Gibbsite 상전이에 관한 전자빔 조사효과의 EF-TEM을 이용한 정량화

김영민[1], 정종만[1], 이수정[2], 김윤중[1]

[1] 한국기초과학지원연구원 나노환경연구부 전자현미경팀
[2] 한국요업기술원 신뢰성평가분석센터

전자현미경내에서 일부 무기 및 금속 시료들은 전자빔 조사에 의해 시료구조가 손상되거나 비정질화 또는 상전이 등과 같은 구조전이 현상들을 겪게 된다. 즉, 전자빔 조사에 의해 시료는 원자간 결합이 끊어져 나타나는 Knock-on damage, 시료 원자 주위의 전자들과의 상호 작용에 의해 나타나는 Ionization damage, 빔 에너지의 시료온도 상승 기여에 의한 Radiolysis damage 등의 현상들을 경험하게 된다. 이러한 현상은 전자현미경의 가속전압, 전자밀도, 시료 조건 등에 따라 그 지배기구가 다르며 동일한 시편이라도 시료의 두께와 시편온도를 결정하는 전자빔 조사선량에 따라 그 양상과 전이 속도가 달라진다.

본 연구에서는 전자빔 조사에 의해 구조 전이를 겪게 되는 대표적 무기수화물의 하나인 Gibbsite에 대해 전자빔 조사효과에 대한 정량적 고찰을 에너지 여과 투과전자현미경(EF-TEM)을 이용하여 시도하였다. 전자빔 조사는 120분까지 실시하였고 각 시간별로 에너지 필터와 Imaging plate를 이용하여 Gibbsite의 회절패턴과 미세조직 변화를 기록하였다. 빔조사 시엔 Illumination angle을 1.25mrad(Dose rate = 334 x 10^3 $e^-/sec \cdot nm^2$)으로 하였으며 사진기록 시엔 최소 Illumination angle인 0.04mrad(Dose rate = 413 $e^-/sec \cdot nm^2$)을 사용하였다. 시료의 관찰방향은 [001]방향이고 관찰시료두께는 약 50nm로 평가되었으며 시료의 화학변화는 EDS를 이용하여 분석하였다. 회절자료의 Intensity는 ELD/CRISP 프로그램을 이용하였으며 빔조사선량은 평행조사빔이 시료와 상호 작용하는 면적과 상호작용하지 않을 때의 빔을 회절모드에서 Faraday cup으로 측정한 빔전류로 부터 계산하였다. Gibbsite에 대한 전자빔 조사 시 1분 이내에 급격한 Hydroxyl Ion(OH-)의 이탈로 인해 Gibbsite의 구조는 거시적 비정질화가 되며 시간증가에 따라 χ-alumina → γ-alumina → σ-alumina or δ-alumina 의 순으로 상전이를 겪는다. 전자빔 조사 시 관찰된 회절자료의 가시적 변화를 통해 Illumination angle 1.25mrad(Dose rate = 334 x 10^3 $e^-/sec \cdot nm^2$)일 경우 약 3초 이내에 비정질화가 시작됨을 알 수 있었고 이는 약 1 x 10^6 e^-/nm^2 의 전자선량에 해당되며 이를 기준으로 각각의 Illumination angle에 대한 임계전자선량을 평가할 수 있었다. 실질적으로 Gibbsite와 같은 무기수화물의 직접가열실험 시 전자빔 조사에 의해 야기되는 상전이 영향을 배제하고 실험을 수행하려면 Illumination angle 0.2mrad (Dose rate = 8000 $e^-/sec \cdot nm^2$)이하로 관찰하고 기록되어야 함을 본 자료로부터 알 수 있었다.