

HU-125C 전자현미경에 있어서 카메라 상수의 변화 및 상의 회전에 대한 조사

崔 炷·丙 吉 村
한국과학기술연구소 재료시험실

Variation of Camera Constant and Image Rotation in HU-125C Electron Microscope

Ju Choi and Gil-Chon Ye
Material Testing Lab., Korea Institute of Science and Technology

(1974. 7. 1接受)

Abstract

Variations of camera constant due to the change of the lens current were examined for Hitachi HU-125C electron microscope.

It was shown that the variation in specimen height had a marked effect on the change of camera constant.

Also the rotation of the image from the diffraction pattern was determined by using a test crystal.

Suggestions were given for improving practical operation of electron microscope in the work of thin foils.

I. 서 론

전자현미경 작업에 있어서 제한시야회절법(selected-area diffraction method)은 미세한 석출물의 식별, 결정의 방위결정 및 전위(dislocation)의 판별 등에 많이 응용되고 있다. 따라서 제한시야회절법에 의하여 전자회절상을 정확히 해석하자면 우선 전자현미경의 카메라 상수(camera constant)를 정확하게 측정하여야 하며, 결정의 방위 등을 결정하자면 회절상에 대한 상(image)의 회전에 대하여 조사할 필요가 있다.

카메라 상수의 변동은 전자현미경의 기기적 조건의 변동(instrumental variation)과 전자파의 파장변동등에 기인하는 물리적요소(physical factor)에 영향을 받고 있는데 후자의 요소는 실제 작업에서는 거의 무시될 수 있다(Andrews, K. W., 1967). 전자현미경의 기기적 조건변동이 카메라 상수에 미치는 영향에 대해서는 각 렌즈계(Lens systems)의 전류변동, 그 중에서도 특히 대물렌즈

의 전류 변동이 카메라 상수에 가장 큰 영향을 끼친다는 것을 밝힌 바 있다(Phillips, R., 1960, Armistage, W. K., 1964). 상의 회전(image rotation)은 Richards and Williams(1964) 등에 의하여 측정 실험된 바 있다.

본 실험에서는 HU-125C 전자현미경에 대해서 그 조작조건의 변동에 따른 카메라 상수의 변화와 상의 회전각도를 측정하였다. 카메라 상수의 변화에 대해서는 일차적으로 각 렌즈계의 렌즈전류와 가속전압의 변동에 따른 그 변화를 측정하였고, 다음으로 실제 전자현미경 작업에서 문제가 되는 시편의 위치 및 배율의 변동 등에 따른 카메라 상수의 변화를 측정하였다.

II. 실험 방법

전자현미경의 기기적 조건 변동이 카메라 상수에 미치는 영향을 조사하기 위해 가속전압과 투사렌즈(projection lens)의 전류를 변화시켜 카메라 상

수의 변화를 측정하였다. 투사렌즈의 전류를 78mA에서 132mA 까지 변화시켰을 때 이에 해당하는 카메라 상수를 구하였다. 이 때 가속전압, 대물렌즈의 전류 및 회절상을 얻었을 때의 중간렌즈의 전류치는 각각 100KV, 127mA 및 40.5mA로 일정하게 두었다. 또한 투사렌즈의 pole piece는 No.2, field limiting aperture는 250 μ 를 사용하였고 본 실험에서는 모두 이와 같은 조건으로써 작업하였다. 가속전압의 변화에 따른 카메라 상수의 변화는 가속전압을 50, 75, 100, 125 KV로 변동시키고 상의 배율은 15,000 배로 일정하게 유지하였다.

또한 회절상을 얻을 때 중간렌즈 및 대물렌즈 전류의 미소한 변동에 따른 카메라 상수의 변화를 측정하였다. 중간렌즈 전류를 미소하게 조정하여 적정상태의 회절상과 동일한 회절상을 over 및 under-focusing시킬 때의 카메라 상수의 변화를 50 KV 및 100KV의 가속전압에서 조사하였다. 또한 시편을 10° 경사시켜, 상의 초점을 맞출 때 대물렌즈 전류를 재조정하게 되고 이에 해당하는 카메라 상수의 변화를 구하였으며 이 때 가속전압은 100 KV, 상의 배율은 15,000배로 하였다. 배율변동에 따른 카메라 상수의 변화는 100KV의 가속전압하에서 배율을 1,000배에서 56,000배로 변화시켜 조사하였다.

위의 모든 실험에서 사용한 표준시편은 thallose chloride film을 사용하였고 회절상을 얻는 순서는

Agar (1960) 등의 방법을 따랐다.

회절상과 시편상 (specimen image)과의 상대적인 회전관계는 100KV의 가속전압하에서 배율($\times 2,500 \sim \times 50,000$)의 변화에 따른 회전각을 구하였다.

이 때 사용한 시편은 MoO₃ 단결정으로서 이것은 ammonium molybdate를 conc-HNO₃ 용액에 녹여 끓인 후 그 침전물 (MoO₃)을 여과하고 이것을 glass slide 위에 승화시켜 MoO₃ 단결정을 얻었다.

III. 결과 및 고찰

카메라 상수의 변화는 아래식과 같이 가속전압 및 각 렌즈계의 렌즈전류의 변화에 따라 달라진다 (KAY, H., 1965).

$$\frac{\delta \lambda L}{\lambda L} = \frac{\delta \lambda}{\lambda} + \frac{\delta f_o}{f_o} + \frac{\delta M_i}{M_i} + \frac{\delta M_p}{M_p}$$

λ : 전자의 파장

f_o : 대물렌즈의 초점거리

M_i & M_p : 중간 및 투사렌즈의 배율

본 실험에서는 우선 투사렌즈의 전류와 가속전압을 각각 변화시켜 카메라 상수의 변화를 측정하였으며 그 결과는 Fig. 1, 2와 같다. Fig. 1을 보면 가속전압이 일정할 때 투사렌즈의 전류가 증가함에 따라 카메라 상수는 직선적으로 증가하고 있다. 측정치의 일부가 직선에서 약간 벗어나나 이것은 실험오차에 기인한 것으로 본다.

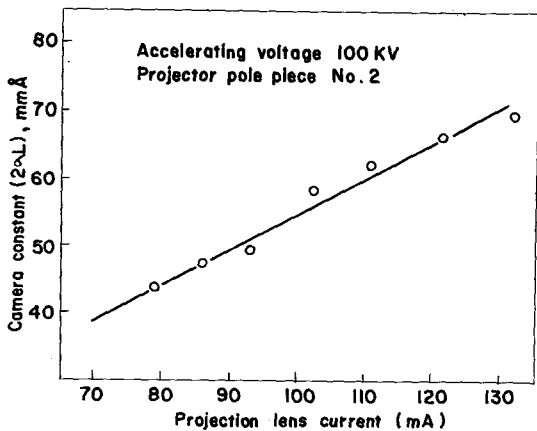


Fig. 1. Variation of camera constant with projector lens current.

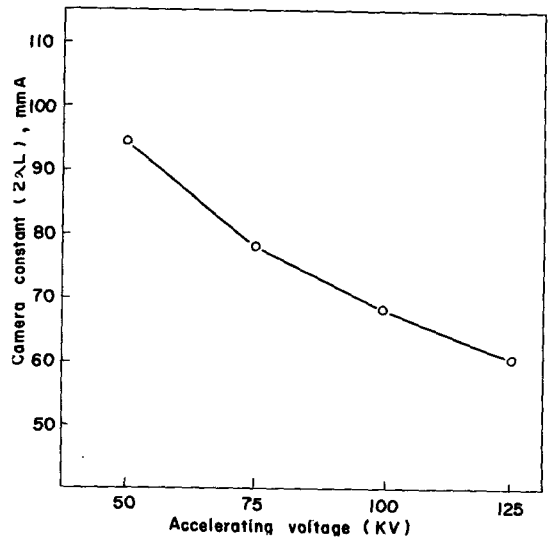


Fig. 2. Variation of camera constant with accelerating voltages.

또한 Fig. 2를 보면 전자현미경의 가속전압의 변동에 따른 카메라 상수의 변화는 75KV 이상의 가속전압에서는 대체로 직선적인 감소를 나타내고 있으나 50KV~75KV에서는 카메라 상수가 94.91 mmÅ에서 77.08mmÅ으로 그 값이 비교적 크게 감소하고 있다. 전자현미경 조작과정에서 가속전압의 변화는 각 렌즈계의 렌즈전류값의 변화를 동시에 수반하게 됨으로 이 때 카메라 상수의 변화는 가속전압의 변화와 함께 각 렌즈계 전류의 변화가 복합적으로 작용하여 나타난 결과이다. Fig. 2의 결과는 아래의 조건에서 얻은 결과이다.

50KV : $i_o=86$, $i_p(\max)=90$, $i_i=27.5$

75KV : $i_o=107$, $i_p(\max)=129$, $i_i=35.5$

100KV : $i_o=127.5$, $i_p(\max)=132$, $i_i=41.5$

125KV : $i_o=143.8$, $i_p(\max)=132$, $i_i=47$

이 때 렌즈의 전류단위는 mA이며 i_o , i_p 및 i_i 는 각각 대물, 투사 및 중간렌즈의 전류치를 나타낸다.

실제 회절상을 얻는 작업에 있어서 전자현미경의 가속전압 및 투사렌즈의 전류치는 일정하게 두고 조작하므로 카메라 상수에 미치는 이들의 영향은 거의 무시하여도 좋다. 다음으로 중간렌즈의 미소한 전류변화가 카메라 상수에 미치는 영향을 조사한 결과는 Table 1 과 같다. Table 1은 회절반점을 얻을 때 회절반점을 under-focusing 및 over-focusing 시켜 중간렌즈의 전류치를 변화시켰을 때 카메라 상수의 변화를 나타낸 것이다. 50KV의 가속전압 하에서 중간렌즈전류가 0.5mA 정도 under-focusing 및 over-focusing되면 적정상태에 비해 0.6%정도, 100KV일 경우는 렌즈전류 0.7~1 mA의 변화에서 1~1.5%의 카메라 상수의 변화를 가져온다는 것을 알 수 있다. 이 정도의 오차는

전자회절상 해석에 있어서 결코 무시할 수는 없다.

그러나 전자회절상을 얻을 때 조사렌즈(condenser lens)의 전류를 cross-over 이하로 줄여주어 전자 beam을 되도록 나란하게 시료를 비추게 해준 다음에 중간렌즈의 전류를 조정함으로써 회절반점이 선명하게 나타나도록 해주면 그 오차는 거의 무시할 수 있을 정도로 줄일 수 있다.

다음에 대물렌즈의 초점거리 즉 대물렌즈 전류의 미소 변동에 따른 카메라 상수의 변화를 조사한 결과는 다음과 같다. 전자현미경의 경사장치(tilting device)를 써서 시료를 10° 경사시키고 시료의 제일 높은 부분, 중간부분 및 제일 낮은 부분에 대하여 가속전압 100KV하에서 카메라 상수($2\lambda L$)를 측정 한 결과는 70.09, 69.44 및 68.78mm Å 이었다. 이 때 대물렌즈의 최대변화는 2.9mA 이었고 이것은 시료의 높이 0.125mm 정도의 차이에 해당됨을 측정하였다. 위에서 구한 결과를 보면 시료의 위치에 따른 카메라 상수의 변화는 1.9 %에 달한다. 이것으로 보아 카메라 상수에 가장 큰 영향을 끼치는 것은 대물렌즈의 전류변화임을 알 수 있다. 따라서 시료를 올려놓은 grid가 평평하지 않거나 시료자체의 두께가 균일하지 않든지 또는 시료가 기울어져 있으면 시료의 각 부위에 따라 카메라 상수가 달라지므로 주의하지 않으면 안 된다.

한편 일정한 가속전압 하에서 배율에 따른 카메라 상수의 변화를 조사한 결과는 Table 2와 같다.

배율은 1,000배에서 56,000배로 변화시켰을 때 카메라 상수의 변화는 2.7%에 달한다. 그러나 15,000배에서 50,000배 범위내에서는 카메라 상수의 변화는 전혀 없었다고 볼 수 있다. 따라서 카

Table 1. Variation of camera constant with intermediate lens current.

| Accelerating voltage | Intermediate lens current (mA) | Camera constant | |
|---------------------------------------|--------------------------------|---------------------|---------------|
| | | $2\lambda L$ (mm.Å) | Variation (%) |
| 50 KV ($i_o=86$, $i_p=90$) | 27 | 95.44 | +0.56 |
| | 27.5(opt.) | 94.91 | 0 |
| | 28 | 94.18 | -0.77 |
| 100 KV ($i_o=127.5$, $i_p=132$) | 40.5 | 69.51 | +1.5 |
| | 41.5(opt.) | 68.48 | 0 |
| | 42.2 | 67.75 | -1.07 |

배율 상수를 구할 때 알맞은 배율범위는 15,000배 내지 50,000배라는 것을 확인할 수 있다.

끝으로 상의 회전각은 Fig. 3에서 볼 수 있는 바와 같이 MoO₃ 결정의 상과 그의 회절상을 같은 사진필름위에 찍고 MoO₃의 [100]변과 회절상의 [100]방향 이 이루는 각 ϕ 를 측정하여 구하였다. 즉 배율의 변화에 따른 상의 회전각을 구한 결과는 Fig. 4와 같으며 배율이 커짐에 따라 회전각이 거의 직선적으로 증가함을 알 수 있다. 상의 회전각은 결정의 방위 등을 결정할 때 극히 중요하며 실제의 회전각은 $180^\circ + \phi$ 임을 명심하지 않으면 안된다 (Kay, H., 1965).

Table 2. Variation of camera constant with the magnification of image.

| Condition of operation | | Camera constant $2\lambda L(\text{mm}\text{\AA})$ |
|---------------------------------|--------------------------------|--|
| magnification ($\times K$) | objective lens current (mA) | |
| 56 | 125.5 | 68.78 |
| 50 | 125.7 | 68.2 |
| 25 | 126 | 67.3 |
| 15 | 127.5 | 68.2 |
| 5 | 129 | 67.13 |
| 1 | 135 | 66.94 |

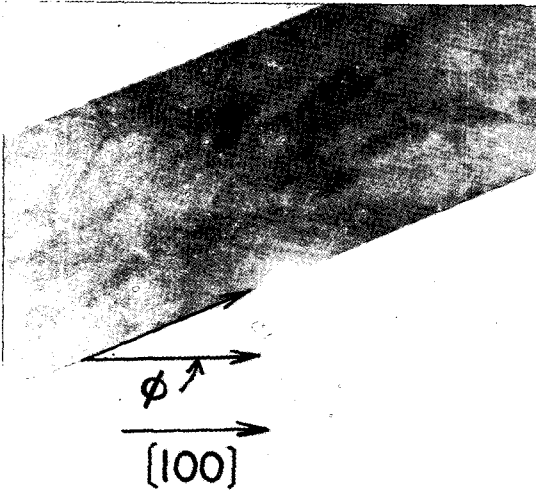


Fig. 3. Single crystal of MoO₃ with its selected area diffraction pattern superimposed, $\times 15,000$.

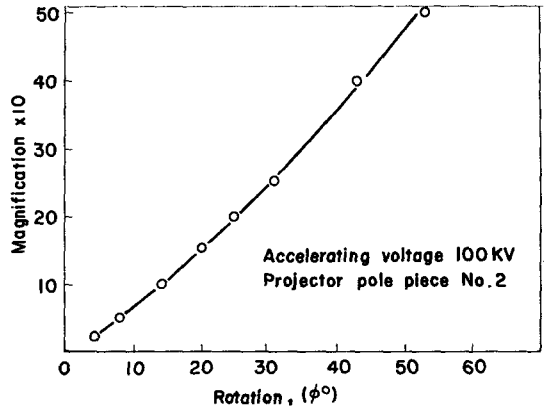


Fig. 4 Rotation calibration for Hitachi HU-125C electron microscope.

IV. 요약

Hitachi HU-125C 전자현미경에 있어서 각 렌즈 종류의 변동에 따른 카메라 상수의 변화를 조사하였다. 시료의 높이 변화가 카메라 상수의 변동에 현저한 영향을 끼치고 있음도 알 수 있었다.

전자회절상과 시편상의 회전은 결정시료를 사용하여 측정하였다.

금속박막을 조사연구함에 있어서 전자현미경의 실제적인 조작방안을 적정화하기 위한 몇 가지 문제를 조사하였다.

본 실험진행을 전자현미경 작업을 통하여 크레도와 준 김수철씨에게 진심으로 감사드립니다.

REFERENCES

Agar, A. W. (1960) : Accuracy of selected-area diffraction in the electron microscope, British J. of Appl. Physics, 11(5):185-189

Andrews, K. W. (1967) : Interpretation of electron diffraction patterns, Plenum Press, N. Y. 16

Armitage, W. K. and Macconail, A. (1964) : Variations in diffraction camera factor for the Siemens Elmiskop I, J. of Sci. Instrum., 41:401

Kay, H. (1965) : Techniques for electron microscopy, F. A. Davis Company (2nd. Ed.) :513

Phillips, R. (1960) : Selected-area diffraction in the electron microscope, British J. of Appl. Physics, 11(11):504

Richards, G. K. and Williamson, G. K. (1964) : Instrumental constants in Phillips electron microscope, J. of Sci. Instrum., 41:174