반면 이온 연마로 제작된 시편의 고분해능 상에서는 SiGe 층이 많이 넓어졌으며 경계 역시 뚜렷하지 않다. 이것은 이온 빔에 의해 SL의 각 층들에서 intermixing, 및 이온 빔 에너지에 의해 발생한 열에 의한 interdiffusion이 일어났기 때문이다. 그림 3.1.13(b)의 5 kV 이온 빔 전압을 가해서 제작한 시편의 경우 SiGe 층은 눈에 떨 정도로 넓어졌으며 계면 역시 rough 해졌다. 뿐만 아니라 기판 쪽 층들은 다소 선명한 반면 기판에서 먼 층들일수록 이미지가 흐려짐을 알 수 있다. 이것은 시편이 끝은 얇은데 반해 오히려 많은 이온 빔을 맞아 심한 손상을 입었다는 것을 말한다. 그림 3.1.13(c)의 경우는 intermixing 및 interdiffusion이 심해 계면의 처음 위치가 명확하지 못하고, 확실히 계면이라고 단정짓기도 힘들다는 것을 알 수 있다. 또한 강한 이온 빔에 의해 표면에서 비정질화가 일어나 뚜렷한 상을 얻지 못하였다. 이러한 시편 표면의 비정질 층은 강한 비탄성 산란 효과를 일으켜 선명한 이미지를 얻을 수 없게 만들며 이것은 TEM 분석을 어렵게 만드는 요인이다.

그림 3.1.13에서 이온 빔에 의해 시편이 비정질화 하거나, artifact가 생길 수



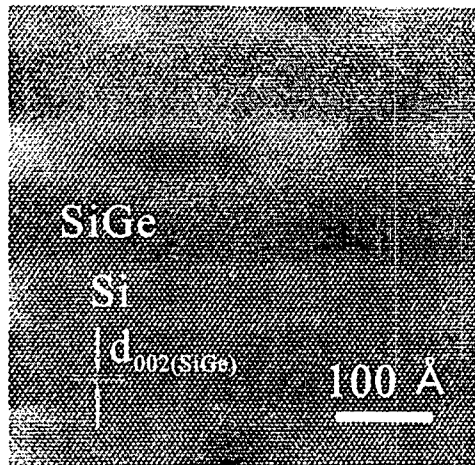
(a)



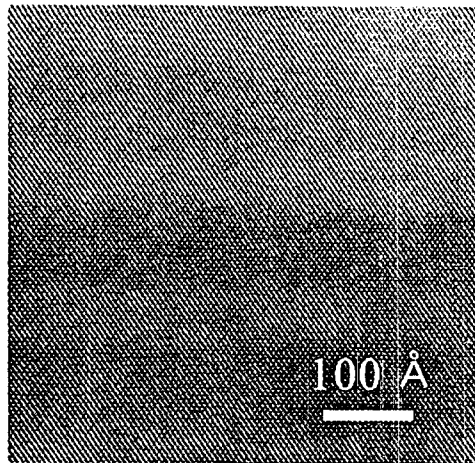
(b)

그림 3.1.12 기계 연마만으로 제작한 SiGe/Si superlattice 구조의 단면 TEM 사진. (a) 명시야 상, (b) 고분해능 상.

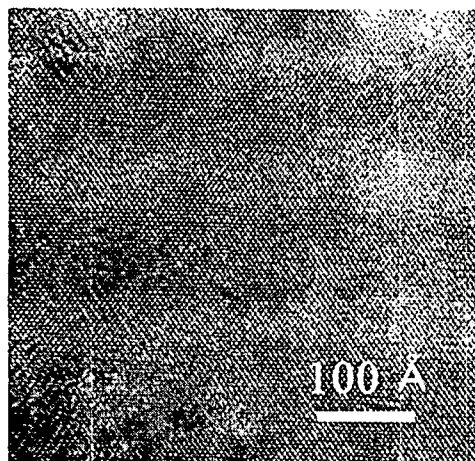




(a)



(b)



(c)

그림 3.1.13 SiGe/Si superlattice 구조의 TEM 고분해능 상. (a) 기계 연마, (b) 5 kV 이온 연마, (c) 7 kV 이온 연마.

있으며 어느 정도 일어나는지 알아보았다. 그림 3.1.14는 기계 연마 및 이온 연마로 제작한 SiGe/Si SL의 전체적인 이미지를 볼 수 있는 고분해능 상이다. 기계 연마만으로 제작한 경우(그림 3.1.14(a))와 비교해서 4 kV로 이온 연마한 경우(그림 3.1.14(b))는 intermixing을 제외하고는 양호한 결과를 얻었다. 하지만 그림 3.1.14(c)와 (d), 그리고 (e)의 경우 SiGe/Si SL은 기판에서 멀어짐에 따라 많은 손상을 받았음을 알 수 있다. 7 kV로 이온 연마한 경우는 끝 부분은 이미 연마되어 버리고 없어 SL 모두를 관찰할 수 있는 TEM 결과를 얻을 수 없었으며 끝 부분은 모두 비정질화 되었다는 것을 알 수 있다.

그림 3.1.14를 통해 알 수 있듯이 이러한 손상은 이온 연마 과정이 길어질수록, 이온 빔 전압과 전류가 높아질수록, 그리고 이온 빔 입사각이 커질수록 심해진다.

이온 빔에 의한 intermixing과 interface roughening이 이온 빔 전압에 따라 어떻게 변하는지 알아보았다. 그림 3.1.15는 기계 연마와 이온 연마법으로 제작한 각각의 시편에서 얻은 고분해능 상을 통해 SiGe 층 내의 (002) 층의 수를 육안으로 측정하여 그린 그래프이다. TEM 결과에서 SiGe 층은 Ge의 원자번호가 Si 보다 커 Si 층에 비해 어둡게 나온다. 이러한 어두운 SiGe 층의 (002) 층의 수를 육안으로 측정하였다. 이 결과는 SiGe 와 Si 층의 intermixing에 대한 정성적인 정보를 준다. 그림 3.1.14(a)에서 기계 연마만으로 제작한 경우는 (002) 층 수가 거의 일정하며 좁은 분포를 갖는다는 것을 알 수 있다. 즉 각 층의 계면은 아주 sharp 하다고 할 수 있다. 반면 이온 연마법으로 제작한 경우는 전압이 증가함에 따라 (002) 층 수가 늘어남을 알 수 있다. 또한 분포 역시 기계 연마로 제작한 시편에 비해 상당히 넓게 나타났다. 이것은 intermixing에 의해 SiGe 층이 많이 넓어졌으며 interface의 roughening이 일어났다는 것을 말해준다. 이러한 intermixing은 이온 빔 전압이 증가함에 따라 증가하였다.

이렇게 측정된 (002) 층수의 평균을 구하였다. 이것은 곧 SL의 average

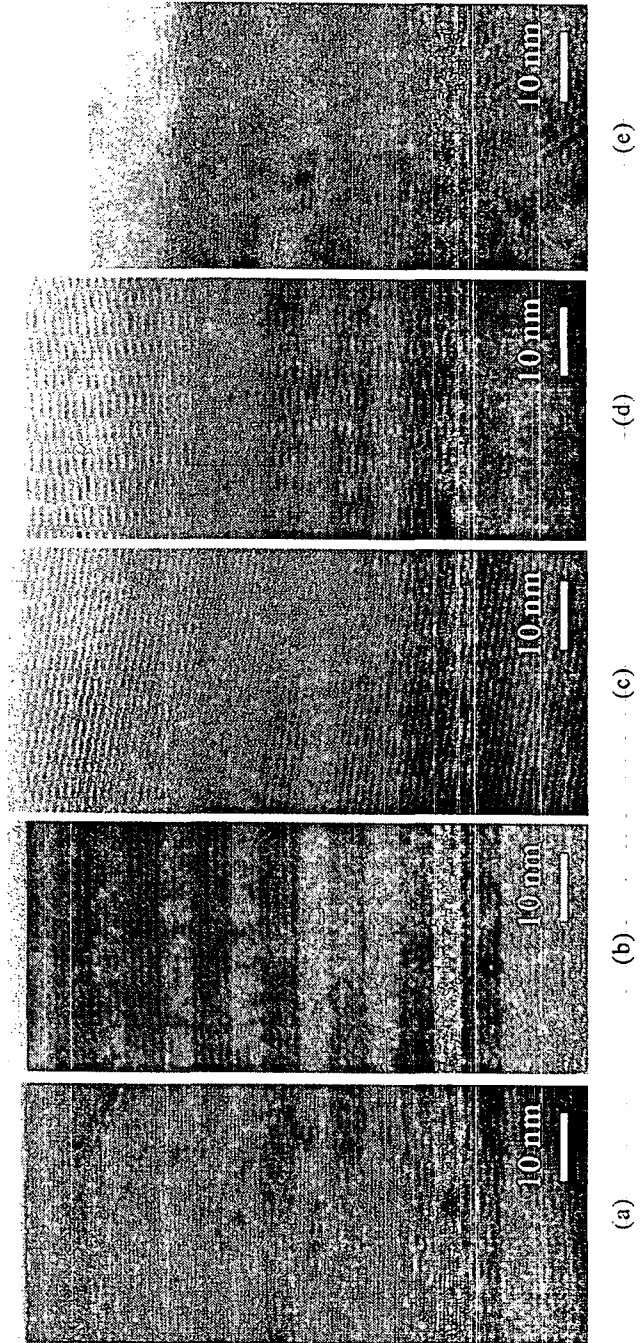


그림 3.1.14 SiGe/Si superlattice 구조의 TEM 고분해능 상. (a) 기계 연마, (b) 4 kV, (c) 5 kV, (d) 6 kV, (e) 7 kV 이온 연마.

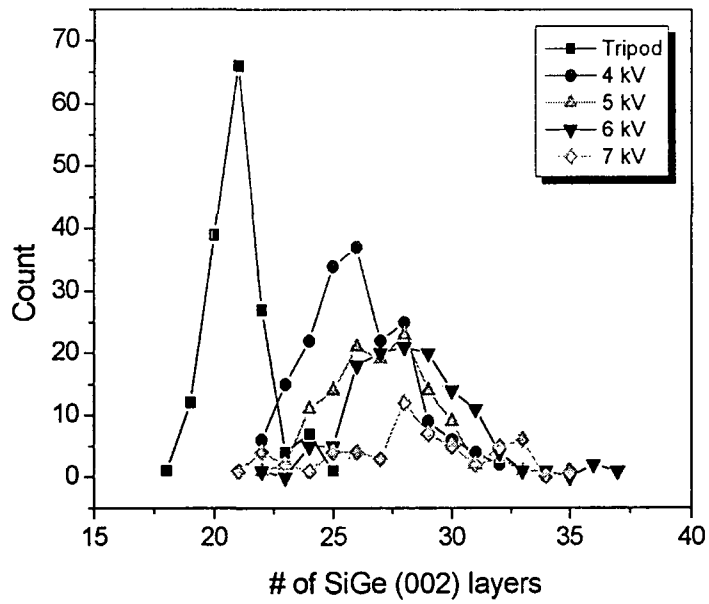


그림 3.1.15 이온 빔 전압에 따른 SiGe/Si superlattice의 intermixing과 interface roughening.

periodic thickness를 의미하는 것으로서 이 결과로부터 각 시편에 대한 SiGe 층의 평균 두께를 계산할 수 있다. SL의 average periodic thickness는 SL의 광학 특성에서 아주 중요한 의미를 지닌다. Strained SiGe의 두께는 strained SiGe의 계면에 수직인 격자 상수로부터 계산할 수 있으며, strained SiGe의 계면에 수직인 격자 상수는 HRXRD로부터 구하였다. 또한 이로부터  $Si_{1-x}Ge_x$ 의 Ge의 분율을 구할 수 있다. 계산 결과 strained SiGe의 계면에 수직인 격자 상수와 Ge의 분율은 각각 5.4716 Å과 0.1이었다.

Strained SiGe 층의 두께( $l$ )는 SiGe 층의 (002) 층 수에 의해 결정되며 다음과 같은 식으로 표현된다.

$$l = [\text{평균 (002) 층수}] \times a_{SiGe\perp} / 2$$

여기서  $a_{SiGe\perp}$ 는 strained SiGe의 계면에 수직인 격자 상수이다. 각각의 경우에 대해 TEM 고분해능 상으로부터 계산된 SiGe 층의 두께를 구하여 그림 3.1.16의 그래프로 나타내었다. SiGe 층의 두께는 이온 빔에 의한 intermixing과 interface roughening으로 인해 이온 빔 전압이 증가함에 따라 증가함을 알 수 있다.

이러한 시편 제작 과정에서 발생하는 손상이나 시편 표면의 비정질화, 그리고 intermixing과 interface roughening 등 다양한 artifact는 실제 재료의 특성과는 무관하나 TEM 분석 시 잘못된 해석을 내리게 되는 결과를 초래할 수도 있다는 것을 알 수 있다. 또한 TEM으로 SL에서의 average periodicity 측정 시 기계 연마만으로 제작하는 것이 가장 적당한 방법임을 확인하였다.

TEM 시편 제작에 있어서 그 방법은 어떤 재료를 분석하느냐, 그리고 분석하고자 하는 목적이 무엇인가에 따라 다르겠지만 앞에서 살펴본 여러 가지 면에서 intermixing이 쉽게 일어나는 다층 박막의 시편 제작에 있어서 기계 연마만으로 시편을 제작하는 기술은 우수한 결과를 가져오며 더 나아가 다양한 재료 system에서

응용될 수 있을 것이다.

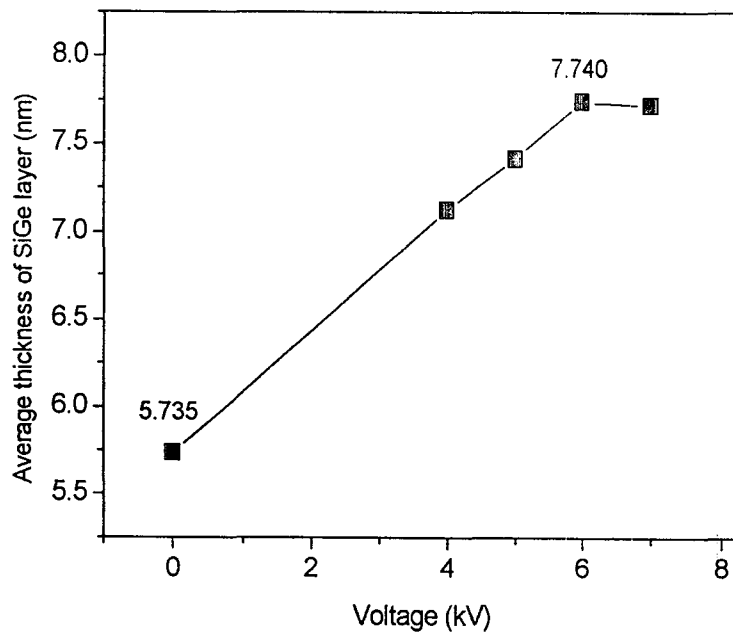


그림 3.1.16 이온 빔 전압에 따른 SiGe 층의 평균 두께

## 2. 특정 영역의 분석을 위한 기계 연마만을 이용한 시편 제작법 개발

### 가. 연구수행방법

산업이 고도화됨에 따라 특수 기능 혹은 복합 기능을 갖는 신소재의 개발이 끊임 없이 요구되고 있다. 특히 정보통신 산업에 이용되는 소자들은 집적도 증가와 크기 감소 및 고성능에 대한 요구가 커짐에 따라 소자를 구성하는 재료 분야에서는 신소재의 도입과 함께 복합화 및 박막화가 이루어지고 있다. 이로 인해 재료 특성을 분석 평가하는 데 그 어려움이 갈수록 가중되고 있으며 이에 상응하는 높은 수준의 재료 특성 분석 기술의 요구되고 있다.

이와 같이 반도체 재료의 경우 투과전자현미경 분석은 필수적이라 할 수 있으며 종종 특정 영역 단면 시편을 1 micron 이하의 정확성을 가지고 재현성 있게 만들 수 있는 기술이 필요하다. 지금까지의 일반적인 시편 제작법으로는 이러한 높은 수준의 분석이 불가능하며 FIB(Focused Ion Beam)과 같은 고가의 장비를 이용해야만 가능하다고 할 수 있다.

본 연구에서는 앞에서 개발한 저가의 기계 연마만을 이용한 시편 제작법을 이용하여 여러 서로 다른 재료로 구성된 단면 다층박막 시편의 정해진 영역에서 연마에 의한 손상을 주지 않으면서 고분해능 상을 얻을 수 있을 정도로 얇은 시편을 제작할 수 있는 새로운 기계 연마법을 개발한다.

Si trench 구조를 갖는 sample의 특정 영역을 관찰하기 위한 TEM 단면 시편을 특정 영역 기계 연마법으로 제작하였다. 제작 과정을 나타내는 그림 및 광학현미경 이미지들을 그림 3.1.17과 그림 3.1.18에 나타내었다. 그림 3.1.17은 시편 절단부 터 앞면 연마 과정을, 그림 3.1.18은 뒷면 연마와 최종 시편 제작 과정을 보여준다. 관찰하고자 하는 특정 영역이 주위와 구별되지 않을 경우 다이아몬드 펜으로



표시를 한다. 본 연구에서는 관찰하고자 하는 곳을 특별히 표시하지는 않았다. 다음으로 관찰하고자 하는 지점이 시편의 중앙 부근에 오게 하여 2 mm × 4 mm 크기로 절단하고, 왁스를 사용하여 그림 3.1.17(a)에서와 같이 유리 인서트의 옆면에 시편을 부착한다. 관찰하고자 하는 지점이 유리 인서트의 끝보다 아래에 위치하도록 하고 관찰하고자 하는 부분이 유리 인서트를 중심으로 바깥쪽에 오도록 부착한다.

3 개의 마이크로미터 중에서 시편에서 먼 두 마이크로미터의 플라스틱 발 높이가 시편에서 관찰하고자 하는 지점과 같은 높이가 되도록 마이크로미터를 조정한다. 시편에서 가까운 마이크로미터는 사용하지 않는다.

연마 순서는 관찰하고자 하는 영역에 도달할 때까지 다이아몬드 연마지(diamond abrasive film)를 이용하여 30, 15, 6, 3, 1 micron 순으로 연마한다. 다이아몬드 연마지에서의 연마 방향은 그림 3.1.17(b)와 같다. 이것은 관찰하고자 하는 면의 마식(erosion)을 최소화 하기 위한 것이다.

연마가 진행됨에 따라 관찰하고자 하는 지점에 얼마나 접근했는가를 도립 금속 현미경(inverted metallurgical microscope)을 사용하여 수시로 조사한다. 현미경으로 보아 연마면의 방향을 조정할 필요가 있으면 마이크로미터를 사용하여 조정한다. 연마 면이 관찰하고자 하는 지점에 도달하게 되면 연마천 위에서 실리카 현탁액(사이톤 HT-50)을 사용하여 연마를 한다. 회전 연마천 위에서의 연마 방향은 그림 3.1.17(b)에서의 반대 방향, 즉 관찰하고자 하는 쪽이 회전 방향 쪽에 있도록 트라이포드 연마기의 방향을 조정한다(그림 3.1.17(c)). 회전 방향을 이와 같이 조절하는 이유는 회전 방향과 시편의 방향에 따라 연마 천의 섬유가 시편의 끝을 등긋어지게 할 수 있기 때문이다. 연마가 끝나면 도립 현미경으로 단면을 검사하고, 연마면에 연마로 생긴 흠집이 있으면 실리카 현탁액으로 다시 연마한다. 연마 면에 조사하여 연마로 생긴 흠이 없으면 연마를 마치고, 남아 있을 수 있는 실리카 현탁

액을 제거하기 위해 연마천 위에 물을 충분히 하여 몇 바퀴 더 연마한다. 한쪽 면 연마가 끝나면 다음으로 시편을 뒤집어서 연마한다. 시편은 그림 3.1.18(a)와 같이 부착한다.

유리 판을 이용하여 먼저 시편에서 먼 두 마이크로미터의 플라스틱 발이 L 브래킷과 수평이 되도록 조절하고, 두 마이크로미터를 모두 유리 인서트와 수평이 되도록 한다. 수평이 되면 시편을 췌기형태로 제작하기 위해 두 마이크로미터를 한 바퀴 더 전진시킨다. 관찰 지점에 접근할 때까지 앞에서 이용한 방법으로 다이아몬드 연마지를 사용하여 시편을 연마한다. 그림 3.1.18(a)와 같이 회전 연마지 위에서 관찰하고자 하는 쪽이 항상 회전 방향의 반대쪽이 되도록 한다. 시편이 얇아지면 시편의 모양이 점차 췌기형으로 바뀌게 된다. 췌기형 시편의 얇은 쪽이 두께가 1  $\mu\text{m}$  될 때까지 연마를 한다.

최종 연마는 앞에서와 같이 연마천 위에서 실리카 현탁액을 사용하여 연마한다. 회전 연마천 위에서는 그림 3.1.18(b)에서와 같이 휠의 회전 방향 쪽이 췌기형 시편의 얇은 쪽이 되도록 연마한다. 췌기형 시편의 얇은 부분이 두께가 수백 nm가 될 때까지 연마를 계속한다. 췌기형 시편의 두께가 수백 nm 정도가 되면 그림 3.1.18(c)와 같이 도립 현미경으로 일련의 평행 광학 줄무늬(fringe)를 볼 수 있다.

최종 연마가 끝난 후 유리 인서트를 연마기에서 떼어내고 에폭시를 이용하여 시편에 그리드를 접착하였다. 그리드는 2 mm  $\times$  1.5 mm 구멍이 뚫린 그리드를 사용하였고, 에폭시가 완전히 경화된 후 시편이 부착된 그리드를 유리 인서트로부터 떼어냈다. 이렇게 제작된 시편을 이온 연마 과정을 거치지 않고 바로 TEM으로 관찰하였다.

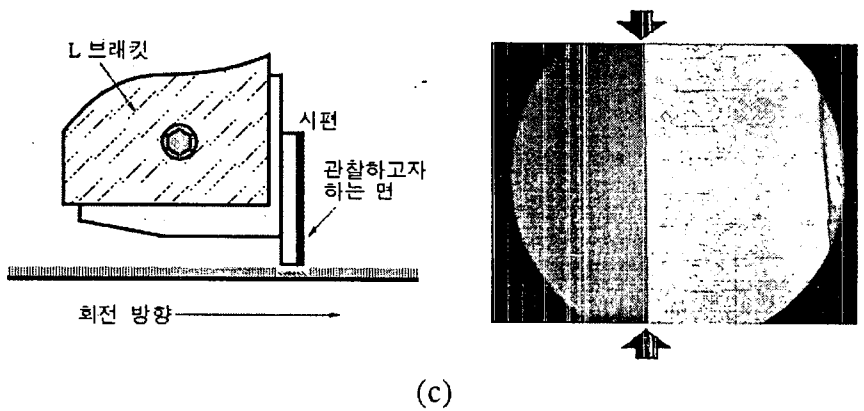
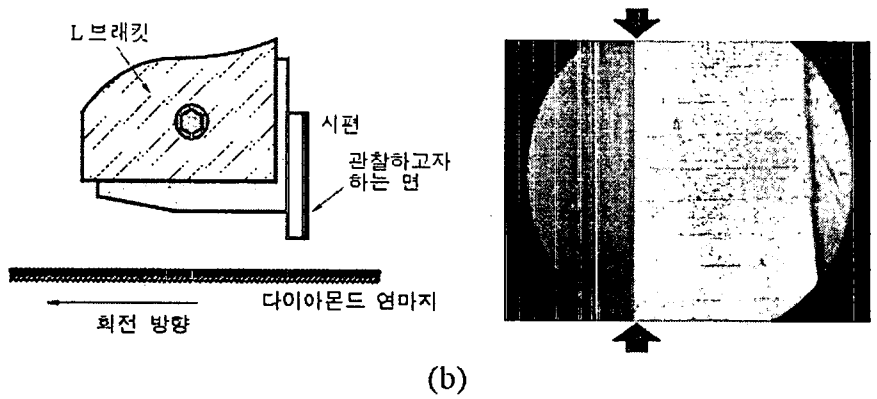
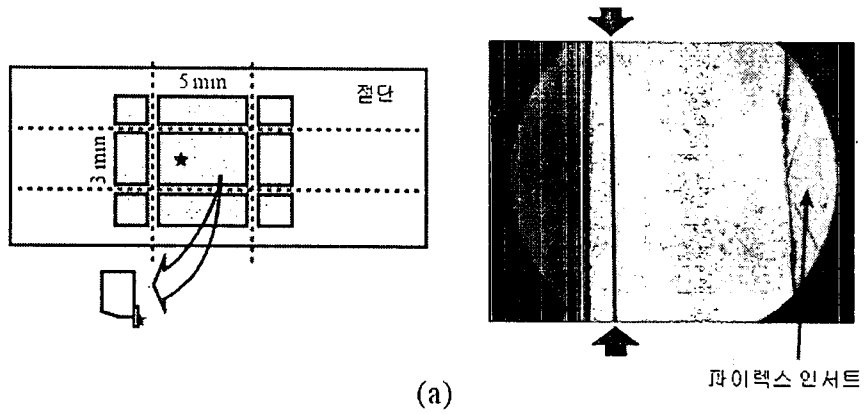


그림 3.1.17 기계 연마를 이용하여 특정 영역 관찰 가능한 단면 TEM 시편 제작 과정: (a) 시편 절단 및 부착, (b) 관찰하고자 하는 영역까지 다이아몬드 연마지 위에서 연마, (c) 연마 천 위에서 연마

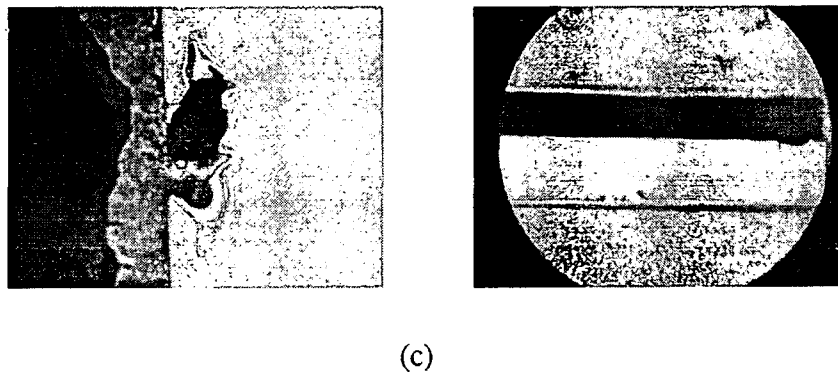
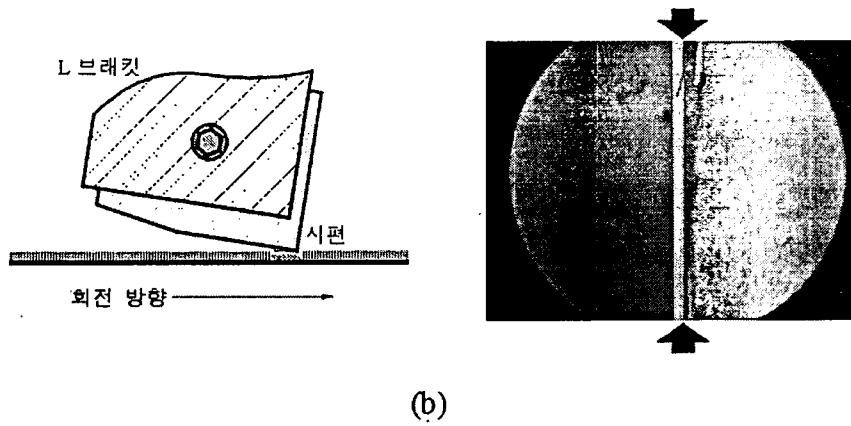
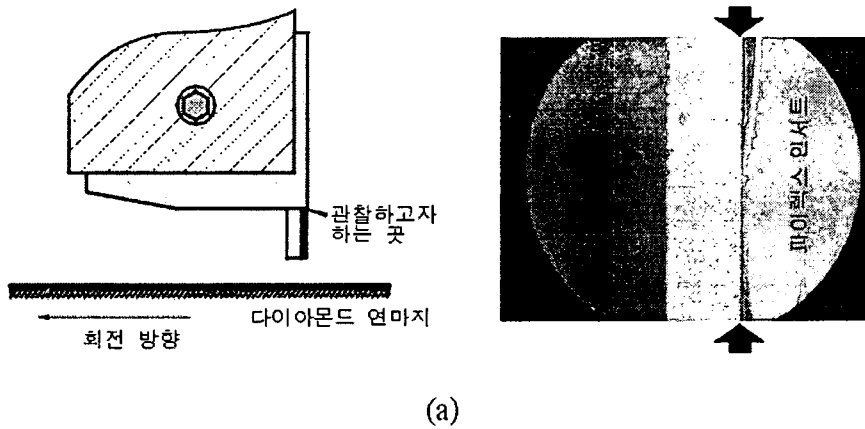


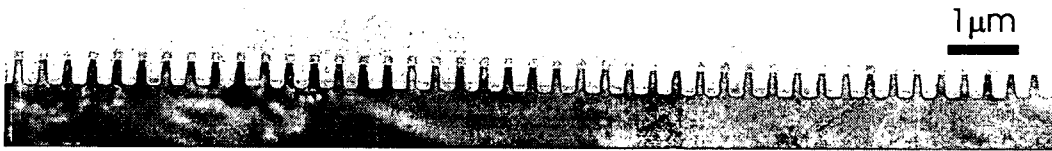
그림 3.1.18 기계 연마를 이용하여 특정 영역 관찰 가능한 단면 TEM 시편 제작- 뒷면 연마 과정: (a) 다이아몬드 연마지 위에서  $1\mu\text{m}$  이하 두께까지 연마, (b) 연마 천 위에서 최종 연마, (c) Fringe 관찰 및 그리드 부착

## 나. 연구 내용 및 결과

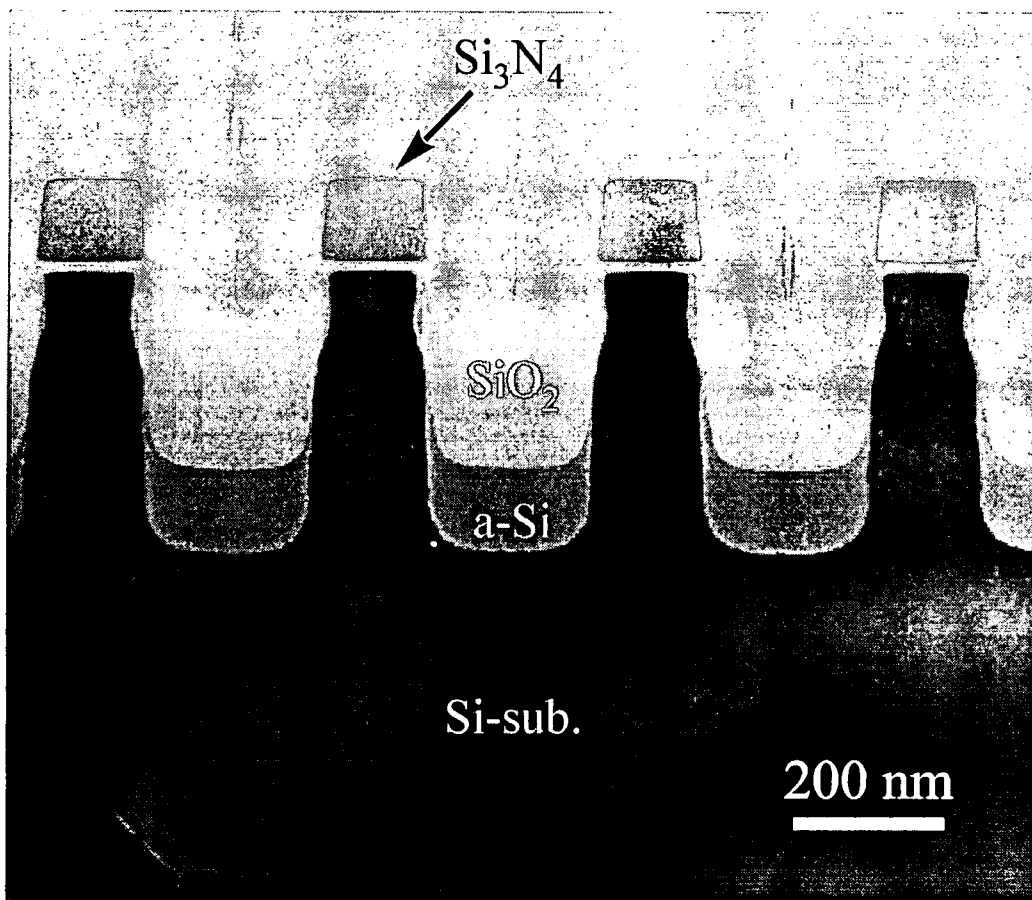
기계 연마를 이용하여 Si 트렌치(trench) 구조의 특정 영역을 관찰하기 위한 TEM 단면 시편을 관찰하고자한 특정 영역에서 성공적으로 제작하였다. 그림 3.1.19는 특정한 영역을 관찰할 수 있는 Si 트렌치 구조의 단면 명시야 상이다. 관찰하고자 하는 특정 영역의 trench 부분을 아주 명확하게 알 수 있으며, 그림 3.1.19(a)에서 보는 바와 같이 아주 넓은 범위에 걸쳐 깨끗한 상을 얻을 수 있다. 이러한 관찰 가능 영역은 수십 ~ 수백  $\mu\text{m}$ 에 달한다. TEM 시편 제작에 있어서 관찰 가능 영역을 넓히는 것은 아주 중요하며 이러한 연구는 지금까지 많이 이루어져 왔다 [18, 19]. 따라서 이러한 결과는 그 자체만으로도 중요한 의미를 가질 뿐 아니라 아주 국부적인 곳만을 관찰하여 과연 그 결과가 모재의 특성을 그대로 반영할 수 있을 것인가 하는 문제를 해결할 수 있을 것이다. 그림 3.1.19(b)는 그림 3.1.19(a)의 일부분의 고배율 이미지이다.

연마에 의한 손상은 전혀 관찰되지 않았으며, 특정 영역에서 시편을 이루는 재료의 두께, 형상 등을 분석할 수 있는 우수한 명시야 상을 얻어 양질의 시편이 제작되었음을 알 수 있다.

그림 3.1.20은 트렌치 아래 부분의 고분해능 상으로서 아주 선명한 격자 이미지를 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이 Si 내부와 a-Si/Si 계면에서 원자배열이 선명하게 관찰되는 양호한 고분해능 상을 얻어, 양질의 시편이 제작되었음을 알 수 있다. 이 결과는 이온 연마 과정으로 제작된 결과보다 향상된 결과이다.  $\text{As}^+$  이온을 주입한 결과에 의해 trench 아래 부분의 Si이 비정질화 되었음을 확인할 수 있다. 또한 고분해능 상으로부터 비정질 Si과 결정질 Si의 interface roughness를 관찰할 수 있다. 계면에서의 undulation은 ion-range straggling에 의해 형성된다 [20].



(a)



(b)

그림 3.1.19 기계 연마만으로 특정 영역에서 제작한 시편의 투과전자현미경 단면 명시야 상

FIB (Focused Ion Beam)과 같은 고가의 장비를 이용하지 않고도 기계 연마법을 통해 특정 영역을 관찰 가능한 시편을 제작할 수 있었다. 또한 이러한 이점과 함께 관찰 가능 영역이 아주 넓은 시편을 제작할 수 있으며, 이온 연마로 인한 artifact 없는 깨끗한 시편을 제작할 수 있었다.

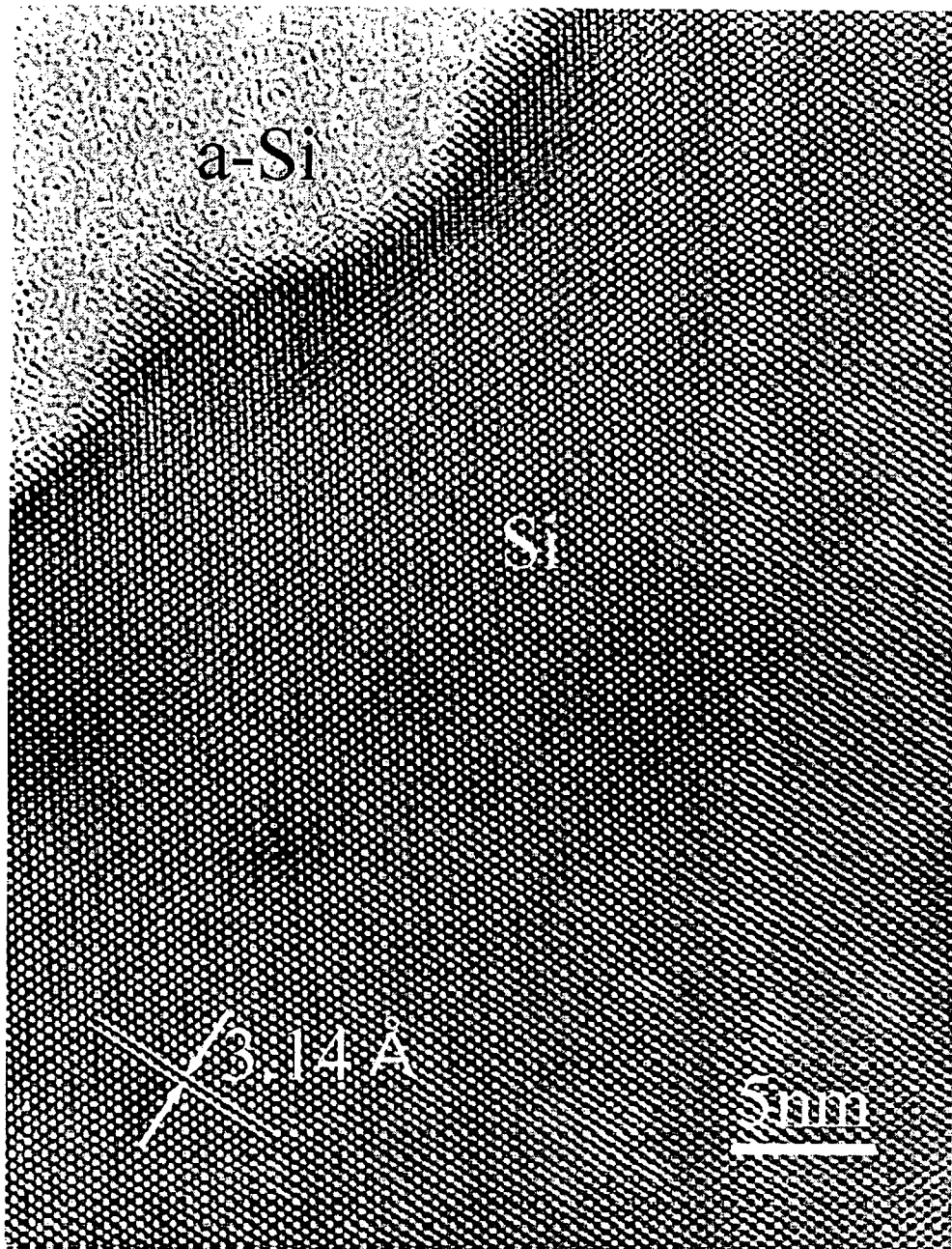


그림 3.1.20 기계 연마만으로 특정 영역에서 제작한 시편의 투과전자현미경 고분해능 상



### 3. 벽개를 이용한 시편 제작법 개발

#### 가. 연구수행방법

본 연구에서는 Si, GaAs 등 단결정 기판이 잘 쪼개지는 면인 결정의 벽개면(cleavage plane)을 따라 벽개되는 현상을 이용하여 단결정 기판 위에 여러 서로 다른 재료로 구성된 다층 박막이 존재하는 단면 시편에서 벽개면과 작은 각도를 지닌 면으로 먼저 벽개한 다음 본래의 벽개면으로 벽개하여 쇄기형의 시편을 만들어 끝 부분에서 고분해능 상을 관찰할 수 있는 시편 제작법을 개발한다.

어떤 단결정들은 잘 쪼개지는 면인 결정의 벽개면(cleavage plane)을 따라 벽개(cleavage)된다. 비금속 단결정의 경우 특히 벽개가 잘 되므로 이를 이용하여 시편을 전자 빔이 투과할 수 있을 정도로 아주 얇게 자를 수 있다. 이 방법은 단순하고 간편하며 시편 준비과정에서 시편이 어떠한 오염이나 손상을 입지 않는 것이 장점이다.

벽개 법은 비교적 고가의 장비를 필요로 하는 이온 연마 법에 비해 매우 간단하다. 필요한 장비 및 기구도 실험실에서 대부분 쉽게 구할 수 있는 기계적 연마기, 저배율 입체 광학현미경, 가열판, 저온 오븐 등의 간단한 장비와, 날카로운 칼날, 다이아몬드 칼, 핀셋과 같은 간단한 공구이다. 또한 일반적으로 5 mm × 5 mm 정도의 아주 작은 조각 시편만 있어도 단면 시편을 만들 수 있다. 벽개 법으로 시편을 만드는 데 드는 시간도 보통 한 시간 미만으로 빠른 시간 내에 시편을 만들 수 있고, 시편에 이온 연마로 인한 artifact가 전혀 생기지 않는다. 하지만 가장 큰 단점은 시편이 쪼개진 후 전자가 투과 가능한 영역이 가장자리의 아주 작은 부분으로 제한되어 있다는 사실이다. 그리고 쪼개진 시편의 대부분은 전자현미경 시편으로 사용하기에는 너무 두껍기 때문에, 입체 광학현미경으로 두께가 얇은 시편을 선택

하여 사용하여야 한다.

육방정이 아닌 결정의 경우 벽개면이 모두 평행하지 않고 어떤 각도를 지니고 있으므로 본래의 벽개면 이용해서는 얇은 시편을 만들기 어렵다. 벽개면과 작은 각도를 지닌 면으로 먼저 벽개를 한 다음, 본래의 벽개면으로 벽개를 하여 쇄기형의 시편을 만든다. 쇄기형 시편에서 끝 부분은 매우 얇으므로 전자현미경 시편으로 이용할 수 있다. 쪼개진 시편의 가장자리에 있는 전자 빔이 투과 가능한 영역이 화학적, 기계적 혹은 이온 연마 과정을 거치지 않고 직접 관찰되기 때문에 이들 과정에서 생길 수 있는 시편 손상을 최소화한다. 이와 같이 벽개면과 작은 각도를 지닌 면으로 벽개를 다음, 벽개면으로 벽개하여 쇄기형의 전자현미경 시편을 제작하는 방법을 소각 벽개 법(small angle cleavage technique, SACT)이라 한다. 이 소각 벽개 법은 본래 반도체 기판에 이용하기 위해 시작되었으나 반도체 기판뿐만 아니라 유리, 실리콘 카바이드, 석영, 사파이어와 같은 잘 깨지는 재료의 경우 소각 벽개 법을 이용하여 시편을 제작할 수 있다.

소각 벽개를 하기 위해서는 우선 결정의 벽개면을 잘 알고 있어야 한다. 많이 사용되는 규소 기판이니 화합물 반도체 기판의 경우 단결정 기판 방위를 기판 가장자리에 평면을 이용하여 표시를 해 두고 있다. 이를 이용하거나 기판 공급회사에서 공급하는 설명서를 이용하면 단결정 기판의 방위를 쉽게 확인할 수 있다. 단결정 기판인 경우 벽개면을 따라 기판을 쉽게 절단할 수 있다. 표 3.1.1에 여러 결정의 벽개면을 표시하였다. 표에서 보면 규소 기판의 벽개면은 (111) 면이고 GaAs나 InP와 같은 화합물 반도체의 벽개면은 (110)이다.

(001) 규소 기판의 경우 벽개면은 {111} 면이고 (001) 화합물 반도체 기판의 경우 벽개면은 (110)으로, 기판 위에서 보면 벽개는 <110> 방향으로 일어나 단결정이 직사각형의 조각으로 잘라지게 된다. (111) 규소 기판에서 보면 벽개는 <110> 방향으로 일어나게 되고 단결정이 삼각형의 조각으로 잘라지게 된다. (111) 화합물 반

표 3.1.1 결정의 벽개면

결정구조	결정	벽개면
다이아몬드 구조	Si, Ge, 다이아몬드	{111}
스팔러라이트 구조	GaAs, InP, ZnS, InS	{110}
불화칼슘 구조	CaF <sub>2</sub>	{111}
NaCl 구조	NaCl, MgO, LiF, KCl	{100}
흑연 구조	흑연	{0001}
체심 입방 구조	Fe, W	{001}
육방정 구조	Te, Se	{0001}
육방조밀 충전 구조	Cd, Zn, Be	{0001}
	ζ-CuGe	{10-11}
삼방정 구조	As, Sb	{111}, {110}, {11-1}
	Bi	{111}, {11-1}

도체 기판에서 보면 벽개면은 {110} 면으로 벽개는 {110} 면을 따라 일어나 단결정이 삼각형의 조각으로 잘라지게 된다.

일반적으로 입방정에서 <110> 방향으로 관찰하면 (001), (110), (111) 면에 대한 정보를 포함하고 있으므로 이들 규소 기판과 화합물 반도체 기판을 주로 <110> 방향으로 관찰한다. 그러나 특정한 관찰 방향이 있으면 그 방향을 볼 수 있도록 절단을 해야 한다. 화합물 반도체 기판이나 규소 기판의 경우 벽개면을 이용하면 다이아몬드 칼로 절단을 아주 쉽게 할 수 있다.

기판의 한 부분에서 조개진 얇은 단면을 얻기 위해서는 여러 단계를 밟아야 한다. 크게 보면 시편의 초기 연마, 여러 조각으로의 쪼개기, 타원형 구멍이 뚫린 그리드에 시편을 고정하는 단계로 나눌 수 있다.

첫 번째 단계는 대부분의 기판을 연마함으로써 시편을 얇게 하는 것이다. 시편을 벽개면을 따라 절단하되 한 변이 길게 되도록 하여 시편을 제작할 때 이 변이 벽개면을 알 수 있는 기준이 되도록 한다. 녹는점이 낮은 왁스를 이용하여 관찰하고자 하는 박막 면 쪽을 연마구(hand-lapping grinder)의 시편 스텝(sample stub)에 붙인다. 연마구의 시편 스텝을 속으로 밀어 연마구의 밀면을 기준으로 시편이 조금만 나오도록 한다. 평평한 유리판 위에 15 ~ 30 mm(또는 600 그릿) 연마지를 붙이고 시편을 연마한다. 원하는 두께보다 약 50 mm 더 두꺼운 두께에서 연마를 중지하고 시편 두께를 확인한다. 연마구의 눈금을 원하는 두께에 맞춘다. 일반적으로 GaAs는 100 mm까지, 규소는 85 ~ 90 mm까지, 규소는 75 ~ 80 mm까지 연마한다.

벽개 방향인 시편의 긴 변을 이용하여 벽개 방향과 작은 각도인 한 방향에 직선 운동으로 연마하여 기판에 이 스크래치가 남아 있도록 한다. 이와 같이 벽개 방향과 작은 각도, 즉 소각으로 기판의 뒷면에 스크래치를 내고 이 방향으로 시편을 벽개한다. 본래의 벽개 방향과 스크래치 방향의 각도는 12 ~ 15 ° 또는 (001) 규소 기판의 경우 18.5 °로 한다.

벽개면을 제외하고 그 다음으로 벽개가 잘 일어나는 면은 밀러 지수(Miller index)가 작은 수로 구성되어 있는 저지수 결정면이다. 작은 각도로 벽개가 되게 하기 위해서는 벽개면과 작은 각도를 지닌 저지수 결정면을 따라 벽개를 해야 한다. 예를 들어, 규소와 같은 다이아몬드 결정 구조의 벽개면은 {111}이고 (001) 기판에서 보면 벽개 방향은 <110> 방향이다. 저지수 면인 {120} 면을 따라 벽개를 하게 되면 벽개면 {111}과 비교적 작은 각도를 지니게 된다. 그림 3.1.21에서와 같이 {120} 면을 따라 벽개를 하기 위해서는 (001) 규소 기판에서 <110> 방향과 약 18.5°가 되는 <210> 방향으로 벽개가 일어나도록 한다. 즉 <110> 방향과 18.5°의 방향으로 스크래치를 내어 벽개가 되도록 한다. 스크래치를 만드는 연마 방향이 정확하지 않으면 날카로운 끝을 지닌 시편을 만들기가 매우 어렵게 된다.

시편을 얇게 하면 할수록 시편을 쪼개는 작업이 더욱 용이하다. 시편이 두꺼울수록 시편을 쪼개는 데 더욱 많은 힘이 소모되기 때문이다. 또한 시편이 두꺼우면 {120} 면으로 벽개가 일어나지 않고 대신 벽개면인 {111} 면을 따라 벽개가 일어나게 된다. 그러나 시편을 취급하기도 어려울 정도로 너무 얇게 연마해서는 안 된다.

두 번째 단계는 시편을 여러 개의 조각으로 쪼개는 것이다. 연마 후 시편의 기판 뒷면에는 벽개 방향과 작은 각도로 수많은 평행 스크래치가 나 있게 된다. 스크래치가 난 방향은 벽개 방향이 아니므로 기판을 자르고자 할 때에는, 이를 이용하여 적당한 간격으로 5 ~ 6 개의 홈(groove)을 더 크게 내어야 한다. 물론 이 때에도 관찰하고자 하는 시편 부위에 응력이 가해지지 않도록 주의를 기울인다. 한 번으로 깊게 홈을 만드는 것보다는 여러 번 줄긋는 것을 반복하여 홈을 만드는 것이 좋다. 평행으로 나 있는 스크래치를 따라 다이아몬드 칼로써 홈의 폭이 약 0.5 mm가 되도록 하여 적당한 깊이가 되도록 한다. 비교적 홈이 깊을수록 좋으나, 시편을 떼어내었을 때 반대쪽에서 줄이 보이지 않아야 한다.

규소의 경우, {111}/(120)의 결합 밀도 비가 0.65이므로 100 mm 두께의 시편에서

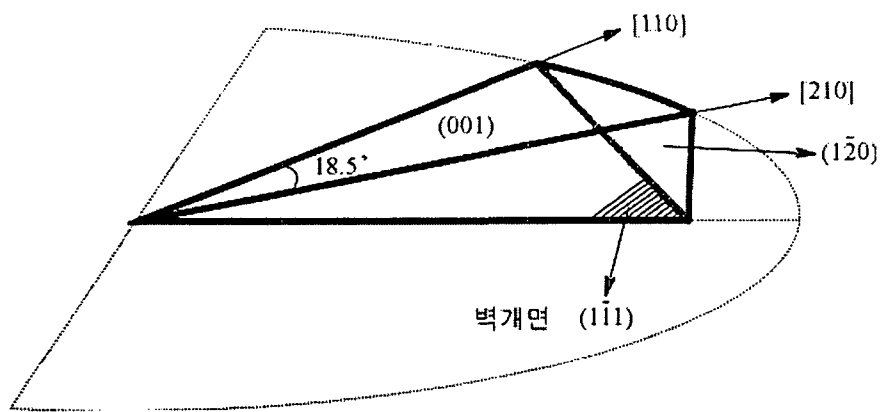


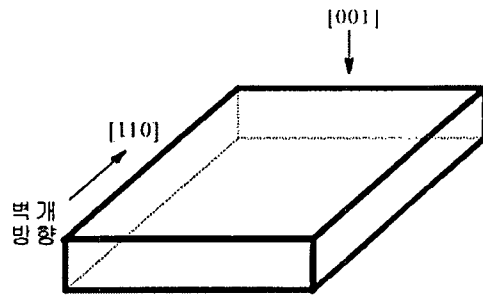
그림 3.1.21 (001) 규소 기판에서 벽개면 {111}과 저지수 결정면 {120}과의 관계를 보여주는 그림. 기판 위에서 보면 벽개 방향 [110]과 방향 [210]이 18.5 °를 이룬다.

홈의 깊이가 적어도 35 mm로  $\langle 210 \rangle$  방향을 따라 줄을 그어야  $\{111\}$  면으로 벽개가 되지 않고  $\{120\}$  면으로 벽개가 된다.

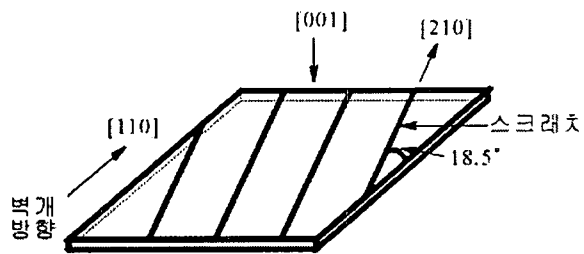
왁스를 아세톤에 녹이거나 가열하여 연마구에서 시편을 떼어낸다. 떼어낸 시편은 아세톤 용액과 에틸알코올로 세척한다. 페트리 접시에 슬라이드 유리를 넣고 접시에 증류수를 채운다. 시편에서 홈 자국이 난 면이 아래로 가도록 하여 시편을 슬라이드 유리 위에 놓는다. 페트리 접시에 물을 채우면, 벽개 과정에서 생기는 작은 조각들이 밖으로 날아가는 것을 막고, 불필요한 부스러기가 시편에 달라붙는 것을 물의 장력으로 막아준다. 쪼개고자 하는 홈 선이 유리 슬라이드의 가장자리에 따라 정렬되도록 한 다음 슬라이드 바깥쪽으로 부드럽게 시편을 누른다. 이 때 두 개의 핀셋을 이용하여 양쪽에 균일한 힘이 가해지도록 한다. 시편이 두꺼울수록 양쪽 핀셋에 균일한 힘이 걸리도록 하는 것이 중요하다. 나머지 홈을 따라서도 같은 방법으로 쪼갠다.

절단한 조각에서 다이아몬드 칼을 이용하여 이번에는 그림 3.1.22에서와 같이 시편에서 박막 쪽에 벽개 방향과 평행하게 홈을 낸다. 홈을 낼 때 시편에서 관찰하고자 하는 부분인 1차 절단면과 2차 절단 예상 면의 교차점에서 2 mm 정도 떨어진 곳에서 홈을 파는 것을 멈추도록 한다. 홈을 파거나 힘을 가할 때 이 압축력이 걸린 곳에서 쪼개진 면은 휘었거나 손상을 입었기 때문에 전자현미경 관찰에 적합하지 않는 부분이다. 따라서 관찰하고자 하는 날카로운 모서리 부분에 직접 힘이 가해지지 않도록 관찰하고자 하는 곳에서 2 mm 이상 떨어진 부분에서 힘을 가한다. 이번에도 시편을 물 속에 담가 이 홈을 이용하여 시편을 벽개 방향으로 절단한다. 부드럽게 눌러 본래의 벽개면을 따라 자르게 되면 두 쪼개진 면이 12 ~ 15를 이루게 된다.

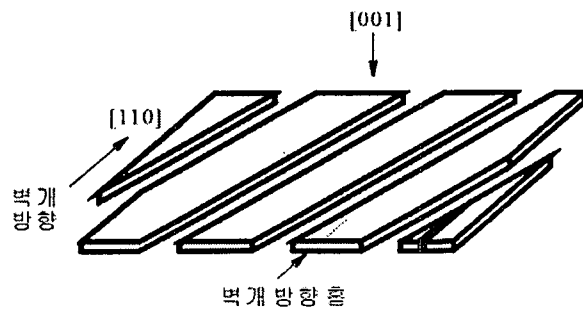
(001) 규소 기판의 경우 벽개 방향이  $\langle 110 \rangle$ 이 되고 쪼개 각이  $18.5^\circ$ 가 되게 된다.



(a)



(b)



(c)

그림 3.1.22 반도체 기판의 벽개를 이용한 시편 제작



(111) 규소 기판의 경우 (001) 기판과 유사한 과정을 거쳐 시편을 제작하되, 기판의 뒷면에서는 본래의 벽개면이 아닌 {110} 면을 따라서 다이아몬드 칼로써 흠을 내어 벽개를 하고, 뒤집은 후 본래의 벽개면인 {111} 면을 따라 벽개가 일어나도록 한다. 기판에서 두 면은 35.26로 서로 만나게 된다.

시편이 절단되면 시편은 벽개 방향과 스크래치 방향에 평행한 첫 절단 방향이 만나서 이루는 날카로운 모서리를 만들게 된다. 이 날카로운 모서리를 광학현미경을 이용하여 500 배 정도의 배율로 관찰하며 투과 전자현미경 시편으로 적절한 지를 조사한다. 단면 시편인 경우 단면이 보이는 절단면 쪽에서, 평면 시편인 경우 기판에 평행한 면 쪽에서 관찰하여 시편의 두께를 조사한다. 두께가 얇을 경우 두께 변화에 따라 간섭 줄무늬가 나타나게 된다. 시편의 가장자리에 폭이 넓은 몇 개의 줄무늬가 관찰되면 전자현미경 시편으로 사용할 수 있다. 적절한 모서리가 발견되지 않으면 벽개 작업을 반복한다.

세 번째 단계는 입체현미경과 끝이 날카로운 핀셋을 이용하여 선택한 시편을 2 mm × 1 mm 타원 구멍이 뚫린 그리드에 고정시키는 것이다. 단면 시편인 경우 단면이 보이는 절단면 쪽이, 평면 시편인 경우 기판에 평행한 면 쪽이 그리드에 평행하게 닿도록 고정한다. 조각을 그리드에 고정시킬 때, 관찰하고자 하는 췌기형 모서리가 구멍의 중앙에 놓이도록 한다. 그리고 췌기형 시편이 너무 길지 않아야 한다. 시편 지지대의 그리드 고정 와셔(washer)의 안지름으로 그리는 원 내에 시편이 있어야 한다. 너무 길면 시편을 시편 지지대에 장착할 때 시편이 손상을 입게 된다.

이러한 벽개로 만든 작은 조각들을 그리드에 고정시키기 위한 여러 방법들이 있다. 그리드의 일부분을 절단한 다음 접어 그 사이에 조각을 고정하는 방법과 접착제를 사용하는 방법 등이 있다. 하지만 가장 편리한 방법은 적당한 접착제를 사용하여 고정하는 것이다. 즉 시편의 흐름(drift)이나 방전과 같은 문제를 피하기 위하여 전기적 도체인 은 에폭시를 사용한다. 에폭시를 잘 혼합하고 적은 양을 사용

하여야 한다. 좋은 시편을 관찰할 수 있는 기회를 늘리기 위하여 같은 그리드에 몇 개의 조각을 동시에 고정시키기도 한다.

이렇게 작은 조각들을 취급하며 쪼개고, 고정시키고 하는 작업들은 성공률이 그리 높지 않다. 그러나 하나의 시편을 준비하는데 약 30 ~ 45 분이 소요되어 준비 시간이 몹시 짧기 때문에 유용한 시편 준비 방법 중의 하나이다. 또한 이 방법은 어떤 전문화된, 특별한 장비가 필요 없고 단순히 2 mm × 2 mm 정도의 기판만 있으면 되기 때문에 더욱 유용한 방법이다.

## 나. 연구내용 및 결과

### (1) 벽개 시편 제작

(가) Si 기판은 약 75~80 $\mu$ m까지 연마, GaAs 기판은 약 100 $\mu$ m까지 연마하였다. 연마 시 나타나는 스크래치의 방향은 벽개면과 약 18.5°를 이루도록 하였다.

(나) <110> 벽개면과 스크래치 방향 <210>이 18.5°가 되도록 한 다음 스크래치 방향을 따라 다이아몬드 칼을 이용하여 5~6개 정도의 홈을 깊게 낸다.

(다) 시편에서 홈 자국이 난 면이 아래로 가도록 하여 시편을 슬라이드 유리 위에 놓는다. 쪼개고자 하는 홈 선이 유리 슬라이드의 가장 자리를 따라 정렬되도록 한 다음 슬라이드 바깥쪽으로 부드럽게 시편을 누른다.

(라) 절단된 조각을 다이아몬드 칼을 이용하여 시편에서 박막 쪽에 벽개 방향과 평행하게 홈을 내고 관찰하고자 하는 날카로운 모서리 부분에 직접 힘이 가해지지 않

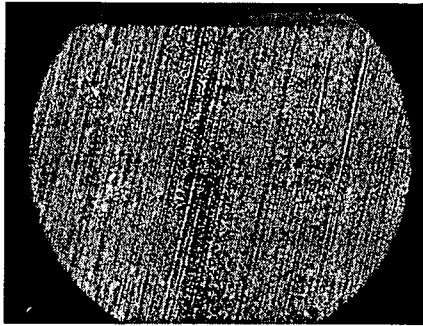
도록 관찰하고자 하는 곳에서 2 mm 이상 떨어진 곳에 힘을 가한다.

(마) 날카로운 핀셋을 이용하여 선택한 시편을 2 mm × 1 mm 타원 그리드나 aperture 그리드에 에폭시를 이용하여 붙인다.

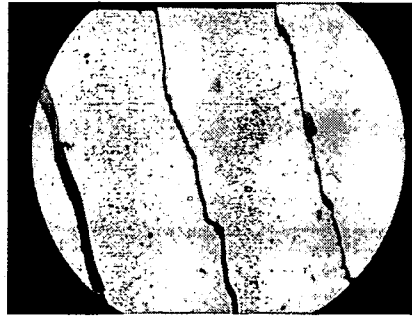
(바) 이렇게 만들어진 시편을 광학 현미경으로 관찰 시 두께 줄무늬가 관찰되면 투과전자현미경 관찰이 가능한 시편이 완성된다.

위의 시편제작방법에 따라 만드는 과정을 광학현미경으로 사진을 찍어 그림 3.1.23 ~ 그림 3.1.25에 나타냈다.

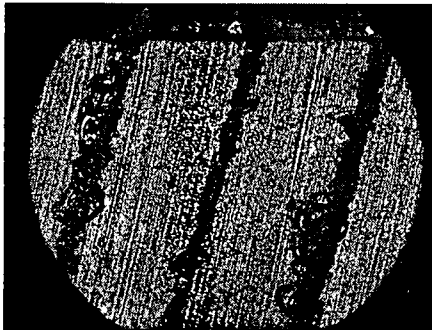
그림 3.1.23의 (a)는 시편에서 기판 쪽을 연마한 사진이다. 벽개 시편의 경우 연마할 때 생기는 스크래치의 방향이 중요하기 때문에 연마지의 거칠기가 거친 것을 사용해야 한다. 본 실험에서는 SiC 연마지 1000번이나 600번을 이용하였다. 그림 3.1.23(b)는 기판 쪽을 연마한 후 스크래치 방향을 따라 다이아몬드 칼로 홈을 여러 개 낸 것이다. 그림 3.1.24(a)는 시편에서 홈 자국이 난 면이 아래로 가도록 하여 시편을 슬라이드 유리 위에 놓고 쪼개고자 하는 홈 선이 유리 슬라이드의 가장 자리를 따라 정렬되도록 한 다음 슬라이드 바깥쪽으로 부드럽게 시편을 눌러 벽개한 사진이다. 그림 3.1.24(b)는 절단된 조각을 다이아몬드 칼을 이용하여 시편에서 박막 쪽에 벽개 방향과 평행하게 홈을 낸 것이다. 이렇게 한 다음 관찰하고자 하는 날카로운 모서리 부분에 직접 힘이 가해지지 않도록 관찰하고자 하는 곳에서 2 mm 이상 떨어진 곳에 힘을 가해 벽개를 하면 벽개를 이용한 시편 제작이 거의 완성된다. 그림 3.1.25(a)와 (b)는 벽개된 시편을 날카로운 핀셋을 이용하여 선택한 시편을 2 mm × 1 mm 타원 그리드에 에폭시를 이용해 붙인 후의 사진이다. 관찰하고자 하는 영역이 매우 날카로움을 볼 수 있다.



a



a



b



b

그림 3.1.23

그림 3.1.24



a



b

그림 3.1.25

## (2) Amorphous Si/Si 단면 시편 제작

위의 시편 제작 방법을 이용하여 Si 위에 비정질 Si을 성장시킨 시편을 벽개법을 이용하여 TEM 관찰 가능한 시편을 제작하였다. 제작된 시편의 단면투과전자현미경상을 그림 3.6에 나타내었다. 그림 3.1.26에 의하면 기판인 Si과 박막인 비정질 Si의 계면을 뚜렷하게 구별할 수 있다. 또한 벽개법에 의해 시편을 제조하면 두께 줄무늬를 관찰 할 수 있는데 그림 3.1.26에서 이 두께 줄무늬도 관찰된다. 이 시편에 대한 고분해능 상을 그림 3.1.27에 나타냈다. 비정질 Si과 결정질 Si을 뚜렷하게 관찰되고 있으며 시편 제작 중에 생길 수 있는 artifact는 관찰되지 않는다.

## (3) InAs/GaAs 평면 시편 제작

위의 시편제작 방법을 이용하여 InAs/GaAs 양자점 시편을 제작하였다. 양자점 시편의 경우 이온 밀링을 하며 이온빔에 의한 양자점 모양이 일그러져 보일 수 있는 단점이 있다. 그러나 본 실험에 의해 제작된 시편의 경우(그림 3.1.28) 이러한 artifact는 관찰되지 않았다. 그림 3.1.28은 InAs/GaAs 양자점 시편의 명시야 상이다. 그림 3.1.28에 의하면 InAs 양자점을 분명하게 관찰 할 수 있으며 InAs 양자점에 생기는 열 십자 모양의 콘트라스트도 뚜렷하게 관찰된다. 또한 이 시편의 평면 고분해능 상을 그림 3.1.29에 나타냈다.

결론적으로, 본 연구에서 기존의 시편제작법인 이온 연마기를 이용하지 않고 벽개법만을 이용하여 시편을 제작하였다. 제작된 시편에서는 양호한 명시야 상을 얻었으며 또한 고분해능 상도 얻을 수 있었다. 이 방법은 단순하고 간편하여 제작 비용과 시간을 크게 줄일 수 있고 시편 제작 과정에서 오염이나 손상도 발생하지 않으며 재료간 연마 속도 차에 의한 연마되는 두께 차이도 없앨 수 있었다.

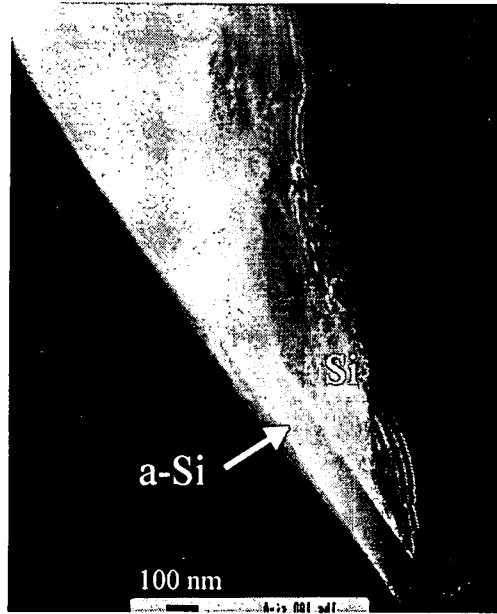


그림 3.1.26

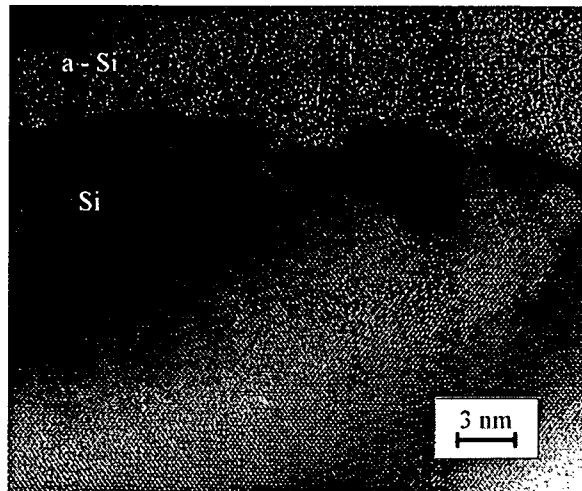


그림 3.1.27

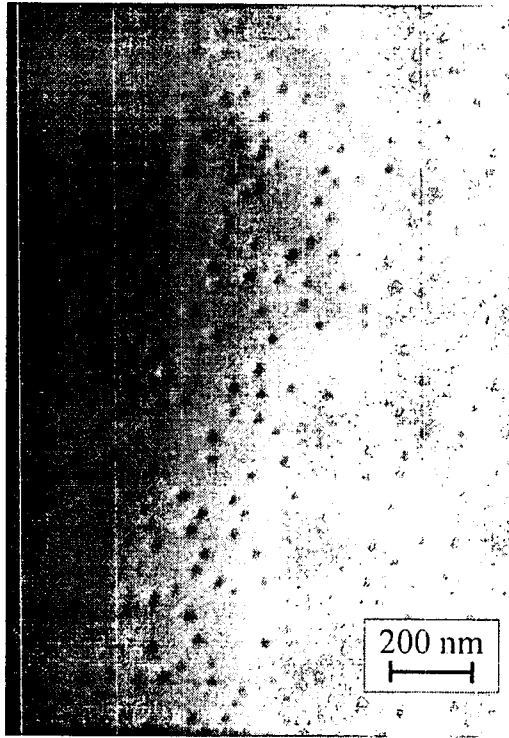


그림 3.1.28

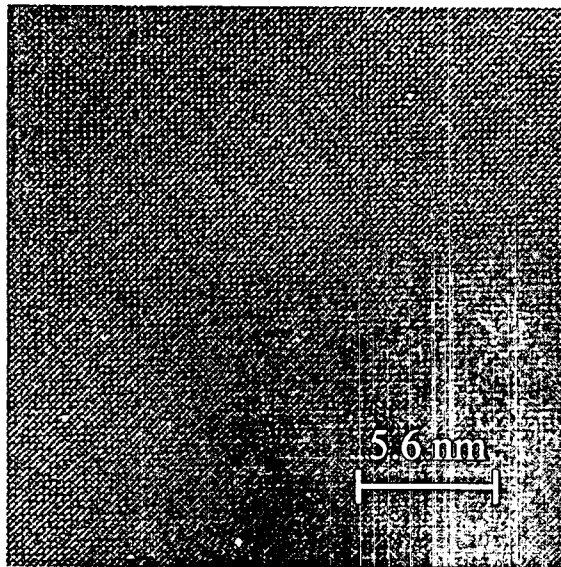


그림 3.1.29

#### 4. 시편 회전 속도 조절을 통한 이온 연마법 최적화 기술 개발

##### 가. 연구수행방법

TEM 단면시편의 제작에 있어 연마속도의 차이가 많이 나는 여러 재료로 구성된 단면 시편에서는 연마속도차이를 줄여 주어야 전체적인 재료의 구조분석이 가능하다. 이를 위해 단면 시편의 에폭시 선과의 각도에 따라 그림 3.1.30과 같이 시편 회전속도를 조절 할 수 있는 장치를 일반적인 ion-milling 장치에 부착하기도 한다. 단면 시편의 에폭시 선이 입사하는 이온빔과 수직인 방향에서는 연마 속도 차이를 줄여주기 위해 시편을 천천히 회전(2rpm)하도록 하여 연마 시간을 길게 한다. 그리고 에폭시 선이 이온빔과 평행한 방향에서는 시편이 빨리 회전(10rpm)하도록 조절함으로써 연마속도 차이를 최소화시킬 수 있다.

Si 기판 위에 Si와 연마속도 차이가 큰 Pt,  $WSi_2$ , TiN 등의 박막이 포함된 다층 박막시편을 5kV, 0.6mA, 조건에서 이온 연마시 입사빔의 각도를 변조시켜 최적의 입사각 조건을 구한 후, sector speed 가 2rpm인 영역을 변화시키면서 그에 따른 이종재료간의 sputtering rate를 AFM으로 구하고 연마율 차이를 최소화하는 조건을 찾는다. 이를 실제 TEM으로 관찰하여 연마율 차이가 다른 다층 박막 투과전자현미경 시편을 제작함에 있어 이종 재료간 두께 차 20% 이내로 최종 시편을 제작할 수 있는 기술 확립한다.

##### 나. 연구내용 및 결과

###### (1) 입사빔 각도에 따른 연마율 차이



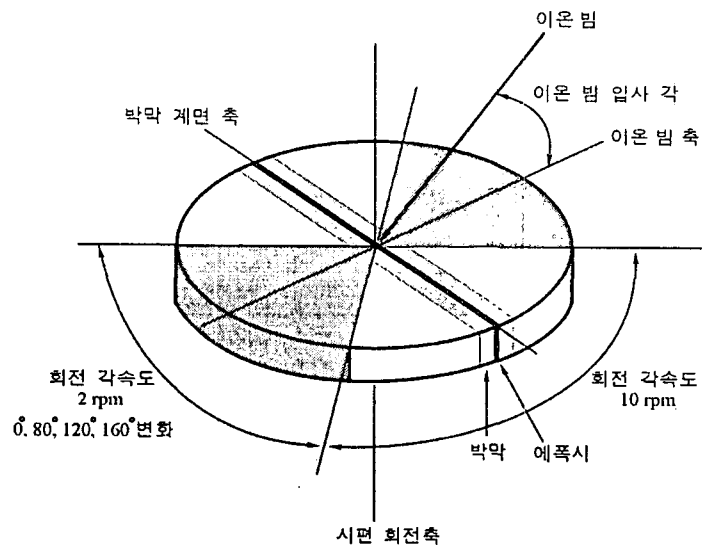


그림 3.1.30 에폭시 선과의 각도에 따라 변화된 시  
 편 회전각속도를 나타내는 모식도

Ion-milling 시 시편으로 입사되는 Ar ion의 입사 각도를 일반적으로 시편제작에 사용되는 각도인 8°, 12°, 14°로 변화시키면서 일반적인 박막재료에서 기판으로 사용되는 Si 재료의 연마속도를 구하였다. 그림 3.1.31는 각 입사빔 각도에 따른 연마속도를 나타내고 연마된 Si 재료의 두께를 광학현미경으로 관찰하였다.

입사빔 각도가 8°, 12°, 14°인 경우 sputtering rate은 각각 1.263 $\mu\text{m}/\text{h}$ , 3.838 $\mu\text{m}/\text{h}$ , 5.887 $\mu\text{m}/\text{h}$ 로 나타났다. 결과에서 알 수 있듯이 입사빔의 각이 작으면 연마속도가 느려 이종 재료간의 연마율 차이는 적어지게 될 것이다. 또한, 입사빔의 각이 크면 연마속도는 증가하지만 이종재료간의 연마율 차이가 커지게 되는 단점이 발생할 수 있다. 따라서 적절한 입사빔 각을 구하는 것이 중요하다. 본 실험 결과에서는 연마 속도 측면이나 연마율 차이 면에서 우수한 결과를 보여주는 입사빔 12°를 ion-milling의 최적 입사각으로 결정하였다.

Milling angle에 따른 sputtering depth

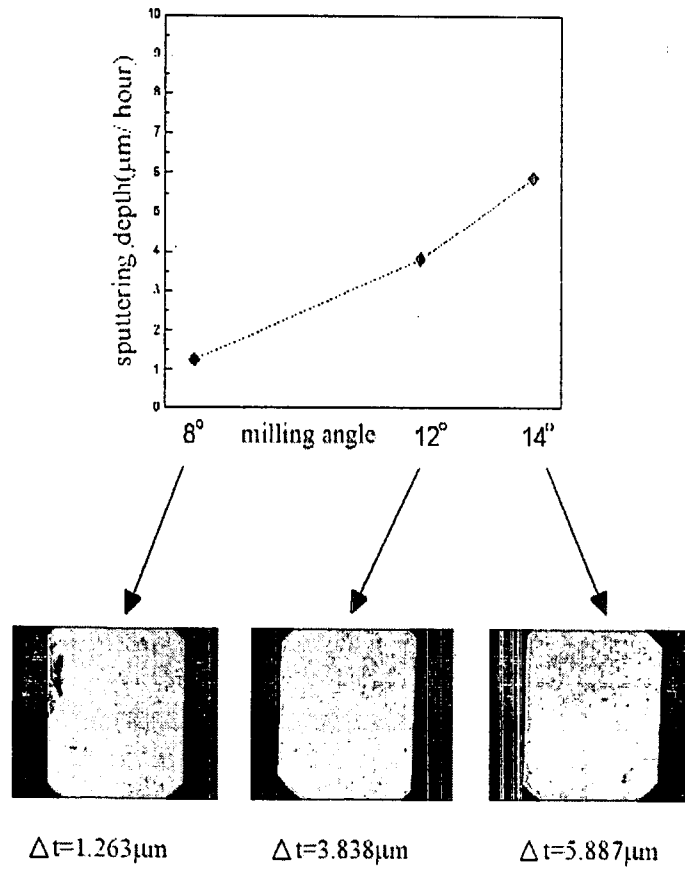


그림 3.1.31 Milling angles(8°, 12°, 14°)에 따른 sputtering depth와 광학현미경 사진

## (2) 다층박막에서의 sputtering rate AFM 분석결과

BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 구조와 WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 구조의 다층박막에서의 각 재료간의 sputtering rate의 차이를 최소화하기 위해 앞에서 설명한 sector speed 변조 법을 이용하여 sputtering rate 차이를 최소화하는 조건을 구하였다.

Sector speed 2rpm 영역을 0°/360°, 120°/360°, 160°/360°로 3가지 나누고 입사빔 각도는 12°로 하고 5kV, 0.6mA 조건에서 2시간 동안 Ar ion을 이용하여 ion-milling 후 sputtering rate 차이를 AFM으로 관찰하였다.

### (가) BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 구조

BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 구조에서는 Pt 와 BST의 sputtering rate의 차이가 많이 나서 시편제작에 어려움이 있는 재료로서 sector speed 변조를 이용하여 BST/Pt 재료의 sputtering rate 차이를 최소화시키는 방법을 연구하였다. Ar ion을 이용하여 앞에서 구한 최적인 입사빔 각도 12° 조건에서 2시간동안 sector speed 2rpm 영역을 각각 0°/360°, 120°/360°, 160°/360°로 변화시켜가면서 시편을 제작 후 AFM을 이용하여 sputtering rate를 각각 구해보았다. 그림 3.1.32에 AFM 결과를 보여준다. 그림에서 알 수 있듯이 sector speed 변조한 각이 커질수록 BST와 Pt 사이의 sputtering rate 차이가 감소하는 것을 알 수 있었다.

### (나) WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 구조

WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 구조에서는 WSi 와 Si 간의 연마율 차가 커서 시편제작에 어려움이 있다. 이 다층 박막 시편도 위에서와 같이 입사빔 각도 12°조건에서 2시

간동안 sector speed 2rpm 영역을 각각  $0^{\circ}/360$ ,  $120^{\circ}/360$ ,  $160^{\circ}/360$ 로 변화시켜가면서 시편을 제작후 AFM을 이용하여 sputtering rate를 각각 구해보았다. 그림 3.1.33에서 AFM의 결과를 보여준다. 앞의 BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 구조의 다층 박막에서와 같이 sector speed 2rpm의 영역이 커질수록 WSi와 Si 간의 sputtering rate 차이가 감소하는 경향을 보여주고 있다.

따라서 sputtering rate 차이가 큰 다층 박막의 구조인 경우 sector speed 2rpm 영역을  $160^{\circ}/360$ 로 크게 해주는 것이 연마율 차이를 최소화 할 수 있었다. 또한 앞에서 구한 입사각  $12^{\circ}$ 의 Si 재료의 sputtering depth 가  $4\mu\text{m}$  인 것을 이용하여 각각의 조건에서 이종재료간의 연마율 차이를 아래 표에서 백분율로 구해보았다. 표에서 알 수 있듯이 연마율 차이가 큰 다층박막구조인 경우 최적의 입사빔 조건과 sector speed 변조방법을 이용하여 연마율 차이를 5% 이내로 최소화 할 수 있었다. 표 3.1.2에 그 결과를 정리하였다.

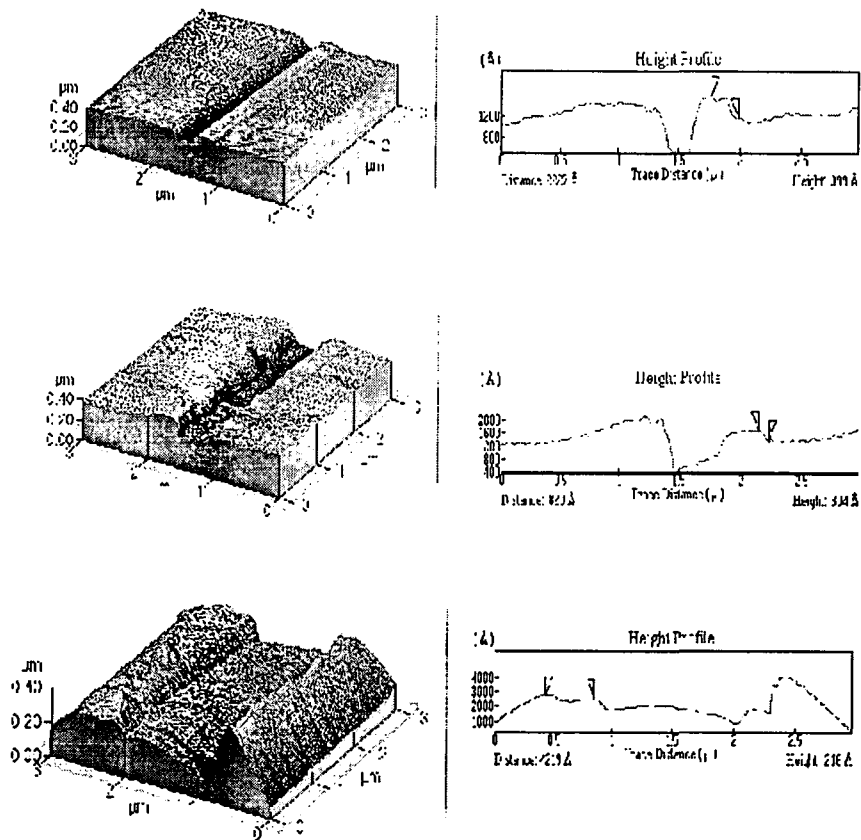


그림 3.1.32 BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 다층박막 구조의 sector speed 변조에 따른 AFM결과 (a) 0°/360°, (b) 120°/360°, and (c) 160°/360°

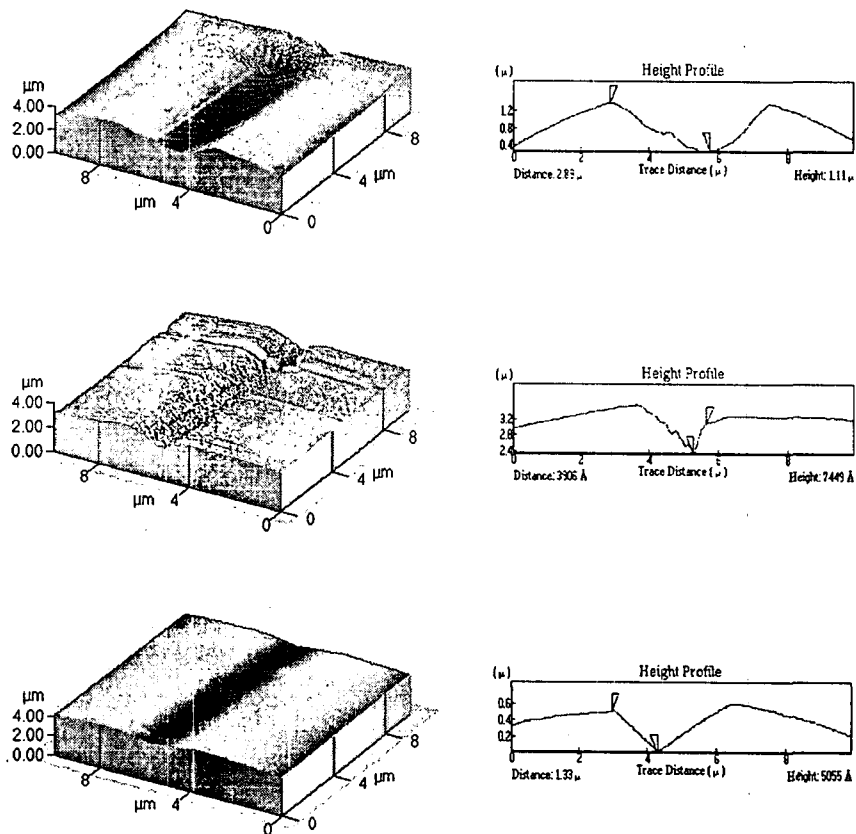


그림 3.1.33  $WSi_x$ /poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 다층박막 구조의 sector speed 변조에 따른 AFM결과 (a) 0°/360°, (b) 120°/360°, and (c) 160°/360°

표 3.1.2 시편회전 각속도 변화에 따른 두께 차이 및 백분율

	BST/Pt/SiO <sub>2</sub> /Si 다층박막		WSi <sub>x</sub> /poly-Si/SiO <sub>2</sub> /Si 다층박막	
	두께차이(Å)	백분율(%)	두께차이(Å)	백분율(%)
no sector speed	400	2	5299	26.5
120° /360°	300	1.5	2687	13.4
160° /360°	210	1.1	122	0.6

※ 백분율= 두께차이/4 $\mu$ m $\times$ 2

(두께차이: 이종재료간 두께차이, 4 $\mu$ m : 입사빔 12° 시 2시간동안 sputtering 된 두께,  $\times$ 2 : 시편의 윗면과 아래면 )



### (3) TEM 관찰 결과

앞에서 최적의 sector speed 변조 조건( $160^\circ/360^\circ$ ) 과 sector speed 조건을 사용하지 않은 일반적인 방법( $0^\circ/360^\circ$ )으로 BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 다층 박막시편과 WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 다층박막 시편을 제작하여 실제 TEM으로 관찰을 하였다. (그림 3.1.34, 그림 3.1.35, 그림 3.1.36)

그림 3.1.34(a)의 명시야 상에서 알 수 있듯이 BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 구조에서는 Pt층이 검게 나타나 있음을 알 수 있다. 그러나 sector speed 변조를 한 그림 3.1.34(b)에서는 Pt grain 들이 보이며 그림 3.1.35에서와 같이 BST/Pt 계면 정보를 담겨있는 있는 고분해능 상을 얻을 수 있었다. WSi<sub>x</sub>/poly-Si/SiO<sub>2</sub>/Si 구조에서는 그림 3.1.36의 명시야 상에서와 같이 WSi<sub>x</sub> 층이 sector speed 변조를 하지 않은 시편에서는 검게 나타나고 변조를 하면 관찰 가능한 contrast를 나타내는 것을 알 수 있었다. 따라서, sector speed 변조를 하지 않은 시편의 두 다층박막시편들은 다층박막을 모두 관찰하기가 불가능하였고, 이는 앞의 AFM 결과에서도 알 수 있었듯이 연마율 차이가 큰 재료들을 포함한 다층박막 구조에서는 재료간 최종 두께가 다르게 되어 균일한 두께의 시편을 얻을 수 없으며 모든 박막을 관찰하기는 불가능했다. 특히 관심이 되는 이종재료 사이의 고분해능 상을 얻을 수 없었으며, 따라서 계면 구조의 정보는 거의 얻을 수가 없었다. 그러나 그림에서 보여지듯이 sector speed 변조( $160^\circ/360^\circ$ )를 하여 제작한 시편에서는 연마율 차이가 큰 이종재료간에도 균일한 두께의 시편을 얻을 수 있었으며 고분해능 상을 얻을 수 있어 이종재료간의 계면의 정보도 얻을 수 있었다.

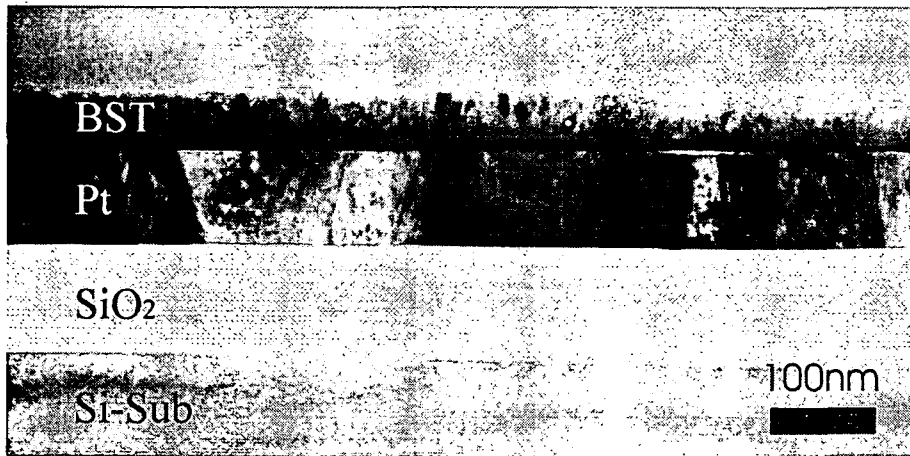
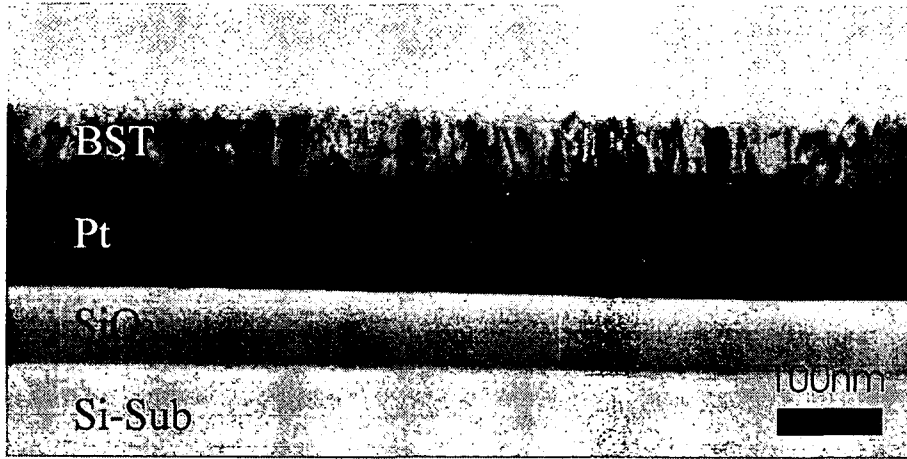
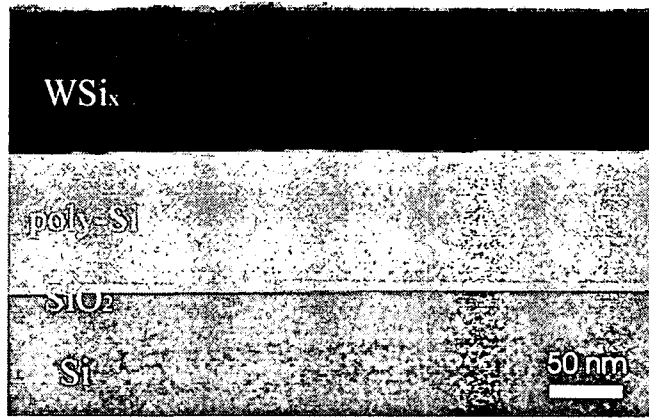


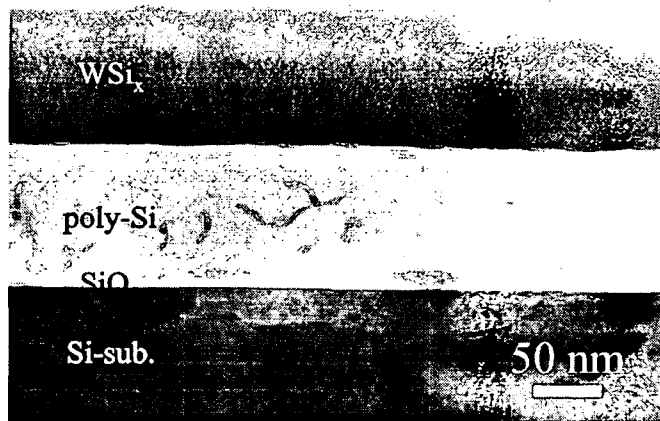
그림 3.1.34 BST/Pt/SiO<sub>2</sub>/Si 구조의 단면 명시야상 (a) 0°/360°, (b) 160°/360°



그림 3.1.35 sector speed  $160^{\circ}/360^{\circ}$ 를 이용한 BST/Pt 계면구조를 보여주는 고분해능 상



(a)



(b)

그림 3.1.36  $WSi_x/poly-Si/SiO_2/Si$  구조의 단면  
 명시야상 (a)  $0^\circ/360^\circ$ , (b)  $160^\circ/360^\circ$

## 5. 기계 연마/이온빔 연마 조합형 시편 제작법 개발

### 가. 연구수행방법

광소자 GaN는 현재 청색과 녹색의 발광소자로 상용화되고 있고, 또한 최근에 주목을 받고 있는 고 밀도 저장 매체인 DVD에 광원으로서 UV, 청색 레이저 GaN 박막이 사용되고 있다. 현재까지 이용되고 있는 GaN 박막은 사파이어와 SiC를 이용하고 있다. SiC 기판은 GaN와 격자 상수 차가 크지 않고 기판에 도핑이 가능하여 공정을 용이하게 할 수 있다는 장점이 있으나 가격이 비싸고 사파이어 기판을 사용했을 때보다 특성이 크게 나이지 않기 때문에 주로 사파이어 기판을 사용하고 있다. 사파이어 기판은 GaN film과 비교하여 격자 상수 차이가 크고 열 팽창 계수 차이가 크기 때문에 증착 과정에서 통과 전위, 적층 결함, inversion domain boundary와 같은 상당한 밀도의 결함을 유발한다. 최근에 고효율, 고 출력 GaN소자를 얻기 위해서 증착에서 발생하는 결함의 제어에 대한 연구가 활발히 진행 중에 있다. 직접적으로 결함을 관찰하고 또한 원자 규모의 연구를 통해 이러한 결함을 제어하고 분석하기 위해서는 고분해능 투과 전자 현미경을 이용한 연구가 필수적이다.

사파이어 기판 위에 성장된 GaN 박막의 TEM 시편 준비는 상당한 어려움을 가지고 있다. 사파이어 기판은 결정구조 특성상 시편이 얇아지면서 크랙이 발생하고 GaN 박막에 비해 강도가 상당히 크기 때문에 GaN 박막과의 시편 준비 과정에서의 연마율이 크게 차이가 나게 된다. 따라서 기판과 박막의 계면을 고분해능 투과 전자 현미경으로 관찰하기 위해서는 최적화된 시편 준비 과정을 통한 세심한 주의가 요구된다. 또한 최근에 전위의 밀도를 줄이기 위한 공정으로 개발된 증착 방법인 HVPE, ELOG 등을 이용한 GaN 박막은 수 마이크론 이상의 두꺼운 박막을 가지고 있다. 이러한 시편의 TEM 관찰은 계면보다 주로 두꺼운 박막 내에서 전위의 전파와 생성에

관심이 있기 때문에 균일한 두께를 가지는 박막의 TEM 시편 준비가 중요해진다.

본 연구에서는 연마 속도가 매우 느린 사파이어 기판 위에 GaN이 형성된 단면 시편에서 연마에 의한 손상을 주지 않으면서 투과전자현미경에서 고분해능 상을 얻을 수 있는 얇고 양호한 시편 제작법을 개발한다. 이를 위해 앞에서 개발된 기계 연마만을 이용한 시편 제작법으로 가능한 한 얇게 연마한 후 시편 회전 속도를 조절한 이온 연마법으로 이온 연마하는 시편 제작법을 개발한다.

#### 나. 연구내용 및 결과

그림 3.1.37(a)는 전통적인 방법에 의해 준비된 시편으로 10 $\mu\text{m}$ 까지 기계적 연마를 한 후 전통적인 이온빔 연마를 한 시편이고 그림 3.1.37(b)는 좀 두꺼운 20 $\mu\text{m}$ 까지 기계적 연마를 한 후 60도 sector speed control을 이용한 이온 연마 과정으로 준비된 시편의 TEM 결과이다. 이 두 시편에서 보듯이 그림 3.1.37(a)에서는 박막 내에서도 시편의 두께 차가 존재하여 준비된 시편의 단차가 심해 좋은 이미지를 얻지 못함을 보여주고, 그림 3.1.37(b)는 초기 기계적 연마된 상태가 두꺼워서 sector speed control를 이용한 이온 빔 연마를 장시간 해야 하므로 최종 시편의 상태가 오랜 이온 빔 연마 과정으로 균일하지 않은 이미지를 얻게 된다. 그러나, 그림 3.1.37(c)는 트라이포드를 이용하여 5 $\mu\text{m}$ 까지 기계 연마한 후 sector speed control를 이용하면 전체적으로 균일한 이미지를 얻을 수 있다는 것을 보여주는 TEM 사진이다. 따라서 우선 이 사진을 통해 우선적으로 트라이포드를 이용하여 기계적 연마를 크랙이 발생하지 않도록 최대한 얇게 한 후 이온빔 연마 과정으로 시편을 준비하면 전통적인 방법에 의해 준비된 것보다 훨씬 좋은 이미지를 얻을 수 있다는 것을 알 수 있다.

좀더 자세한 최적의 이온빔 연마 조건을 구하기 위해 같은 준비과정을 통해 기계

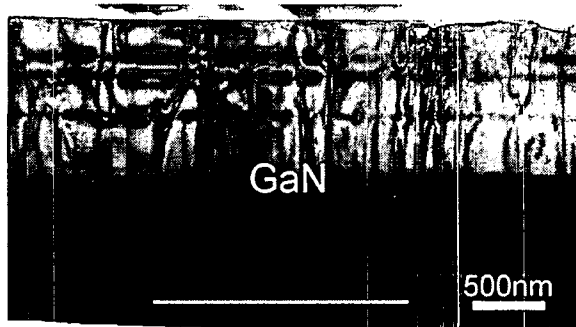


그림 3.1.37(a) 10 $\mu\text{m}$  기계적 연마 + 전통적인 이온 빔 연마

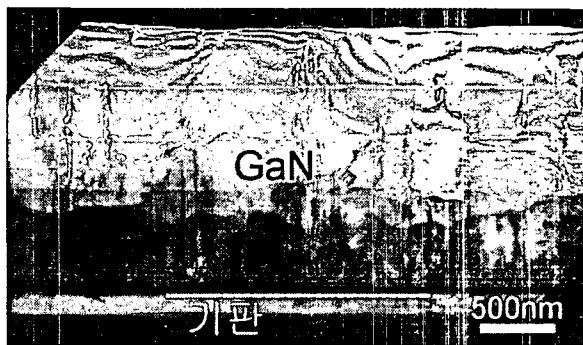


그림 3.1.37(b) 20 $\mu\text{m}$  기계적 연마 + sector speed control 이온빔 연마



그림 3.1.37(c) 5 $\mu\text{m}$  기계적 연마 + sector speed control 이온빔 연마 (120°/360°)

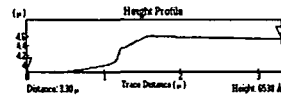
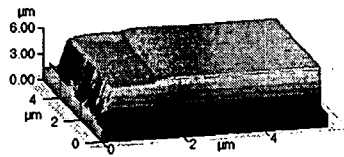
적 연마를 한 시편을 가지고 다른 sector speed control 값을 가지고 이온 연마된 시편을 제작하였다. 그 후에 AFM 측정을 하여 표면의 단차와 얇아진 부분의 폭을 구하였다. 그림 3.1.38에서 보듯이 각 조건에 따라 다른 결과를 얻었다. 우선적으로 기판과 박막 사이의 연마 후 단차를 비교하면  $120^\circ/360^\circ$ 의 sector speed control을 이용한 이온빔 연마가 3000 Å으로 가장 작은 단차를 보여주고 있고  $160^\circ/360^\circ$ 와  $0^\circ/360^\circ$ 의 조건에서는 각각 4074 Å과 6538 Å의 단차를 가지고 있다. 따라서 박막과 기판 사이의 계면에서 발생하는 결함과 그 원인을 분석하기 위한 TEM 실험에서는  $120^\circ/360^\circ$  sector speed control을 이용하여 제작된 시편을 가지고 관찰할 경우 기판과 박막 사이에서 일어나는 연마율 차이를 최소화하여 좋은 고분해능 이미지를 관찰할 수 있다.

반면에 얇아진 영역의 폭을 측정하면  $0^\circ/360^\circ$ ,  $120^\circ/360^\circ$ 와  $160^\circ/360^\circ$ 의 sector speed control로 제작된 시편은 각각 1.8, 2.0, 2.3  $\mu\text{m}$ 의 값을 가진다.  $160^\circ/360^\circ$ 의 sector speed control로 제작된 시편에서 고른 두께를 가진 관찰 영역의 폭이 가장 넓다. 즉, 앞에서 언급한 두꺼운 박막 층을 가진 시편의 경우, 박막에서의 전위의 전파와 생성 등을 분석하기 위해서는  $80^\circ$ 의 sector speed control을 이용한 이온빔 연마조건에서 얻은 시편으로 측정할 경우 목적에 가장 적합한 분석을 행할 수 있을 것이다.

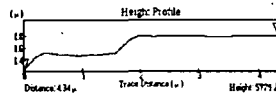
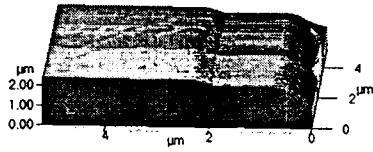
이러한 AFM 결과를 실제 TEM으로 확인해 보았다. 그림 3.1.37(c)에서는  $120^\circ/360^\circ$  sector speed control을 이용하여 얻은 이미지로 기판의 일부분에서도 비슷한 콘트라스트의 이미지를 얻을 수 있다는 것을 확인하였고, 또한 그림 3.1.39(a)에서처럼 보듯이 기판과 박막의 계면에서 분명한 원자 규모의 고분해능 이미지 사진을 얻을 수 있다. 이 사진을 이용해서 계면에서 발생한 전위의 원인을 규명하고 최적화된 계면의 조건을 구해 문제가 되고 있는 GaN 박막 내에 존재하는 많은 결함의 밀도를 줄일 수 있는 연구에 중요한 연구 자료를 제공할 수 있다.



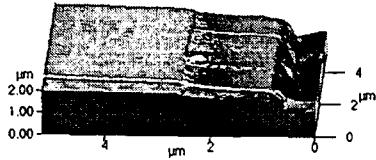
또한 그림 3.1.39(b)는  $160^\circ/360^\circ$ 의 sector speed control을 이용하여 제작된 시편으로  $4.5 \mu\text{m}$ 의 박막에서 깨끗한 이미지를 얻을 수 있다. 이러한 이미지를 이용하여 최근에 개발된 여러 전위 밀도 감소를 위한 공정의 구조적 분석을 가능하게 하여 최적화된 광소자의 제작에 큰 도움을 줄 것으로 기대된다.



a)  $0^\circ/360^\circ$



b)  $120^\circ/360^\circ$



c)  $160^\circ/360^\circ$

그림 3.1.38 AFM 데이터

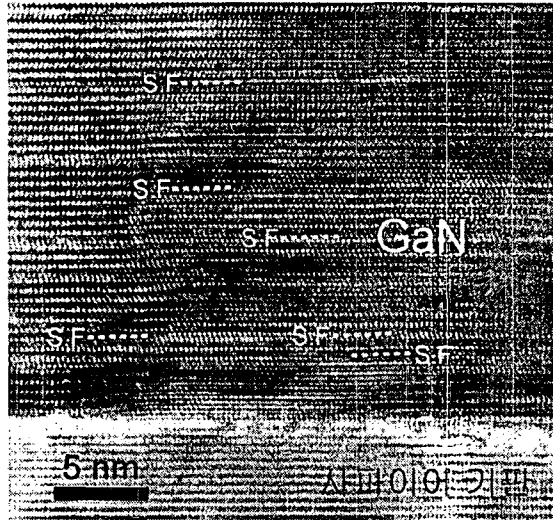


그림 3.1.39(a) 트라이 포드와 sector speed control 이온빔 연마( $120^{\circ}/360^{\circ}$ )를 이용하여 만든 시편의 고분해능 투과 전자 현미경 사진

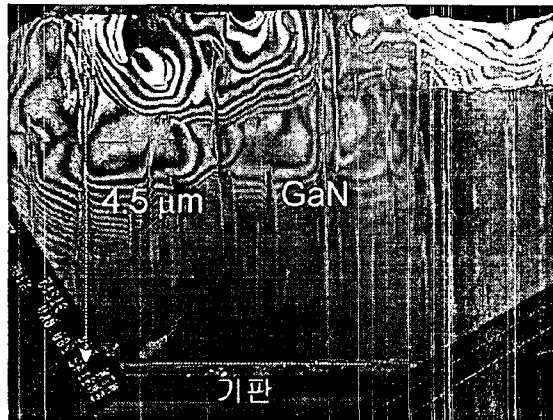


그림 3.1.39(b)  $10\mu\text{m}$  기계적 연마 + sector speed control 이온빔 연마 ( $160^{\circ}/360^{\circ}$ )

## 6. 분말 시편 제작법 개발

### 가. 연구수행방법

일반적인 벌크 시편과는 달리 분말 시편은 그 크기가 보통 1mm 보다 훨씬 작아 전자빔이 투과할 수 있기 때문에 특별한 연마 없이도 전자현미경 시편을 제작할 수 있다. 그러나, 분말 시편 제작시, 분말들을 지지할 수 있는 그리드 위에서 작은 분말들이 서로 엉기는 경향이 있으므로, 이들을 잘 분산시키는 것이 매우 중요하다.

일반적인 분말 시편 제작은, 아세톤, 에탄올, 증류수 등과 같은 분산매에 분말을 넣고 초음파세척기(ultra-sonic)로 고루 분산될 때까지 적당한 시간동안 sonication(초음파 진동 처리)을 한다. 이 때, 분말의 농도가 너무 진하면 분말들이 서로 엉기기 쉽고, 너무 연하면 그리드 위에서 전자현미경으로 관찰할 수 있는 분말의 개수가 줄어들어 관찰이 어렵다.

한편, 분말 시편 제작에 사용되는 그리드는 지름 3.05mm에 100 ~ 200 메쉬의 망목에 얇은 비정질 탄소막이 입혀져 있다. 비정질 탄소막은 전자빔이 잘 투과하고, 전자빔에 의한 손상을 입지 않고, 분말 시료를 지지하는 역할을 한다.

본 연구에서는 시편 제작이 어려운 탄소나노튜브 시편에서 초음파 진동 처리 방법 및 분산매 종류를 달리하여 최적의 고분해능 투과전자현미경 시편 제작법을 개발한다.

### 나. 연구내용 및 결과

그림 3.1.40은 일반적인 분말 시료인 이차전지용 부극재인 흑연화 탄소 분말을

전자현미경용 시편으로 제작하여 투과전자현미경으로 관찰한 사진이다.

그러나, 탄소나노튜브의 경우에는 전자현미경용 시편을 제작하는 방법이 다른 재료와는 다르다. 탄소나노튜브의 합성은 대개 기판 위에 CVD법으로 합성, 성장되기 때문에 일반적인 단면 시편 준비법으로 제작하기 쉽지만, 이럴 경우 nm 크기의 탄소나노튜브 자체에 기계연마 또는 이온연마에 의한 손상을 주기 때문에 이와같은 방법으로는 시편 제작이 어렵다.

따라서, 기판 위에 성장된 탄소나노튜브를 분리하여 탄소나노튜브 입자 하나하나를 그리드 위에 지지하는 분말 시편 제작법으로 시편 준비를 하는 것이 효율적이다.

그림 3.1.41은 일반적인 분말시료 제작법으로 만든 것이다. 즉, 기판 위에 성장된 탄소나노튜브를 기계적으로 떼어내어 에탄올에 넣고 2시간 동안 sonication하여 제작한 전자현미경용 시편으로써 탄소나노튜브 입자들이 분산되지 않고 뭉쳐 있음을 알 수 있다.

그림 3.1.42는 기판에서 탄소나노튜브를 분리하지 않은 상태에서 에탄올을 분산매로 2시간 동안 sonication하여 얻는 시편이다. 이 때, 전자현미경용 시편을 제작하기 위하여 사용한 기판의 면적은  $4\text{mm} \times 4\text{mm}$ 이고, 여기에 사용한 분산매의 양은 5ml이다. 그림 3.1.42이 그림 3.1.41보다는 우수한 분산 특성을 보여줌을 알 수 있다.

이와 같은 방법으로 분산매를 아세톤, 에탄올, 증류수로 달리하여 분산매에 따른 분산 정도를 알아보았다. 그림 3.1.43과 그림 3.1.44는 분산매를 각각 아세톤, 증류수로 사용하였을 때의 전자현미경 사진이다. 그림 3.1.42, 그림 3.1.43, 그림 3.1.44를 비교하였을 때, 에탄올을 사용한 그림 3.1.42가 분산 정도가 가장 좋음을 알 수 있다. 그림 3.1.45는 그림 3.1.42의 고분해능 사진이다.

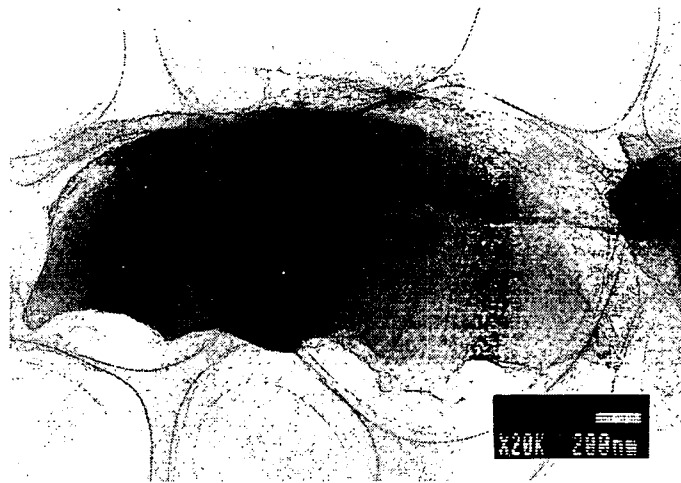


그림 3.1.40 일반적인 분말시편(흑연화 탄소).

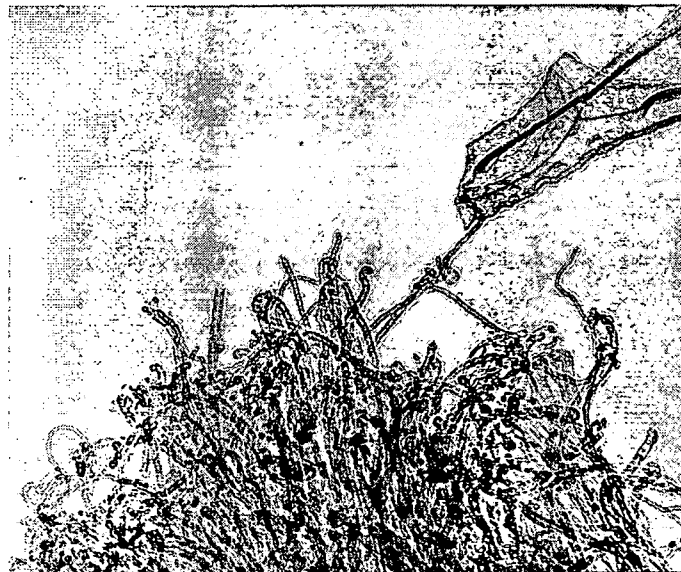


그림 3.1.41 기판으로부터 탄소나노튜브를 뜯어낸 후, sonication한 시편

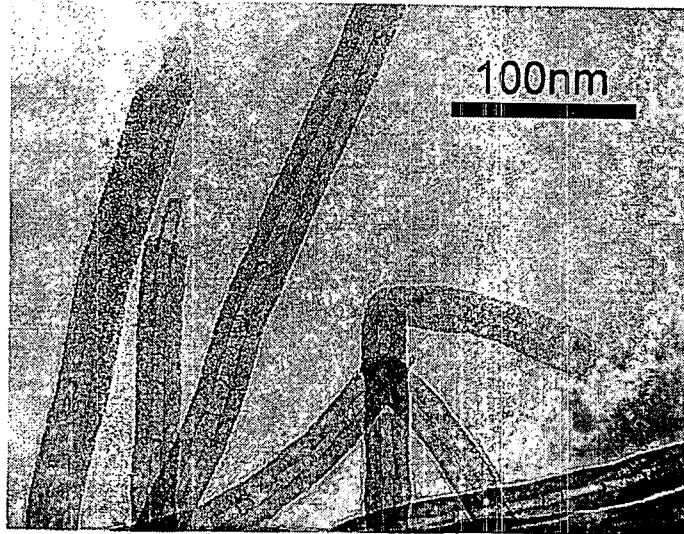


그림 3.1.42 에탄올을 분산매로 사용하여 최적화된 분말시편 제작법으로 제작한 시편의 탄소나노튜브 투과전자현미경 명시야 상. 탄소나노튜브가 서로 엉기지 않고 잘 분산되어 있음을 알 수 있다.

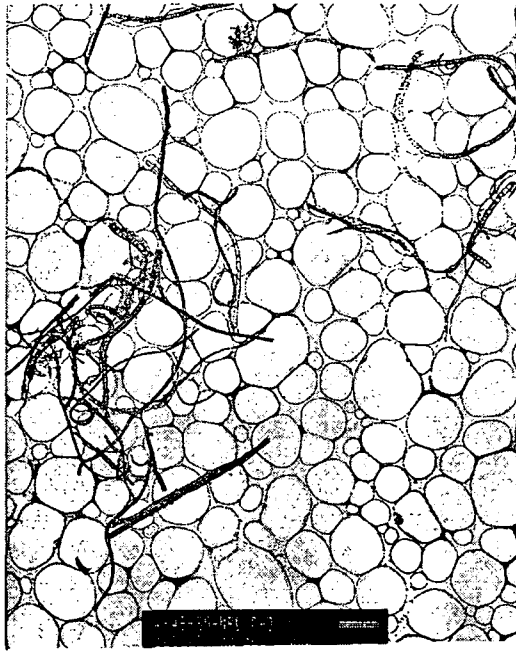


그림 3.1.43 기판으로부터 탄소나노튜브를 분리하지 않고, 분산매로 아세톤을 사용하여 제작한 분말시편.

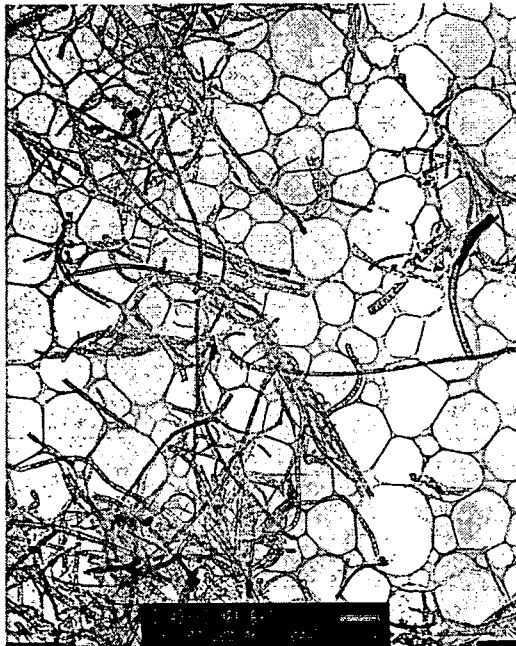


그림 3.1.44 기판으로부터 탄소나노튜브를 분리하지 않고, 분산매로 증류수를 사용하여 제작한 분말시편.



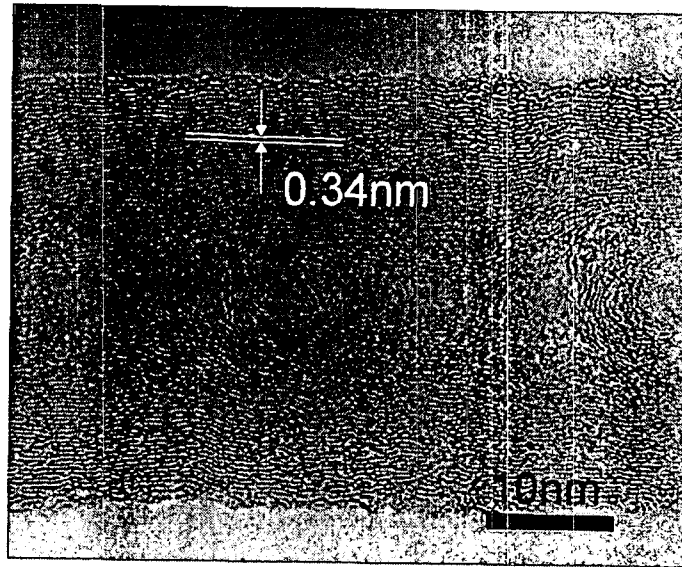


그림 3.1.45 최적화된 분말 시편 제작법으로 제작한 시편의 탄소나노튜브 투과전자현미경 고분해능 상.

## 2 절 원자간 거리 0.17nm 고분해능 투과 전자현미경 분석기 술 확보 및 신소재 원자 배열 관찰

### 1. 관찰할 재료의 원자간 거리에 최적의 결상 조건 개발을 위한 이론적 배경

#### 가. 투과 전자 현미경의 구조

투과 전자 현미경의 구조는 일반적인 광학 투과 전자 현미경과 개략적인 구조가 유사하다. 광학 투과 현미경은 대략 네 부분으로 구성되어 있다. 즉, 주로 텅스텐 필라멘트로 되어 있는 광원, 물체에 비치는 빛이 밝고 평행 광선이 되도록 하는 집속 렌즈(condenser lens), 푸리에 변환(Fourier transformation)을 두 번하여 결상하는 역할을 하는 제일 중요한 렌즈인 대물 렌즈(objective lens), 그리고, 대물 렌즈(objective lens) 만으로는 확대가 조금밖에 되지 않으므로 주로 확대의 역할을 하는 대안 렌즈 또는 투사 렌즈(projector lens)로 구성되어 있다. 투과 전자 현미경도 그림 3.2.1.에 나타난 것과 같이 전자원, 집속 렌즈, 대물 렌즈, 배율을 높이기 위한 여러 개의 투사 렌즈 등으로 광학 현미경과 유사하게 구성되어 있다.

여기에 시편에 조사되는(illuminating) 전자 빔을 평행하게 하고 전자 빔의 크기를 조절할 수 있도록 하는 집속 조리개(condenser aperture), 시편을 넣어서 조작하고 처리할 수 있는 시편실(specimen chamber), 전자와 시편의 상호 작용으로 생기는 전자와 파를 감지할 수 있는 여러 감지기(detector), 전자 회절상(electron diffraction pattern)의 한 점, 또는 몇개의 점을 선택하여 결상할 수 있도록 하는 대물 조리개(objective aperture), 제한 시야 회절(selected area diffraction)을 위해 렌즈에 의해 제법 확대된 상에서 어떤 영역을 선택할 수 있게 하는 중간 조리

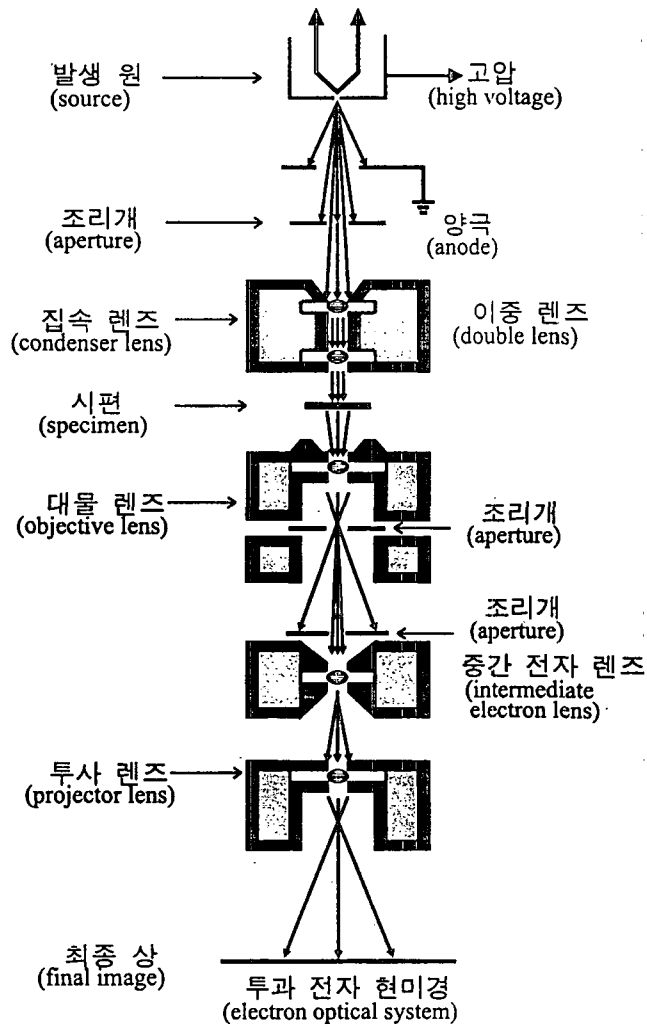


그림 3.2.1. 투과 전자 현미경의 구조.

개(intermediate aperture)와, 상과 회절상을 기록할 수 있는 기록 장치 등이 추가되어 있다.

고분해능 전자 현미경은 고압(high voltage)이 매우 안정적으로 공급되어야 하며, 고분해능 전자 현미경 상은 조그만 진동에도 매우 민감하므로, 이 현미경의 고성능 고전압 공급 장치와 고급 진동 방지 장치는 따로 설치하는 것이 일반적이다. 에너지가 200 keV인 투과 전자 현미경은 고전압으로 전자를 형성하기 때문에 발생 x-선이 강하므로 발생 x-선으로부터 보호받도록 하기 위해 현미경의 경통이 굽게 되어 있다.

투과 전자 현미경에서는 광학 현미경과 마찬가지로 텅스텐 필라멘트를 사용하지만 가열 필라멘트에서 나오는 광자를 이용하지 않고 머리핀(hairpin) 형태의 가열 필라멘트에서 나오는 방출 전자(emission electron)를 이용한다. 텅스텐 필라멘트에서 보다 더 밝고 더 작은 빔을 얻기 위해서는 열이온 방출 재료를 텅스텐 대신 일 함수(work function)가 낮은 란타넘 헥사보라이드(lanthanum hexaboride, LaB6)를 주로 사용한다. 그림 3.2.2.에서와 같이 필라멘트를 나온 열전자는 조절하는 역할을 하는 베넬트 원통(Wehnelt cylinder)을 지나 수만에서 수백만 볼트의 전압이 걸려 있는 양극(anode)의 작은 구멍을 지나면서, 방출 전자는 낮게는 주사 전자 현미경에서와 같이 20 keV의 에너지로, 또는 높게는 고압 투과 전자 현미경에서와 같이 수 MeV의 에너지로 가속된다.

이 가속된 전자 빔은 평행 빔이 되게 하거나 수렴(convergent) 각을 조절하게 하고 또 빔의 크기를 조절하는 역할을 하는 주로 두 개 이상의 집속 렌즈(condenser lens)로 구성된 조명계(illumination system)를 지나 시편에 도달하게 된다. 또한 이 두 개의 집속 렌즈로 구성된 조명계는 시편에 비치는 전자 빔의 경사(tilting)와 이동(translation)이 가능하도록 해 준다.

전자 현미경은 여러 개의 렌즈로 구성이 되어 있는데, 전자 현미경 렌즈는 전자

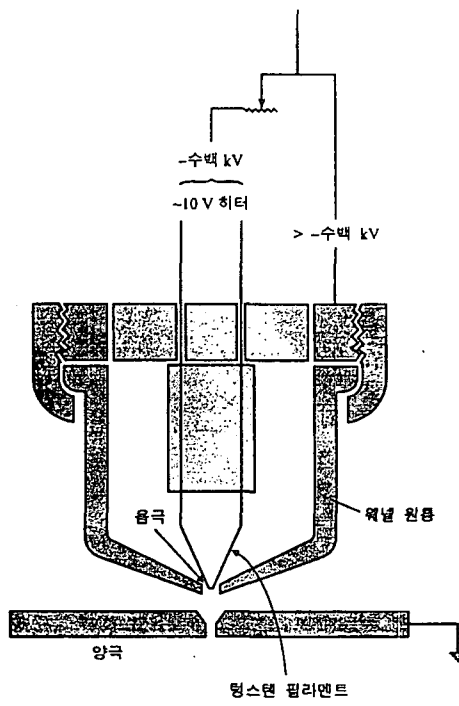


그림 3.2.2. 전자 총의 대략적인 모습

계를 이용해서 만들어진다. 전자는 전하를 띤 입자이므로 정전계(electrostatic field)나 자기계(magnetic field)를 이용하여 전자의 이동 경로를 변화시킬 수 있다. 그러므로, 투과 전자 현미경 내부에서 입사된 전자는 전자계 렌즈에 의하여 렌즈의 초점에 모일 수 있게 할 수 있는데, 현재 사용되는 전자 현미경의 렌즈는 자기계에 의해 초점이 만들어 지는 것을 이용하여 만든다. 그리고, 광학 현미경과 전자 현미경은 렌즈의 질적인 측면, 즉 구면 수차의 측면에서 비교해 보면 매우 중요한 차이점이 있다. 즉, 전자 현미경의 렌즈는 광학 현미경 렌즈보다 약 10<sup>4</sup> 배 더 나쁘다.

시편실에는 시편을 넣고 빼기가 편리하며 관찰 중에는 진공 상태가 유지되도록 되어, 시편 지지대 속의 시편을 원하는 결정 축으로 기울이게 하고, 관찰 영역으로 시편을 이동하고, 시편을 냉각, 가열, 인장, 기체와의 반응 등을 가능하게 하는 장치들이 있으며, 시편이 관찰 중 오염이 되지 않도록 하기 위해 액체 질소로 냉각하는 냉각 장치 등이 부착되어 있다. 시편을 고분해능으로 관찰하기 위해서는 시편 흐름(drifting)이 2nm/sec 이하로 시편 지지대가 기계적으로 안정하여야 한다. 시편 주위에는 시편과 전자와의 상호 작용에서 생기는 전자와 파를 감지하기 위한 여러 검출기가 부착되어 있다.

시편을 지난 전자는 회절상(diffraction pattern)과 상(imaging)을 만들며 몇 개의 중간 렌즈와 투사 렌즈들에 의해 확대된 회절상과 상을 형광 판이나 아래에 있는 사진 필름 위에 만든다.

전자가 지나는 모든 부분들은 진공 상태로 유지하고 조절하기 위해 진공 장치가 부착되어 있고, 수 백만분의 일 정도로 매우 안정된 전압과 전류를 공급할 수 있는, 고 전압 발생 장치와 렌즈 전류 공급 조절 장치 등이 있다.

투과 전자 현미경의 광학 시스템은 전자 총과 여러 개의 집속 렌즈, 대물 렌즈(objective lens), 투사 렌즈(projector lens), 형광 판 등 많은 복잡한 체계로 구성되어 있다. 하지만 이 복잡한 시스템에서 일어나고 있는 모든 현상을 전자 파

(electron wave), 시편(object), 렌즈 하나로 구성된 하나의 단순한 그림으로 표현할 수 있는데, 그것이 그림 3.2.3.이다. 중앙의 수평선은 광축이며 점선으로 표시된 화살표는 물체이고, 그 우측에 렌즈, 후방 초점 면(back focal plane), 그리고 상 면(image plane)이 차례로 존재한다.

시편을 투과한 전자는 렌즈를 지나 후방 초점 면(back focal plane)의 중심을 지나고 상 면(image plane)에서 상을 만든다. 이렇게 똑바로 투과된 전자들만으로 이루어진 상이 명시야 상(bright-field image)이다. 그리고, 시편이 결정인 경우 시편은 규칙적으로 배열된 격자(lattice)로 구성되어 있으므로 격자의 면간 거리  $d$ 와 입사 전자 파(electron wave)의 파장에 따라 브래그(Bragg) 법칙,  $n\lambda = 2d\sin\theta_B$  (여기서  $n$ 은 정수이고,  $\theta_B$ 는 회절 면과 회절 전자선 간의 각도)에 의하여  $2\theta_B = \theta$ 에( $\theta$ 는 투과 전자선과 회절 전자선 간의 각도) 따라 그림 3.2.3.에서 점선으로 표시된 회절 빔(beam)이 나오게 되고 이 빔(beam)들은 초점 면(focal plane) 위의 초점에서 조금 떨어진 거리에 점들을 만들게 되는데 이 점들이 바로 회절상(electron diffraction pattern)을 만드는 점들이다.

회절 점을 만들면서 초점 면을 지난 전자들도 또한 상 면에서 상을 만드는 데 기여한다. 후방 초점 면에서 조리개(aperture)로 투과 전자 빔만 투과하도록 하여 상을 만들면 명시야 상(bright-field image)이 되고, 조리개로  $2\theta_B = \theta$ 로 회절된 빔만으로 상을 만들면 암시야 상(dark-field image)이 된다. 그리고, 비교적 큰 조리개로 투과 빔과 회절 빔 모두를 사용하여 투과 빔과 회절 빔의 간섭(interference)으로 인한 위상 차(phase difference)로 상이 만들어 지도록 하면 고분해능 투과 전자 현미경 상(high-resolution TEM image)이 된다.

전자가 지니고 있는 물체에 대한 정보가 렌즈를 통과하여 후방 초점 면에서는 회절상이 되고 이 회절상의 정보가 상 면(image plane)에서는 다시 상이 된다. 즉 실공간(real space)의 물체(object) 또는 시편은 푸리에 변환(Fourier transform)으

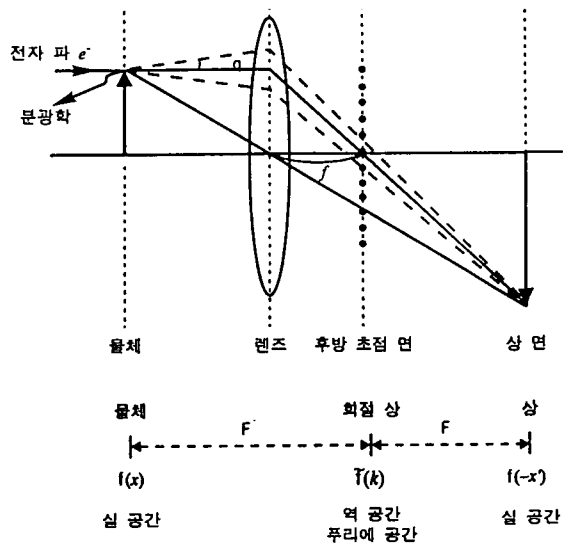


그림 3.2.3. 투과 전자 현미경의 광학 시스템에서 일어나는 현상을 간단히 모식적으로 그린 그림.



로 회절 면(diffraction plane)에서 회절상 또는 푸리에 공간(Fourier space)에서의 역격자(reciprocal lattice)가 되고, 이 회절상은 다시 푸리에 변환이 되어 상면(image plane), 즉 실공간(real space)에서 상이 된다. 즉 이상적인(ideal) 렌즈계에서는 물체(또는 시편)가 그대로 상으로 나타나게 된다. 고분해능 투과 전자 현미경 상에서는 바로 이 원리를 이용하여 결상을 한다. 그런데, 렌즈에서 수차(aberration)가 심하다든가 하여 아주 비이상적인 렌즈계가 되면 현미경의 분해능이 떨어지게 되어 원자 배열을 볼 수 없게 된다.

#### 나. 렌즈의 역할

그림 3.2.4.는 렌즈의 역할을 보여 주는 것이다. 전자원(source)에서 방출된 전자들은 구면 파(spherical wave)로서 사방으로 퍼져 나가고, 물체에 평행하게 입사되지 못한다. 하지만 렌즈의 초점 면(focal plane)에 파원(source)을 두면 렌즈를 통과한 전자들은 평행하게 진행하므로 전자들을 물체에 평행하게 입사시킬 수 있다. 이것은 물체에서 무한대의 거리만큼 떨어진 파원에서는 물체에 파가 평행하게 입사되는 것과 같은 현상이다. 즉 렌즈는 파원을 무한대로 보내는 역할을 한다. 현미경의 집속 렌즈의 앞 초점에 파원을 두면 집속 렌즈는 평행 빔을 만들어 주어 시편에 평행 빔이 입사되도록 한다.

한편 물체를 투과한 전자 빔들의 회절은 물체에서 많이 떨어진, 이론적으로 무한대로 떨어진 회절 면에서 일어나므로 대물 렌즈 없이는 제한된 공간에서 관찰할 수 없다. 그러나, 그림 3.2.4.에서와 같이 물체를 지나 거의 평행하게 진행하는 전자 파(electron wave)에 대물 렌즈를 두면 물체에서 비교적 가까운 곳 즉 렌즈의 초점 면에 회절상이 만들어 진다. 이렇듯 회절상이 시편 가까이에서 만들어지도록 회절 면을 무한대에서 초점 면으로 끌어들이는 것이 대물 렌즈의 역할이다.

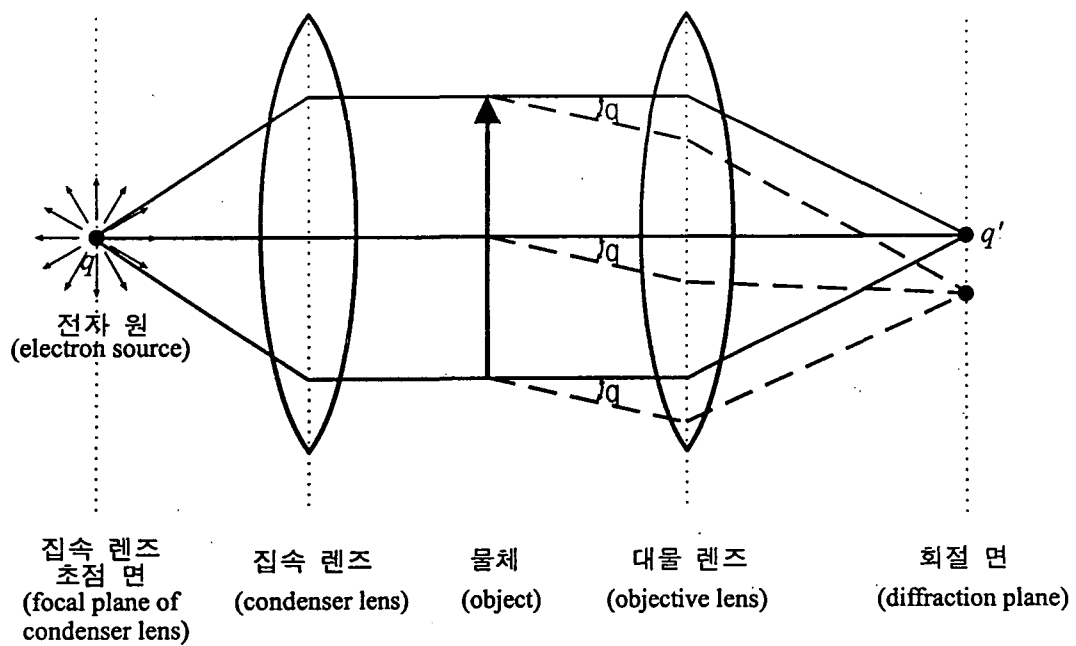


그림 3.2.4. 렌즈의 역할.

전자 현미경의 회절상(diffraction pattern)과 상(image)은 진행하는 전자 파(electron wave)와 물체와의 상호 작용에 의해 결정되고 렌즈는 단지 파원과 회절상까지의 거리를 조절하는 역할을 한다.

물체에서 나온 파를 이용하여 회절상과 도립상을 만드는 역할을 하는 대물렌즈(objective lens)는 현미경에서 가장 중심이 되는 렌즈이다. 이 대물렌즈에 나머지 렌즈와 전자광학 장치를 추가해 보면, 다음과 같다.

투과광학현미경에는 회절과 결상 기능을 하는 대물렌즈가 있고, 여기에 밝고 평행한 광선을 물체에 조명하는(illuminating) 집속렌즈(condenser lens), 대물렌즈만으로는 확대가 조금밖에 되지 않으므로 주로 확대하는 역할을 하는 대안렌즈 또는 투사렌즈(projector lens)와, 밝은 빛을 만들어내는 광원 등이 추가되어 있다.

광학현미경과 유사하게, 투과전자현미경에도 회절상과 상을 만드는 대물렌즈가 있고, 여기에 광축과 평행한 빔을 시편에 조명해 주는 집속렌즈, 단순히 배율을 크게 높이기 위한 여러 개의 중간렌즈(intermediate lens) 및 투사렌즈와, 전자를 만드는 전자원(electron source) 등이 추가되어 있다.

즉, 전자현미경에서는, 필라멘트(filament)에서 나온 밝은 전자빔은 고압에 의해 가속되어 시편을 투과하기에 충분한 에너지를 갖는다. 시편 앞에 있는 두개의 집속렌즈는 시편에 조명되는 전자빔의 크기를 조절하고 빔을 이동(translation)하고 기울일(tilting) 수 있도록 해준다. 그리고 집속 조리개(condenser aperture)가 있어 시편에 조명되는 전자빔의 각도와 크기를 조절한다.

전자현미경에는 시편을 넣어서 조작하고 처리할 수 있는 시편실(specimen chamber)이 있고, 전자와 시편의 상호작용으로 생기는 전자와 파를 감지할 수 있는 여러 감지기나 분광분석기가 시편 주위에 부착되어 있다.

대물렌즈는 시편을 지난 투과빔과 회절빔이 렌즈의 후방초점면에서 회절상을 만들도록 하고, 결상면에서 상을 만들도록 하는 역할을 한다. 대물렌즈의 후방초점면

에 생기는 회절상의 회절점을 선택하기 위해 대물 조리개(objective aperture)가 후방초점면에 있다. 그리고 대물렌즈의 상면에 생기는 도립 실상의 일부 영역을 선택하기 위해 제한시야 조리개(selected area aperture 또는 중간 조리개)가 상면에 있다.

대물렌즈 뒤에는 여러 개의 중간렌즈와 투사렌즈가 있어 상면에 생긴 상이나 후방초점면에 생긴 회절상을 크게 확대한다. 전자는 직접 눈에 보이지 않으나 형광판(fluorescent screen)을 사용하면 전자에 의해 생긴 회절상이나 상을 볼 수 있다. 전자현미경에서는 렌즈의 전류를 조절함으로써 렌즈의 초점거리를 조절할 수 있다. 따라서 시편이나 형광판은 그대로 두고 렌즈의 초점거리를 전류로 조절하여 형광판에 나타나는 상이나 회절상의 초점을 조절할 수 있다. 형광판 아래에는 카메라가 있어 이렇게 만들어진 상이나 회절상을 기록할 수 있다.

#### 다. 수차, 문제점

전자 현미경의 렌즈가 이상적인 렌즈라면, 렌즈에 들어간 정보가 100% 전부 다음 단계로 이전될 것이다. 그러나 실제 렌즈에서는, 구면 수차(spherical aberration), 색 수차(chromatic aberration), 비점 수차와 같은 렌즈의 수차(aberration)나 탈초점(defocus), 유한 렌즈나 대물 조리개(objective aperture), 수렴 각(convergence angle)과 같은 여러 영향 때문에 들어간 정보를 100% 다 전달하지 못 한다.

실제 렌즈에서의 이러한 문제점을 수학적으로 취급하기 위하여, 현미경 전달 함수(microscope transfer function)  $T(\Delta k_x, \Delta k_y)$ 를 사용한다. 현미경 전달 함수는 렌즈의 초점 면(focal plane)에 있는 물체의 공간 주파수(spatial frequency)를 상으로 얼마나 충실히 전달하는 지를 나타내 주는 역할을 한다.

(1) 탈초점(defocus)

탈초점(defocus)이 되게 하는 데는 세 가지 방법이 있다. 초점이 맞은 상태에서 먼저 렌즈에서 물체까지의 거리  $a$ 를 변하게 하면 탈초점이 되고 그 다음 스크린을 움직여 렌즈에서 상까지의 거리  $b$ 를 변하게 하더라도 렌즈의 초점이 탈초점이 된다. 또한 렌즈의 초점 거리  $f$ 를 변하게 해도 탈초점이 된다. 그러나, 이 세 가지는 모두 렌즈 식

$$\begin{aligned}\frac{1}{a} + \frac{1}{b} &= \frac{1}{f} \\ \frac{1}{a} + \frac{1}{b} + \frac{1}{(-f)} &= 0\end{aligned}\tag{3.2.1}$$

에서 서로 연관되어 있어서, 상 면(image plane)까지의 거리가  $\Delta b$ 만큼 변할 때 렌즈의 초점거리 변화  $\Delta f$ 는

$$\Delta f \approx \Delta b \frac{f^2}{b^2}\tag{3.2.2}$$

으로 곧  $b$ 의 변화는  $f$ 의 변화로 변환할 수 있다.  $a$ 의 변화 역시

$$\Delta f \approx \Delta a \frac{f^2}{a^2}\tag{3.2.3}$$

으로 표시할 수 있다.

$\Delta f$ 만큼 탈초점된 물체의 투과 함수(transmission function)는 탈초점 거리인 자유 공간  $f$  만큼 더 진행하여 만들어지는 파이므로 탈초점(defocus)된 물체의 투과 함수는 본래 물체의 투과 함수와 프레넬 전파자(Fresnel propagator)를 콘볼루션(convolution)하여

$$\psi_{\Delta f}(x, y) = \psi_o(x, y) * P_{\Delta f}(x, y)\tag{3.2.4}$$

로 나타낸다. 현미경 전달 함수(microscope transfer function)는 역공간 즉 회절

공간에서 표시된 함수이므로 위 식의 양 변을 푸리에 변환하면

$$\tilde{\psi}_{\Delta f}(\Delta k_x, \Delta k_y) = \tilde{\psi}_o(\Delta k_x, \Delta k_y) \hat{P}_{\Delta f}(\Delta k_x, \Delta k_y) \quad (3.2.5)$$

이고, 이 때 프레넬 전파자(Fresnel propagator)의 푸리에 변환이 현미경 전달 함수이다. 따라서, 탈초점 상의 현미경 전달 함수는

$$T(\Delta k_x, \Delta k_y) = \exp\left[-2\pi i \lambda \Delta f \left(\frac{\Delta k_x^2 + \Delta k_y^2}{2}\right)\right] \quad (3.2.6)$$

로  $\Delta k_x$ 와  $\Delta k_y$ 의 함수인 위상(phase) 변화를 나타낸다.

## (2) 구면 수차(spherical aberration)

렌즈의 질은 렌즈가 물체를 상으로 얼마나 충실하게 재생시키는 지를 나타내 주는 렌즈 수차(lens aberration)로 표시한다. 제일 중요한 렌즈 수차의 하나는 구면 수차(spherical aberration)인데, 이 것은 주어진 어떤 회절 파가 렌즈의 중심 선 또는 광축에서 어떤 각도를 가지고 진행하여 물체의 한 점이 상 면(image plane)의 한 점으로 결상이 될 경우, 그림 3.2.5.에서 나타낸 것과 같이 이 각도의 함수로 결상 부정확도를 나타내는 것을 말한다. 광축을 따라 입사하는 빔(beam)을 생각해 볼 때, 이 각도는 회절 각에 해당한다. 전자 렌즈에서 더 큰 각도로 회절하는 전자는 렌즈의 전계나 자계에 의해 더 많이 굴절이 되어 렌즈의 초점보다 렌즈에서 물체에 더 가까운 점에 초점이 만들어진다. 그래서, 상 면(image plane) 상의 한 점이 퍼지게 되어 혼돈 원판(disc of confusion)을 만든다. 혼돈 원판(disc of confusion)의 반경은 산란 각에 비례한다. 이 원판(disc)의 크기가 렌즈의 분해능(resolution limit)의 한 척도가 된다. 상 면에서 원판을 물체의 면에서 원판 크기로 환산하면, 물체 면의 혼돈 원판의 반경은

$$\delta r = C_s \theta^3 \quad (3.2.7)$$

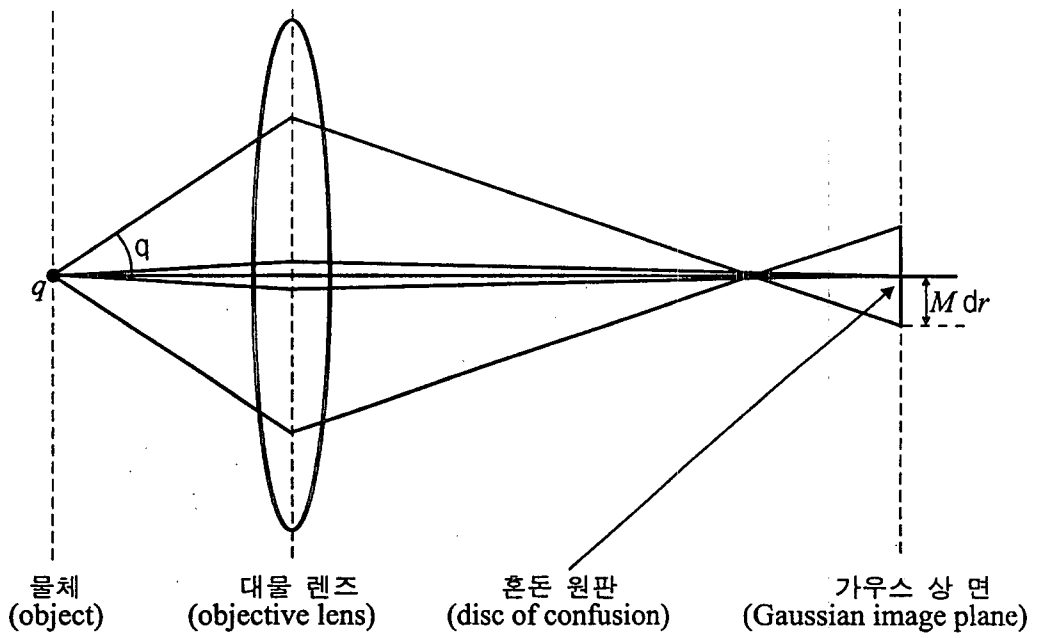


그림 3.2.5. 구면 수차.

이고  $C_s$ 는 구면 수차 계수(spherical aberration coefficient)인데 전자 현미경 렌즈에서 주로 수 mm 정도 되는 상수이다.

구면 수차가 있는 렌즈에서의 현미경 전달 함수(microscope transfer function)는

$$\begin{aligned} T(\Delta k_x, \Delta k_y) &= \exp(i\chi) \\ &= \exp\left\{2\pi i C_s \lambda^3 \frac{(\Delta k)^4}{4}\right\} \end{aligned} \quad (3.2.8)$$

이고, 구면 수차가 있는 렌즈에서 탈초점이 되었을 때의 전달 함수는

$$\begin{aligned} T(\Delta k_x, \Delta k_y) &= \exp(i\chi) \\ &= \exp\left\{2\pi i \left(-\Delta f \lambda \frac{\Delta k^2}{2} + C_s \lambda^3 \frac{(\Delta k)^4}{4}\right)\right\} \end{aligned} \quad (3.2.9)$$

이다. 위 식에서 탈초점 값을 잘 조정하면 어떤 공간 주파수  $\Delta k$ 에서 탈초점과 구면 수차에 의한 위상 변화를 0으로 하여 전달 함수를 1로 만들 수 있다.

### (3) 색 수차(chromatic aberration)

대물 렌즈(objective lens)의 전류  $i_o$ 에서 분산  $\delta i_o$ 이 생기면 곧 초점 분산(spread in focus)  $\delta f$ 가 생기게 되고 또한 전자 현미경의 가속 전압(acceleration voltage)  $V_a$ 에서 변동  $\delta V_a$ 가 생기면 전자의 에너지에 변동이 일어난다. 따라서, 다른 에너지를 지닌 전자들은 다른 파장을 가지므로 그림 3.2.6. 과 같이 렌즈에 다른 점에 초점을 만든다. 또한 필라멘트에서 나온 전자들도 에너지 분산  $\delta U$ 를 지닌다.

전자의 에너지 분산  $\delta U$ 를 감안한 초점 분산  $\delta f$ 는 다음과 같다.

$$\delta f = C_c \left\{ \left( \frac{\delta V_a}{V_a} \right)^2 + 4 \left( \frac{\delta i_o}{i_o} \right)^2 + \left( \frac{\delta U}{U} \right)^2 \right\}^{1/2} \equiv \Delta \quad (3.2.10)$$

여기서  $C_c$ 는 색 수차 계수(chromatic aberration coefficient)이다.

앞에서의 탈초점(defocus)과 구면 수차(spherical aberration)에 의해 생기는 위



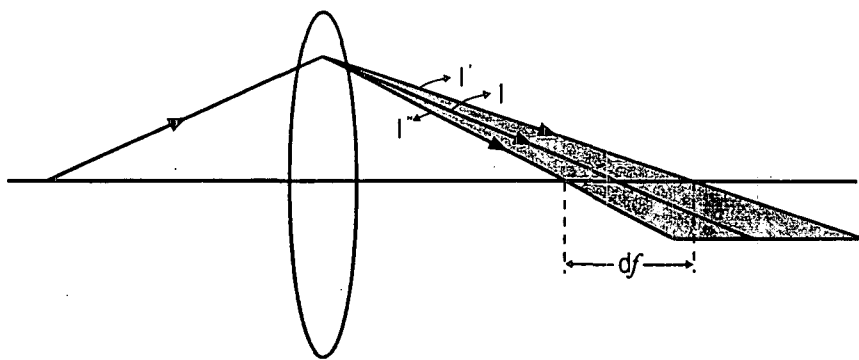


그림 3.2.6. 색 수차.

상 차는 시간에 따라 불변하는 것인데 비해 색 수차(chromatic aberration)에 의해 생기는 위상 차는 시간에 따라 증감하며 계속 변한다. 색 수차에 의해 각각 다른 에너지를 지닌 전자들 각각이 색 수차가 있는 각각의 상을 만들고 이 상들이 전자 에너지의 분포 함수에 따라 가중치를 두고 합쳐져 최종 상을 형성한다고 생각하여, 색 수차에 의한 초점의 변화 값들은 정상 분포(Gaussian distribution)를 하므로 이것은 현미경 전달 함수(microscope transfer function)를 일종의 감폭(damping) 함수로 만든다. 따라서, 현미경 전달 함수(microscope transfer function)는

$$T(\Delta\vec{k}) = \exp\left\{-\frac{\chi^2(\Delta\vec{k})}{2}\right\} = \exp\left\{-\frac{1}{2}\pi^2(\delta f)^2\lambda^2(\Delta k)^4\right\} \quad (3.2.11)$$

로 표시한다. 이것은 큰  $\Delta\vec{k}$  값에 해당하는 정보는 상에서 작은 거리의 정보 즉 상의 상세한 정보를 의미하는데 각 전자 에너지가 최종 상을 만들기 위해 중첩이 될 때 제일 먼저 잃어 버리게 되는 정보이다.

#### (4) 유한 렌즈 또는 대물 조리개(objective aperture)

현미경에서는 여러 목적으로 조리개(aperture)를 쓰게 되는데 조리개를 사용하면 조리개 외부의 정보를 전달하지 못하게 되므로 렌즈의 분해능(resolution limit)을 저하시키게 된다. 또한, 무한 크기의 렌즈가 아닌 실제의 유한 렌즈도 물체에서 나온 정보를 차단하게 되므로 무한 크기의 렌즈에 유한 크기의 렌즈에 해당하는 조리개를 부착한 것과 꼭 같은 효과를 나타낸다. 조리개 함수(aperture function)를  $\phi_d(x, y)$ 라고 할 때, 조리개가 있는 현미경의 현미경 전달 함수(microscope transfer function)는 조리개 함수의 푸리에 변환이므로

$$T(\Delta\vec{k}) = \tilde{\phi}_d(\Delta k_x, \Delta k_y) \quad (3.2.12)$$

이고 조리개가 있고 탈초점(defocus) 및 구면 수차(spherical aberration)와 색 수

(chromatic aberration)가 있는 렌즈의 현미경 전달 함수(microscope transfer function)는

$$T(\Delta\vec{k}) = \tilde{\phi}_d(\Delta\vec{k}) \exp\{i\chi(\Delta\vec{k})\} \exp\left\{-\frac{1}{2} \pi^2 (\delta f)^2 \lambda^2 (\Delta k)^4\right\} \quad (3.2.13)$$

이고,

$$\chi(\Delta\vec{k}) = 2\pi \left\{ -\Delta f \lambda \frac{(\Delta k)^2}{2} + C_s \lambda^3 \frac{(\Delta k)^4}{4} \right\} \quad (3.2.14)$$

이다.

#### (5) 수렴각(convergence angle)

실제 전자가 시편에 입사할 때 모두 수직으로만 입사하는 것은 아니고 입사하는 전자들의 각도도 어떤 정상 분포(Gaussian distribution)를 지니고 있다. 이와 같이 정상 분포를 가지며 입사하는 전자들도 또 다른 감폭(damping) 함수를 만든다. 따라서, 이 영향을 현미경 전달 함수(microscope transfer function)로는

$$T(\Delta\vec{k}) = \exp\left\{-\pi^2 \frac{\alpha^2}{\lambda^2} (\Delta f \lambda \Delta k + C_s \lambda^3 \Delta k^3)^2\right\} \quad (3.2.15)$$

로 표시한다. 여기에서  $\alpha$ 는 조명 발산 또는 수렴 반각으로 집속 조리개(condenser aperture)의 크기를 시편 상의 한 점으로 연장했을 때 만들어 지는 반각이다. 여러 각도로 입사하는 전자들 각각이 하나 하나의 상을 형성하는데 각도의 분포에 따라 가중치를 달리하여 합한 것이 최종 상이 되고  $\Delta\vec{k}$  값이 큰 것에 해당하는 정보 즉 실공간에서 짧은 거리의 미세한 상 정보가 제일 먼저 위 식에 따라 사라진다. 따라서, 앞의 여러 수차와 수렴 각 분포를 지니는 렌즈의 현미경 전달 함수(microscope transfer function)는

$$T(\Delta\vec{k}) = \tilde{\phi}_d(\Delta\vec{k}) \exp\{i\chi(\Delta\vec{k})\} \exp\left\{-\frac{1}{2} \pi^2 (\delta f)^2 \lambda^2 (\Delta k)^4\right\} \exp\left(-\pi^2 \frac{\alpha^2}{\lambda^2} q\right) \quad (3.2.16)$$

이고 여기서

$$\chi(\Delta\vec{k}) = 2\pi \left\{ -\Delta f \lambda \frac{(\Delta k)^2}{2} + C_s \lambda^3 \frac{(\Delta k)^2}{4} \right\} \quad (3.2.14)$$

이고

$$q = (-\Delta f \lambda \Delta k + C_s \lambda^3 \Delta k^3)^2 \quad (3.2.17)$$

이다.

수렴 반각의 크기는 회절 점이나 회절 원반의 크기에 비례하므로, 수렴 반각의 크기는 회절상에서 회절 점 또는 회절 원반의 크기를 측정하면 알 수 있다.

#### (5) 비점 수차

그림 3.2.7.에서 원형 렌즈가 있을 때 같은 렌즈 면 위에서 광축에서 같은 거리에 네 개의 점  $x, x', y, y'$ 이 있다. 물체 위의 한 점  $A$ 가 결상을 할 때  $Ax A'$ 을 지나는 광선은  $A'$ 에서 초점이 맞게 된다. 점  $A$ 가 렌즈의 중심에서  $x$ 와 같은 거리에 있는 즉 산란 각이 같은  $y$  점을 지나 결상이 될 때  $A'$ 에서 초점이 맞게 되는 경우에 물체 상에서는 한 점이었으나 상 면에서는 점이 퍼져 혼돈 원반을 만들게 된다. 이것을 비점 수차라고 하고 전자 현미경의 렌즈에서 폴 피스(pole-piece)의 자화가 균일하지 못하거나 폴 피스 구멍이 원형 대칭이 되지 못하거나 또는 조리개에서 전하가 충전(charging) 될 때 생긴다.

그러나, 이 수차는 다른 수차와 달리 현미경의 비점 수차 보정 코일(stigmator)을 사용하여 거의 완전히 없앨 수 있다. 비정질 탄소 피막에 있는 작은 구멍을 탈 초점하여 관찰하면 구멍의 가장자리에 프레넬 줄무늬(Fresnel fringe)가 관찰된다. 이 줄무늬가 모든 방향에 대해 방향성이 없이 잘 나타나도록 조정을 하면 비점 수

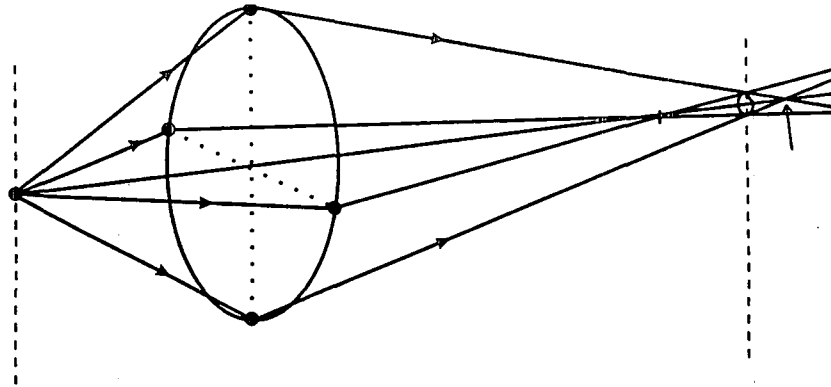


그림 3.2.7. 렌즈의 비점 수차를 나타내 주는 그림.

차를 없앨 수 있다. 또 비정질 탄소 피막의 위상 콘트라스트를 이용하여 상에서 알갱이들이 우선 방향성이 없이 나타나도록 조절하여 비점 수차를 없앨 수 있다. 광학 회절기나 컴퓨터를 사용하여 비정질 상을 상 처리하여 회절상을 얻었을 때 회절상에 비점 수차가 있으면 타원 형을 나타내는 데 완전히 원형 대칭이 되도록 조정하면 비점 수차를 없앨 수 있다.

#### 라. 전자현미경 정렬

투과전자현미경에는 전자광학 시스템으로 이루어진 전자현미경 경통(column), 전자광학 시스템을 조절하는 계기와 제어 장치인 콘솔(console), 전자현미경에 고전압을 공급하는 여러 변압기로 구성된 고압 공급장치(high voltage generator), 콘솔에 필요한 전원을 공급하는 전원 공급기(power supply), 전자 통로의 진공을 유지하는 진공펌프 장치(vacuum pumping system), 렌즈에서 발생하는 열을 냉각하는 수냉각 장치(water chiller) 등이 차지하고 있다.

작동의 시작은 먼저 냉각수를 공급하고 진공펌프 장치, 전원공급 장치 및 콘솔에 전기를 공급하여 작동시키는데, 경통 속이 진공 상태가 되도록 충분한 시간을 기다린 뒤, 콘솔에서 진공 계기의 진공도와 밸브(valve)의 작동 상태 등이 고압 공급장치에서 고압을 발생시켜도 좋은 지 점검한다.

고압 공급 스위치를 켜 다음 낮은 전압에서 높은 전압으로 전압을 천천히 단계적으로 올린다. 현미경에서 정렬의 순서는 전자의 경로를 따라 경통의 맨 위에서 아래쪽으로, 즉 전자총에서 시작하여 투사렌즈에서 마치는 순서로 하는 것을 원칙으로 한다. 만일 아래쪽의 정렬을 한 후 위쪽 정렬을 했다면 그 부분 아래는 다시 정렬을 해야 한다.

## (1) 전자총

전자총은 집속렌즈의 위에 있으며 전자를 발생하는 역할을 한다. 일반 전구와 같이 텅스텐 필라멘트가 기본으로 되어 있으며, 가능한 한 점원이 되도록 하기 위해 필라멘트의 끝이 뾰족하게 되어 있다. 일반 텅스텐 필라멘트에서는 열이온 방출(thermionic emission)을 이용하여 전자를 발생시킨다.

LaB<sub>6</sub> 필라멘트에서는 텅스텐 필라멘트에 란타넘헥사보라이드(lanthanum hexaboride) 결정을 붙여 여기에서 열이온 방출로 전자를 발생시킨다.

열이온 방출에서 필라멘트를 가열하는 것은 필라멘트 내에 있는 전자가 일함수(work function)보다 더 큰 에너지, 즉 현미경 경통의 진공 속으로 방출이 되기에 충분한 에너지를 갖도록 하기 위한 것이다. 필라멘트에 공급하는 전류를 점차 증가시키면 방출하는 전자의 수도 점점 증가하게 된다. 그러나 발생할 수 있는 전자의 수가 최대가 되어 전류를 더 증가시켜도 전자의 수가 거의 증가하지 않는 경우에 필라멘트는 포화(saturation)되었다고 한다.

필라멘트 바로 아래에는 음으로 바이어스된(biased) 일종의 그리드(grid) 역할을 하는 베넬트 원통(Wehenelt cylinder)이 있다. 베넬트 원통에 바이어스(bias)를 걸어주면 필라멘트에서 방출된 전자 중에서 속도가 느리면서 에너지가 약한 전자가 아래쪽 시편으로 내려가는 것을 막아주어 베넬트 원통이 일종의 체 역할을 하게 된다. 전자현미경에서는 필라멘트의 가열은 물론이고 베넬트 원통에 걸리는 바이어스도 조절하도록 되어 있다.

필라멘트를 너무 빨리 가열하면 열충격으로 필라멘트가 손상받기 쉽다. 특히 LaB<sub>6</sub> 결정은 열충격에 약하기 때문에 천천히 가열해야 한다. 또한 필라멘트를 더 가열하면 더 밝아지기는 하나 필라멘트의 수명을 크게 단축시키므로 포화점 이하에서 필라멘트를 사용하여야 한다.

(가) 필라멘트를 천천히 가열하여 어느 수준에 이르게 되면 형광판에 필라멘트의 모양이 나타난다. 천천히 전류를 증가시켜 완전히 포화된 상태에서 필라멘트의 모양을 살펴본 다음 포화점 아래로 필라멘트의 전류를 조정한다.

(나) 필라멘트가 포화점 아래에 있는 상태에서 필라멘트의 중심 조정 나사(centering control)를 사용하여, 형광판에 보이는 필라멘트의 모습이 중앙에 밝은 점을 나타내면서 주위의 혼륜(halo)이 대칭이 되도록 조정한다. 필라멘트를 다시 천천히 포화 상태로 만들면 주위의 혼륜이 점점 줄어들고 중앙의 밝은 점이 점점 더 커지면서 하나로 합쳐지게 되는데, 이 때 대칭이 그대로 유지되도록 조정한다.

(다) 다시 포화점 아래로 필라멘트의 전류를 조정한 다음, 바이어스를 천천히 조절하여 필라멘트의 모양이 포화 상태가 되도록 한다. 필라멘트의 전류 또는 바이어스의 조절로 필라멘트를 포화시킬 수 있다. 바이어스를 조절하여 베넬트 원통으로 더 많은 전자가 지나가게 되어 필라멘트가 더 밝아지면 시편에 도달하는 전자의 에너지 분포가 더 넓어지게 된다. 필라멘트가 포화점 이하 상태에서 유지되도록 바이어스와 필라멘트의 전류를 조절해 둔다.

## (2) 집속렌즈

현미경의 경통에서 전자총 아래에 보통 두개의 집속렌즈가 있다. 두개의 집속렌즈를 이용하면 시편에 비치는 전자빔의 이동과 빔의 기울기를 비교적 쉽게 조절할 수 있다. 첫번째 집속렌즈는 필라멘트 전자원의 상이 작은 점이 되도록 하여 배율을 줄이는 역할을 하고, 두번째 집속렌즈는 이 점이 여러 크기로 확대되도록 하여



시편에 비치는 전자빔의 크기를 조절하는 역할을 한다. 따라서 어떤 배율의 상에서도 형광판 전체에 전자 조명이 되도록 조명의 크기를 조절할 수 있다.

(가) 모든 조리개를 꺼낸 후, 큰초점 조절 손잡이(coarse focus control)와 미세초점 조절 손잡이(fine focus control)를 사용하여 가능한 한 작은 조명점(illumination spot)이 되도록 두번째 렌즈의 전류를 조절한다. 이 때 초점에서 크로스오버(crossover)가 일어나는 지 확인한다.

(나) 집속렌즈 이동 손잡이(translator control)를 사용하여 조명점이 형광판의 중앙에 오도록 한다.

(다) 집속렌즈를 천천히 탈초점(defocus)시켜 조명점을 확대하였을 때, 둥근 조명 영역의 중심이 형광판의 중심과 일치하도록 한다.

(라) 조명 빔의 크기를 줄였을 때, 빔의 모양이 원형이 아니면 두번째 집속렌즈로 초점을 맞춘 다음 집속렌즈의 비점수차(astigmatism)를 조정한다. 집속렌즈 비점수차 보정코일(correction coil)을 켜고 타원형으로 되어있는 빔의 모양을 원형이 되도록 편향코일(deflection coil)을 조절한다. 두번째 집속렌즈로 빔의 크기를 늘이거나 줄이면, 빔의 모양이 원형을 유지하면서 형광판의 가운데를 중심으로 커지거나 줄어들도록 편향코일을 조절하여 비점수차를 없앤다.

(마) 조명 영역을 작게 한 상태에서 천천히 집속 조리개를 가운데로 움직인 다음, 다시 조명 영역을 확대하여 그 중심이 형광판의 중심이 되도록 한다. 이 과정을 되풀이하여 원형 대칭인 조명 영역의 중심이 형광판의 중심이 되도록 한다.

(바) 집속 조리개의 축을 일부러 중심에서 벗어나게 한 경우, 집속렌즈를 과초점(over-focusing) 또는 부족초점(under-focusing)으로 하면서 조명 영역의 중심이 형광판의 중심과 일치하도록 한다. 집속 조리개의 축이 완전히 중심에 있을 때만 조명점이 형광판을 중심으로 하여 늘어나거나 줄어들게 된다. 전자현미경으로 분석을 하고 있는 중간에도 집속 조리개의 중심을 다시 맞추어야 하는 경우가 자주 있다.

(사) 첫번째 집속렌즈의 전류를 2 또는 3 클릭(click) 바꾼 다음 두번째 집속렌즈로 초점을 맞추어 제일 작은 점이 되도록 한다. 이 때 초점이 맞은 필라멘트의 크기는 (가)에서의 크기와 다르게 된다.

(아) 첫번째 집속렌즈의 전류를 본래로 되돌린 다음, 다시 두번째 집속렌즈의 초점을 맞춘다.

(자) 위에 있는 (사)과 (아)의 과정을 되풀이하여 첫번째 집속렌즈의 전류로 조명점의 크기를 변화시킬 때 조명점이 계속 일정한 자리로 움직이어야 한다.

### (3) 대물렌즈와 중간렌즈 및 투사렌즈

대물렌즈의 전류를 조절하면 형광판에 생기는 상의 초점을 맞출 수 있다. 렌즈의 전류를 크게 하면 할수록 자기마당(magnetic field)이 더 강해지고 렌즈의 초점거리가 더 짧아진다. 렌즈의 전류 조절 손잡이를 시계 방향으로 돌리면 렌즈에 들어가는 전류가 증가하게 되는데, 형광판에 생기는 상의 배율은 중간렌즈에 들어가는

전류를 조절하여 바꿀 수 있다. 렌즈의 자기마당 속에서 운동하는 전자는 나선형(helical)의 길을 따라 가므로 렌즈의 배율을 바꾸게 되면 형광판에 생기는 상이 회전하게 된다. 회절상과 상 사이의 회전 관계를 알아보기 위해 회전 각도를 정확히 알고 있어야 한다. 배율에 따른 상의 회전 각도를 정확히 보정하는 것을 회전 보정(rotation calibration)이라고 한다. 전자적으로 회전을 없애 주었기 때문에 배율을 바꾸어도 회전이 거의 일어나지 않는 전자현미경도 많이 있다. 이런 회전이 일어나지 않는(rotation free) 현미경에서도 실제  $10^\circ$  미만의 작은 회전이 일어나므로 정확한 회전 각도를 측정하기 위해서는 회전 보정을 해 주는 것이 좋다.

(가) 구멍투성이의 탄소 박막 시편이나 일반 시편을 사용하여 형광판에 나타난 상의 초점을 정확히 맞춘다. 대물렌즈의 큰 초점 조절 손잡이를 사용하여 렌즈의 초점을 과초점 또는 부족초점으로 바꾸면서 시편에 있는 구멍이나 가장자리 근처를 주의깊게 관찰해 보면 정초점의 아래나 위에 있을 때는 그리드나 시편의 가장자리 근처에 밝거나 어두운 프레넬 줄무늬(Fresnel fringe)가 나타난다. 대물렌즈 초점 조절 손잡이로 프레넬 줄무늬가 사라지도록 하여 초점을 맞춘다.

(나) 중간렌즈의 전류를 조절하여 배율을 바꾸면 상이 회전하게 된다. 배율을 증가시킬 때 회전 각도가 천천히 바뀌지 않고 급격히 변하는 곳이 있는지 확인한다.

(다) 시편 관찰 후, 제일 낮은 배율로 줄이고 투사렌즈의 전류를 켜고 있을 때, 형광판의 가장자리 근처에 있는 그리드 망을 보면, 본래 바르게 되어 있어야 할 그리드 망이 틀어져 있는 핀쿠션(pincushion)이나 배럴 뒤틀림(barrel distortion)이 있는지 확인한다.

(라) 다시 투사렌즈를 켜고 배율을 3,000배로 한 다음, 조명 영역이 전체 형광판에 가득 차도록 집속렌즈를 탈초점시켜 둔 후, 필라멘트의 전류를 천천히 줄여 끈다.

마. 분해능(resolution)

(1) 구면 수차와 회절에 의한 분해능

먼저 분해능을 논의하기 전에 조리개와 렌즈의 크기와의 관계를 설명하는 것이 필요하다.

그림 3.2.8.에서 보면 광축을 지나 무한대 크기의 렌즈를 지난 파는 렌즈 후방 초점 면에 있는 조리개에 의해 선택이 되는데, 조리개의 크기에 의해 렌즈의 중심에서 파가 먼저 벗어나는 정도 또는 산란 각이 결정이 되고 렌즈의 크기를 결정한다. 유한 렌즈는 무한대의 렌즈에서 이 렌즈의 후방 초점 면 즉 푸리에 공간에 가상의 조리개를 둔 것과 같다. 따라서, 유한 크기의 렌즈는 무한 크기의 렌즈에다 렌즈 후방 초점 면에 렌즈의 크기에 해당되는 가상의 조리개를 두었다고 생각하면 된다.

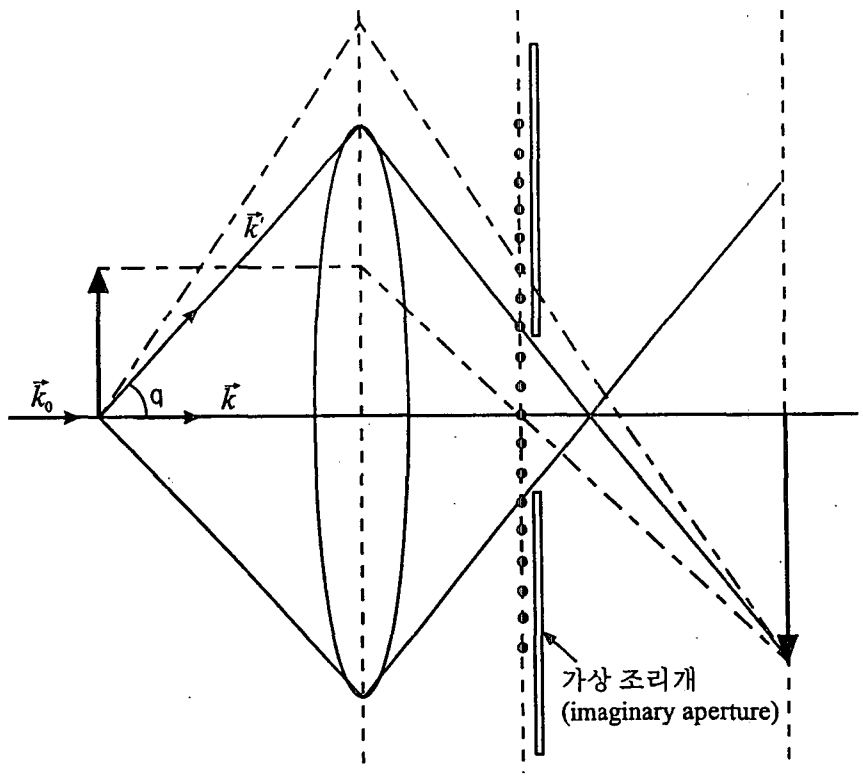
유한 렌즈의 경우 물체 상의 한 점 즉 델타 함수가 어떻게 상 면에서 결상이 되는 지 살펴보면 다음과 같다. 산란 각도가  $\theta$ 이고 이 각도가 작을 때 그림 3.2.8.에서

$$\Delta k = k' \sin \theta = k \sin \theta = \frac{\sin \theta}{\lambda} \quad (3.2.18)$$

이므로 역격자 공간 즉 푸리에 공간에서 이 가상의 조리개의 반경은

$$\Delta k = k \sin \theta \quad (3.2.19)$$

이다. 그림 3.2.9.(a)에서와 같이  $\Delta \vec{k}$  공간에서 극 좌표계를 사용하여 이 조리개를



물체 (object)      유한 렌즈 (lens)      후방 초점 면 (back focal plane)      상면 (image plane)

그림 3.2.8. 조리개와 렌즈의 크기와의 관계를 나타내 주는 그림

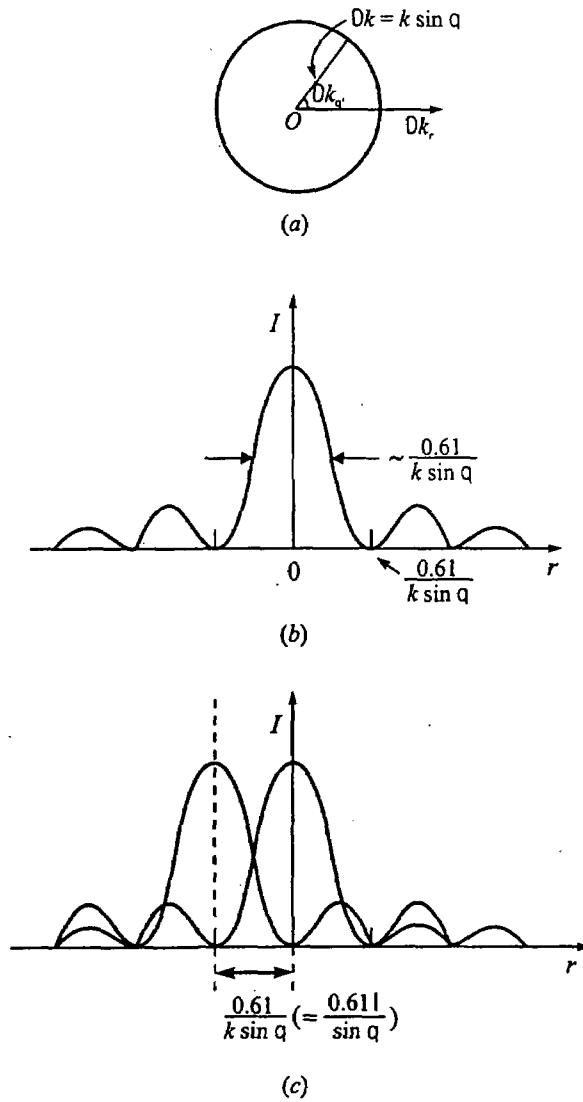


그림 3.2.9. (a) 역격자 공간에서 극 좌표계를 사용하여 나타낸 조리개  
 (b) (a)에서의 조리개에 대한 실공간에서의 강도 분포.  
 (c) 레일리 한계를 나타내주는 그림.

표시할 수 있다. 이 조리개의 투과 함수는  $\Delta\vec{k}$  공간에서

$$\phi(\Delta\vec{k}) = \phi(\Delta k_r, \Delta k_\theta) = \begin{cases} 1, & \Delta k_r \leq \Delta k = k \sin \theta \\ 0, & \Delta k_r \geq \Delta k = k \sin \theta \end{cases} \quad (3.2.20)$$

이다. 여기서  $\Delta k_r$ 과  $\Delta k_\theta$ 은  $\Delta\vec{k}$  공간에서 극 좌표계로 표시한  $\Delta\vec{k}$ 의  $r$  성분과  $\theta'$  성분이다. 상 면에서 회절 파의 크기는 푸리에 공간의 투과 함수를 푸리에 변환하여 얻어지므로

$$\psi(r, \theta') = \int \phi(\Delta\vec{k}) \exp\{-2\pi i \Delta\vec{k} \cdot \vec{r}\} d(\Delta\vec{k}) \quad (3.2.21)$$

$$\psi(r, \theta') = \pi |\Delta k|^2 \frac{J_1(2\pi r \Delta k)}{2\pi r \Delta k} \quad (3.2.22)$$

이다. 이 것의 강도 분포를 그리면 그림 3.2.9.(b)에서와 같이 실공간에서 반경이  $r = \frac{0.61}{\Delta k}$ 인 에어리(Airy) 원판을 만들고 첫 번째 강도 최소가

$$r = \frac{0.61}{\Delta k} = \frac{0.61}{k \sin \theta} = \frac{0.61 \lambda}{\sin \theta} \text{ 가 되고 최소 사이의 간격도 } r = \frac{0.61}{\Delta k} \text{ 이 된다. 그}$$

러므로, 물체 상에서 델타 함수로 표시되는 한 점은 산란 각이  $\theta$ 인 유한 크기의 렌즈를 사용하여 결상을 하면 결상 면에서 반경이  $r = \frac{0.61 \lambda}{\sin \theta}$ 인 에어리(Airy) 원판(disc)를 만들게 된다.

만일 물체 상의 또 다른 델타 함수로 표시되는 한 점이 존재할 때 이것 역시 결상 점에서 에어리 원판을 만들게 된다. 물체 상의 두 점이 점점 접근을 하게 되면 결상 면에서 이 각 점에 해당하는 에어리 원판이 점점 접근을 하게 된다. 두 에어리 원판이 접근하여 한 에어리 원판의 반경인 강도의 최소 점이 다른 원판의 중심인 강도의 최고 점이 그림 3.2.9.(c)와 같이 일치할 때를 상 면에서 두 점을 구별할 수 있는 한계가 된다고 생각하고 이 한계를 회절로 인하여 생기는 분해능의 한계로 레일리 한계(Rayleigh limit)라고 한다. 이 때 두 최고치 사이의 간격은

$\frac{0.61}{\Delta k} = \frac{0.61\lambda}{\sin \theta}$  이고 유한 크기의 렌즈로 생기는 회절 분해능의 한계는

$$\delta r = \frac{0.61\lambda}{\sin \theta} \quad (3.2.23)$$

로 표시한다. 이것은 조리개와 회절에 의해 만들어진 것이므로 조리개 또는 회절 분해능(diffraction resolution limit)이라고 한다.

물체 상에서 델타 함수로 표시하는 점은 구면 수차가 있는 렌즈의 상면(image plane)에서 혼돈 원반을 나타나게 된다. 상면에서 혼돈 원반(disc of confusion)을 물체의 면에서 원반 크기로 환산하면, 물체 면의 혼돈 원반의 반경은

$$\delta r = C_s \theta^3 \quad (3.2.24)$$

이고  $C_s$ 는 구면 수차 계수(spherical aberration coefficient)인데 전자 렌즈에서 주로 수 mm 정도되는 상수이다. 분해능은 각도에 아주 민감하게 각도의 3승에 따라 변한다. 구면 수차 계수가 1mm인 렌즈의 상면에서 원자 간격의 분해능  $r=0.1\text{nm}$ 를 얻으려면 윗 식에서 회절 각도는

$$\theta < \left(\frac{\delta r}{C_s}\right)^{1/3} = \left(\frac{10^{-10} \text{ m}}{10^{-3} \text{ m}}\right)^{1/3} = 5 \times 10^{-3} \text{ rad} = 0.3^\circ \quad (3.2.25)$$

이어야 한다. 이런 조건을 만족시키기 위하여 렌즈에 입사하는 전자의 각도를  $5 \times 10^{-3} \text{ rad} (0.3^\circ)$  이하로 제한하기 위해서 렌즈의 후방 초점면에 작은 대물 조리개(objective aperture)를 사용하는데, 다행히 입사되는 전자가 원자에 의해 산란될 때 전자의 대부분은  $1^\circ$  미만의 각도로 산란되므로, 산란된 전자 파의 강도가 그다지 약해지지는 않는다. 실제 대물 조리개는 렌즈의 초점면에 있는데 조리개(aperture)가 초점면(focal plane)에서 파를 제한하면 물체 상의 모든 점에서 광축과 어떤 각도 이상으로 회절하는 파를 제한한다. 큰 배율을 만들기 위해서는 대물 렌즈(objective lens)에 비교적 가까운 수 mm 거리에 물체를 두게 되는데 각도는 거의 결정되어 있으므로 이 거리에서 조리개의 크기가 결정된다. 예를 들어 조



리개가 물체로부터 2mm 만큼 떨어져 있다면 조리개의 반경은

$$r_{aperture} = (2 \text{ mm}) \times (5 \times 10^{-3} \text{ rad}) = 10^{-2} \text{ mm} = 10 \text{ } \mu\text{m}$$

이다.

조리개(aperture)는 렌즈가 수집하는 회절 정보 중 회절 각이 일정 값 이상인 파를 제한하므로 물체의 투과 함수의 고차(high order) 푸리에 성분을 제외시킨다. 그러므로, 조리개(aperture)를 사용하는 경우 물체의 더 세밀한 부분에 대한 정보를 잃게 되어 분해능이 나빠지게 된다. 조리개는 역격자(reciprocal lattice) 공간의 원점 즉 초점 면(focal plane)에서 초점 주위의 일정 부분에서만 전자가 투과될 수 있도록 하는 역할을 한다. 실격자와 역격자 공간은 항상 역 관계에 있으므로 역격자 공간에서 조리개가 멀리 있는 정보를 차단하는 것은 실공간에서 아주 미세한 정보를 없애는 것과 같다. 결정에서 브래그(Bragg) 회절된 빔(beam)을 보면 일반 역격자 벡터(general reciprocal lattice vector)  $\vec{g}_{hkl}^*$  이 크면 클수록  $|\vec{g}_{hkl}^*| = 1/d_{hkl}$  이므로 실격자에서  $\{hkl\}$  면 간격은 좁아질 것이다. 만일 조리개로 회절 빔(beam)보다 밖에 있는 회절 빔을 제한하면 실공간에서  $\{220\}$  면 간격보다 더 미세한 정보는 얻을 수 없다. 조리개가 제한하는 각도는 아주 작은 각도이므로,  $\sin \theta \cong \theta$ 가 되어 조리개와 회절에 의한 분해능은

$$\delta r = \frac{0.61\lambda}{\theta} \quad (3.2.27)$$

이 된다.

구면 수차(spherical aberration)에 의한 분해능과 회절에 의한 분해능은 회절 각도에 따라 서로 반대로 변한다. 위의 두 가지 영향에 의한 두 분해능(resolution limit)의 합은

$$\delta r = \left[ \left(0.61 \frac{\lambda}{\theta}\right)^2 + (C_s \theta^3)^2 \right]^{1/2} \quad (3.2.28)$$

이고, 위 값이 최소가 될 때 가장 좋은 분해능(resolution limit)을 얻는 것이다.

따라서,  $\frac{d\delta r}{d\theta} = 0$ 이 되는 각도를 계산하면, 이 때의 각도는  $\theta^* = 0.77 \frac{\lambda^{1/4}}{C_s^{1/4}}$ 이다.

이 각도 값을 위 식에 대입하면 제일 좋은 분해능 즉 최소값은

$$\delta r = 0.91(C_s \lambda^3)^{1/4} \quad (3.2.29)$$

을 얻을 수 있다. 위 식을 살펴 보면 구면 수차 계수(spherical aberration coefficient)가 작은 렌즈를 사용하면 분해능이 향상됨을 알 수 있다. 또한 가속 전압을 높여 주면 파장이 짧아지므로 역시 분해능이 향상된다. 분해능은 구면 수차 계수의 1/4 승에 비례하고 파장의 3/4 승에 비례하므로 파장을 줄이는 효과가 수차 계수를 줄이는 효과보다 훨씬 크다. 이 것이 전압을 높게 하여 높은 분해능을 얻도록 하는 고분해능 고압 전자 현미경(high-resolution high-voltage electron microscope)의 기본 원리이다.

지금까지는 간단히 회절과 구면 수차에 의한 분해능 저하만 생각하고 탈초점(defocus), 색 수차(chromatic aberration), 수렴 반각(convergence angle)에 의한 분해능은 무시하였다. 또한 시편 위에 조명되는 전자 탐침(probe)의 크기에 영향을 받는 경우도 있다. 따라서, 탐침의 기하학적인 반경( $(\delta r)_o$ ), 유한한 집속 렌즈나 조리개에 의한 혼돈 원반 반경( $(\delta r)_d$ ), 집속 렌즈의 구면 수차에 의한 혼돈 원반 반경( $(\delta r)_s$ ), 색 수차에 의한 혼돈 원반 반경( $(\delta r)_c$ )을 모두 고려한 최종 혼돈 원반의 반경  $\delta r$ 은 다음 식

$$\delta r = [ \{(\delta r)_o\}^2 + \{(\delta r)_d\}^2 + \{(\delta r)_s\}^2 + \{(\delta r)_c\}^2 ]^{1/2} \quad (3.2.30)$$

에서 구할 수 있다.

(2) 쉬르처 분해 한계(Scherzer resolution limit)

위에서는 간단히 회절과 구면 수차에 의한 분해능 저하만 생각하고 탈초점(defocus), 색 수차(chromatic aberration), 수렴 반각(convergence angle)은 무시하였다. 그러나 이런 무시한 값들이 분해능에 영향을 미칠 경우가 많으므로 고분해능 전자 현미경의 경우 이 모든 요소들을 다 고려하여야 한다. 고분해능 현미경학에서는 상에 대한 구면 수차와 탈초점의 영향을 콘트라스트 전달 함수(contrast transfer function)로 표시하고 콘트라스트 전달 함수의 절대 값이  $1/e$  보다 큰 공간 주파수(spatial frequency) 범위가 최대로 되는 때에 원점을 제외하고 처음으로 전달 함수가 0이 되는 공간 주파수에 해당하는 거리를 쉬르처 분해 한계(Scherzer resolution limit)로

$$(\delta r)_{Sch\ddot{a}rzer} = 0.66 C_s^{1/4} \lambda^{3/4} \quad (3.2.31)$$

로 정의한다. 이것에 관한 자세한 설명은 다음의 고분해능 투과 전자 현미경학에서 다룬다.

#### 바. 고분해능 투과 전자 현미경학

##### (1) 투사 전하 밀도 근사(projected charge density approximation)

정확히 초점이 맞는 프라운호퍼 상 면(Fraunhofer image plane)인 가우스 상 면(Gaussian image plane)에서 어떤 거리 만큼 떨어져 있는 면에서의 상인 약간 초점이 벗어난 상은 프레넬(Fresnel) 회절상으로 위상(phase) 정보를 얻을 수 있다. 탈초점(defocus) 상의 진폭(amplitude) 분포나 강도 분포는, 물체 위의 한 점이 탈초점 상에서 그 상의 진폭이 어떻게 변하는 지를 나타내 주는 함수와 초점이 맞는 가우스 상 면(Gaussian image plane)에 있는 상과의 콘볼루션이다. 초점이 맞는 가우스 상 면에 있는 상을 나타내는 파의 진폭은 바로 물체의 투과 함수

(transmission function)로,

$$\phi(x', y') = \phi(-x', -y') \quad (3.2.32)$$

이고, 물체 상의 한 점이 탈초점  $\Delta f$ 에 따라 상을 표시하는 파의 진폭 변화를 나타내는 함수는 콘볼루션하는 함수로

$$P_z(x', y') = ik \frac{\exp(2\pi ik \Delta f)}{\Delta f} \exp(2\pi ik \frac{x'^2 + y'^2}{2\Delta f}) \quad (3.2.33)$$

이다. 위 식에서 지수 항 앞의  $ik \frac{\exp(2\pi ik \Delta f)}{\Delta f}$  을 무시하면 탈초점 면 위에서 파의 진폭 분포는

$$\phi(x', y') = \phi(-x', -y') * \exp(2\pi ik \frac{x'^2 + y'^2}{2\Delta f}) \quad (3.2.34)$$

이다. 물체를 위상체로 생각하면, 투과 함수

$$\phi(x, y) = \exp\{i\beta(x, y)\} \quad (3.2.35)$$

에 대해 콘볼루션을 하고 탈초점 값(주로  $1\mu\text{m}$  미만)이 매우 작다고 하면 탈초점 면 위에서 파의 진폭은

$$\begin{aligned} \phi(x', y') &= \exp\{i\beta(-x', -y')\} * \exp(2\pi ik \frac{x'^2 + y'^2}{2\Delta f}) \\ &= \exp\{i\beta(-x', -y')\} \left[ 1 + \frac{\Delta f}{4\pi k} \left\{ \frac{\partial^2 \beta(-x', -y')}{\partial x'^2} + \frac{\partial^2 \beta(-x', -y')}{\partial y'^2} \right\} \right] \\ &= \exp\{i\beta(-x', -y')\} \left\{ 1 + \frac{\Delta f}{4\pi k} \nabla^2 \beta(-x', -y') \right\} \end{aligned} \quad (3.2.36)$$

이고, 탈초점 상의 강도 분포는

$$\begin{aligned} I = \phi\phi^* &= \left\{ 1 + \frac{\Delta f}{4\pi k} \nabla^2 \beta(-x', -y') \right\}^2 \\ &\cong 1 + \frac{\Delta f}{2\pi k} \nabla^2 \beta(-x', -y') \end{aligned} \quad (3.2.37)$$

이다. 여기서,

$$\begin{aligned}\nabla^2\beta(x, y) &= 2\pi k_0 \frac{\delta z}{2V_0} \nabla^2 V(\vec{r}) \\ &= -2\pi k_0 \frac{\delta z}{2V_0} \frac{\rho}{\epsilon}\end{aligned}\quad (3.2.38)$$

이며,  $k=k_0=1/\lambda$ 이므로 탈초점 면에서 파의 강도는

$$I \cong 1 - \frac{\Delta f \delta z}{2V_0} \frac{\rho(-x', -y')}{\epsilon} \quad (3.2.39)$$

로 표시한다. 위 식에서 보면 상의 강도를 그대로 나타내는 것은 각 부위의 전하 밀도  $\rho(-x', -y')$ 이다. 만일 현미경이 각 원자 하나 하나의 전하 밀도를 구별할 수 있을 정도로 분해능(resolution limit)이 좋다면, 전하 밀도가 최대가 되는 점들이 바로 원자들의 위치가 되어 각 원자들을 구별할 수 있게 된다. 즉 전자 현미경 상에서 원자의 전하 밀도 분포를 볼 수 있게 되어 원자들을 관찰할 수 있게 되는데, 이 것이 바로 고분해능 투과 전자 현미경(high-resolution transmission electron microscopy, HRTEM)의 기본 결상 원리이다. 위 식에 따르면 고분해능 현미경 상은 전자 현미경의 포텐셜  $V_0$ , 시편의 두께  $z$ , 탈초점  $f$ , 시편 내의 원자 종류 및 분포  $(-x', -y')$ 에 따라 변하게 되는 것을 알 수 있다.

더 두꺼운 시편에 대해서는  $\delta z \rightarrow 0$ 으로 하고  $\delta z$ 를 정미분(proper differential)  $dz$ 로 바꾸며 한층 한층 적분하여 물체 전체 두께  $t$ 에 이르도록 적분한다. 이렇게 하면 물체의 출구 면  $z=t$ 에서 파의 진폭은

$$\psi(x, y, t) = \exp(2\pi i \vec{k}_0 \cdot \vec{r}) \exp\left\{2\pi i \frac{k_0}{2V_0} \int_0^t V(x, y, z) dz\right\} \quad (3.2.40)$$

가 된다. 물론 정초점 상에서는 투사 전위,  $\int_0^t V(x, y, z) dz$ 에 대한 정보는 얻을 수 없지만 탈초점으로 상의 강도는

$$I = 1 - \frac{\Delta f}{2V_0} \nabla^2 \int_0^t V(-x', -y', z) dz \quad (3.2.41)$$

이 된다. 항  $\nabla^2 \int_0^t V(-x', -y', z) dz$ 은 물체의 투사 전하 밀도(projected charge density)를 표시한다. 이 경우 전하 밀도의 투사가 원자 구조를 잘 나타내도록 하기 위해서는 입사 전자 빔(beam)의 방향을 결정의 고대칭 축으로 해야 한다.

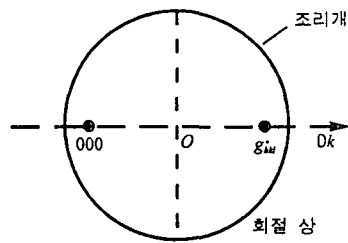
그림 3.2.10.(a)과 같이 투과 빔  $\phi_0$ 와 회절 빔  $\phi_g$  하나가 대물 조리개 내에 포함되어 상을 형성한다면 만들어 지는 상은 그림 3.2.10.(b)와 같이 격자면  $hkl$ 의 주기로 나타내는 상이다. 이것은 푸리에 공간에 있는 두 개의 빔을 각각 두 개의 델타 함수로 생각하고 렌즈가 푸리에 변환을 한다고 생각한다. 두 개의 델타 함수의 푸리에 변환은 cos 함수이기 때문에 만일 우리가  $x'$ 을  $\vec{g}_{hkl}^*$  방향으로 잡으면

$$\begin{aligned} \psi(x', y') &= \int \left\{ \delta\left(\Delta k + \frac{g_{hkl}^*}{2}\right) + \delta\left(\Delta k - \frac{g_{hkl}^*}{2}\right) \right\} \exp(-2\pi i k x' \Delta) d(\Delta k) \\ &= \exp(2\pi i x' \frac{g_{hkl}^*}{2}) + \exp(-2\pi i x' \frac{g_{hkl}^*}{2}) \\ &= 2 \cos(2\pi x' \frac{g_{hkl}^*}{2}) \end{aligned} \tag{3.2.42}$$

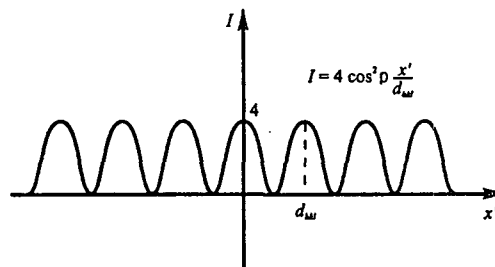
이고 강도는

$$I = 4 \cos^2(2\pi x' \frac{g_{hkl}^*}{2}) = 4 \cos^2 \pi \left( \frac{x'}{d_{hkl}} \right) \tag{3.2.43}$$

이고 상의 강도 분포는 그림 3.2.10.(c)와 같이 면 간격  $d_{hkl}$ 의 주기로  $\vec{g}_{hkl}^*$ 에 수직한 평행 줄무늬를 나타낼 것이다. 이 줄무늬를 격자 줄무늬 상(lattice fringe image)이라고 한다. 결정이 10nm 미만이고 입사 빔이 격자면에 평행하게 정렬되고 결정이 적당히 탈초점이 될 때 줄무늬의 위치는 그 면의 위치에 해당될 것이다. 그러나, 대부분의 시편은 이보다 두껍기 때문에 투사 전자 밀도와 상에서의 원자 위치와 1 대 1의 대응 관계를 잃어 버려 줄무늬의 위치가 실제 원자 면 위치에서 이



(a)



(b)

그림 3.2.10. (a) 투과 빔과 회절 빔 하나가 대물 조리개 내에 포함된 경우.

(b) (a)와 같은 대물 조리개를 이용하여 상을 형성할 때 만들어지는 상.

동된 다른 위치가 된다.

(2) 콘트라스트 전달 함수(contrast transfer function)와 외피 함수(envelope function)

(가) 콘트라스트 전달 함수(contrast transfer function)

고분해능 전자 현미경 상을 얻기 위해서는 시편의 두께가 매우 얇고, 현미경 렌즈의 수차가 매우 작고, 가속 전압과 렌즈의 전류가 안정되고 전자 빔의 정합성이 좋고 현미경의 정렬이 잘 되어 있어야 한다. 그러나 이 조건을 다 만족하여도 좋은 고분해능 전자 현미경 상을 얻기 힘들다. 좋은 전자 현미경 상을 얻고 이 상의 해석을 정확하게 하기 위해서는, 시편에서 생기는 위상차가 현미경에서 결상 시 어떤 과정을 통해서 어떻게 전달이 되는 지를 이해하고, 적당한 탈초점을 하여야 한다.

일반적인 시편은 일반 체로 생각할 수 있으므로 이 물체의 투과 함수는

$$\phi(x, y) = \exp\{-\mu(x, y)\} \exp\{i\beta(x, y)\} \quad (3.2.44)$$

이고, 이것을 테일러 급수(Taylor series)로 전개하면

$$\phi(x, y) = 1 - \mu(x, y) + i\beta(x, y) + \dots \quad (3.2.45)$$

이 된다. 이것을 원자가 규칙적으로 배열되어 있는 1차원 결정에서 공간 주파수  $\Delta k$ 를 가진 시편으로 생각하면

$$\phi(x) = 1 - \mu_{\Delta k} \cos(2\pi\Delta kx) + i\beta_{\Delta k} \cos(2\pi\Delta kx) + \dots \quad (3.2.46)$$

가 된다. 위 식의 푸리에 변환은  $\Psi(\Delta k)$ 인데 여기서 투과 빔과 강도가 제일 큰 회절 빔 2개



$$\phi(\pm \Delta k) = \frac{1}{2}(-\mu_{\Delta k} + i\beta_{\Delta k}) \quad (3.2.47)$$

만을 생각하고, 결상 면에서의 파도 투과 빔과 2개의 회절 빔에서 만들어진다고 생각하고 탈초점과 구면 수차가 있는 렌즈에서 위상 변화를 고려해 넣으면 결상 면에서 파는

$$\begin{aligned} \phi(x) &= 1 + \sum_{\pm \Delta k} \frac{1}{2}(-\mu_{\Delta k} + i\beta_{\Delta k}) T(\Delta k) \exp(2\pi i \Delta k x) \\ &= 1 + \sum_{\pm \Delta k} \frac{1}{2}(-\mu_{\Delta k} + i\beta_{\Delta k}) \exp(i\chi) \exp(2\pi i \Delta k x) \quad (3.2.48) \\ &= 1 + (-\mu_{\Delta k} + i\beta_{\Delta k}) \exp(i\chi) \cos(2\pi \Delta k x) \\ &= 1 + (-\mu_{\Delta k} + i\beta_{\Delta k}) (\cos \chi + i \sin \chi) \cos(2\pi \Delta k x) \end{aligned}$$

이고, 상 면에서의 파의 강도를 계산하면

$$\begin{aligned} I &= \phi(x) \phi^*(x) \\ &= 1 - 2 \cos \chi(\Delta k) \mu_{\Delta k} \cos(2\pi \Delta k x) - 2 \sin \chi(\Delta k) \beta_{\Delta k} \cos(2\pi \Delta k x) + \dots \quad (3.2.49) \end{aligned}$$

이다. 여기서 진폭을 나타내는 항인  $\mu_{\Delta k}(x)$ 의 앞에 있는 인자  $\cos \chi(\Delta k)$ 는 물체의 진폭을 상의 강도에 얼마나 잘 전달해 주는 지를 나타내는 인자로, 진폭 콘트라스트 전달 함수(amplitude contrast transfer function, ACTF)라고 하고, 물체의 위상인  $\beta_{\Delta k}(x)$ 의 앞에 있는 인자  $\sin \chi(\Delta k)$ 은 물체의 진폭을 상의 강도에 얼마나 잘 전달해 주는 지를 나타내는 인자로, 위상 콘트라스트 전달 함수(phase contrast transfer function, PCTF)라고 한다. 여기서 위상 콘트라스트 전달 함수는

$$\sin \chi(\Delta k) = \sin \left[ 2\pi \left\{ -\Delta f \lambda - \frac{(\Delta k)^2}{2} + C_s \lambda^3 \frac{(\Delta k)^4}{4} \right\} \right] \quad (3.2.50)$$

이고, 고분해능 전자 현미경 상에서는 물체의 위상을 이용하여 결상하므로 이 위상 콘트라스트 전달 함수가 매우 중요하다. 이 위상 콘트라스트 전달 함수가 +1이면 상의 강도가 전위(potential)가 있는 부분 즉 원자의 위치에서는 감소하므로 원자의 위치에서 주위보다 검게 된다. 전달 함수가 -1이면 상의 강도가 원자 전위 부분에서 증가하므로 원자 위치에서 주위보다 밝게 되어 원자의 투사 전위의 위치가 바

로 상의 위치가 되고, 전달 함수가 0이면 원자 전위 즉 위상에 대한 정보를 전달하지 못하므로 상에서는 원자 배열을 볼 수 없게 된다.

또한 이 위상 콘트라스트 전달 함수는  $\Delta k$ 의 함수이므로  $x$ 축을  $\Delta k$ 로 표시하고  $y$ 축에다 위상 콘트라스트 전달 함수를 그리면, 각  $\Delta k$  즉 각 역격자 공간에서 위상을 얼마나 잘 전달해 주는 것인 지를 나타내 주는 그림이 된다. 그림 3.2.11.은 가속 전압이 200 kV이고 구면 수차 계수  $C_s$ 가 0.7 mm인 JEOL JEM-2000EX 현미경의 위상 전달 함수의 변화를 각 역격자 공간 즉 공간 주파수(spatial frequency)로 나타낸 그림이다. 그림에서 콘트라스트 전달 함수(contrast transfer function, CTF)는 진동을 많이 하고 있는 가는 선으로 나타내었고, 진동없이 감쇄하는 가는 선은 외피 함수를 나타내고, 두 함수의 곱을 굵은 선으로 나타내었는데 이 곱은 전체적인 콘트라스트의 전달을 나타내고 있다. 이 전달 함수가 대물 렌즈의 초점 면에 있다고 생각하면 그림에 나타나 있는 전달 함수를 이해하기가 더 쉽다. 이 그래프의 영점에는 광축에 있는 투과 빔 000이 있다고 생각하고 각 브래그 회절 점은 이 영점에서  $\Delta k = g^*$ 에 해당되는 위치에 존재한다. 그러므로,  $\Delta k$  축 상에 있는 각 점에 해당되는 함수의 각 값들은 바로 회절상에서 그에 해당하는 위치에 있는 회절 빔이 실제로 현미경으로부터 받게 되는 영향을 그대로 나타낸 것이다.

실제 전달 함수는 비점 수차가 없으면 광축에 대해 원형 대칭을 이루게 된다. 보통 이 비점 수차는 사용자가 수정하여 없앨 수 있다. 전달 함수의 값이  $\pm 1$ 이면 이때는 전자 현미경의 렌즈가 시편에서 만들어진 위상 정보를 렌즈의 수차 등에 의한 감쇄가 없이 100% 그대로 전달하게 된다. 그러므로, 원자의 배열 즉 투사 포텐셜을 있는 그대로 결상되기 위해서는  $\Delta k$ 의 많은 부분에서 될 수 있는 대로 전달 함수의 값이  $\pm 1$ 이거나 이에 가까운 값이 되도록 하여야 한다. 이 전달 함수에 영향을 줄 수 있는 여러 변수 중에서는 대부분 현미경이나 사용 조건에 따라 고정이 되어 있어 사용자가 변화시킬 수 없으나, 유일하게 렌즈의 초점은 사용자가 원하는 대로

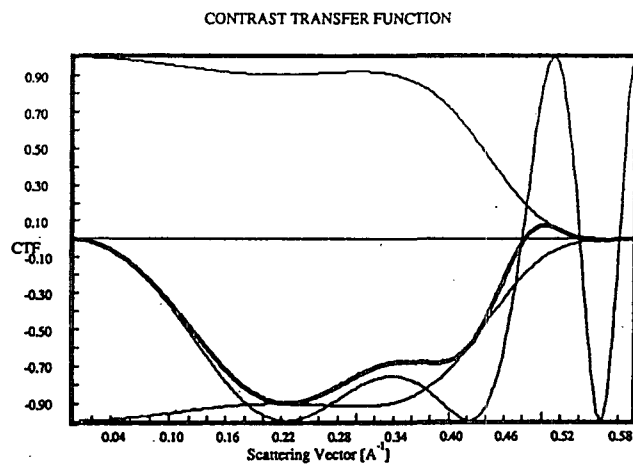


그림 3.2.11. 현미경의 위상 전달 함수.

조절이 가능한 변수이다. 그러므로, 주어진 현미경의 조건에서는 탈초점을 조절하여 전달 함수의 값이  $\pm 1$ 에 가까운 값이 되도록 한다. 전달 함수의 모든 값이 동시에  $\pm 1$ 이 될 수 없으므로 탈초점을 조절하여 전달 함수의 절대 값이  $1/e$ 보다 크게 나타나는  $\Delta k$ 의 범위가 가장 넓게 될 때의 탈초점 값을 쉬르처 탈초점(Scherzer defocus)라고 하고 이 값은

$$\Delta f_{\text{Scherzer}} = 1.15(C_s \lambda)^{1/2} \quad (3.2.51)$$

이고 구면 수차 계수와 파장에 의해 결정이 된다. 일반적으로 고분해능 상을 얻기 위한 최적의 탈초점 조건은 바로 쉬르처 탈초점(Scherzer defocus) 조건이다. 구면 수차 계수가  $0.7\text{mm}$ 이고 가속 전압이  $200\text{kV}$ 인 현미경은 전자의 파장이  $2.5 \times 10^{-3}\text{nm}$ 이므로 쉬르처 탈초점은  $1.2 \times (0.7 \times 10^6 \times 2.5 \times 10^{-3})^{1/2} = 50.2\text{nm}$ 가 된다. 그림 3.2.11.은 JEOL JEM-2000EX 현미경에서 쉬르처 탈초점 조건인 탈초점  $-50.5\text{nm}$ 에서의 콘트라스트 전달 함수를 나타낸 그림이다.

이 쉬르처 탈초점 조건에서 콘트라스트 전달 함수의 값이 원점 이외에서 처음으로 0이 되는  $\Delta k$ 에 해당하는 간격을 고분해능 전자 현미경 상에서는 분해능으로 정의하고 이를 쉬르처 분해 한계(Scherzer resolution limit)라고 부른다. 이 쉬르처 분해 한계는

$$(\delta r)_{\text{Scherzer}} = 0.66 C_s^{1/4} \lambda^{3/4} \quad (3.2.52)$$

로 계산되며 구면 수차 계수의  $1/4$  승에 비례하고 파장의  $3/4$  승에 따라 변한다. 파장을 줄이면 분해능을 향상시킬 수 있다.

(나) 쉬르처 탈초점(Scherzer defocus)과 쉬르처 분해 한계(Scherzer resolution limit)의 계산

$\chi(\Delta k)$ 가  $-120^\circ$ 와  $-60^\circ$  사이일 때, 콘트라스트 전달 함수  $\sin \chi(\Delta k)$ 가  $-1$ 에

가까운 값을 갖게 된다. 이 때  $\sin \chi(\Delta k)$ 는 비교적 넓은 범위의  $\Delta k$ 에서 큰 값을 가지기 때문이다. 또한,  $d\chi(\Delta k)/d\Delta k$ 가 0이라면  $\sin \chi(\Delta k)$ 는 거의 평평한(flat) 곡선이 된다. 따라서,

$$d\sin \chi(\Delta k)/d\Delta k = 0 \quad (3.2.53)$$

$$\chi(\Delta k) = -\frac{2\pi}{3} \quad (3.2.54)$$

의 두 조건으로부터 쉬르처 탈초점  $\Delta f_{\text{Scherzer}}$ 을 계산할 수 있고,  $\Delta f_{\text{Scherzer}}$ 는

$$\Delta f_{\text{Scherzer}} = \left(\frac{4}{3} C_s \lambda\right)^{1/2} = 1.15 (C_s \lambda)^{1/2} \quad (3.2.51)$$

이다.

이러한 쉬르처 탈초점에서,  $\chi(\Delta k)$ 가 0이 되는, 즉 콘트라스트 전달 함수  $\sin \chi(\Delta k)$ 가 공간 주파수  $\Delta k$  축과 만나는  $\Delta k$ 의 값은

$$\Delta k = \frac{2}{3^{1/4}} C_s^{-1/4} \lambda^{-3/4} \quad (3.2.55)$$

이 되고, 이 때의  $\Delta k$ 의 역수를 쉬르처 분해 한계(Scherzer resolution limit)  $(\delta r)_{\text{Scherzer}}$ 라고 하고, 그 값은

$$(\delta r)_{\text{Scherzer}} = 0.66 C_s^{1/4} \lambda^{3/4} \quad (3.2.52)$$

이다.

(다) 외피 함수(envelope function)

여러 수차와 수렴 각 분포를 지니는 현미경 전달 함수(microscope transfer function)는

$$T(\Delta \vec{k}) = \tilde{\phi}_d(\Delta \vec{k}) \exp\{i\chi(\Delta \vec{k})\} \exp\left\{-\frac{1}{2} \pi^2 (\delta f)^2 \lambda^2 (\Delta k)^4\right\} \exp\left(-\pi^2 \frac{a^2}{\lambda^2} q\right)$$

(3.2.56)

이고 여기서

$$q = (-\Delta f \lambda \Delta k + C_s \lambda^3 \Delta k^3)^2 \quad (3.2.17)$$

이고, 탈초점과 구면 수차에 의한 위상 차

$$\chi(\Delta \vec{k}) = 2\pi \left\{ -\Delta f \lambda \frac{(\Delta k)^2}{2} + C_s \lambda^3 \frac{(\Delta k)^4}{4} \right\} \quad (3.2.14)$$

의 영향은 앞의 콘트라스트 전달 함수로 나타내었다. 위의 식에서 렌즈의 색 수차에 의한 세 번째 항  $\exp\left\{-\frac{1}{2}\pi^2(\delta f)^2\lambda^2(\Delta k)^4\right\}$ 은 가우시안 감폭 함수로 표시되어 있고 이 함수를  $\Delta k$ 에 따라 그리면 콘트라스트 전달의 대략적인 결 모양을 나타내기 때문에 이 함수를 외피 함수(envelope function)라고 한다. 입사 빔의 수렴 각 분포 때문에 생기는 영향은 네 번째 항  $\exp(-\pi^2\frac{\alpha^2}{\lambda^2}q)$ 에서 또한 가우시안 함수로 표시되어 있고, 이 함수도 역시 또 하나의 외피 함수가 된다. 이 두 함수의 곱도 역시 외피 함수가 되는데 그림 3.2.11.에서 이 외피 함수가 높은 공간 주파수에서 급격히 감쇄되는 모습을 가는 선으로 나타내었다. 이 외피 함수의 역할은 높은 공간 주파수에서 전달 함수를 급격히 감쇄시키는 역할을 한다. 이 그림에서는 1mrad의 대단히 작은 수렴 반각에서도 높은 공간 주파수에서는 전달 함수가 급격히 감쇄함을 보여 준다. 그러므로, 좁은 간격에 해당하는 높은 공간 주파수에서는 콘트라스트 전달 함수의 절대 값이 크도록 탈초점을 잘 조절하여 분해능을 향상하고자 하여도, 외피 함수의 감쇄 영향으로 실제 콘트라스트의 전달이 잘 되지 않아 상에서는 분해능 향상이 조금 밖에 되지 않는다. 즉 궁극적인 현미경의 분해능은 색 수차와 수렴 각 때문에 생기는 외피 함수의 감쇄의 시작을 비교적 크게 어디서 하느냐에 달려 있다. 그림 3.2.11.에서 실제적인 콘트라스트 전달은 콘트라스트 전달 함수와 외피 함수의 곱으로 표시되고 굵은 선으로 나타내었다. 이 곱한 함수는 공

간 주파수가 높은 경우 전체적인 대략의 모양을 나타내는 외피 함수의 영향으로 상당한 감쇄 효과를 나타낸다.

이 외피 함수의 감쇄 효과는 상당하여 어떤 공간 주파수 즉  $\Delta k$  이상에서는 원자에서 생기는 위상 변화를 결상 과정에서 전혀 전달을 하지 못하게 하므로 실제 물리적인 조리개가 없을 지라도 현미경의 결상시 렌즈 후방 초점 면에 가상의 조리개가 존재하는 것과 같은 효과를 지닌다. 또한 실제적인 조리개나 유한 렌즈의 영향

$$T(\Delta \vec{k}) = \tilde{\phi}_d(\Delta \vec{k}) \quad (3.2.57)$$

도 하나의 외피 함수로 나타낼 수 있고 가상의 조리개와 같은 효과를 나타낸다.

### (3) 관찰할 재료의 원자간 거리에 최적의 결상 조건

탈초점을 쉬르처 탈초점보다 음으로 계속 증가시키면 콘트라스트 전달 함수는 진동을 심하게 하게 되고 전달 함수의 값이 처음을  $\pm 1$ 이 되는  $\Delta k$ 의 값이 점차 감소하게 된다. 탈초점을 음으로 계속 증가시켜도 마치 쉬르처 탈초점과 같이 콘트라스트 전달 함수의 절대 값이  $1/e$ 보다 크게 나타나는  $\Delta k$ 의 범위가 넓게 나타나는 탈초점이 계속 있게 된다. 이 탈초점은

$$\Delta f_n = \left( \frac{8n+3}{2} C_s \lambda \right)^{1/2} \quad (3.2.58)$$

이고 여기서  $n$ 은 정수이고  $n=0$ 일 때가 바로 쉬르처 탈초점이다. 또한  $n$ 은 콘트라스트 전달 함수 절대 값이  $1/e$ 보다 큰  $\Delta k$ 의 범위가 넓게 나타나는 밴드보다,  $\Delta k$ 의 값이 작은 공간 주파수에서 전달 함수의 값이  $\pm 1$ 이 되는 곳의 개수이다.

쉬르처 탈초점 조건에서 결상을 하면 원자의 투사 포텐셜이 최대의 공간 주파수 범위 내에서 상으로 전달 되기 때문에, 일반적으로 고분해능 상은 이 조건에서 결상을 하게 된다. 그러나, 이 때의 분해능의 한계는 쉬르처 분해 한계이다. 쉬르처

탈초점보다 더 음으로 탈초점을 잘 조절하여 콘트라스트 전달 함수의 절대 값이  $1/e$ 보다 큰  $\Delta k$ 가 넓은 범위에서는 생기지 않아도, 회절상의 브래그 회절 점에 해당하는  $\Delta k$ 에서만이라도 콘트라스트 전달 함수가 같은 부호로 각각 큰 절대 값을 가지도록 하면, 각 회절 빔이 렌즈에 의해 결상이 될 때 콘트라스트를 잘 전달하게 되므로 원자의 위치가 그대로 상에 나타나게 된다. 이렇게 각 브래그 회절 점이 콘트라스트를 잘 전달 할 수 있도록 조절한 탈초점을 관찰할 재료의 원자간 거리에 최적의 결상 조건이라고 하고

$$\Delta f_{\text{optimum}} = \frac{2d^2}{\lambda} \left[ (n+0.115) + \frac{C_s \lambda^3}{4d^2} \right] \quad (3.2.59)$$

로 주어지고 여기서  $n$ 은 정수이고 면 간격  $d$ 는 첫번째 브래그 회절 점을 만드는 결정의 격자면 간격이다. 당연히 관찰할 재료의 원자간 거리에 최적의 결상 조건은 결정의 면 간격에 따라 달라진다.

관찰할 재료의 원자간 거리에 최적의 결상 조건으로 결상을 하면 쉬르처 분해 한 계보다 더 작은 간격에 대한 정보를 지닌 고분해능 전자 현미경 상을 얻을 수 있는 장점이 있고, 이 결상 방법은 비교적 상에서 거의 원자의 위치를 그대로 정확히 파악할 수 있다.

그리고, 콘트라스트 전달 함수가 0이 되는  $\Delta k$ 의 값은

$$n\pi = \chi(\Delta \vec{k}) = 2\pi \left\{ -\Delta f \lambda \frac{(\Delta k)^2}{2} + C_s \lambda^3 \frac{(\Delta k)^2}{4} \right\} \quad (3.2.60)$$

에서 구할 수 있고, 전달 함수 값이 0이면 콘트라스트를 전혀 전달하지 못 한다. 위 식은 탈초점에 따라 달라지므로 콘트라스트가 0이 되는  $\Delta k$  값들을 측정하여, 이 값과 콘트라스트 전달 함수를 비교하여 탈초점 값을 알아낼 수 있다. 이 탈초점을 측정하기 위해서는 고분해능 상에 반드시 시편 가장자리에 있는 비정질 상을 포함시키고, 이 비정질 상이 있는 음화 필름을 광학 회절기에서 회절시킨 이 광학 회절상에서 콘트라스트 전달이 0이 되어 강도가 0이 되는  $\Delta k$ 를 측정한다.



## 2. 연구결과

가. 투과전자 현미경의 분해능을 저해하는 요소 최소화.

현미경의 분해능을 저해하는 색수차, 구면수차, 비점수차 등을 최소화하고, 시편의 drift, 현미경의 진동, 냉각수에 의한 진동, 자기장의 영향을 최소화한다. 이를 위해 비정질 Si 고분해능상과 이를 푸리에변환시킨 회절상을 이용한 비점수차 및 시편 drift 보정 기술을 개발하고 이로부터 비점수차 및 시편 drift를 제거하여 분해능을 저해하는 요소를 제거한다.

### (1) 투과전자현미경의 수차 정열 기술 개발

현미경의 분해능을 저해하는 여러 수차 중 비점수차는 현미경 조작자가 조작여부에 따라 완전히 제거 할 수 있는 것이므로 분해능 향상을 위해서는 비점수차 제거 및 보정 기술의 개발 및 확보가 필수적이다. 그러나 현미경 관찰 시에는 투과전자 현미경 장비 특성상 비점수차의 제거 여부를 정량화 할 수 없다. 따라서 본 연구에서는 Si 비정질 고분해능상과 이를 푸리에 변환시킨 회절상을 이용하여 현미경의 분해능을 저해하는 비점수차 제거를 정량화하고 수차를 최소화 및 제거하는 기술을 개발하였다.

비정질 고분해능상의 푸리에 변환된 회절상은 회절원으로 나타난다. 여기서 투과빔에서 회절원 끝까지의 거리가 고분해능 투과전자현미경을 이용하여 얻을 수 있는 정보의 한계를 나타낸다. 투과전자 현미경에서 비점수차가 존재하지 않는 경우 비정질의 회절상은 완전한 원형으로 나타나며, 수차가 존재하는 경우에는 완전한 원형이 아닌 한쪽으로 치우친 타원 형태의 회절상이 얻어진다. 따라서, 타원 형태의

회절상은 시편의 정보를 100% 전달할 수 없으며 시편의 정확한 정보를 고분해능 상에서 얻을 수 없게 된다. 따라서 분해능 향상을 위해서는 수차를 제거하여 완전한 원 형태의 비정질 회절상이 얻어지는 조건에서 원자간 배열을 관찰 할 수 있는 고분해능 상을 얻어야만 왜곡된 정보없이 재료의 정확한 정보를 얻을 수 있다. 결국, 투과 전자현미경 연구에 있어서 비점 수차의 제거는 필수 적이며 중요한 기술이 된다.

#### (가) 연구수행방법

본 연구에서는 As ion이 주입된 비정질 Si 재료를 이용하여 투과전자현미경 시편을 제작하였다. 시편은 일반적인 시편제작법으로 기계적 연마 후 5kV, 0.6mA 조건에서 Ar ion 연마를 하였다. 제작된 비정질 Si 시편은 가속전압 200kV인 JEOL JEM2000EX 투과전자현미경에서 비점 수차 level을 변화시키면서 고분해능 상을 얻었다. 얻어진 Si 비정질 고분해능상은 digital image로 변환 후 Scion image program을 이용하여 FFT(Fast Fourier Transformation) 변환된 회절상을 얻었다.

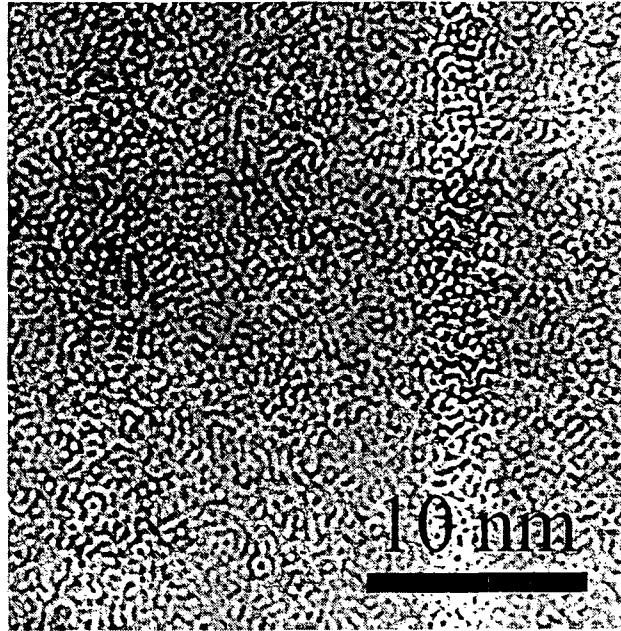
#### (나) 연구내용 및 결과

비점 수차 제거 여부를 정량화 시키기 위해 우선 가속 전압 200kV(분해능 0.21nm) 고분해능 투과전자현미경에서 쉬르켜 탈초점 조건으로 탈초점을 맞춘후 비점 수차 level을 변화시키면서 Si 비정질의 고분해능상을 배율 500,000 배에서 얻었다.

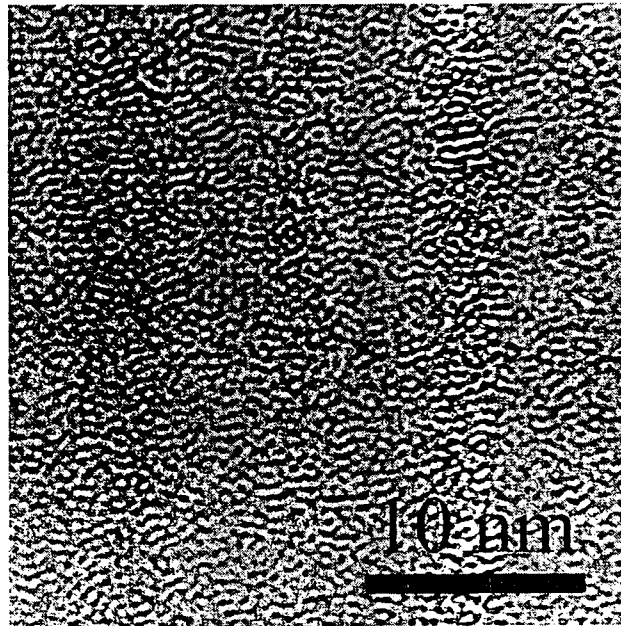
그림 3.2.12는 투과전자현미경의 비점 수차 level을 변화시키면서 얻은 Si 비정질의 고분해능 상이다. 고분해능상에서 보여지는 Si 비정질의 image만으로는 정확

한 수차 제거 여부를 확인할 수 없다. 따라서 Si 비정질 고분해능 상의 비점수차 보정의 정량화를 위해 앞에서 얻은 Si 비정질 고분해능상을 digital image화 시켜 Scion Image program를 이용하여 FFT(Fast Fourier Transformation)을 시켜 회절상을 얻었다.

그림 3.2.13은 그림 3.2.12의 Si 비정질 고분해능상을 FFT 변환시킨 회절상이다. 그림 3.2.13의 회절상에서 알 수 있듯이, 수차가 제거되지 않은 회절상은 원형이 아닌 찌그러진 타원형인 것을 알 수 있다. 그림 3.2.13에서 수차가 제거 된 회절상은 찌그러짐 없는 완전한 원형 회절상을 보여주며 이 조건에서 비점수차가 완전히 제거되어 있음을 정량적으로 나타낸다. 따라서 본 연구에서는 현미경의 분해능 보다 작은 원자간 거리를 관찰하기 위해서 정확한 수차의 정렬이 필요하며 Si 비정질 상과 그 회절상을 이용하여 정확한 수차 정렬을 할 수 있는 기술을 확보 하였다.

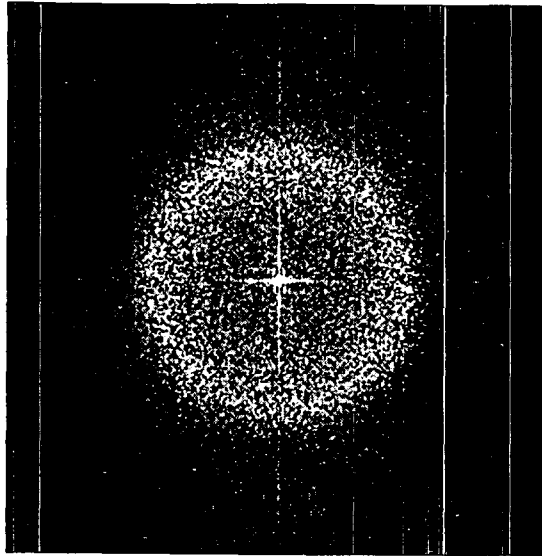


(a)

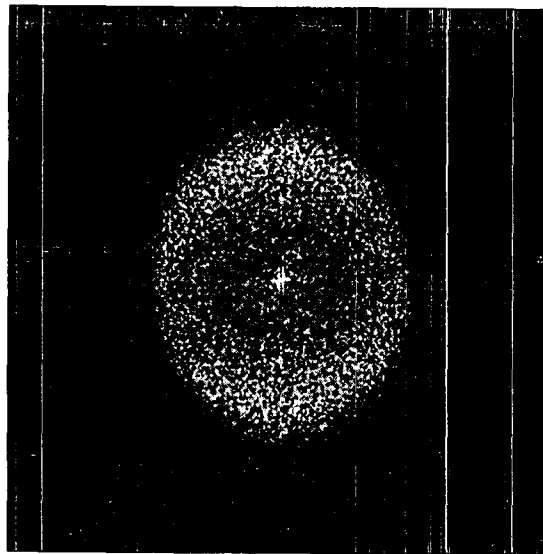


(b)

그림 3.2.12 비정질 Si 의 고분해능상; (a) 비점수차가 제거된 고분해능상, (b) 비점수차가 제거되지 않은 고분해능상



(a)



(b)

그림 3.2.13 비정질 Si 고분해능상의  
FFT(Fast-Fourier Transformation) 회  
절상: (a) 비점수차가 제거된 FFT 회절  
상 (b) 비점수차가 제거되지 않은 FFT  
회절상

## (2) 탈초점 변화에 따른 콘트라스트 전달 함수(CTF)의 변화

콘트라스트 전달함수는 앞에서 설명한 것과 같이 탈초점의 함수가 된다. 그리고, 콘트라스트 전달 함수의 강도에 의해 고분해능의 결상 강도가 정해지기 때문에 실제 투과 전자 현미경의 분해능 보다 작은 면간거리를 가지는 재료를 관찰하기 위해서는 쉬르처 조건보다 더 많이 탈초점을 변화시켜야 한다.

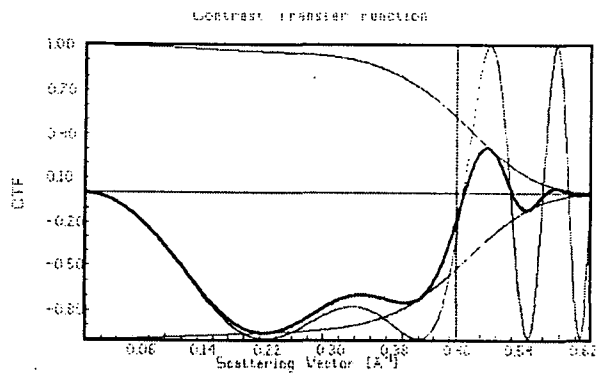
### (가) 연구수행방법

본 연구에서는 본 연구에 사용된 투과전자현미경 JEOL JEM2000EX (200kV)의 여러 정보 즉, 구면수차계수( $C_s=0.7$ ), 수렴각(convergence angle=0.1 mrad) 등을 앞에서 설명한 CTF 식에 대입 후 탈초점만을 변화시켜 공간주파수에 대한 CTF의 강도변화를 구하였다.

### (나) 연구내용 및 결과

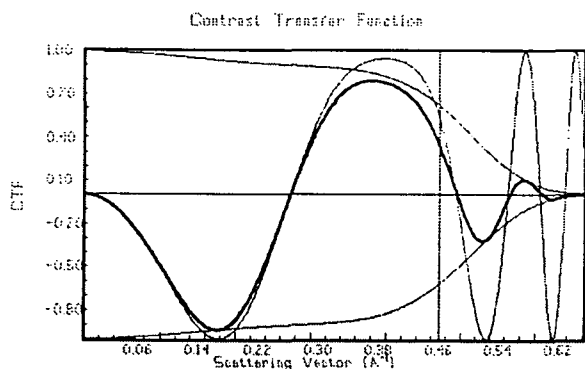
그림 3.2.14에서 탈초점 변화에 따른 콘트라스트 전달 함수의 변화를 plot 하였다. 그림 3.2.14 (a)는 JEOL JEM2000EX (200kV) 투과전자현미경의 쉬르처 탈초점 조건인  $-502\text{\AA}$ 에서의 산란벡터에 따른 콘트라스트 전달 함수이고, 나머지는 탈초점 값을 각각  $-700\text{\AA}$ ,  $-900\text{\AA}$ ,  $-1100\text{\AA}$ ,  $-1300\text{\AA}$ ,  $-1500\text{\AA}$  탈초점에서의 콘트라스트 전달 함수이다. 그림에서 현미경의 분해능인  $2.1\text{\AA}$  (산란벡터  $0.476\text{\AA}^{-1}$ ) 지점을 점선으로 표시하였다. 쉬르처 조건에서는  $2.1\text{\AA}$  보다 작은 면간 거리의 정보는 콘트라스트 전달 함수 값의 강도가 급격히 감소되기 때문에 나타날 수 없지만 탈초점 값이 변화함에 따라  $2.1\text{\AA}$  이하의 면간 거리에서도 높은 강도를 가지고 있으며 이

는 고분해능 결상을 가능하게 한다. 즉 이론적이 CTF 값을 이용하면 실제 투과전자 현미경의 장비분해능 보다 향상된 분해능을 얻을수 있는 이론적 토대를 구축하였다.



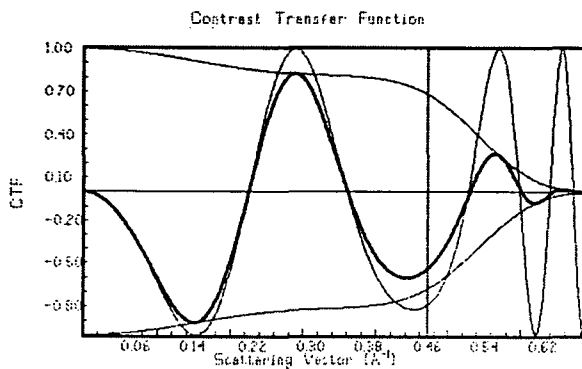
Accel.Voltage = 200.0 kV  
 Spher. Abber. = 0.7 mm  
 Obj. Lens Def. = -502 Å  
 Delta = 50 Å  
 Div. Angle (Half) = 100 mrad

(a)



Accel.Voltage = 200.0 kV  
 Spher. Abber. = 0.7 mm  
 Obj. Lens Def. = -700 Å  
 Delta = 50 Å  
 Div. Angle (Half) = 100 mrad

(b)



Accel.Voltage = 200.0 kV  
 Spher. Abber. = 0.7 mm  
 Obj. Lens Def. = -900 Å  
 Delta = 50 Å  
 Div. Angle (Half) = 100 mrad

(c)

그림 3.2.14 탈초점 값의 변화에 따른 콘트라스트 전달함수의 변화: (a)  $-502\text{Å}$ , (b)  $-700\text{Å}$ , (c)  $-900\text{Å}$



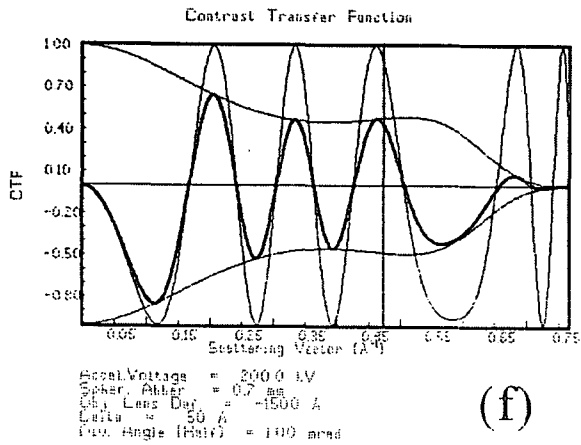
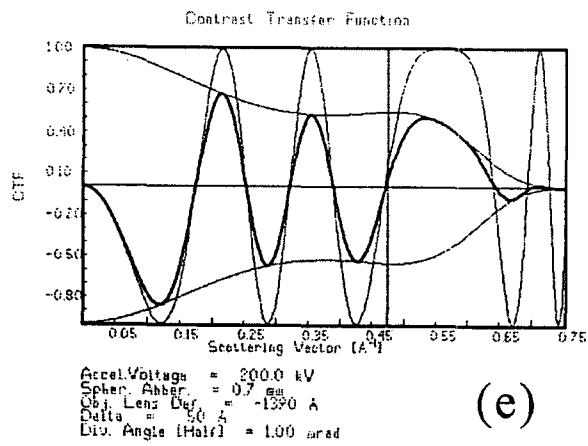
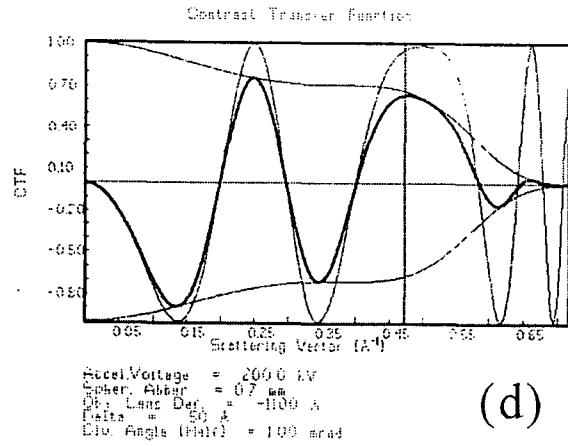


그림 3.2.14 탈초점 값의 변화에 따른 콘트라스트 전달함수의 변화: (d)  $-1,100 \text{\AA}$ , (e)  $-1,300 \text{\AA}$ , (f)  $-1,500 \text{\AA}$

### (3) 탈초점 값의 정량화 및 최적 결상기술 개발

탈초점 값 변화에 따른 콘트라스트 전달함수(CTF)에서의 위상 강도 변화를 이용하면 현미경의 장비 분해능 ( $200\text{kV}=0.21\text{nm}$ )보다 작은 원자간 거리에서 위상 강도가 강해져 분해능을 향상시킬수 이론을 앞에서 설명하였다. 이러한 이론을 실제 투과전자현미경에 적용하기 위해서는 정량화된 탈초점 값을 얻는 기술을 선행되어야 한다. 따라서 본 연구에서는 비정질 Si 고분해능상을 FFT 변환시킨 회절상과 콘트라스트 전달함수를 이용하여 탈초점 값을 정량화 하였다. 또한 이를 적용시킨 관찰하고자 하는 원자간 거리에 최적의 결상기술을 개발하였다.

#### (가) 연구수행방법

본 연구에서는 As ion이 주입된 비정질 Si 재료를 이용하여 투과전자현미경 시편을 제작하였다. 시편은 일반적인 시편제작법으로 기계적 연마 후  $5\text{kV}$ ,  $0.6\text{mA}$  조건에서 Ar ion 연마를 하였다. 제작된 비정질 Si 시편은 가속전압  $200\text{kV}$ 인 JEOL JEM2000EX 투과전자현미경에서 탈초점 값을 변화시키면서 고분해능 상을 얻었다. 얻어진 Si 비정질 고분해능상은 digital image로 변환 후 Scion Image program을 이용하여 FFT(Fast Fourier Transformation) 변환된 회절상을 얻었다.

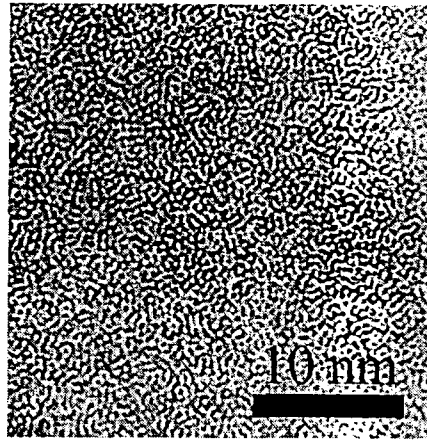
#### (나) 연구내용 및 결과

앞에서 설명한 비정질 Si 고분해능상의 FFT 변환된 회절상과 콘트라스트 전달함수를 이용하여 탈초점 변화에 따른 콘트라스트전달함수(CTF)값 변화와 실제 회절상의 변화를 비교하여 본 연구에서 개발된 분해능 향상 기술을 실제 투과전자현미경

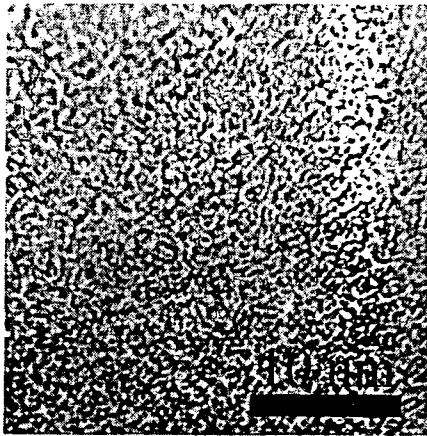
에 적용하고자 한다.

그림 3.2.15는 탈초점 값을 변화시켜 가면서 얻은 Si 비정질 고분해능상이다. 그림 3.2.16은 그림 3.2.15의 고분해능상을 푸리에 변환시킨 회절상이다. 우선 각 고분해능상의 탈초점 값을 정량화 시키기 위해 Si 단결정의 고분해능상을 얻은 후 이를 다시 푸리에 변환시킨 회절상을 얻었다.

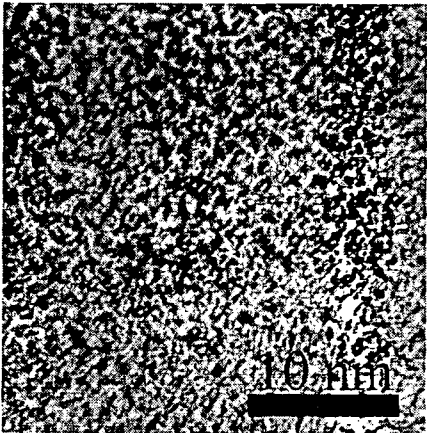
Si 단결정의 푸리에 변환시킨 회절점과 비교하여 각 비정질의 회절상에서 첫 번째 회절원 까지의 거리(역격자 공간의 거리, 실격자 공간의 거리)를 구하였다. 그림 3.2.16 (a), (b), (c)에서 구한 각각의 첫 회절원 까지의 역격자 및 실격자 거리는  $2.09\text{\AA}$  ( $0.478\text{\AA}^{-1}$ ),  $3.86\text{\AA}$  ( $9.259\text{\AA}^{-1}$ ),  $5.71\text{\AA}$  ( $0.175\text{\AA}^{-1}$ ) 이다. 이렇게 구해진 회절원의 거리와 콘트라스트 전달함수와의 비교를 통해 그림 3.2.14의 고분해능상의 탈초점 값을 정량화 하였다. 그림 3.2.17는 이와 같은 방법을 나타낸 것으로 그림 3.2.16에서 계산된 역격자 거리를 계산하여 CTF 함수와 matching 시킨 것으로 CTF의 강도가 처음으로 0이 되는 값과 Si 비정질의 첫 회절원의 강도가 0이 되는 곳이 일치 할때의 탈초점 값을 구하였다. 각각의 탈초점 값은  $-502\text{\AA}$ ,  $-740\text{\AA}$ ,  $-1410\text{\AA}$  으로 실제 관찰된 고분해능상의 정확한 탈초점 값을 정량화 하였다. 이와 같이 탈초점값을 정량화 함으로써 원자간 거리에 최적인 결상 기술을 실제 투과전자현미경 결상에 적용할 수 있는 필수 기술을 개발하였다.



(a)

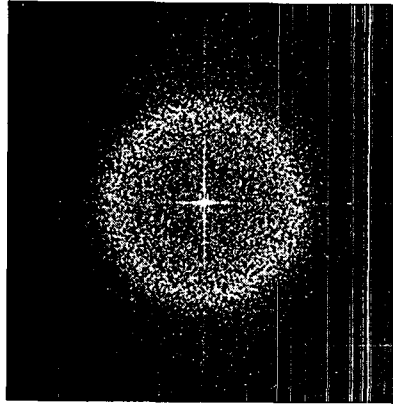


(b)

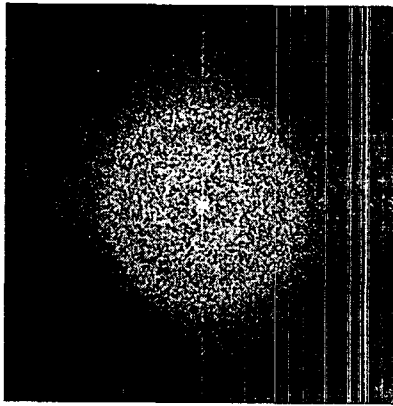


(c)

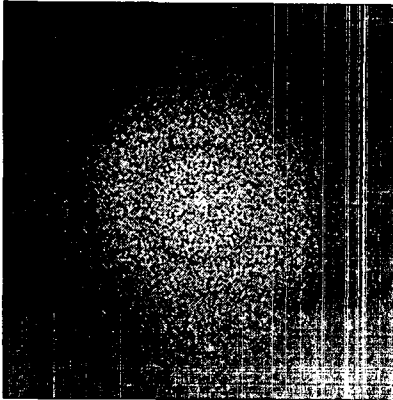
그림 3.2.15 탈초점을 변화시키  
면서 관찰한 비정질 Si 고분해  
능상



(a)

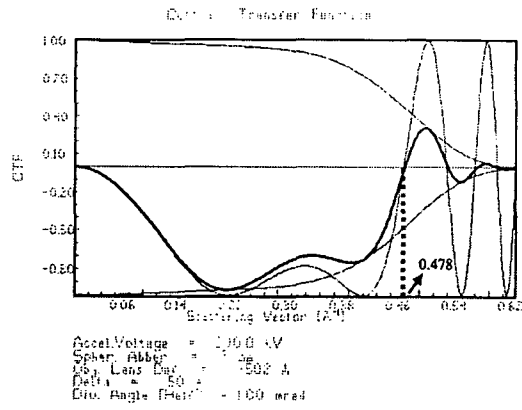
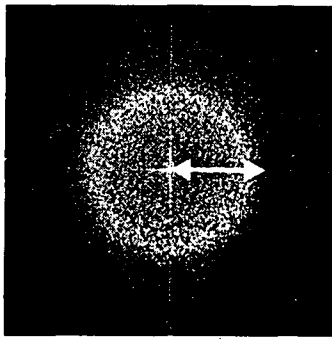


(b)

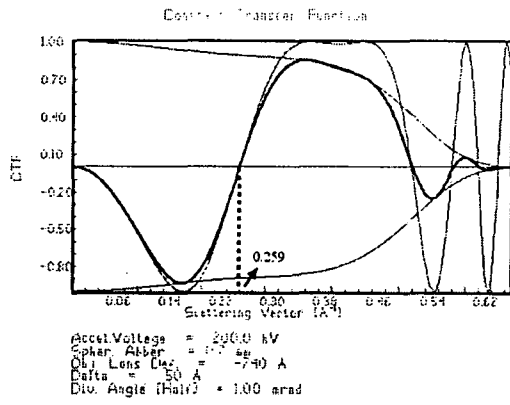
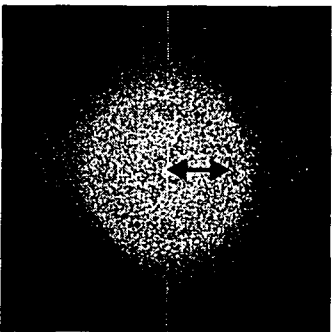


(c)

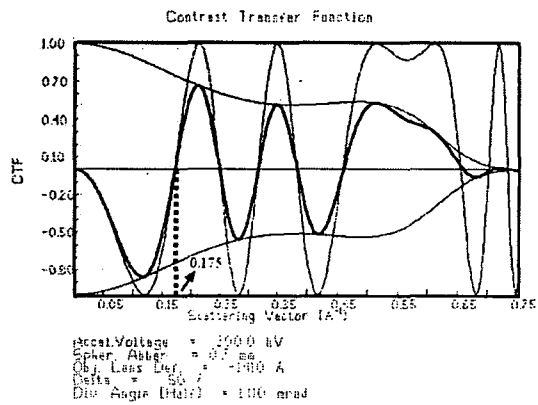
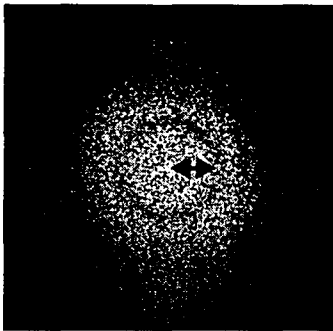
그림 3.2.16 탈초점을 변화시키면서 관찰한 그림 3.2.15의 비정질 Si 고분해능상의 FFT 회절상



(a)



(b)



(c)

그림 3.2.17 비정질 Si의 FFT 회절상과 콘트라스트 전달함수의 변화를 이용한 탈초점 값의 정량화; 정량화된 탈초점 값은 각각 (a) -502Å, (b) -740Å, (c)-1410Å

#### (4) 관찰하고자하는 원자간 거리에 최적인 결상 기술의 실제 적용

##### (가) 연구수행방법

앞에서 이론적으로 구해지는 현미경의 콘트라스트 전달 함수의 특성과 실제 현미경으로 관찰된 비정질 고분해능 상의 푸리에 변환 회절상의 특성이 일치되고 탈초점 값의 정량화가 가능하게 되었으므로 관찰하고자 하는 원자간 거리에 최적인 결상 기술을 실제 재료에 적용하여 최적 결상 조건을 이용하여 실제 현미경(JEOL JEM2000EX, 200kV)의 분해능 ( $2.1\text{\AA}$ ) 보다 적은 면간거리를 가지는 재료의 고분해능상을 얻고자 하였다.

##### (나) 연구내용 및 결과

###### ① 관찰할 재료의 선택

본 연구에서는 사용된 투과전자현미경의 장비 분해능  $2.1\text{\AA}$  보다 원자간 거리가 작고 현재 반도체 공정에서 많이 사용되는 재료들을 선택하였으며, 사용된 재료들의 구조와 격자상수는 표 2.1과 같으며 재료의 면간거리를 표 2.2에 표시하였다.

###### ② 관찰할 원자간 재료에 최적인 결상기술에 의한 탈초점 계산 및 콘트라스트 전달 함수

각 재료들의 면간거리에 최적인 결상조건이 적용되는 탈초점 값은 앞의 계산식에 의해 다음과 같이 계산된다.

표 3.2.1 관찰할 재료의 구조 및 격자상수

Materials	Structure	Lattice constant
Cu	Face-centered cubic (FCC)	3.6 Å
Ni	Face-centered cubic (FCC)	3.524 Å
Au	Face-centered cubic (FCC)	4.08 Å
CoGa	Simple cubic (CsCl structure)	2.878 Å



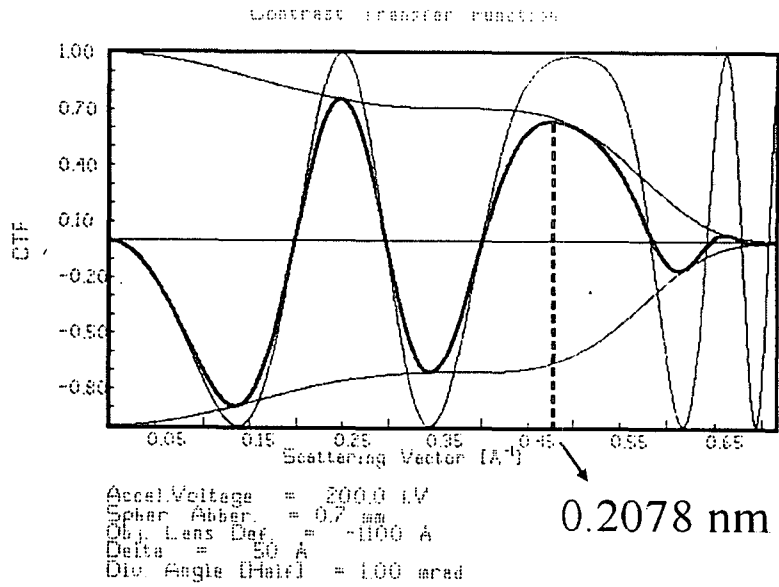
표 3.2.2 관찰할 재료의 면간거리

Materials	plane	interplanar distance
Cu	Cu {111}	2.078 Å
	Cu {200}	1.800 Å
Ni	Ni {111}	2.035 Å
Au	Au {200}	2.04 Å
CoGa	CoGa {111}	1.662 Å

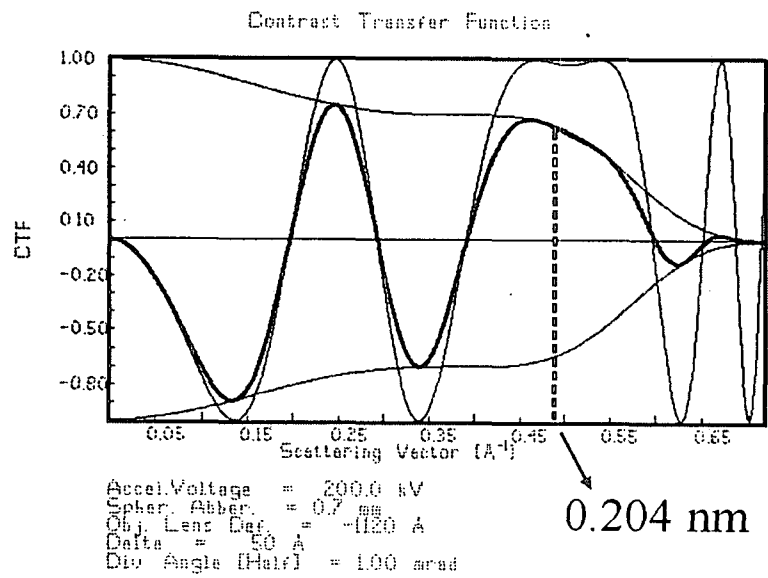
※ 본 연구에 사용된 투과전자현미경의 분해능: 2.1 Å (가속전압 200kV)

Cu (111)    탈초점 값: -1,100 Å  
Au (200)    탈초점 값: -1,120 Å  
Ni (111)    탈초점 값: -1,120 Å  
Cu (200)    탈초점 값: -1,390 Å  
CoGa (111) 탈초점 값: -1,654 Å

그림 3.2.18 (a)-(d)에서는 각각 재료의 탈초점 값 대한 콘트라스트 전달 함수를 구하였으며 콘트라스트 전달함수 plot에 각각 재료들의 면간거리를 표시하였다.

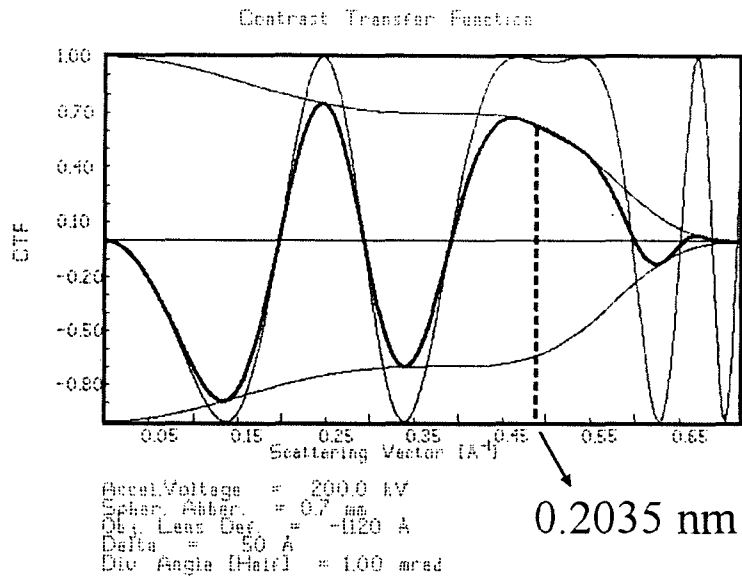


(a)

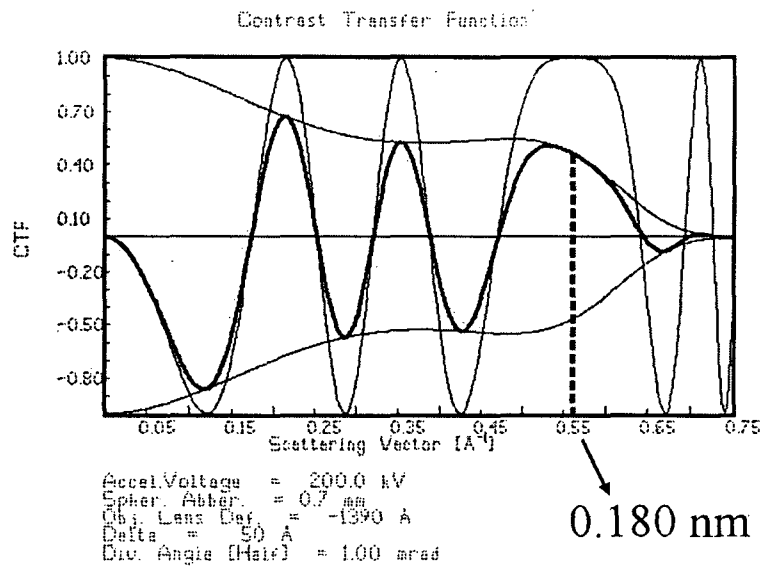


(b)

그림 3.2.18 (a) Cu (111), (b) Au (200) 면간거리에 최적  
결상조건인 탈초점에서의 CTF plot



(c)



(d)

그림 3.2.18 (c) Ni (111), (d) Cu (200) 면간거리에 최적  
결상조건인 탈초점에서의 CTF plot

### ③ 투과전자현미경 고분해능상

가속전압 200kV 인 투과전자현미경(장비 분해능: 0.21 nm)을 이용하여 장비 분해능 보다 작은 원자간 거리의 고분해능 상을 얻기 위해 원자간 거리에 맞는 최적의 결상기술을 사용하였으며 앞에서 관찰할 재료들의 최적 탈초점 값을 사용하였다.

그림 3.2.19, 3.2.20, 3.2.21, 3.2.22, 3.2.23은 최적의 결상조건을 사용하여 얻은 고분해능 상들이다. 그림 3.2.19는 Cu(격자상수  $a=0.3600$  nm)를 [110] 방향에서 관찰한 고분해능 상으로 원자들이 점으로 분리되어 나타나 있는 것을 알 수 있다.

여기서 Cu {111} 면 간격( $d_{hkl} = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ )은 0.2078 nm으로 장비 분해능 0.21 nm 보다 작다. 그림 3.2.20은 Au을 [001] 방향에서 관찰한 고분해능 상으로 원자들이 점으로 분리되어 나타나 있고 Au {200} 면 간격은 0.204 nm으로 장비분해능 0.21 nm보다 작다. 그림 3.2.21은 Ni(격자상수  $a=0.3524$  nm)를 [110] 방향에서 관찰한 고분해능 상으로 원자들이 점으로 분리되어 나타나 있다. 여기서 Ni {111} 면 간격( $d_{hkl} = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ )은 0.2035 nm으로 장비 분해능 0.21 nm보다 작다. 그림 3.2.22는 Cu를 [001] 방향에서 관찰한 고분해능 상으로 원자들이 점으로 분리되어 나타나 있다. 여기서 Cu {200} 면 간격( $d_{hkl} = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ )은 0.1800 nm으로 장비 분해능 0.21 nm보다 작다.

그림 3.2.23는 GaAs 기판 위에 CoGa 박막이 증착된 단면 투과전자 현미경 사진이다. GaAs(격자상수  $a=0.5650$  nm) 기판 위에 한 개의 GaAs 격자 간격에 두께의 금속 격자 간격이 일치하도록 하기 위해 격자상수가 GaAs의 반이 되는 금속인 CoGa(격자상수  $a=0.2878$  nm)을 분자선 에피택시 방법으로 성장시킨 시편을 [110] 방향에서 관찰한 고분해능 상이다. 그림 3.2.24는 그림 3.2.23를 확대한 사진으로 CoGa의 {111} 면간 각도는  $70.32^\circ$ 이고, {111} 면 간격( $d_{hkl} = a / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ )이

0.1662 nm로 장비분해능(0.21 nm)보다 매우 작지만 원자들이 분리된 점으로 나타나 있다. 따라서 본 연구의 목표(0.17 nm)보다 더 작은 원자간 거리(0.1662 nm)를 관찰함으로써 목표를 초과 달성하였다.

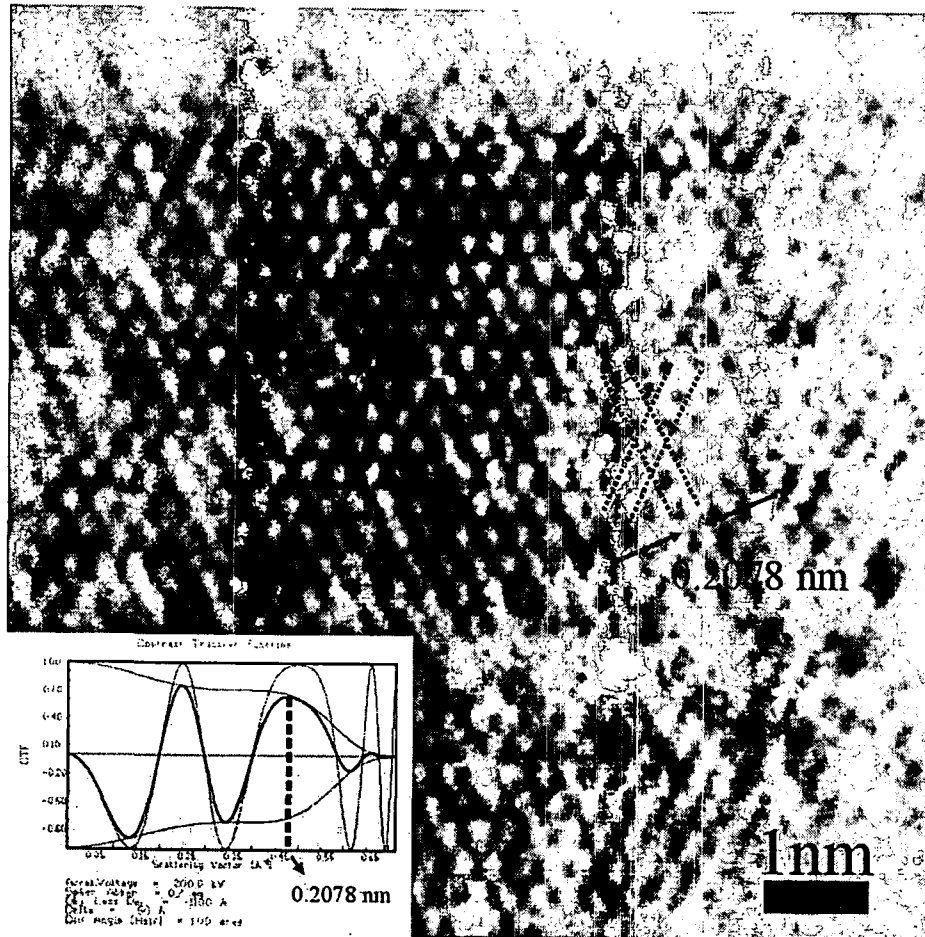


그림 3.2.19 [011] 방향으로 관찰한 Cu {111} 면들의 원자배열을 나타내주는 고분해능상

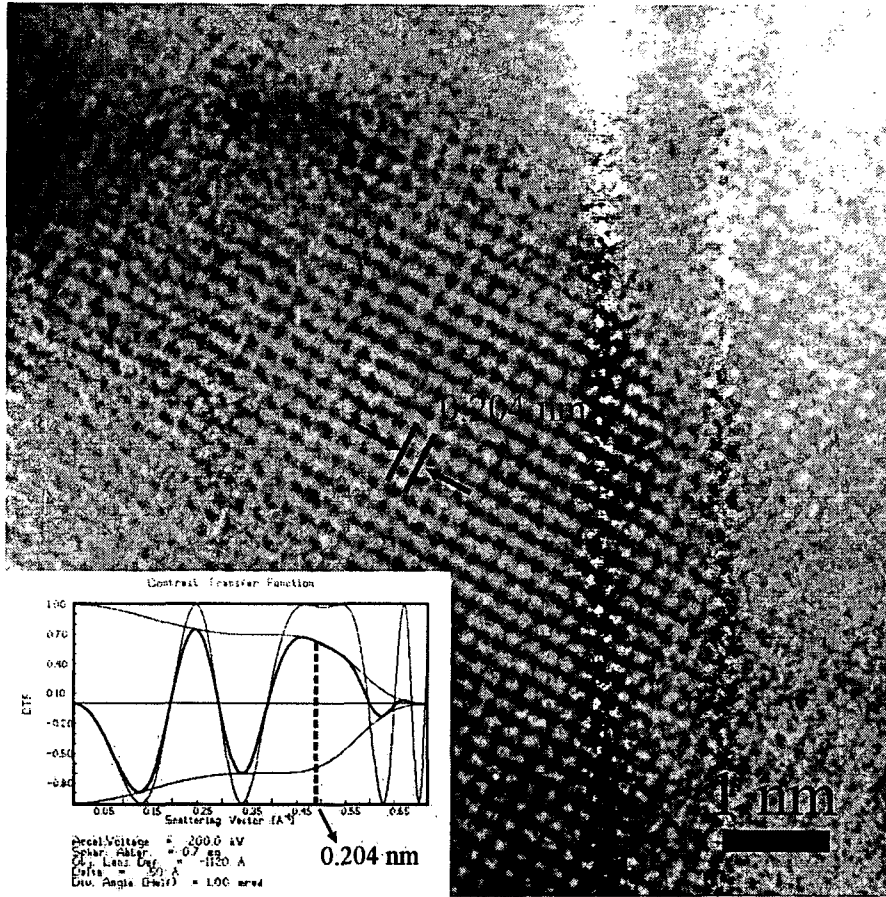


그림 3.2.20 [001] 방향으로 관찰한 Au {200} 면들의 원자배열을 나타내주는 고분해능상



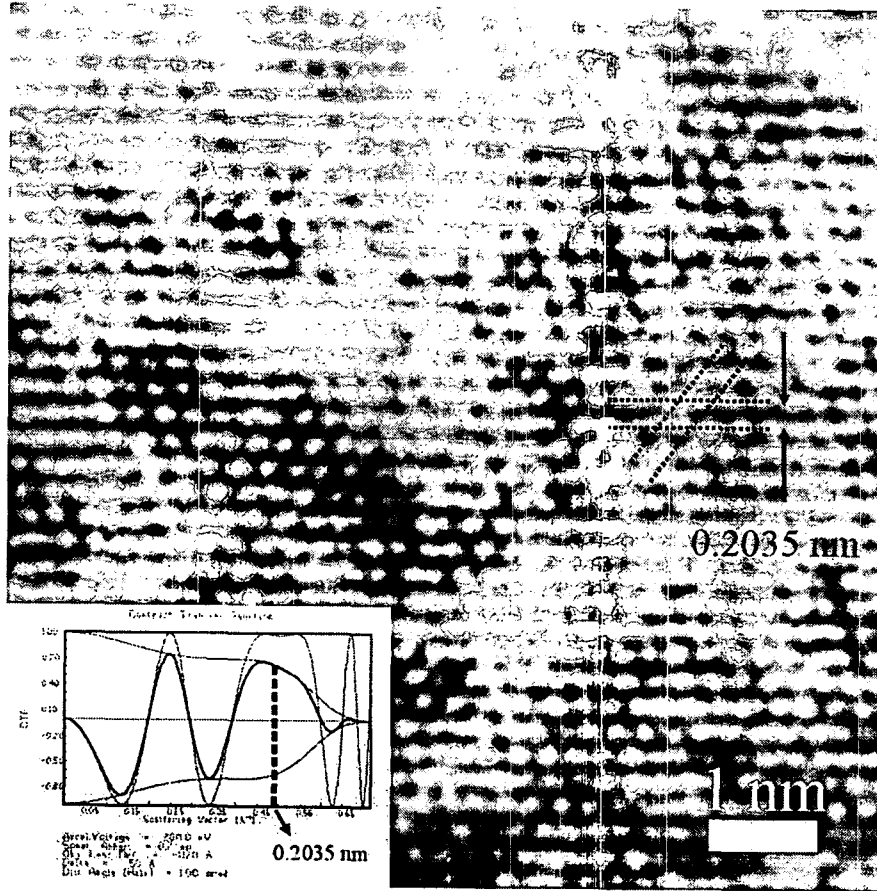


그림 3.2.21 [011] 방향으로 관찰한 Ni {111} 면들의 원자배열을 나타내주는 고분해능상

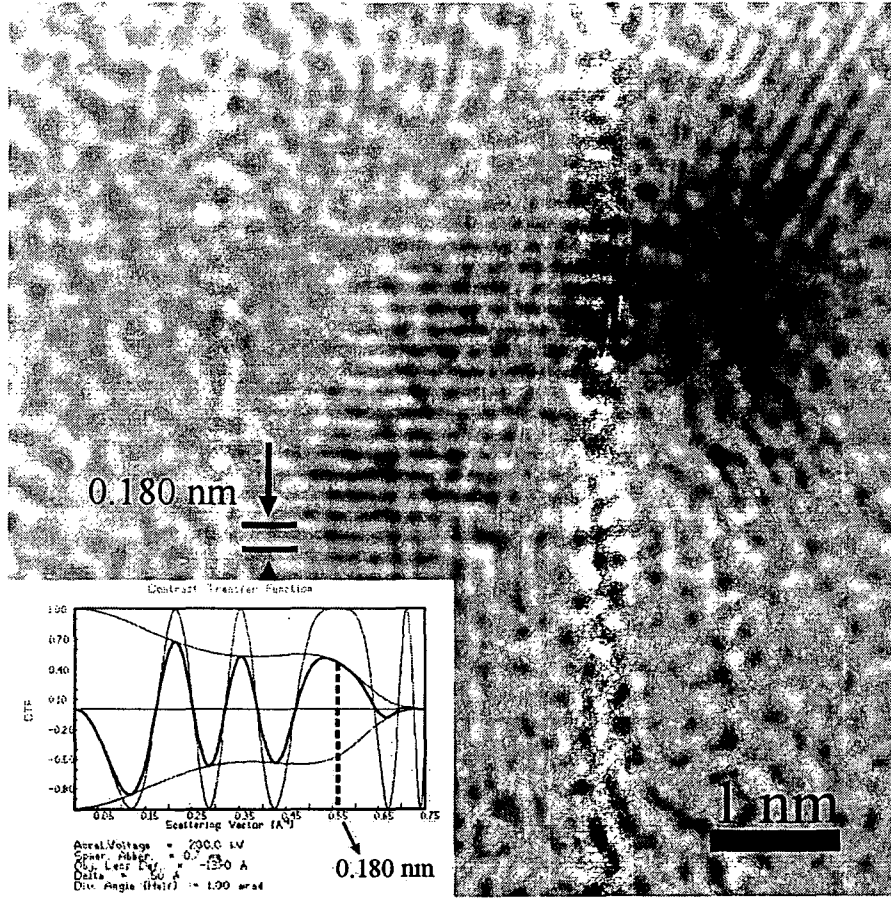


그림 3.2.22 [001] 방향으로 관찰한 Cu {200} 면들의 원자배열을 나타내주는 고분해능상

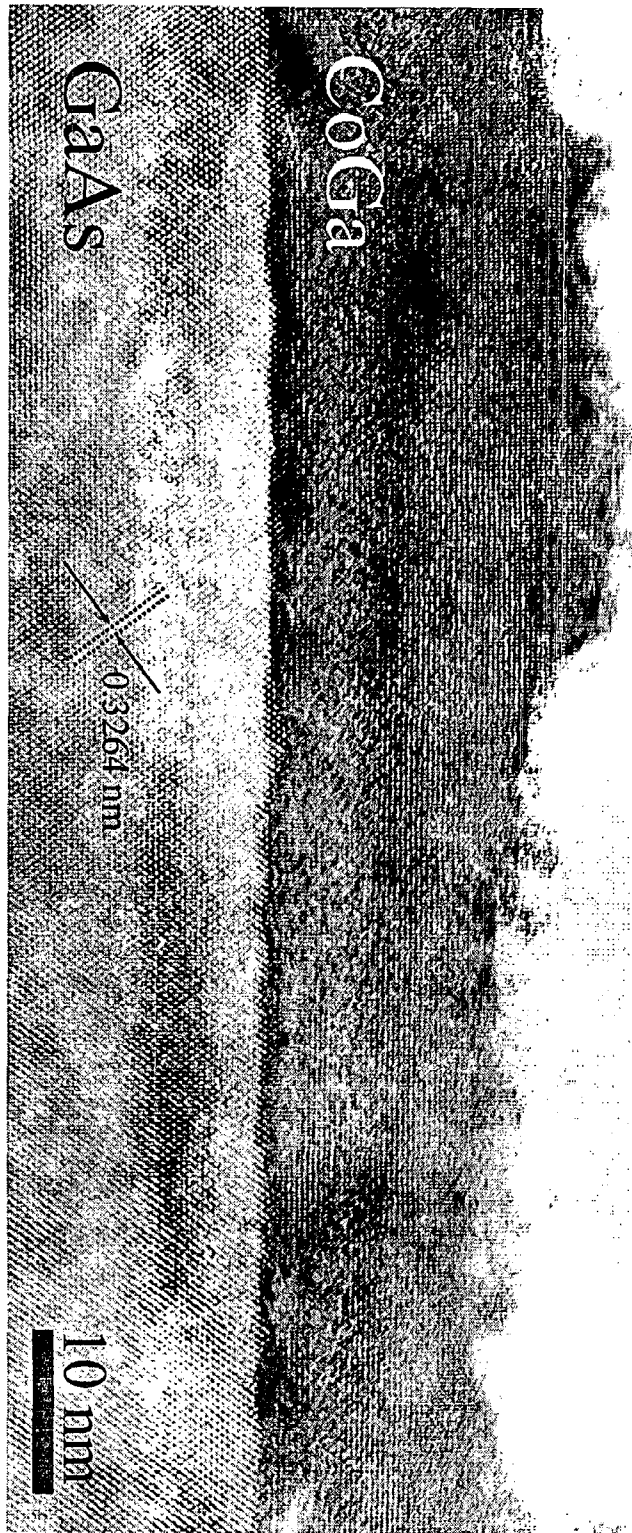


그림 3.2.23 [011] 방향으로 관찰된 CoGa/GaAs 구조의  
고분해능상



그림 3.2.24 [011] 방향으로 관찰한 CoGa/GaAs구조의 확대된 고분해능상. CoGa (111) 면간거리가 0.1662 nm로 매우 작으며 원자단위로의 분석이 가능하다

## 제 4 장 연구개발 목표 달성도 및 대외기여도

### 1 절 연구개발 목표 달성도

#### 1. 원자배열 관찰을 위한 고분해능 투과전자현미경 시편제작법 확립

(이종 재료간 두께차 20% 이내)

가. 재료간 두께 차이를 AFM으로 측정하여 두께차가 20% 이내 인지 평가.

새로운 기계적 연마만을 이용한 시편 제작기술을 이용하여 개발하였다. 개발된 기술로 제작한 시편에서 재료간 두께 차이가 1.3nm로 매우 작았으며, 두께차(%)는 13%(목표: 20% 이내)로 목표를 초과 달성하였다.

나. 제작된 시편에서 얻은 고분해능상에서 원자배열 분석 가능여부

개발된 기술로 시편을 제작한 경우 원자배열을 관찰할 수 있는 고분해능 상을 얻어 양질의 시편이 제작되었음을 확인할 수 있었다.

실제로 InGaN/GaN 양자우물 구조에서 In 응집현상과 발광효율의 관계를 규명하는데 적용하였다.

#### 2. 원자간 거리 0.17nm인 신소재 원자배열 관찰에 필요한 고분해능 분석 기술 확보 및 원자배열 관찰

가. 투과전자현미경 고분해능상에서 원자간 거리 0.17nm인 재료의 원자배열 분석 가능 여부

(1) 장비 분해능이 0.21 nm인 가속 전압 200kV 투과전자현미경에서 관찰하고자 하는 재료의 원자간 거리에 적합한 고분해능 결상 기술을 개발하여 CoGa(격자상수  $a=0.2878$  nm)에서 원자간거리 0.1662 nm(목표: 0.17 nm)를 점으로 구분할 수 있는 고해능상을 얻어 목표를 달성하였다.

(2) 색수차, 구면수차, 비점수차 등을 최소화하고, 시편의 drift, 현미경의 진동, 냉각수에 의한 진동, 자기장의 영향을 최소화하여 현미경의 분해능을 저해하는 요소를 제거하는데 성공하였다.

(3) 현미경의 분해능을 향상시키기 위해 관찰하고자 하는 원자간거리에서 시편의 위상정보가 상의 강도로 가장 잘 전달되는 탈초점 조건을 구해 관찰하고자 하는 원자간 거리에 최적의 결상 기술을 개발하였다.

## 2 절 대외기여도

### 1. 공공기능수행실적

가. 홈페이지 운영(홈페이지 주소: <http://hrtem.kaist.ac.kr>)

국가지정연구실로 지정되기 이전인 1998년부터 홈페이지를 개설하여 운영하고 있으며, 투과전자현미경 분석 자문 안내와 투과전자현미경의 시편 제작기술과 결상, 회절, 분광 분석 등 투과전자현미경 분석 기술, 투과전자현미경 관련 소프트웨어에 대하여 자세히 소개하고 있으며, 전자현미경 관련 국내외 site를 link하여 홈페이

지 이용자들이 국내외 관련 기술 동향에 대한 정보에 쉽게 접근 할 수 있게 하고 있다.

## 나. 홈페이지 활용

전자현미경 장비업체, 전자현미경 관련기기 및 소모품 전문취급업체 소개를 하여 전자현미경을 이용하는 여러 연구자들이 쉽게 관련 정보를 얻을 수 있게 하였고, 전자현미경에 관한 질문/응답 부분을 만들어 현미경에 관한 정보를 제공하고 있다. 그림에서와 같이 하루 접속인수가 많은 경우 200명 정도로 많은 연구자의 연구에 도움을 주고 있다.

## 2. 산·학·연 협력거점 활동현황

### 가. 관련 NRL등 타연구단과 연합체 결성 등 정보.기술교류활동

#### (1) 관련 NRL

- 포항공과대학교 화합물반도체공정연구실(이종람)과 공동연구,
- 한국화학연구원 박막재료연구실(김윤수)과 공동연구,
- 한국과학기술원 반도체재료연구실(강상원)과 공동연구,
- 서울대학교 반도체재료및공정연구실(윤의준) 등과 공동연구를 진행하여 1편의 국외 논문을 게재하였고,
- 제주대학교 최치규교수연구실(최치규)과 공동연구를 진행하여, 1편의 국내 논문을 게재하였고,

- 삼성중기원 나노분석연구실(송세안)의 박경수 박사를 초청하여 1일간 강의 및 실험으로 8시간 단기 강좌를 개최하였다.

## (2) 타연구단

- 한국과학기술원 스피ن정보물질연구단(신성철)과 공동연구를 진행하여, 1편의 국외 논문을 게재하였고,

- 전북대 반도체물성연구소(이형재)의 양계모교수와 공동연구를 진행하여 국외 논문 8편과 13회의 국내외 학술회의 발표를 하였고,

- 동국대 양자기능반도체연구센터(강태원)와 공동연구를 진행하여, 2편의 국외 논문을 게재하였고,

- 포항공대 초전도연구단(이성익)과 공동연구를 진행하여, Physical Review Letters(impact factor 6.462) 등에 2편의 국외 논문을 투고하였고,

- 서울대 재료미세조직창의연구단(김도연)과 공동연구를 진행하였다.



## 제 5 장 연구개발결과의 활용계획

### 1절 연구개발결과의 활용계획

#### 1. 기술이전 및 성과 활용

##### 가. 기계 연마만을 이용한 단면 다층박막시편 제작기술

삼성전자, 현대전자 등 4개 회사, 삼성종합기술원, LG화학기술연구원 등 2개 연구소, 한양대, 한국과학기술원 등 8개 대학교에 기술을 이전하였다.

##### 나. 특정 영역 관찰 가능한 기계 연마기술

삼성전자, 현대전자 등 4개 회사, 삼성종합기술원, LG화학기술연구원 등 2개 연구소, 한양대, 한국과학기술원 등 8개 대학교에 기술을 이전하였다.

##### 다. 촉매 분말 및 나노 분말의 시편 제작기술

삼성전자, 포항제철 등 3개 회사, LG화학기술원, 산업과학연구원 등 4개 연구소, 서울대, 포항공대, 고려대 등 13개 대학교에 기술을 이전하였다.

##### 라. 벽개만으로 시편 제작하는 기술

삼성전자, 포항제철 등 2개 회사, 한국기계연구원, 동부한농화학 유화기술연구원 등 2개 연구소, 한국과학기술원, 한양대 등 5개 대학교에 기술을 이전하였다.

#### 마. 기계적 연마만을 이용한 GaN 시편 제작기술

진우테크, 한백 등 3개회사, LG전자 기술원등 연구소, 서울대 한양대 등 9개 대학교에 기술을 이전하였다.

위와 같이 이전된 기술은 투과전자현미경을 이용한 연구 및 제품의 특성평가에 이미 활용되고 있다.

### 2. 첨단 기술정보의 제공, 연구기기 공동활용

가. 삼성 SDI, 한국과학기술연구원, 서울대 등 기업, 연구소, 대학교에서 의뢰한 **134건, 438개** 시편을 1차년도에 개발한 시편 제작기술을 이용하여 제작하고 보유하고 있는 투과전자현미경을 활용하여 각종 재료의 미세구조를 분석하고 결과를 feedback하였다.

나. 한국화학연구소, 한국에너지연구소 등 연구소, 기업, 대학교에 투과전자현미경 시편 제작 및 분석에 대한 **총 28건의** 기술 정보를 제공하였다.

### 3. 해외 연구기관과의 협력

가. 투과전자현미경 분야에서 세계적인 권위자인 영국 캠브리지 금속재료학과

Colin Humphrey 교수팀에 박사과정 학생인 조형균을 3개월 동안 파견하여, 본 연구에서 개발한 기계적 연마만을 이용하여 시편을 제작하여 In 원자의 응집 현상을 투과전자현미경을 이용하여 연구하였다.

나. 영국 캠브리지 Colin Humphrey 교수와 공동연구를 하였으며, 연구 결과는 미국 덴버에서 개최된 Inter. Conference on Nitride Semiconductors 학회에 발표하였고, Appl. Phys. Lett. 등에 3편 게재, Appl. Phys. Lett. 1편 투고하였다.

4. 단기 강좌를 통한 기술협의, 기술교류 등 실질적 자문활동

표 5.1 참조.

표 5.1

연월	참가기관	수강인원	주요내용
2000. 7. 12	LG화학기술원, 현대전자, 원자력연구소 등 8개 기관	12명	이온 연마 기술, 기계 연마 및 벽개법으로 시편 제작하는 기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2000. 7. 19	서울대, 삼성종합기술원, 삼성전자 등 10개 기관	17명	이온 연마 기술, 기계 연마 및 벽개법으로 시편 제작하는 기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 2. 7	삼성전자, 한국과학기술원, 한국전력연구원 등 7개 기관	18명	전해 연마를 이용한 금속재료의 시편 제작기술, 금속 재료의 표면 복제(Replica) 및 분말 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 2. 8	한국과학기술원, 전남대 등 5개 기관	11명	기계 연마만으로 시편을 제작하는 기술 및 특정 영역을 관찰 가능한 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 2. 14	인천대, 인하대 등 3개 기관	3명	전해 연마를 이용한 금속재료의 시편 제작기술, 금속 재료의 표면 복제(Replica) 및 분말 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 2. 15	한양대, 인하대 등 3개 기관	4명	기계 연마만으로 시편을 제작기술 및 특정 영역을 관찰 가능한 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 5. 2	LG화학기술원, SK대덕기술원 등 9개 기관	11명	울트라마이크로톰을 이용한 분말 및 세라믹 재료의 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 5. 3	포항공대, 전남대 등 8개 기관	9명	촉매 분말 및 나노 분말의 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 5. 4	한국과학기술원, 공주대 등 2개 기관	2명	벽개만을 이용한 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 5. 9	서울대, 삼성전자 등 7개 기관	14명	울트라마이크로톰을 이용한 분말 및 세라믹 재료의 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 5. 10	서울대, 고려대 등 5개 기관	6명	촉매 분말 및 나노 분말의 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 5. 11	한양대, 경희대 등 3개 기관	3명	벽개만을 이용한 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 6. 13	전북대, 충남대 등 3개 기관	3명	개발된 기계적 연마법을 이용한 GaN의 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
2001. 6. 20	서울대, 한양대 등 6개 기관	11명	개발된 기계적 연마기술을 이용한 GaN의 시편 제작기술을 1일간 강의 및 실습을 8시간동안 강좌함.
총14회	총 42개 기관	총 124명	

## 제 6 장 참고 문헌

- [1] 이정용, 전자현미경 시편 제작, 대영사, 서울, 2000.
- [2] 한국전자현미경학회 재료분과위원회, 투과전자현미경 분석, 청문각, 서울, 1995.
- [3] J.S. Lee, H.H. Kim, and Y.W. Jeong, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 480, 29 (1997).
- [4] S.D. Walck and J.P. McCaffrey, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 480, 149 (1997).
- [5] Y. Huang and K.L. Merkle, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 480, 235 (1997).
- [6] P.J. Goodhew, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 115, 51 (1988).
- [7] A. Romano, J. Vanhellefont, and H. Bender, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 199, 167 (1990).
- [8] G.M. Ma and S. Chevacharoenkul, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 199, 235 (1990).
- [9] D.F. Dawson-Elli, M.A. Turowski, T.F. Kelly, Y.W. Kim, N.A. Zreiba, T. Chen-Ming, and Z. Mei, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 199, 75 (1990).
- [10] L.A. Giannuzzi, P.R. Howell, H.W. Pickering, and W.R. Bitler, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 254, 159 (1992).
- [11] 'The Dimpler' Model D500, Instruction Manual, VCR Group, South San Francisco, CA.
- [12] J.C. Bravman and R. Sinclair, J. Electr. Microsc. Tech. 1, 53 (1984).
- [13] S.D. Walck, F.J. Scheltens, and J.J. Nainaparampil, Mat. Res. Soc. Symp.

Proc. 480, 137 (1997).

[14] S. Suder, C.A. Faunce, and S.E. Donnelly, Mat. Res. Soc. Symp. Proc 480, 73 (1997).

[15] J. Benedict, R. Anderson and S.J. Klepeis, Mat. Res. Soc. Symp. Proc 254, 121 (1992).

[16] T.C. Isabell, P.E. Fischione, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 523, 31 (1998)

[17] J.T. Grant, S.D. Walck, F.J. Scheltens, and A.A. Voevodin, Mat. Res Soc. Symp. Proc. 480, 49 (1997).

[18] D.F. Dawson-Elli, et al., Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 199, 75 (1990).

[19] M. Tamura, S. Aoki, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 254, 201 (1992).

[20] J. Narayan, D. Fathy, O.S. Oen, and O.W. Holland, J. Vac. Sci. Technol A 2, 1303 (1984).