

EBSD (Electron Backscatter Diffraction)의 원리와 응용

정의진, 유상임
 서울대학교 재료공학부
 siyoo@plaza.snu.ac.kr

1. 서론

재료의 연구에 있어서 전자 현미경은 매우 중요한 역할을 하고 있다. 투과 전자 현미경(TEM)의 경우 매우 얇은 시편을 이용하므로 전자의 투과와 회절이 가능하여 회절 패턴을 얻을 수 있으며, 고분해능 모드를 이용하여 원자의 위치를 결정할 수도 있다. 또한, 수렴성 빔 회절(CBED) 등을 이용하면 미소 영역의 결정 구조 분석과 격자 상수의 측정 등이 가능하다. 이러한 우수한 분석 기능으로 인해 TEM은 분석용 전자 현미경으로 잘 알려져 있다. 반면에, 주사 전자 현미경(SEM)의 경우 분석 기능은 에너지 분산 분광 분석(EDS), 파장 분산 분광 분석(WDS), 오제이(Auger) 전자를 이용한 원소 분석 등에 국한되어 왔다. 따라서 SEM은 분석용 현미경이기 보다는 주로 시편 표면에서 방출되는 2차전자를 이용한 미세구조의 영상 구현을 위한 장비로 알려져 왔다. 그러나 최근에는 SEM을 이용한 매우 강력한 결정 방위 분석 기술인 EBSD가 개발되어 SEM의 분석 기능이 주목 받고 있다. 이러한 EBSD는 후방 산란 전자의 회절 패턴을 분석하여 시편 내 결정립의 방위를 분석하는 방법이다.

재료의 미세조직을 이루는 결정립의 방위는 금속의 변형 후 재결정시 나타나는 집합조직의 분석, 박막에서의 에피 성장, 다결정체의 입계면의 특성 분석 등에 필수적인 정보이다. EBSD를 이용한 방위 분석법이 개발되기 전까지는 X-선이나 TEM을 이용하여 재료 내 결정립의 방위를 분석하였다. X-선 회절을 이용하여 극점도(pole-figure)를 얻는 방법은 금속의 집합 조직 연구에 주로 사용되어 온 분석법이다. 이 방법으로는 X-선

의 직경인 최소 1mm 이상의 원 형태의 영역 내부에 존재하는 모든 결정립들의 평균적인 방위 정보, 즉 광역적 집합 조직을 측정할 수 있지만, 공간 분해능의 한계로 인해 시편내의 결정립 하나 하나의 방위는 측정할 수 없는 단점이 있다. 결정립 하나의 방위를 알기 위해서는 TEM의 CBED법을 이용해야 했는데, 이 방법으로는 국부적인 미소 영역의 방위를 매우 정확하게 측정할 수 있으나 수 μm 이하로 분석 영역이 제한되어 있다. EBSD법은 X-선 회절법과 TEM 분석법의 중간에 위치하는 방위 분석 방법으로 정확도와 분해능은 TEM에 비해서 다소 떨어지지만, 상대적으로 시편 준비나 측정 영역 면에서 유리하다. 그리고 X-선 회절법과 같이 한번에 시편 내 결정립의 전체적인 방위 분포를 측정할 수는 없지만, mapping 기능을 이용하면 SEM 관찰 영역에서의 모든 결정립의 방위 분포를 알 수 있으므로 매우 유용하다. Table 1에 각 분석법의 결정방위 분석의 특징을 비교하였다.

본 특집에서는 먼저 EBSD 분석법의 역사와 원리에 대해 소개한 후, 금속 집합조직의 방위분석에 비해 아직까지는 응용이 저조한 세라믹 재료에 대한 응용 예를 간단히 소개하고자 한다. 박막이나 벌크결정 및 다결정체 세라믹 재료에 있어서 미세조직을 구성하는 결정립의 방위 및 입계의 특성은 재료의 물성에 매우 큰 영향을 미치므로, EBSD 분석은 앞으로 보다 활발하게 이용될 것으로 기대된다.

2. EBSD의 역사

EBSD는 1928년 Kikuchi에 의해 mica 결정에서 발견

Table 1. 여러 가지 결정 방위 분석법의 비교

	EBSD in SEM	CBED in TEM	X-ray pole figure
spatial resolution	20-500 nm	5-10 nm	1 mm
sample preparation	relatively easy	difficult	easy
accuracy of orientation	1-2°	0.1-0.2°	-
mapping	yes	no	no

된 전자 회절 패턴에서 시작되었다. 한 쌍의 선들의 집합으로 이루어진 이 회절 패턴은 '기쿠치 패턴'(Kikuchi patterns)으로 잘 알려져 있다. 기쿠치 패턴은 입사된 전자빔이 비탄성 충돌로 매우 작은 에너지를 잃은 후 다시 회절을 일으킬 때 나타나는 현상이다. 처음에는 기쿠치 패턴이 주로 TEM에서 관찰되어 활발히 연구되어 왔다. 1954년, Alam 등은 같은 회절 패턴이 뒤로 반사되어 나오는 현상을 처음으로 보고하고 이를 고각 기쿠치 패턴(high-angle Kikuchi patterns)으로 명명하였다. 이는 최초의 EBSD 패턴의 발견이었으나, SEM을 이용한 EBSD 패턴의 구현과 이를 이용한 결정 방위의 측정에 대한 연구는 1973년부터 서섹스 대학(Sussex Univ.)의 Venables 등이 일련의 논문을 발표하면서 본격적으로 이루어졌다. 이들은 형광 스크린을 이용하여 패턴을 기록한 뒤, 이를 사진으로 찍어서 결정 방위를 분석하였다. 1980년에 들어서 컴퓨터를 이용한 결정 방위 분석에 대한 연구가 계속되어 Dingley 등에 의해 EBSD 패턴의 실시간 저장과 분석이 가능하게 되었다. 하지만, 결정 방위를 분석하기 위해서는 잘 숙련된 기기 조작자가 결정 구조와 두 개의 zone axes에 대한 정보를 입력해야만 하였다. 1990년, Schmidt 등이 좀 더 진보된 방법을 발표하였으나 여전히 기기 조작자가 적어도 두 개 이상의 Kikuchi band를 지정해 주어야만 했다. 1992년 Krieger-Lassen 등은 Hough transform을 이용하여 완전히 자동화된 EBSD의 분석 방법을 구현할 수 있음을 보고하였다. 같은 해 예일대학(Yale Univ.)의 Adams 등은 aluminum에서 처음으로 소위 Orientation Imaging Microscopy(OIMth)를 이용한 micrograph를 얻었으며, 4년 뒤인 1996년에는 두 개 이상의 상이 공존하는 계에서도 방위 분석이 가능해졌다. 현재는 완전히 자동화된 상업적인 EBSD 장비의 이용이 가능해졌으며, 영국의 Oxford사와 미국의 TexSEM사에서 제조하고 있다.

3. EBSD의 원리

3-1. EBSD의 형성

시편에 입사된 전자빔은 여러 가지 반응을 일으키게 되는데, 크게 탄성 산란(elastic scattering)과 비탄성 산란(inelastic scattering)으로 나눌 수 있다. 원자핵에서 탄성 산란된 전자는 Laue의 회절 조건을 만족하는 방향으로 입사된 에너지를 잃지 않고 회절 되어 나온다. 이러한 회절 전자가 TEM에서 특정한 회절 패턴을 구성하는 것이다. 또한, 대부분의 비탄성 산란된 전자는 시편 내부에서 에너지를 잃은 반면에 에너지를 얻은 2차 전자가 방출되게 되는데, 이를 이용하면 SEM 이미지를 구성할 수 있게 된다. 비탄성 산란된 전자들은 특정 X-선이라든지, 오제이 전자 등을 방출시키기도 하는데, 이러한 반응은 시편의 원소를 분석하는데 유용하게 이용된다.

EBSD 패턴은 전술한 바와 같이 기쿠치 패턴과 동일한 원리로 형성된다. Fig. 1에서 보는 바와 같이 시편에서 약하게 비탄성 산란된 전자는 입사 빔과는 달리 시편 내의 모든 방향으로 산란되어 나간다. 약하게 비탄성 산란된 전자들이 각 {hkl} 결정면에 대한 다음의 Bragg의 조건을 만족하게 되면 그 방향으로 탄성 산란되어 나가게 된다.

$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta \quad (1)$$

이 경우 비탄성 산란된 전자는 입사 때의 에너지를 거의 잃지 않기 때문에 위 식의 파장 값은 입사 전자빔의 파장으로 간주할 수 있다. 또한, 이러한 전자는 모든 방향에서 입사되는 전자로 생각할 수 있기 때문에 전자는 하나의 회절점이 아닌 원추형의 방향으로 회절 되어 나가게 된다. 이를 Kossel-cone이라고 하며 기쿠치 패턴은 한 쌍의 원추의 일부분인 한 쌍의 선으로 나타내게 된다. 한 쌍의 기쿠치 선은 그 선에 평행한 {hkl} 면을 의미하

고, 그 간격은 면간 거리와 다음의 관계를 가지는 것이 잘 알려져 있다.

$$\omega d_{hkl} = C \quad (2)$$

여기에서 ω 는 평행한 기쿠치 선간의 거리이고, C는 카메라 상수이다. 이러한 기쿠치 선들의 집합에서 선간 거리를 이용하여 각 선들의 지수를 결정하면, 각 기쿠치 선이 만나는 pole의 지수를 결정할 수 있고 이로부터 입사 빔의 방위를 정확히 결정할 수 있게 된다.

이러한 원추형의 기쿠치 선은 원리적으로 모든 공간 상으로 회절 되게 되므로 후방으로 산란되는 기쿠치 선도 존재하게 된다. 이러한 후방 산란되는 기쿠치 선을 이용하면 전자빔이 시편을 투과하지 않더라도 기쿠치 회절 패턴을 얻을 수 있으므로 SEM에서도 결정의 방위를 분석할 수 있게 되는 것이다. 이렇게 후방으로 산란

되는 기쿠치 패턴은 처음에는 High-angle Kikuchi patterns 혹은 Backscatter Kikuchi Patterns, BSKs 등으로 불렸으나, 현재는 EBSD 혹은 EBSP 등으로 불려 지게 되었다. 하지만, EBSD 패턴은 상대적으로 적은 양의 전자로 구성되므로 일반적인 SEM의 시편 설정으로는 분석할 만큼의 선명도를 가지는 패턴을 얻기 힘들다. 따라서, 시편을 기울여서 입사 빔이 시편에 큰 각도를 가지고 입사될 수 있게 하여 후방 산란되는 전자의 양이 늘어줌으로써 분석에 필요한 선명도를 가지는 패턴을 얻게 되었다. 현재 사용되는 EBSD용 홀더는 입사 빔이 시편에 70°의 각도를 가지고 입사되도록 설계되었다. Fig. 2에 이러한 EBSD 패턴의 형성이 개략적으로 표현되어 있다. Fig. 3에는 이러한 방법으로 얻어진 지르코늄의 대표적인 EBSD 패턴을 나타내었다.

3-2. EBSD를 이용한 방위 분석

EBSD를 이용한 방위 분석은 기본적으로 기쿠치 패턴을 이용한 방위 분석과 같은 원리를 이용한다. 하지만,

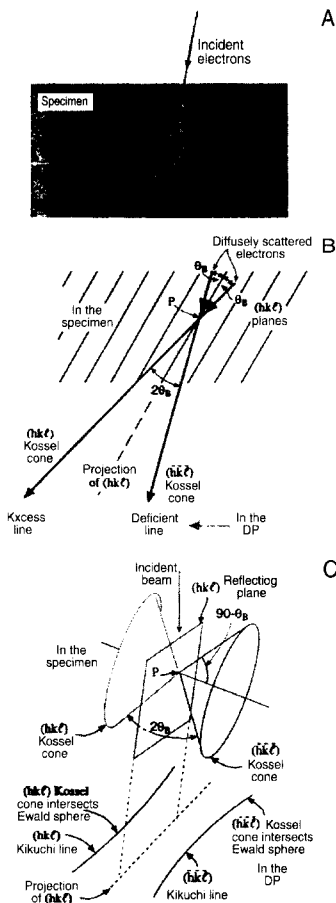


Fig. 1. 기쿠치 패턴의 형성 원리.

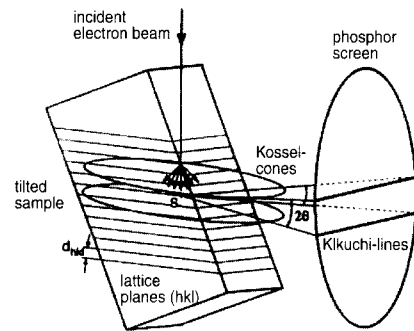


Fig. 2. EBSD 패턴의 형성 원리.

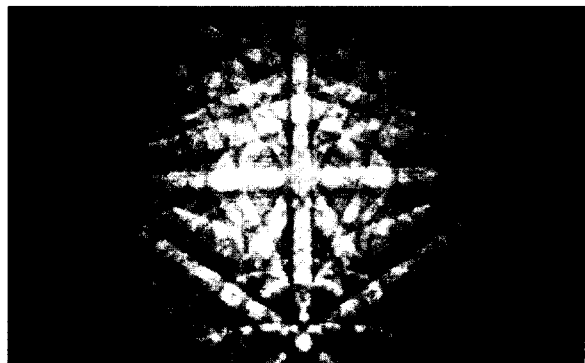


Fig. 3. Zirconium의 EBSD 패턴.

TEM의 기쿠치 패턴은 입사 빔의 위치가 패턴 상에 나타나 있으므로 이를 이용하여 입사 빔과 결정 방위의 관계를 알아낼 수 있으나, EBSD 패턴의 경우는 이러한 기준점이 없으므로 이러한 기준점을 찾는 방법이 필요하다. 뒤에 자세히 설명하겠지만 EBSD에서는 이 문제를 보정을 통해 패턴의 중심을 구함으로써 해결하고 있다. 또한, EBSD 밴드의 지수는 TEM에서와 같이 각 기쿠치 선의 간격으로부터 식 (2)를 이용하여 결정하기 힘들기 때문에 각 밴드 사이의 각을 측정하는 방법이 사용된다. 이제부터 이러한 EBSD에서의 결정 방위 분석 원리에 대해 자세히 알아보기로 하자.

일반적으로 재료내의 결정립의 방위는 결정립의 결정 축계와 시편축계 사이의 회전 관계로서 표현된다. U로 표시되는 결정축계는 원점과 세 개의 단위 벡터 $(O, \vec{u}_1, \vec{u}_2, \vec{u}_3)$ 로 표현될 수 있고, W로 표시되는 시편축계도 마찬가지로 $(O, \vec{w}_1, \vec{w}_2, \vec{w}_3)$ 로 표현된다. EBSD에서 시편의 축계는 RD(Rolling Direction), TD(Transverse Direction), ND(Normal Direction)의 세 축으로 표현되는데, 일반적으로 이러한 표기를 사용하는 것은 EBSD를 포함한 결정 방위 분석법이 압연한 금속의 재결정 집합조직 연구와 밀접하게 연관되어 발전해 왔기 때문이다. 임의의 벡터 \vec{p} 가 두 개의 다른 축계로 표현된다면 그 둘 사이에는 다음의 관계식이 성립한다.

$$[\vec{p}]_U = g[\vec{p}]_W = \begin{bmatrix} | & | & | \\ \vec{u}_1 & \vec{u}_2 & \vec{u}_3 \\ | & | & | \end{bmatrix} [\vec{p}]_W \quad (3)$$

결국 결정의 방위를 측정하는 것은 회전 행렬, g 를 결정하는 것으로 환원될 수 있다. 우리가 g 를 정확히 알게 된다면 시편의 각 축 방향으로 결정이 어떻게 놓여져 있는지는 쉽게 계산되어 진다. 시편축계는 우리가 임의로 정할 수 있기 때문에, g 를 결정하기 위해서는 결정축계에 대한 정보가 필요하다. 하지만, 결정의 축계에 대한 정보를 직접 알 수는 없기 때문에, 결정축계의 정보를 포함하고 있는 간접적인 정보가 사용된다. 여기에서 EBSD 패턴의 필요성이 대두되게 된다. EBSD 패턴에는 이러한 결정축계에 대한 정보가 포함되어 있기 때문

에, 이를 이용하여 회전 행렬 g 를 구하는 것이 EBSD를 이용한 결정 방위 분석의 요체가 된다. 따라서, EBSD를 이용하여 g 를 결정하기 위해서는, 따라서 V로 표현되는 새로운 축계의 도입이 필요한데, 이 축계는 EBSD 패턴의 축계로서 $(O, \vec{v}_1, \vec{v}_2, \vec{v}_3)$ 로 표현된다. Fig. 4에 이러한 세 개의 축계의 기하학적인 관계가 표현되어 있다. 그림에서 벡터 \vec{n} 은 특정 결정면에 수직인 단위 벡터이고, 이 결정면은 패턴상의 그 결정면에 해당하는 EBSD 밴드와 평행하다. 벡터 \vec{n} 은 식 (3)에 의해 $[\vec{n}]_U = g[\vec{n}]_W$ 를 만족하므로, 새로운 두 개의 회전 행렬을 다음과 같이 정의하면,

$$\begin{aligned} [\vec{n}]_U &= X[\vec{n}]_V \\ [\vec{n}]_W &= Y[\vec{n}]_V \end{aligned} \quad (4)$$

우리가 구하고자 하는 행렬 g 는 다음과 같이 표현된다.

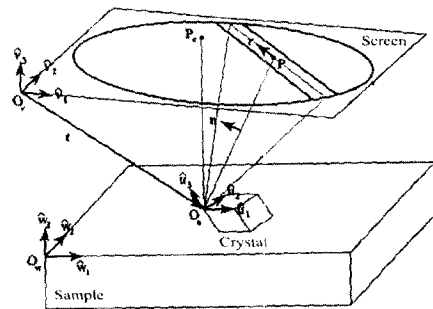


Fig. 4. 세 개의 축계간의 기하학적인 관계.

$$g = X^T Y^T = (YX)^T \quad (5)$$

따라서, 결정의 방위를 결정하는 문제는 다시 행렬 X와 Y를 구하는 문제로 환원되었다. 여기에서 행렬 Y는 원칙적으로는 기울임 각, 형광 막과 현미경의 y축과의 기울기 등 시편과 형광 막과의 기하학적인 관계에 의해 결정된다. 하지만, 이러한 상수들의 측정값에는 오차가 있기 때문에 실제로는 오히려 g 값이 알려져 있는 표준시편을 이용하여 역으로 정확한 Y를 구하고 있다. 여하튼, 행렬 Y는 현미경에 EBSD 측정 형광 막이 설치되면, 상수 행렬로 결정되므로 행렬 X에 비해 결정이 어렵지 않다.

행렬 X 를 구하는 문제는 EBSD 분석의 핵심이라고 할 수 있으므로 보다 자세한 설명을 하고자 한다. 먼저 하나의 EBSD 밴드는 그에 해당하는 결정면에 평행하다는 사실을 상기하면, 면지수(hkl)을 갖는 EBSD 밴드와 그에 해당하는 결정면에 수직인 벡터 \vec{n} 은 U 축계에서 다음 식으로 표현되어 진다.

$$[\vec{n}]_U = \frac{1}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \begin{bmatrix} h \\ k \\ l \end{bmatrix} \quad (6)$$

밴드의 지수를 결정하는 문제는 뒤에 다시 설명하도록 하겠다. V 축계에서의 벡터 \vec{n} 의 값을 구하는 방법을 이해하기 위해서는 Fig. 4를 바르게 이해할 필요가 있다. 그림 상에 표시된 벡터 \vec{i} 는 V 축계의 원점 O_V 에서 U 축계의 원점 O_U 까지의 이동을 표현한다. 시편에서 EBSD 빔이 방출되는 점(Pattern Source)을 U 축계의 원점으로 잡는다면, O_U 에서 형광 막에 내린 수선의 발을 패턴의 중심(Pattern Center), P_C 로 생각할 수 있다. 여기에서 우리는 V 축계로 표현된 벡터 \vec{i} 를 다음과 같이 나타낼 수 있으며,

$$\begin{aligned} [\vec{i}]_V &= [O_V P_C]_V + [P_C O_U]_V \\ &= \begin{bmatrix} x_o \\ y_o \\ 0 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \\ -R \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} x_o \\ y_o \\ -R \end{bmatrix} \end{aligned} \quad (7)$$

이로부터 벡터 \vec{i} 는 패턴의 중심, P_C 의 좌표와 빔의 방출 점과 형광막사이의 거리 R 로 표현됨을 알 수 있다. 따라서, 패턴의 중심과 R 값을 알 수 있다면 벡터 \vec{i} 의 값을 구할 수 있게 된다. 이 벡터 \vec{i} 는 V 축계에 벡터 \vec{n} 값을 구할 때 사용되어지는 매우 중요한 상수이다. 이 벡터 값은 보정(calibration)을 통해 구할 수 있는데, 이는 다음과 같은 원리로 이루어진다. 형광 막의 위치를 형광 막에 수직인 방향으로 변화시킨다면, EBSD 패턴은 확대되거나 축소될 것이다. 하지만, P_C 점은 EBSD 패턴이 방출 점에서 형광 막에 그은 수선의 발이므로 형광 막과 시편간의 거리를 바꾸어도 변하지 않는다. 다시 말하면, 거리에 따라 변하지 않는 점을 찾으면, 그 점이 바로 P_C 점이 되는 것이다. R 값은 이미 결정방위를 알고 있는 표준시편을 이용하여, 각 극점간의 거리로부터 역으

로 계산할 수 있다. 보정을 통해 벡터 \vec{i} 가 결정되면 벡터 \vec{n} 을 V 축계에서 구할 수 있게 되는데, 그림에서 보

듯이 패턴상의 한 점 P 와 밴드에 평행한 단위 벡터 \vec{n} 을 생각하면, 벡터 \vec{n} 은 벡터 $[O_V P]_V$ 과 벡터에 동시에 수직인 벡터이므로, 두 벡터의 외적으로부터 다음 식과 같이 주어진다.

$$[\vec{n}]_V = \frac{[i]_V \times ([O_V P]_V - [i]_V)}{|[i]_V \times ([O_V P]_V - [i]_V)|} \quad (8)$$

이상과 같이 각 밴드에 대해 벡터 \vec{n} 이 U 와 V 축계에 대해 구해지면, 원리적으로 각 EBSD 밴드에 해당하는 모든 벡터 \vec{n} 에 대해 식 (4)가 동시에 성립하는 행렬이 행렬 X 가 된다.

3-3. 자동화된 EBSD 방위 측정 원리

원칙적으로는 3-2장의 과정을 거치면 결정의 방위를 나타내는 행렬 g 를 구할 수 있으나, 실제적으로는 어려움이 있다. 먼저, 측정 오차로 인해 모든 벡터 \vec{n} 에 대해 식 (4)를 동시에 만족시키는 행렬 X 는 존재하지 않는다. 따라서, 실제로는 sum of squared error SSE(X)를 최소로 하는 X 값을 찾아야 한다. 이러한 작업은 컴퓨터의 도움 없이는 거의 불가능하다. 또 한 가지, 앞서 언급하였듯이 아주 선명한 EBSD 밴드를 얻기는 힘들기 때문에 그 지수는 TEM에서와 같이 식 (2)를 이용하여 결정하기가 매우 힘들다. 따라서, EBSD 밴드의 지수를 정하기 위해서 다음의 과정을 이용한다. 먼저, $[\vec{n}]_V$ 값을 결정하면, 임의의 두 밴드 사이의 각을 계산한다. EBSD 밴드는 그에 해당하는 결정면과 평행하므로, V 축계에서 계산된 각과 U 축계에서의 각은 같은 값을 가지게 된다. 다음으로, 측정하는 재료의 결정구조로부터 미리 계산된 결정면 사이의 각의 Look-Up Table을 이용하여, 가장 유사한 $[\vec{n}]_V$ 값의 쌍을 찾고, 이로부터 행렬 X 를 계산한다. 계산된 행렬 값들의 오차를 계산하여, 오차의 최소 값으로부터 $[\vec{n}]_V$ 값과 X 를 동시에 결정하게 된다. 이러한 과정이 Fig. 5에 개략적으로 나타나 있으며, Fig. 6은 실제 Opal 프로그램을 이용하여 알루미늄의 EBSD

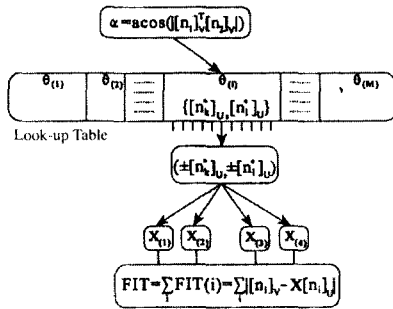


Fig. 5. 자동화된 EBSD 프로그램에서 EBSD 밴드와 행렬 X를 구하는 개략적인 과정.

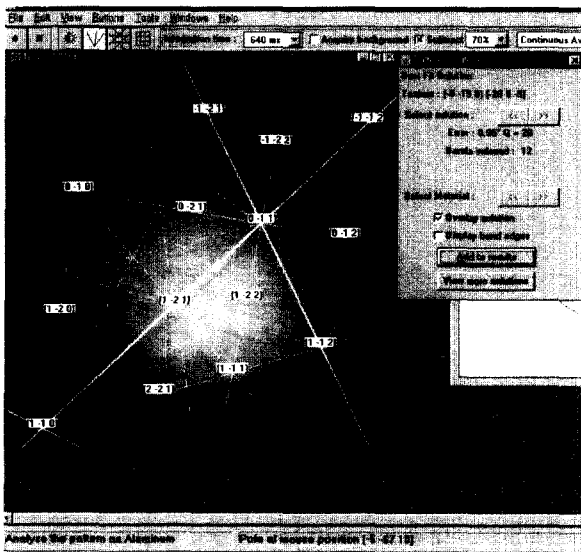


Fig. 6. Opal 프로그램으로 분석한 Aluminum의 EBSD 패턴.

패턴을 분석한 결과이다. 컴퓨터를 이용한 이러한 분석은 실제로 매우 빠른 시간에 이루어진다.

4. EBSD 장비의 소개 및 세라믹 재료에의 응용에

현재 서울대 재료시험실에 설치되어 있는 EBSD장치는 JEOL사의 SEM(JSM-6300)에 형광 막과 CCD 카메라를 장착한 Oxford사의 Opal system이다. Opal system에서는 EBSD 패턴을 얻고 이를 분석하는 모든 과정이

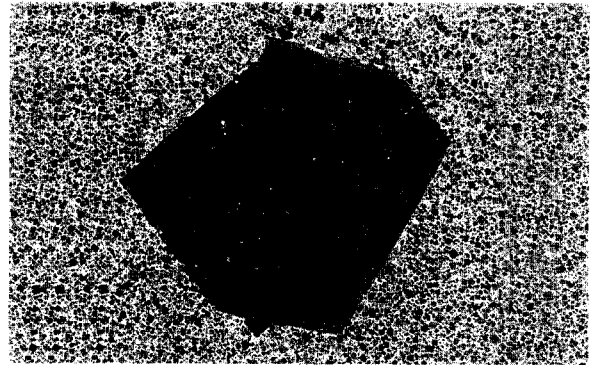


Fig. 7. Micrograph of PMN-35PT Ceramics sintered at 1150 °C for 20h.

Link Opal과 OpalMap이라는 프로그램을 통해 컴퓨터로 제어되고 있으며, mapping의 경우 한 점에서 패턴을 얻어서 방위를 분석하기까지 1초 정도가 걸린다. 텅스텐 필라멘트를 이용한 전자빔의 공간 분해능은 500 nm 이하이며, 방위각의 오차는 2° 이내이다. 서울대의 EBSD 장치는 1998년에 설치되어 활발히 이용되고 있으며, 대체로 금속 재료의 연구에 많이 이용되고 있다. 세라믹 연구자들에게는 잘 알려지지 않은 탓인지 많이 활용되고 있지 못한 실정이나, 점차로 이용이 증가하고 있다. 결정 방위 분석에는 매우 유용하고도 손쉬운 분석기술이므로, 최근 들어 국내에도 EBSD장치가 많이 도입되고 있다. 특히, 세라믹 재료의 경우, 일반 SEM 시편과 같이 표면을 연마하고 얇게 탄소 코팅을 해 전도 층을 만들어 주기만 하면 손쉽게 분석이 가능하다.

다음으로는 EBSD의 세라믹 재료에의 응용 예로 Pb(Mg_{1/3}Nb_{2/3}O₃)-35 mol%PbTiO₃(PMN-35PT) 세라믹스의 비정상 입자내의 결정립계의 분석에 대해 소개하고자 한다. 완화형 강유전체인 PMN과 PT의 고용체인 PMN-35PT에 과량의 PbO를 첨가하고 소결하면 소결 중에 소수의 입자가 기지상의 작은 입자들을 소멸하면서 조대하게 성장하는 비정상 입성장 현상이 나타난다. Fig. 7은 비정상 입성장이 나타난 시편의 미세구조이고, Fig. 8은 이를 EBSD로 분석하여 ND, TD, RD로 표현된 시편의 세 축이 나타내는 결정학적 방향을 색으로 표현한 방위 map이다. 각 색이 나타내는 결정학적 방향은 Fig. 8(d)의 color key에 나타나 있는데, 예를 들어 ND

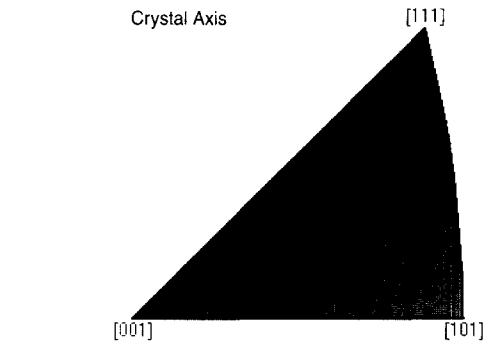
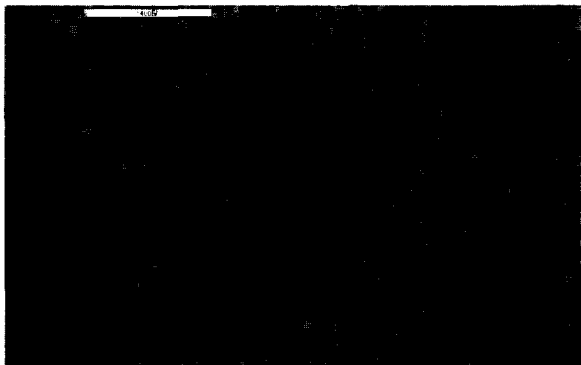
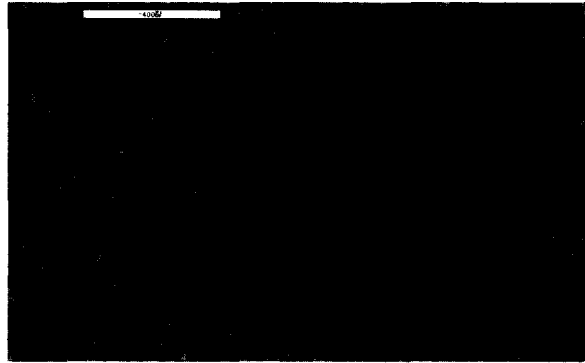
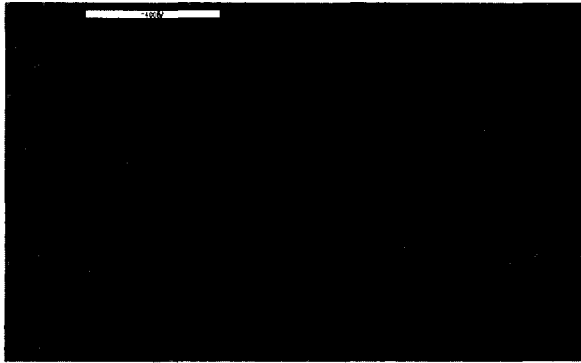
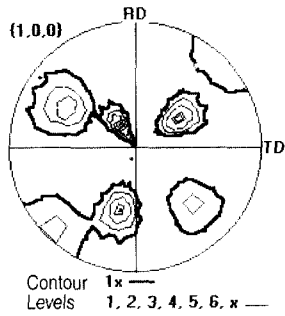


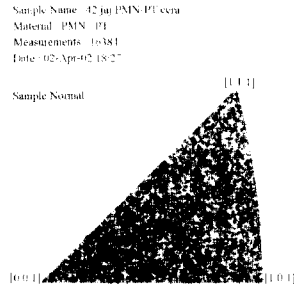
Fig. 8. Orientation maps of EBSD results.

map에 붉은 색에 가까운 색으로 나타난 결정립은 시편의 ND가 그 결정립의 {100} 방향과 유사함을 보여준다. 방위 map은 결정축계와 시편축계 사이의 관계를 정성적으로 이해하기 쉽게 보여준다. Opal 프로그램은 X-선 분석에서 널리 사용되는 극점도(Pole figure)와 역극점도(inverse pole figure)로도 방위를 나타내 줄 수 있는데, 같은 시편의 {100} 극점도와 ND 역극점도를 Fig. 9에 나타내었다. 극점도는 시편축계의 입장에서 결정의 {100} 방향을 표시한 것이며, 역극점도는 극점도와 반대로 결정축계의 입장에서 시편의 ND를 나타낸 것이다. 이러한 표현법들은 전체적인 방위 관계를 한 눈에 볼 수 있게 해 주는 장점이 있다. 보다 정확한 방위를 정량적으로 표현하기 위해서는 앞서서도 언급한 바 있는 회전행렬 g 나 밀러지수(Miller indices), 오일러각(Euler's angles) 등의 값으로 표현해야 한다. Opal 프로그램은 이러한 값들을 text 형태로 지원한다. 각각의 방위 표현법에 대해서는 Reference를 참고하기를 바란다. Fig. 8

에서 볼 수 있듯이 PMN-35PT의 비정상 입자는 결정 방위가 다른 입자들의 합체임을 EBSD로 확인할 수 있었다. 이 두 개의 큰 결정립의 방위는 또한 Fig. 9의 극점도와 역극점도에서 가장 빈도가 높은 두 개의 방위로 나타나며, 이를 분석한 결과 이 두 결정립은 쌍정 관계를 가지고 있음을 알 수 있었다. 게다가, 두 개의 큰 입자가 불규칙한 쌍점 입계를 가지고 붙어있는 중에 작은 입자들이 비정상 입자 내에 포획되어 있음을 확인할 수 있었다. 이렇게 EBSD 분석을 이용하면 입계를 구분하기 힘든 시편에서도 각각의 입자를 구분할 수 있는 장점이 있다. 또한, 이러한 입자의 개별적인 방위를 분석할 수 있으므로, 입자 사이의 어긋남 각(misorientation angle)도 계산할 수 있는 바, Fig. 10에 같은 시편의 입계의 어긋남각을 계산한 결과를 입계 map과 histogram으로 표시하였다. 어긋남각을 계산하면 특정한 축으로 특정각만큼 어긋나 있는 특수 입계도 확인할 수 있는데, 이러한 특수 입계는 CSL(Coincidence Site Lattice) 입계

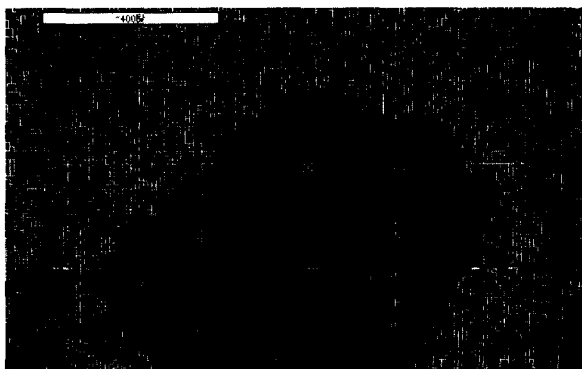


(a) (100) pole figure

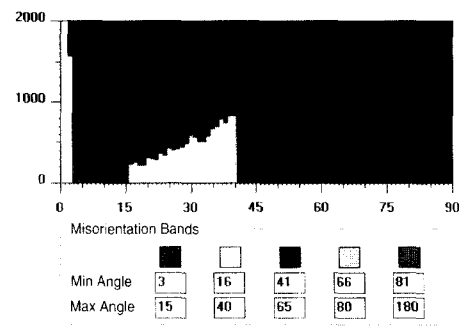


(b) Inverse pole figure (ND)

Fig. 9. Pole figure and inverse pole figure



(a) Map of misorientation angles



(b) Histogram of misorientation angles

Fig. 10. Analysis of Misorientation angles of grain boundaries.

라고 불린다. CSL 입계는 격자점이 일치하는 정도에 따라 Σ 값으로 표현된다. 이러한 입계 분석을 통해서도 비정상 입자내에 존재하는 불규칙한 입계가 특수 입계인 $\Sigma 3$, 즉 쌍정 입계임을 확인할 수 있다. 또한, 비정상 입자에 포획되어 있는 작은 입자들도 저각의 입계를 가지고 있음을 확인하였으며, 쌍정 입계나 저각의 입계 모두 저 에너지 입계이므로 이러한 낮은 입계 에너지를 가지는 입계들이 비정상 입성장에 중요한 영향을 미치고 있음을 알 수 있다.

5. 결 론

재료의 결정립 방위를 매우 손쉽게도 유용하게 분석할 수 있는 EBSD 분석법에 대해 알아보았다. EBSD는 본격적으로 응용되기 시작한지 얼마 되지 않은 새로운 분석 기술로서, 시편의 표면에서 반사되는 기쿠치 패턴

을 이용하여 결정 방위를 해석하는 방법이다. 현재 모든 분석 과정이 컴퓨터로 자동화되어 있어 재료의 방위 분석에 친숙하지 않은 연구자들이라도 손쉽게 이용할 수 있으며, 재료의 입계 분석에도 매우 유용하게 응용되고 있다. 지금까지 EBSD는 주로 금속 재료의 방위 분석에 널리 이용되어온 것에 반하여, 세라믹 재료의 방위 분석에는 상대적으로 덜 활용되었다. 그러나 일부 다결정 세라믹스, 벌크결정, 산화물 박막등의 결정립의 방위 및 입계 분석에 EBSD 분석법이 이미 유용하게 사용되고 있으며, 앞으로 다양한 세라믹 재료의 연구에 보다 활발하게 이용될 것으로 전망된다.

참고 문헌

1. A. J. Schwartz, M. Kumar, and B. L. Adams, Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, Kluwer Academic/Plenum Publishers, (2000).
2. N. C. Krieger-Lassen, Automated Determination of

Crystal Orientation from Electron Backscattering Patterns, IMM-Ph.D. Thesis, (1994).

3. Electron Backscatter Diffraction in GuideBook Series

from Oxford, (1996)

4. Crystal Orientation Mapping in GuideBook Series from Oxford, (1996)



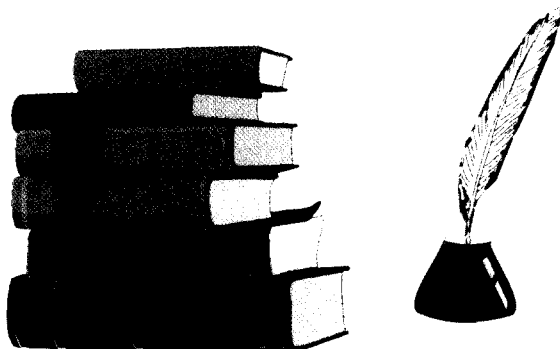
정의진

- 1994년 서울대학교 무기재료공학과 학사
- 1998년 서울대학교 무기재료공학과 석사
- 1998년 서울대학교 재료공학부 박사과정
- 현재 서울대학교 공과대학 재료시험실 EBSD 담당 조교



유상임

- 1992년 (미국) Iowa State Univ. 공학박사
- 1992년 (미국) Ames Laboratory- USD OE 박사후기과정
- 1993년 (일본) 초전도공학연구소 초빙연구원
- 1995년 (일본) 철도종합기술연구소 주임연구원
- 1998년 서울대학교 재료공학부 조교수
- 현재



국내 세라믹정보지 세라미스트 광고신청안내

“세라미스트”지는 국내 세라믹관련 업계, 대학, 연구소 및 유관기관, 단체 등을 대상으로 매회 3,000부를 발행·배포합니다.

적은 비용으로 최대 영업효과를 누릴 수 있는 세라미스트지에 귀사 및 귀사 제품의 효율적인 PR을 위하여 지금 신청하여 주시기 바랍니다.