한국전자현미경학회지 제 35권 제 4호 2005
Korean J. Electron Microscopy 35(4), 00~00(2005)

결정체내의 전위 결함 형태를 결정하는 LACBED 방법에 관한 고찰

김 황 수*
경성대학교 이과대학 물리학과

On the LACBED Method to Determine the Nature of the Dislocation Defect in Crystalline Materials

Hwang Su Kim*
Department of Physics, Kyungsung University, Namku, Busan 608 736, Korea
(Received November 17, 2005; Accepted December 13, 2003)

ABSTACT

In this paper we discussed in details how to determine the nature of dislocations in a crystal such as a Burgers vector, the line vector of dislocation and the associated slip plane, using LACBED and usual imaging techniques. These techniques basically involve the application of Cherns and Prestone's rules, the simulations of LACBED patterns with a certain form of the dynamical diffraction theory. The theoretical aspects including necessary approximations for calculations also were in details discussed. As a test specimen for experiments, the foils of a pure aluminum, containing many dislocations with appropriate density for LACBED experiments, were used..

Key words : Aluminum, Dislocations, LACBED, TEM

서 론

결정물질의 물성연구에서 이 결정체내에 보편적으로 항상 일어나는 전위 결함(*Dislocation Defect*)의 이해는 기본적인 중요성을 갖는다. 이 전위 결함과 이에 의해 파생되는 여러 결함에 대한 체계적인 이론적 규명은 현재 잘 이루어져 있다[예: Hirth et al. (1968), Hull et al. (1984)]. 그리고 이들 결함에 대한 관찰에는 전자(투과)현미경(TEM & SEM)이 널리 이용되고 있음은 주지의 사실이다. 이중 TEM 이용에서 CBED 혹은 LACBED (*Large Angle Convergent Beam Electron Diffraction*) 방법이, 결정체 여러 형태의 결함과 넓은 범위에 걸쳐 수반되는 변형 상태를 비교적 정확히 알아내는데 최근 많이 이용되고 있다[예: Cherns et al. (1989), Humphrey et al. (1988), Perez R (1990), Cherns et al. (1991), Chou et al. (1992), Tanaka et al. (1994), Kim et al. (1999).].

이 논문은 2004년도 경성대학교 학술지원연구비에 의하여 연구되었음.
* Correspondence should be addressed to Hwang-Su Kim, Department of Physics, Kyungsung University, 110 1 Daeyon dong, Namgu, Busan 608 736, Korea. Ph.: (051) 620-4621; FAX: (051) 628-6059; E-mail: jwa@ks.ac.kr

특히 Cherns & Preston (1989)들은 LACBED 방법에 의한 전위 결함의 *Burgers vector*를 결정하는 유용하고도 단순 명료한 규칙들을 얻었다 (CPs 규칙들 (rules)). 이 규칙들은 다음과 같다: 완전 전위 결함에 대한 LACBED 패턴에서 Bragg회절 선이 전위 결함 선을 가로지를 때, $n = \mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$ (n은 정수, **g**는 역 격자 회절 벡터, **b**는 Burgers 벡터)을 만족하는 $|n|$개의 줄 무늬 (fringes)로 분리되는 규칙과 이 줄무늬 방향성으로부터 n의 부호를 결정 할 수 있는 규칙들로 요약된다. 따라서 3개의 독립적인 회절 벡터들에 대한 이 관계식으로 나타나는 관측결과를 얻으면 **b** 벡터가 유일하게 결정된다.

종래에는 $n = 0$인 경우 즉 **g**와 **b**가 수직을 이루는 제한적인 회절조건 하에, 낮은 지수의 g-회절 빔 상들 (*Bright Field (BF) or Dark Field (DF)images*)에서 전위 결함상이 매우 약하거나 관측되지 않는 현상으로부터 *Burgers vector*를 주로 결정했다 [예: Hirsch et al. (1977)]. 이러한 종래 방법과 비교해서 CPs 규칙들을 적용한 새로운 방법은 실질적으로 $|n| = 0 \sim 6$ 정도를 만족하는 많은 **g**에 대해 이용되기 때문에 용이하고 확실하게 *Burgers vector*를 결정 할 수 있는 장점이 있다. 그러나 이 CP 규칙들의 적용에는 한계가 있다. 즉 $|n|$개의 분명한 줄무늬로 갈라지는 패턴을 관찰하기 위해서는 결정두께가 50 nm~300 nm 이어야 하고 동역학적 회절효과가 최소화되는 조건이 필요하다 (Perez, 1990; Chou et al. 1992). 그럼에도 불구하고 이들 조건은 CP 규칙들을 적용하는데 큰 방해가 되는 조건들은 아니다. 왜냐하면 TEM 관찰에는 대부분 위의 결정두께 범위 내에서 사용되고 있고, 또한 비교적 높은 지수의 g-회절강도는 동력학적 회절효과가 최소인 운동학적 회절특성을 갖고 있다. LACBED패턴에서는 이 높은 지수에 g-회절 선이 충분히 강해서 분명히 잘 관측된다. 그러나 전위 결함이 결정체 표면 가까이 있거나 급경사를 이루고 있는 경우, 또한 많은 결함이 밀집되어 있는 경우는 당연히 회절선의 줄무늬 갈라짐이 분명하지 않다. 말하자면 보고자 하는 전위 선 결함 주위에 적어도 50 nm 이내에는 다른 결함이 없어야 한다. 이러한 제한성에도 불구하고 실질적으로 많은 경우에 이 방법이 적용 가능 하거나 혹은 결함에 대한 유용한 정보를 제공한다.

일반적으로 전위 결함 형태를 확실히 이해하기 위해서는 Burgers-벡터 뿐만 아니라 이에 수반되는 결정 원자군 이동이 이루어지는 미끄럼 평면 (*slip plane*) 및 전위 결함선의 방향 벡터도 알 필요가 있다. 이 정보는 전위 결함 형태를 (Edge, Screw 및 Mixed dislocations) 결정하여 준다. 본 연구에서는 순수 알루미늄의 전위 결함들을 한 예로서 택해 이에 대한 LACBED 패턴 관찰과 대응되는 시뮬레이션과의 비교분석을 통해 이 결함의 형태를 결정짓는 인자들 (*Burgers Vector, Slip plane & Dislocation line vector*)이 얻어지는 과정 및 방법을 상세히 제시하고자 한다.

재료 및 방법

1. 이론적 배경

한 결정내의 일직선 전위 결함 주위에 일어나는 원자군의 변위벡터 R은 다음으로 주어진다 (Head et al., 1973; Hirsch et al., 1977).

$$\mathbf{R} = 1/2\pi\{\mathbf{b}\theta + \mathbf{b}_e [\sin 2\theta/4(1-\nu)] + \mathbf{b}\times\mathbf{u} [\cos 2\theta/4(1-\nu) + ln(r/r_0)(1-2\nu)/2(1-\nu)]\} \quad (1)$$

여기서 **b**는 *Burgers vector*, $\mathbf{b}_e$는 **b**의 전위 결함 선에 대한 수직성분 (*Edge component*), **u**는 전위 결함 선의 방향 단위 벡터, (ν는 Poisson ratio 이며 대체로 1/3 근처 값을 갖는다 (Hirsch et al., 1977). **r**과 θ는 결함 선에 수직한 평면의 한 점에 대한 극좌표, $\theta = 0$는 이 수직한 평면과 slip plane이 만날 때 이루는 선을 나타낸다. $r_0 \geq b$: 즉 (1)식이 성립되지 않는 결함 선의 핵 중심 (*dislocation core*) 주위 반경을 나타낸다. 위에 식은 결정체가 무한하고 탄성적이며 등방성 매질이라는 조건 하에 얻어진 것이므로, 비등방성의 유한한 결정체에 대해서는 근사적으로 성립하는 식이다. 대부분의 결정체에 대해 (1)식이 주는 오차는 20% 이내로 알려져 있다. 그러나 이 오차는 실질적으로 전자현미경적 실험 관측 결과를 분석하는데 이용되는 다른 인자의 불확실성에 비해 크지 않음으로 특별한 경우를 제외하고는 무시되고 있다 (Hirsch et al., 1977). 여기서 강조되어야 할 것은 변위벡터 **R**을 계산하기 위하여는

Burgers 벡터 **b**뿐만 아니라 전위벡터 **u** 및 θ결정하는 slip plane이 주어져야 한다. 따라서 한 결정체의 전위 결함의 형태(the nature of dislocation)를 이해하기 위해, 기본적으로 이 세 인자의 정보를 실험으로부터 얻는 것이 중요하다.

이 정보를 얻기 위한 LACBED 패턴 시뮬레이션 계산에는 실질 면에서 Fig. 1에 설명되어 있는 근사적 가정들이 필요하다. 첫째로 컬럼 근사(the column approximation, Hirsch et al., 1977)로 알려져 있는 가정에 따르면 그림에 보여주는 직경 ~2 nm 이내 컬럼 A-B에 들어오는 대부분 입사 빔은 이 컬럼에 따라 진행하면서 산란 및 회절을 일으킨다고 보고 있다. 이 가정으로부터 그림의 E점에 이동에 따른 개별 컬럼에 대해 입사 되는 독립적인 전자 빔에 의한 회절강도를 계산하게 된다. 두 번째 가정은 각 컬럼을 얇은 두께 Δz로 나누어 각 영역을 완전결정으로 보는 것이다. 그러면 결함 R에 의한 그림의 A 결정에 대한 B의 이동은 $\Delta R = R(z+\Delta z) - R(z)$로 주어진다. 그러면 이 모델은 각 컬럼에 대해 다 적층 결함 형태(the multi-layered stacking fault configuration) 와 본질적으로 같다. 이 경우에 대한 회절 상을 계산하기 위한 회절이론 전개와 실험적 증명이 저자에 의해 보고된바 있다(Kim, 1985). Fig. 1의 E 점에서 $t_z = t - z = 0$의 관계를 Kim(1985) 논문에 (12)식에 대입하면 전위 결함에 대한 회절상 내지 CBED/LACBED 패턴을 계산하는 공식이 얻어진다(Kim, 2002). 이 공식은 입사 빔에 대한 결정체 표면과 미끄러짐 면(slip plane)의 경사의 회절 효과가 고려된 일반적인 식이다. 그리고 근사적인 조건: $\{(\mathbf{n}_d = \mathbf{n}_s) \| \text{입사 빔 방향}\}$하에 (12)식은 보다 간단한 그리고 계산시간이 줄어드는 Wu et al. (2000)의 논문(4)식으로 변환된다. 이 논문의 LACBED 패턴 시뮬레이션에서 양쪽 모두의 공식을 이용하여 계산한 결과 패턴에서 중요한 차이는 거의 없었다. 즉 이것은 위에 언급한 경사면 효과가 이 패턴 시뮬레이션에서 적음을 의미한다. 위와 같은 방법에 의한 패턴 계산에서 전위 벡터 **ΔR**이 입력되고 따라서 불확실한 값 r_0를 포함하는 항은 상쇄되는 점을 주목 할 필요가 있다.

2. LACBED 패턴 관찰 방법

Fig. 2는 LACBED 패턴을 얻는 개략도 이다. 이것은 자기렌즈에 의한 전자 빔의 회전이나 확대가 전혀 없는 경우에 해당된다. LACBED 패턴은 다양한 방법으로 관측되지만 이 논문에서는 다음과 같은 방법을 사용했다: SA MAG (Select Area Magnification) 모드에서 빔의 수렴 점을 최대한 줄인 다음 시료 결정을 수 내지 수십 μm 정도 위로 Δh 올리면 S.A. 평면 Fig. 2에서 점선 표시)에 회절 패턴과 유사한 상이 (이론적으로는 정확히 회절 패턴임) 나타난다. 그리고 이 상태에서 회절 모드로 전환하면 그림 아래에 표시된 바와 같은

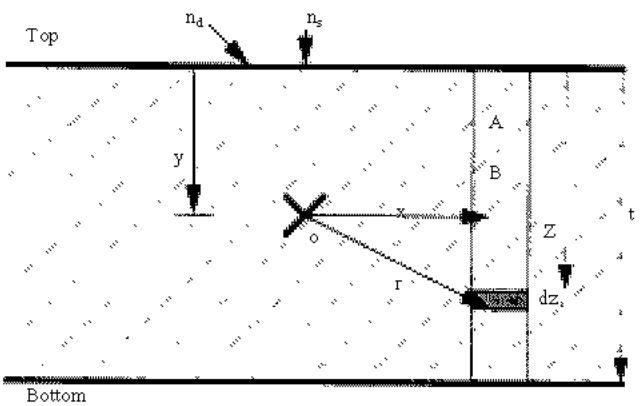

Fig. 1. Schematic diagram of a dislocation at the o in a crystal. The slip planes lying perpendicular to the paper are denoted as dot lines. The $\mathbf{n}_s$ and the $\mathbf{n}_d$ are normal vectors to the beam entrance surface (top) and the slip plane of a crystal, respectively. The bottom is the exit surface of a crystal to the incident electron beam. It is assumed that the incident beam entered into the column A-B passes through this column to exit at the E.

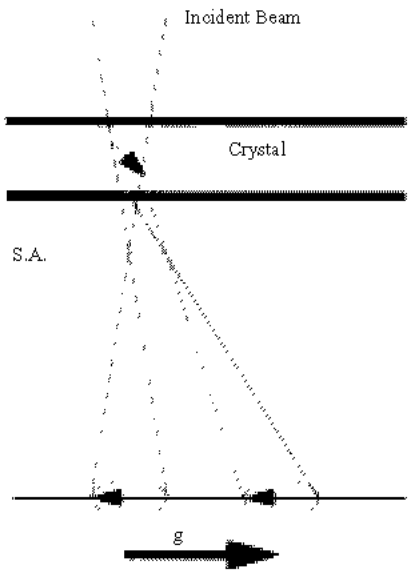

Fig. 2. A brief ray diagram of LACBED. The small arrows denote a defect in a crystal. The **g** arrow is a diffraction vector. The dashed line at the S.A. means the selected area aperture plane. The figure is for the case of a specimen moved up from the convergent point of the incident electron beam.

LACBED 패턴이 얻어진다.

실질적으로 빔의 수렴 점의 직경은 10 nm 이내이어야 하고 표준 수렴 반각이 1° 정도가 적당하다. 이 각은 보통 CBED 모드에서 사용되는 각 보다 일반적으로 크므로 Large Angle CBED (LACBED)로 불리게 되었다. 그리고 Δh 는 15~30 μm의 범위가 적당하고, 이 조건하에 수렴 빔이 결정표면을 덮는 면적은 500~1,000 nm의 직경을 가진 원면적에 해당된다. 그러므로 만약 이 영역에 결함에 존재하면 (Fig. 2에서 화살표로 표시됨) 이에 의한 회절변형이 LACBED 패턴에 나타난다. 이 방법에 장점은 S.A.평면에 회절패턴 이미지를 얻을 수 있다는 점이다. 이로부터 각 회절 점에 Bragg회절 각과 배율로부터 Δh를 정확히 측정 할 수 있다. 이 데이터는 정확한 LABCED 패턴 시뮬레이션이 반드시 필요한 수치이다. 또한 이 방법은 이미지와 회절패턴과의 회전 각도도 정확히 측정된다. 때때로 이 데이터가 반드시 필요한 경우가 있다 (Kim, 2003). 또한 S.A. 평면에 나타나는 회절 패턴 상으로부터 S.A.로 회절 점을 선택하여 BF/DF LACBED 패턴들을 분류해서 얻을 수 있다. 일반적으로 S.A. 크기가 충분히 작은 경우 불 필요한 빔을 차단 함으로 이렇게 선택된 패턴은 보다 선명하게 된다. 이 방법에 문제점으로는 시료를 위로 올리는 과정은 기계적인 움직임이기 때문에 정확히 수직으로 이동되지 않는다. 이 과정에서 시료에 위치가 평면 이동하여 본래에 보고자 하는 영역이 벗어 날 수가 있다. 따라서 이 점이 고려되는 주의가 관찰에 요망된다. 이 단점을 극복하기 위해 시료를 위로 움직이는 대신 빔을 확산 함으로써 Fig. 2와 동일한 조건을 만드는 방법이다 (Defocused LACBED mode). 그러나 이 경우는 S.A. 평면에 회절 패턴 상을 얻을 수 없고 BF/DF LABED 패턴 분리 관찰이 가능하지 않으며 Δh 값을 정확히 알아 낼 수 없다.

3. 관측 실험

순수 알루미늄 (a = 0.40497 nm, 면심입방 결정 (FCC)) 100 μm 두께의 박막을 TEM 조사가 가능하도록 3 mm 원판을 Twin Zet Polisher (TenuPol-5)로 과염소산 40%+ 증류수 60%의 전해질 용액으로 20 volts, 5 C에서 연마하였다. 그리고 이 시료 관찰 실험에 사용된 투과식 전자현미경 (TEM)은 JEM2010 (200 kV, HR pole piece, 부경국립대학교 공동실험실 실습관 소재 J2010 TEM)이다. 일반적인 TEM조사로부터 이 시료에 나타나는 결함들은 주로 전위 결함들이고, 이 결함들이 수 백 nm 간격으로 분포되어 있음이 관찰되었다. LACBED 패턴 관찰에는 TEM5-3 모드가 사용되었고 빔 수렴 반각은 1° 정도이고 (이 때 Condenser Aperture는 120 μm), 수렴 빔의 직경은 10 nm 내외로 측정되었다.

결과 및 고찰

4. 관측 결과 및 시뮬레이션과의 비교 분석

Fig. 3은 LACBED 관찰을 위해 선택된 전위 결함 (A와 B위치)에 대한 투과 빔 상 (BF image)을 보여주고 있다. 이 위치에서 SA 및 TEM5-3의 모드로 전환

하여 빔을 수렴시킨 다음 Fig. 2에서 설명한 바와 같이 시료를 위로 올렸을 때 나타나는 회절 패턴 상이 Fig. 4에 보여주고 있다. 이 상의 분석으로부터 시료 높이 $\Delta h = 16.9\,\mu m$이 얻어진다. 즉 각 회절 점에 대응되는 회절 각(Bragg angle의 두 배)은 알려져 있고 회절 점과 원점에서 거리도 배율로부터 계산이 됨으로 정상 회절패턴에서 카메라 길이를 얻는 방법과 같은 방법으로 이 Δh를 계산한다. 다음 단계로 통상적인 회절 모드로 전환하면 하나의 회절 패턴인 LACBED 패턴이 얻어진다.

1) Fig. 3에 A 전위 결함 분석

이와 같이 얻어진, Fig. 3의 전위 결함 A에 대한 LACBED 패턴에서 BF 패턴이 Fig. 5a에 보여주고 있다. 이 투과 빔 원형 패턴의 직경 측정으로부터 입사 빔의 반 수렴 각 0.917°이 계산되고 따라서 이 범위는 수렴 빔이 시료 표면에 직경 580 nm 원면적 내로 입사 됨을 알 수 있다. 그리고 이 패턴으로부터 시료 결정 좌표를 기준으로 한 중심 축에대한 입사 빔의 방향이 정확히 결정된다. Fig. 5a의 패턴의 경우 우선 Fig. 4의 회절 패턴 상의 분석으로부터 입사 빔의 방향이 [01−5]에 근접 함을 알 수 있고 이 축을 z-축으로 놓았을 때 이 축의 수직 평면에 대한 입사 빔의 성분 $K_x = \{[-300]+0.808\,[051]\}/ao$, (ao = 0.405 nm : Al의 격자상수, K_x를 Tie point라고 부름)로 결정 값을 갖는다. 이 중심 입사 빔 방향으로부터 반 수렴 각 0.917° 범위에 들어오는 관측된 회절 선은 투과 빔 (000)를 제외하고 모두 15 빔 (−200, −400, −600, −800, 151, 351, 151, −351, −551, 3, −7, −1, 1−7−1, −1−7−1, −3−7−1, 551, 8−20)로 분석되었고 이것이 [그림 5]의 패턴과 일치한다. (Fig. 5는 이중 중요 회절 선들만 표시되어 있다). 다음은 시료결정의 두께를 얻기 위하여 이들 데이터를 입력한 두께 변화에 따른 LACBED 패턴 시뮬레이션과 Fig. 5a와의 비교에서 강한 (−200) 회절 선에 줄무늬상 (*rocking curve*에 해당) 간격을 맞춘 결과, 두께 $t = 220 \pm 5$ nm를 얻었다.

Burgers−벡터 결정

Fig. 5에서 화살표시로 되어있는 전위 결함 선을 가로지르는 중요 회절 선은 $g_1 = 151$, $g_2 = 1-7-1$과 $g_3 = 351$이며, 이때 회절 선들의 분리 수는 3, 3, 4이다. 따라서 CPs 규칙을 이에 적용하면 Burgers−벡터, $\mathbf{b} = 1/2\,[-1-10]$가 된다. 즉 $\mathbf{g}_1 \cdot \mathbf{b} = -3$, $\mathbf{g}_2 \cdot \mathbf{b} = 3$, $\mathbf{g}_3 \cdot \mathbf{b} = -4$이 성립된다. 이 들 g−벡터들은 같은 평면에 놓여있는 것이 아니기 때문에 위 관계식은 **b**−벡터를 불확실성 없이 유일하게 결정하게 된다. 그러나 실질적으로 FCC (면심 입방 결정체)인 경우 $\mathbf{b} = 1/2\langle 1\,1\,0\rangle$중 하나로 이론적으로 잘 규명되어 있고 예외가 발견된 일이 없기 때문에 단순히 두 g−벡터에 의한 회절선 분리 수 데이터로부터도 Burgers−벡터가 결정될 수 있다. 즉 위 경우 g_1과 g_3에 의한 데이터로도 **b**가 분명히 결정된다. 다만 CPs 규칙 "$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = n$"에서 n의 부호(±)의 결정 (따라서 **b**의 부호 결정)은 시뮬

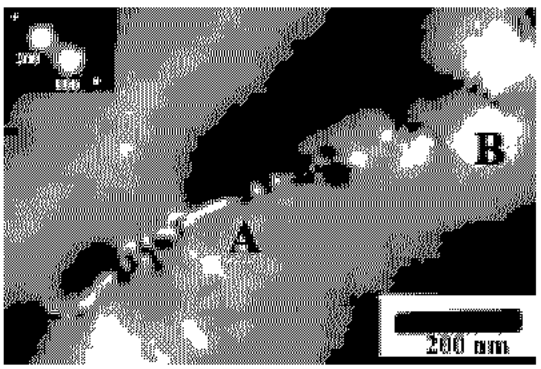

Fig. 3. The strong bright field images of the single dislocation at the A and the pair dislocation at B in Al under the **g** = 200 strong Bragg diffraction condition.

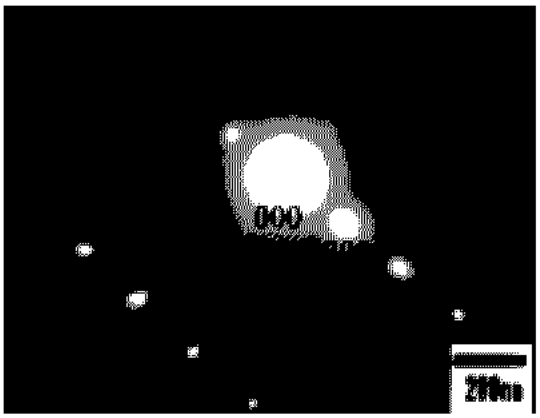

Fig. 4. The diffraction pattern image with the zone axis [01−5] formed at the position of the select area aperture under the LACBED mode as illustrated in Fig. 2.

레이션을 통해 확실히 정하는 것이 바람직 하다.

Slip Plane과 전위 선 벡터 결정

FCC 결정체서 특히 직선 전위 결함에 경우, 이 전위선의 벡터 및 대응되는 **b**-벡터는 일반적으로 Slip plane {111}에 놓여있다. 따라서 A에 전위 선이 이 경우에 해당한다고 가정 했을 때, 이미 결정된 Burger-벡터는 **b** = 1/2[-1-10] 임으로 Slip plane은(1-11)이나(1-1-1)이어야 한다. 이 둘 중의 선택은 전위 선 벡터에 의해 결정된다. 이 벡터 결정은 다음과 같이 할 수 있다. A 전위선은 Fig. 3에 보여주듯 완만한 곡선이지만 근사적으로 평균적 직선을 설정하여 Fig. 4의 (01-5) 평면에 옮기면 이 직선 벡터는 대략 [2.4 5 1] 방향이다. 이 벡터는 전위 선 벡터가 이 평면에 투영된 것이므로 이러한 투영 벡터를 주는 전위선 벡터는 이 벡터가(1-1-1) slip plane에 놓여있는 경우 [25-3] 방향에 가깝고,(1-11)에 놓여있는 경우 [121] 방향에 가깝다. 전자에 경우 전위 결함 선은 입사 빔과의 각은 약 50°의 경사를 갖게 된다. 그러면 위에서 측정된 결정 두께 220 nm에 대해 표면에 투영된 길이는 260 nm이다. 그러나 Fig. 3의 투과 빔상(BF image)에 관측된 A에 전위선의 길이는 대략 450 nm 정도이다. 따라서 이 가능성은 배제된다. 후자의(1-11) 평면의 [121] 방향 전위선은 입사 빔과 약 76°의 각을 이루고 결정 표면의 투영된 길이는 890 nm에 이른다. 만약 A에 전위선이 시료 위 아래 표면에서 50 nm 정도 깊이에서 존재하면 이 투영 길이는 890/2≈450 nm이고 실험관측과 일치하게 된다. 이 경우 즉 [121] 방향 전위선이 (1-11) slip plane에 놓여있는 경우에 해당되는 LACBED 패턴 시뮬레이션이 Fig. 5b에 보여주고 있다. 이 시뮬레이션 계산에서 Fig. 1의 보여준 각 컬럼의 나눔 수를 200으로 하였다. 그러나 실질적으로 50 정도에서 이미 패턴 상은 수렴함을 보였다. 여기에 입력된 전위선의 길이는 표면 위 아래에 걸치는 전체적인 890 nm에 대한 것이지만 관측 패턴 5a와 잘 일치하고 있다. 이에 대한 설명은 다음과 같다: 회절선(3-7-1) 근처 위치는 전위선은 결정 위 표면 가까이 있고(-1-7-1)과(-3-7-1) 회절 선을 가로지르는 전위선은 결정 아래 표면에 위치해 있다. 즉 전위선들 표면 가까이 있을수록 CPs 규칙에 의한 회절선의 분리는 점점 약해지는 것이 예상된다. 그리고 이 이유에 의해서 겉보기 패턴이(3-7-1), (-1-7-1), (-3-7-1) 회절선 분리가 거의 없는 실험 관측 패턴 5a와 일치하는 것으로 나타난다고 볼 수 있다. 이 점을 확인 하기 위하여 5c의 패턴은 전위선이 결정 중심부에 가로질러 놓여 있다는 가정 하에 시뮬레이션 된 것이다. 분명히(-1-7-1) 과(-3-7-1) 회절 선이 CPs 규칙에 따라 분리된 것을 볼 수 있지만 5b 그림에는 이것이 분명하지 않음이 비교 된다. 5d는 [25-3] 전위 선과 (1-1-1) slip plane에 대한 예이터가 입력된 LACBED 시뮬레이션 패턴이다. 분명히 5a와 일치하지 않는 점은,(151) 회절 선은 전혀 분리 되 않았고 다만(351)선만이 분명히 분리된 것을 볼 수 있다.

요약하면 Fig. 3의 A에 전위 결함의 slip plane은(1-11)이고 Burgers 벡터 **b** = 1/2[-1-10]이며 평균적인 전위 선 벡터는 [121]이다. **b**와 이 전위선과의 각은 30°(i.e. a mixed dislocation)이다. 그러나 실질적으로 관측된 이 전위선은 직선이 아니고 완만한 곡선인데 이 곡선의 벡터식 표현은{x[110]+y[011]}/(1-11)로 쓸 수 있다. 만약 x = y이면 직선 [121]방향이 되고 위치에 따라(x, y)값의 비율이 변하면 곡선으로 나타나게 된다. 이에 따라 **b**와의 각도 변하게 되는데, 이 A 전위의 경우 23~36° 정도 범위에서 변하는 곡선으로 측정되었다.

2) Fig. 3에 B 전위 쌍 결함 분석

Fig. 3의 전위 쌍 결함 B에 대한 LACBED 패턴에서 BF LACBED 패턴이 Fig. 6a에 보여주고 있다. 이 패턴의 중심 입사 빔의 방향은 위에 A 위치 경우 보다 약간 변위 되어진, K_x = {[-2.2 0 0] +1.744[051]}/ao,(z 방향 = [01-5])의 값을 갖는다. 이 중심 입사 빔 방향으로부터 반 수렴 각 0.917° 범위에 들어오는 회절 선들은 투과 빔(000)를 제외하고 모두 12빔(-200, -400, -600, -800, 5,5,1, 751, 6,-2,0, 8,-2,0, -3,-9,-1, -1-9-1, 1-9-1, 3-9-1)로 분석되었다. 이중 비교적 강한 앞에 8빔까지만 Fig. 6의 패턴에서 분명히 보여 주고 있다.

Burgers-벡터 결정

Fig. 6에서 화살표시로 되어있는 전위 쌍 결함 선들은 경사가 급함으로 이를 가로지르는 중요 회절 선이 한 위치에서 하나 정도가 된다. 그런데 Burgers-벡터

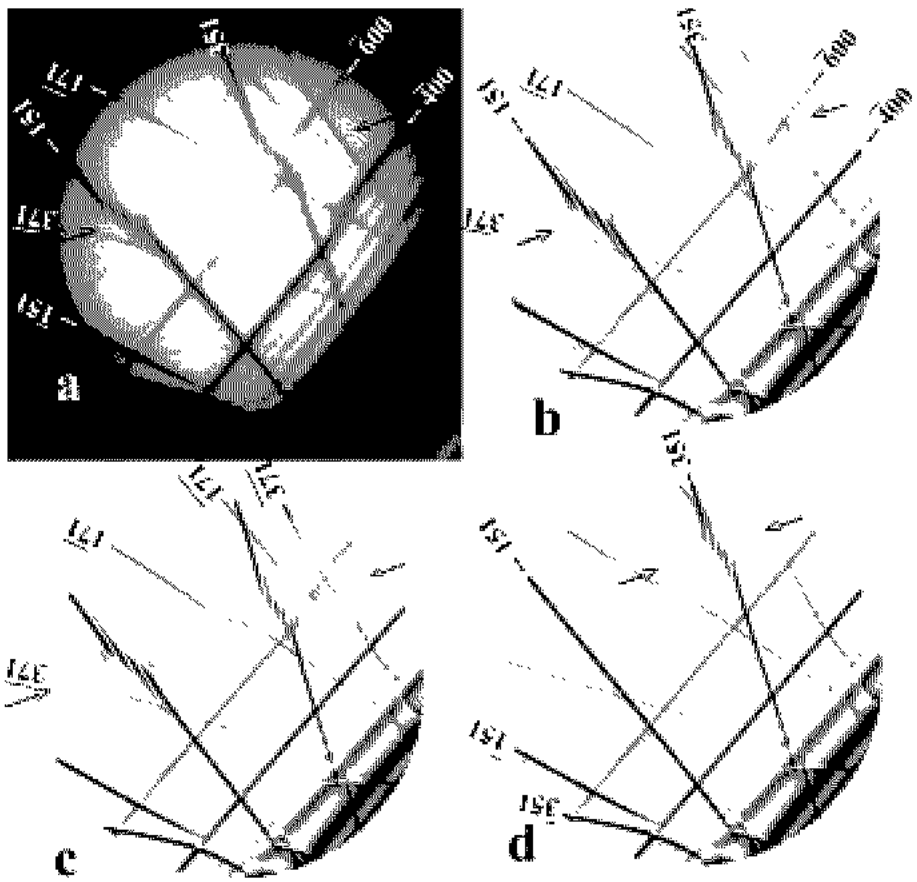

Fig. 5. The a is the observed bright field LACBED pattern for the dislocation at A in Fig. 3, the (b) is the corresponding LACBED pattern simulated with **b** = 1/2[−1−10] and dislocation line vector [121]/(1−11), the (c) is the pattern with the dislocation lying at the middle position in the specimen, and the d is the pattern with the dislocation line vector[25−3]/ (1−1−1). The arrows indicate the dislocation line in the pattern.

를 결정하기 위하여는 적어도 2개 이상의 회절 선이 전위선과 만나야 한다. Fig. 6a 에서는 $g_1 = -400$이 전위 쌍 선을 가로질러 2개의 선으로 분리됨을 볼 수 있다. 시료를 약 200 nm 정도 이동(기계적임) 시켰을 때 $g_2 = 6-20$ 선과 전위 쌍 선들과 만나게 되었고 이 회절 선은 3개 선으로 분리됨이 관측되었다(Fig. 6c). 그리고 Fig. 6에는 생략되어 있지만 $g_3 = 551$선은 만나서는 3개로 분리되었다. CPs 규칙을 이에 적용하면 전위 쌍의 Burgers-벡터들은, $\mathbf{b}_1 = 1/2$ [101]와 $\mathbf{b}_2 = -\mathbf{b}_1$가 된다. 즉 $\mathbf{g}_1 \cdot \mathbf{b}_1 = -2$, $\mathbf{g}_2 \cdot \mathbf{b}_1 = 3$, $\mathbf{g}_3 \cdot \mathbf{b}_1 = 3$이 성립된다. 이 들 **g**-벡터들은 같은 평면에 놓여있는 것이 아니기 때문에 위 관계식은 **b**-벡터를 불확실성 없이 유일하게 결정된 것이다. Fig. 6b는 시료 이동과정에서 전위 쌍 선들이 (−600) 회절 선과 만날 때 분리되는 것을 보여주는 DF LACBED 패턴이다. 또한 Fig. 6b_I의 오른쪽은 전위선이 결정 표면 가까이 있을 때 CPs 규칙이 적용 안됨을 분명히 보이고 있다.

Slip Plane과 전위 선 벡터 결정

결정된 Burger-벡터들은 **b** = ±1/2 [101]임으로 Slip plane은(11−1)이나(1−1−1)이어야 한다. 다른 한편 Fig. 3에 B 전위선 벡터는 [200]방향이다. 이 벡터는 전위 선 벡터가 이 평면에 투영된 것이므로 이러

한 투영 벡터를 주는 전위선 벡터는 [6-15]/(11-1)이거나 [4-15]/(1-1-1)이다. 전자에 경우 전위 결함 선은 입사 빔과의 각은 약 50°의 경사를 갖게 된다. 그러면 위에서 측정된 결정 두께 220 nm에 대해 표면에 투영된 길이는 260 nm이다. 그러나 Fig. 3의 투과 빔상(BF image)에 관측된 A에 전위선의 길이는 대략 100 nm 정도이다. 따라서 이 가능성은 배제된다. 후자의 전위선은 입사 빔과 약 38°의 각을 이루고 결정 표면의 투영된 길이는 170 nm에 이른다. 만약 B에 전위선이 A 전위선과 마찬가지로 시료 위 아래 표면에서 50 nm 정도 깊이에서 존재하면 이 투영 길이는 100 nm 가까이 되고 실험관측과 일치하게 된다. Fig. 6d, e, f은 [4-15]/(1-1-1)의 예이터가 입력된 (6a, b, c)에 대응되는 LACBED 패턴 시뮬레이션이다. 관측 패턴들과 시뮬레이션 패턴들이 서로 잘 일치함을 볼 수 있고 이는 위의 분석이 옳음을 입증함을 의미한다.

요약하면 Fig. 3의 B에 전위 쌍 결함의 slip plane은 (1-1-1)이고 Burger 벡터 **b** = ±1/2 [101]이며 전위 쌍선 벡터는 [4-15]이다. **b**와 이 전위선과의 각은 11° (close to a screw dislocation)이다.

5. 전위 결함 선 (Edge component)에 의한 시료의 구부러짐에 대한 고찰

Chou et al. (1992)는 그들의 실리콘 시료의 전위 결함에 대한 LACBED 패턴 연구에서 Burgers-벡터의 전위 선의 수직 성분이 우세 할 경우 이 전위에 의해 시료는 전체적으로 구부러짐이 있다고 가정하고 이 효과를 입력한 시뮬레이션과 관측결과와 비교 연구를 보고하였다. 즉 LACBED 패턴에서 한 회절 선이 이 전위선을 가로지를 때 벌어지는 간격이 실험 결과와 비교하여 의미 있는 차이가 있다고 보고 이 차이가 시료의 구부러짐 효과에 의한 것으로 설명했다. 그러나 본 연구 결과는 시뮬레이션 패턴과 관측 패턴과의 비교에서 전체적으로 잘 일치하고 시료의 구부러짐에 의한 효과를 특별히 볼 수가 없었다. 본 실험의 경우

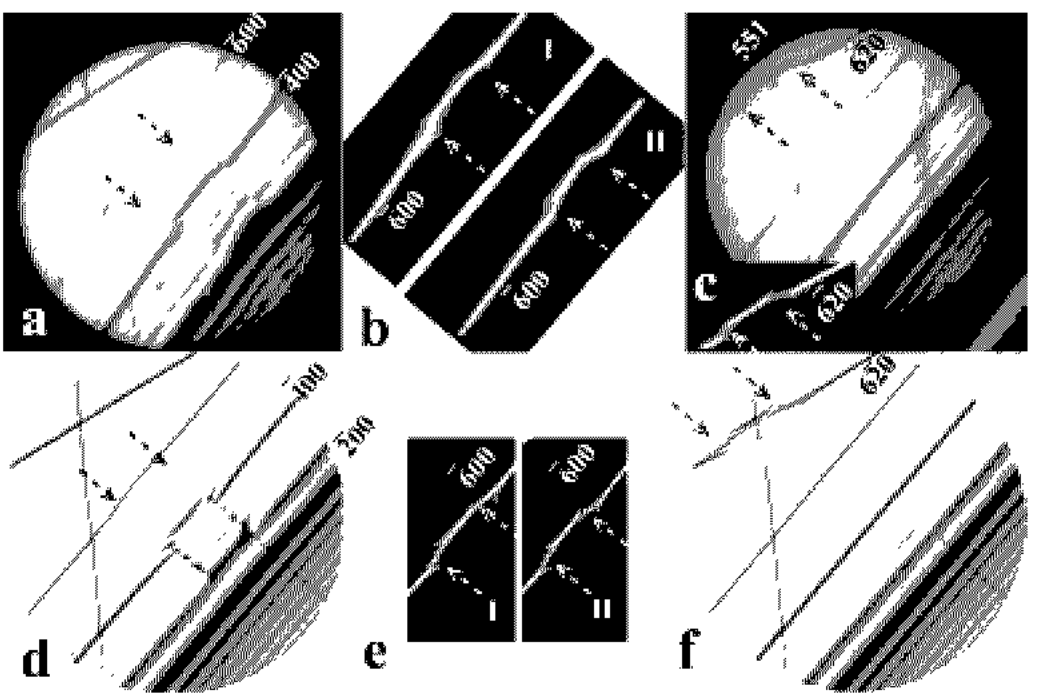

Fig. 6. The observed LACBED patterns for the pair dislocations at B in Fig. 3, and the corresponding LACBED simulations with **b** = ±1/2[101] and the line vector of the pair dislocations [4-15]/(1-1-1). The (b) and the (e) are the DF LACBED patterns of **g** = -600. The arrows indicate the pair dislocations in the pattern.

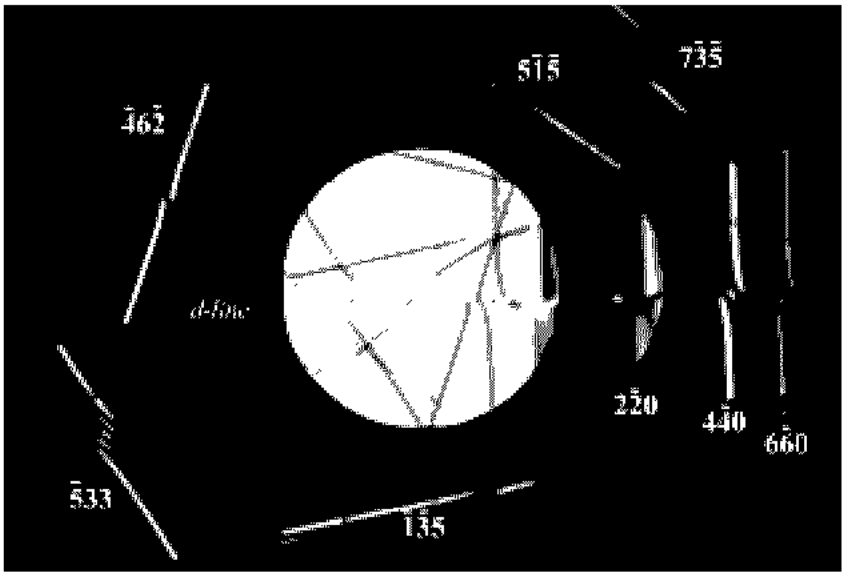

Fig. 7. The simulated LACBED pattern for the dislocation line vector [1−10]/(111) with Burgers vector **b** = ±1/2[10−1] in a silicon. The each **g**−DF LACBED pattern was separately calculated and then placed the right **g**−position. This pattern is for the observed LACBED pattern which is reported in the book of Tanaka et al. (1994), p180. For details, see text.

전위 선과 Burger−벡터와의 각이 30° 미만이어서 이 효과가 적을 수 있다. 이 문제는 전위 결함에 대한 LACBED 패턴 시뮬레이션에 중요성을 갖기 때문에 Tanaka et al. (1994)이 보고한 실리콘 시료의 전위 결함에 대한 관측된 LACBED 패턴(179쪽)을 시뮬레이션 하여 이 효과를 더 조사하였다. 이 보고에는 CPs 규칙 적용에 의해 결정된 Burger−벡터와 각 회절 선들에 대한 역 격자 지수들만 기재되어 있다(200 kv TEM사용). 이 데이터를 기초로 Fig. 7의 패턴의 시뮬레이션 과정으로부터 다음의 세세한 데이터가 얻어졌다: 시료두께 t = 116 nm, Δh = 14 μm, 입사 빔의 반수렴 각 0.86°, z 방향 = [−1−1−1], K_x = {[3.2−3.2 0] − 8.4[−1−12]}/5.43의 회절 조건들이 주어 졌다. Fig. 7의 패턴은 각 회절 빔에 대한 DF LACBED 패턴들을 각각 계산하여 정확한 **g**−위치에 배열하여 실험 패턴과 일치 시킨 것이다.

관측 패턴과의 비교로부터 Burgers−벡터 **b** = 1/2[10−1], 전위선 벡터 [1−10]/(111)이 얻어 졌다. 이 전위 선 벡터와 **b**와의 각은 60°이고, 이 경우 수직 성분이 우세한 경우이다. 고로 시료의 구부러짐 효과가 뚜렷하면 이 시뮬레이션 패턴과 관측 패턴과 의미 있는 차이가 보여야 한다. 주의 깊은 비교 결과 단순히 통계적 차이만 보일 뿐 시료의 구부림 효과에 의한 체계적인 불일치는 없었다. 즉 이 결과는 Chou et al. (1992)가 시료 구부러짐 효과에 대한 보고에 대해 부정적임을 의미한다.

참 고 문 헌

Hirth JP, Lothe J: *Theory of Dislocations*. McGraw Hill, Inc. 1968.

Hull D, Bacon DJ: *Introduction to Dislocations*. 3rd ed., Butterworth Heinemann, 1984.

Cherns D, Preston AR: Convergent Beam Diffraction Studies of Interfaces, Defects and Multilayers. J. Electron Microscopy Tech. 13 : 111 122, 1989.

Humphrey CJ, Maher DM, Fraser HL, Eaglesham DJ: Convergent beam imaging a transmission electron microscopy technique for investigating small localized distortions in crystals. Phil. Mag. A: 58 : 787 798, 1988.

Perez R: On the Characterization of Crystalline Defects Using CBED Techniques. Phys. Stat. sol. (a): 122 : 51 68, 1990.

Cherns D, Touaitia R, Preston AR, Rossouw CJ, Houghton DC: Convergent beam electron diffraction studies of strain in Si/SiGe superlattices. Phil. Mag. A: 64 : 597 612, 1991.

Chou CT, Preston AR, Steeds JW. Dislocation contrast in large angle convergent beam electron diffraction patterns. Phil. Mag. A: 65 : 863 888, 1992.

Tanaka M, Terauchi, Tsuda K: *Convergent Beam Electron Diffraction III*: JEOL Ltd., 156 177, 1994.

Kim HS, Goodman P, Schwartzman A, Tulloch P, Forwood CT: LACBED study of a Σ3 grain boundary in a Cu+ 6 at.% Si alloy. Ultramicroscopy77 : 83 95, 1999.

Hirsch PB, Howie A, Nicholson RB, Pashley DW, Whelan MJ: *Electron Microscopy of Thin Crystals*. Krierger Publ., Huntington, New york, pp.640, 1977.

Head AK, Humble P, Clarebrough LM, Morton AJ, Forwood CT: *Computed Electron Micrographs and Defect Identification*. North Holland Publ. Co., New York, pp. 71 2, 1973.

Kim HS: Asymmetry in Bright Field Images of Stacking Faults. Phys. Stat. Sol. (a): 90 : 231 240, 1985.

Wu F, Armigliato A, Balboni R, Frabborni S: Dynamical simulation of LACBED patterns in cross sectioned heterostructures. Micron: 31 : 211 216, 2000.

Kim HS: A New Formation of the diffraction Contrast Theory of Dislocations and its Application to the Weak Beam Images. Microsc. Microanal. 8: (Suppl. 2), 1416CD, 2002.

Kim HS, Kim JP: A Simple Method to Determination the Rotation Angle Between an Image and its Diffraction Pattern with LACBED Patterns. K. J. Electro. Micros. : 33 (3) : 187 193, 2003.

<국문초록>

이 논문에서 한 결정체의 전위 결함에 형태를 결정짓는 인자들(Burgers 벡터, Slip plane, 전위선 벡터)을, LACBED 방법과 전통적인 회절 빔 상 관찰에 의해, 어떻게 얻을 수 있는가에 대해 세세히 논의하였다. 이 방법은 기본적으로 Cherns과 Prestons의 규칙과 동역학적 회절 이론에 입각한 공식에 의거한 LACBED 패턴 시뮬레이션이 따른다. 이 시뮬레이션 계산에서 필요에 따라 설정된 여러 근사들에 관해서도 역시 세세히 논의 하였다. 본 실험에 사용된 시료는 적적한 밀도로 분포된 전위 결함들을 많이 갖고 있는 순순 알루미늄이며, LACBED 실험에 적합한 것이다.