

나노소재 분석에 대한 HRTEM의 역할
(Role of HRTEM for Analysis of Nano Materials)

요업(세라믹)기술원 서원선, 이영호, 이명현, 홍정오

초청강연

1. 서론

고분해능 투과형전자현미경(HRTEM)은 원자레벨로 미세구조의 확인과 선택된 위치에서의 나노분석이 가능하여 나노소재의 연구개발에 있어 가장 중요한 장비의 하나로 취급되고 있다. 최근의 HRTEM은 렌즈설계기술과 안정한 전압 공급기술의 발달로 인하여 점 분해능이 0.1nm이하의 고분해능이 가능하게 되었다.

본 발표에서는 나노소재 분석에 대한 HRTEM의 역할을 나노분말, 나노다공체, 나노박막, 원자 order의 이온확산, 상전이, 결정구조해석, 나노영역의 분석 등 응용의 실례를 들어 논하겠다.

2. 실험

HRTEM 관찰에는 400kV에서 working하는 JEM4010(점분해능 0.15nm)과 나노분석에는 HRTEM에 장착된 EDS(Oxford Inca, 136eV)를 사용하였다. Image simulation soft로는 Mac Tempas(Total Resolution Co. Ltd)를 사용하였다.

3. 결과

Fig.1에는 결정구조 해석의 한 예로 초전도성과 우수한 열전물성을 보유한 Ba₈Ni₆Si₄₀ 결정의 [100]방향에서 관찰한 HRTEM image를 나타내고 있다. Ba₈Ni₆Si₄₀ 결정의 구성원소 중 제일 큰 원자반경을 갖는 Ba원자는 검은 contrast로, Ba보다 작은 원자반경을 갖는 Ni과 Si원자는 회색 contrast로, silicon cage 구조중의 빈 공간은 회색 contrast로 표시되고 있다. 이러한 결정구조는 계산 image로부터 또한 확인이 가능하다. 전자현미경이 갖는 고유의 기계적인 factor, 시료의 촬영조건, X선 Rietveld refinement 법에 의해 확정된 원자 좌표를 대입하고 전자파의 분포상태(파동함수)를 계산함으로써 고분해능 image의 타당성을 검토할 수 있다. Scherzer Focus에서 직접 관찰한 image와 Under focus -30nm, 시료두께 2nm의 경우에 계산한 image는 놀라울 정도로 잘 일치하고 있는 것을 알 수 있었다. 그러므로 Ba₈Ni₆Si₄₀ 결정구조의 image 계산에 이용된 원자 좌표, 공간군 등의 결정학적 data가 올바른 값이라는 것을 알 수가 있었다.

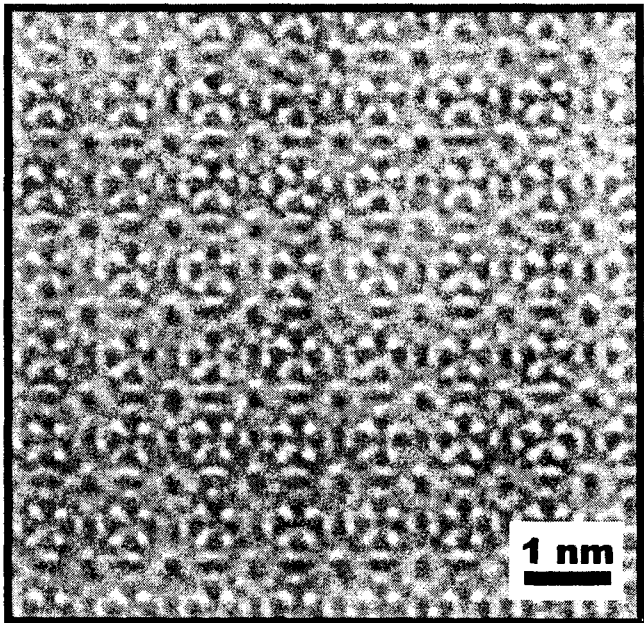


Fig.1. HRTEM Image of Ba₈Ni₆Si₄₀ crystal

이와 같이 HRTEM은 원자 레벨의 분해능으로 결정구조내의 원자 위치를 확정지을 수 있으므로 결정구조를 확인하는데 유용한 수단으로 널리 사용되고 있다.