

3차원적 구조분석을 위한 TEM Rotation Holder의 신뢰도 점검

김진규, 정종만, 김영민, 김윤중*
한국기초과학지원연구원 전자현미경연구부

Reliability Test of the TEM Rotation Holder for 3-D Structure Analysis

Jin-Gyu Kim, Jong-Man Jeong, Young-Min Kim and Youn-Joong Kim*
Division of Electron Microscopic Research, Korea Basic Science Institute,
52 Yeo-eun-Dong, Yuseong-Gu, Daejeon 305-333, Korea
(Received September 6, 2006; Accepted September 21, 2006)

ABSTRACT

Accuracy and precision of the goniometer and the specimen holder should be measured and corrected to improve reliability of 3-D structure analysis using transmission electron microscopy (TEM). In this study, we described the operation principle and performance of the Gatan rotation holder. Through analysis of the images taken inside the microscope, rotation angles were measured within the accuracy of $\pm 0.42^\circ$. For comparison the rotation angles were measured outside the microscope using a home-made measurement tool, which resulted in the accuracy of $\pm 0.6^\circ$. Additionally, we found abnormal specimen drifts during rotation probably due to the unstable engagement between the specimen cup and the rotation belt.

Key words : TEM, Rotation holder, Reliability, Rotation angle, 3-D structure analysis

서 론

TEM의 세 가지 중요한 요소인 전자총 (electron gun), 대물렌즈 (objective lens), 시료대 (goniometer와 specimen holder) 중에 하나라도 불안정도가 증가하면 장비 성능의 전체적인 저하를 초래하게 된다. 그 중에서도 goniometer와 specimen holder는 매우 정교한 시스템이며, TEM을 이용한 실제적인 연구를 수행하는

데 중요한 역할을 하고 있다. 대부분의 연구에서 시료의 정확한 구조를 알기 위해서는 시료와 전자빔의 상대적인 방향관계에 대한 정확한 정보를 추출하거나 조절해야 한다. 이럴 경우 실험적으로는 시료에 전자빔을 기울여 입사시키거나, 시료를 기울여서 전자빔에 대한 방향을 조절하는 방법을 이용한다.

전자빔을 기울여 시료에 입사시키는 방법은 경사 각도의 범위에 제한(수십 mrad)이 있는 것이 단점이나, 한 개 또는 두 개의 회전빔을 이용한 회전 콘트라스트

* Correspondence should be addressed to Dr. Youn Joong Kim, Division of Electron Microscopic Research, Korea Basic Science Institute, 52 Yeo-eun-Dong, Yuseong-Gu, Daejeon 305-333, Korea. Ph.: (042) 865-3596, FAX: (042) 865-3939, E-mail: y-jkim@kbsi.re.kr

이미지를 획득하는 데는 유용하다(White & Thomas, 1985). 이에 반해 시료를 기울이는 방법은 goniometer에 시료가 장착된 holder를 삽입시킨 후 goniometer를 기울이는 방법을 주로 이용한다. 보다 정확한 방위관계를 얻기 위해서는 holder 내의 시료컵을 주축인 goniometer 경사각 방향에 직교하는 방향으로 추가적으로 기울일 수 있는 double-tilt holder를 이용하거나, 광축에 대해 시료를 회전시킬 수 있는 rotation holder를 이용할 수 있다. 이와 같이 시료를 기울이거나 회전시키는 경우에는 넓은 각도 범위에서 방위관계 조작성이 가능하므로 stereography, tomography, 그리고 crystallography에 효과적으로 사용되어지고 있다(Lauffer & Miliken, 1973; Shaw & Hills, 1981; Chou, 1987; Turner et al., 1988). 최근에는 상기한 기능을 발전시킨 double-tilt rotation holder도 개발되었으나 실용성에 문제가 있어 새로운 기능과 개념을 바탕으로 한 specimen holder의 개발이 필요하다.

최근 NT와 BT 연구의 핵심 TEM 분석 기법으로 급부상하고 있는 3차원적 정량구조분석을 위해서는 specimen holder의 높은 신뢰도가 기본적으로 요구되어지고 있으며, 이를 위해서는 사용하고 있는 holder의 경사각 및 회전각의 기계적 오차를 측정하여 이를 보정하는 것이 필요하다. Holder의 기계적 오차를 측정하기 위한 방법은 여러 가지가 보고되어 있다. TEM 외부에서 이용할 수 있는 방법은 레이저 빔을 holder에 부착된 반사경에 쏘아 반사되는 빔을 일정한 거리만큼 떨어진 곳에서 모니터링 하면서 해당 위치의 변화를 기록하여 측정할 수 있는 방법이 대표적이다(Turner et al., 1986; 정종만 등, 2006). 이와 달리 TEM 내부에서 측정하는 직접적인 방법으로는 단결정 회절도형, Kikuchi 회절도형을 이용하거나, 비정질시료의 경우에는 이미지 내의 특정 지점을 이용하는 방법을 들 수 있다(Waddington, 1974; Shaw & Hills, 1981; Charcroft & Davey, 1984).

본 연구에서는 현재 Gatan사에서 상업용으로 제작한 rotation holder의 작동원리를 파악하고 회전각의 신뢰도를 측정하여 정량적 결과를 도출하기 위한 자료로 이용하는 한편, 오차 보정장치와 새로운 specimen holder의 개발을 위한 기초자료로 삼고자 한다.

실험 방법

Specimen holder는 high voltage electron microscope (HVEM, JEM ARM-1300S)에 장착하여 사용 중인 rotation holder (Model 650, Gatan Inc.)를 이용하였다.

TEM 내부와 외부에서 회전각의 신뢰도를 측정하였다. 내부 측정은 grating replica (2,160 lines/mm)의 표준시료를 이용하여 5° 간격으로 0°에서 360°까지 측정하였다. 이미지는 HVEM에 장착되어 있는 Top-camera (SP100W, Gatan Inc.)를 이용하여 기록하였다. 획득한 이미지 상에 동일하게 지정된 직선의 변화로부터 회전각을 측정하기 위해 AnalySIS 프로그램을 사용하였다. TEM 외부 측정은 자체 제작한 측정기(정종만 등, 2006)를 이용하였다. Holder에 입사시킨 레이저 빔의 반사지점을 검출기를 통하여 관찰하는 방법을 활용하였으며 7분 당 0.1°를 회전시키는 속도로 측정하였다.

실험 중에 나타난 rotation holder의 회전에 수반한 시료의 불균일한 이동(drift)을 정량화하기 위하여 TEM 내부 측정에서 기록된 이미지 상에 동일한 기준점(좌표)을 설정한 후 좌표의 이동 상태를 기록하고 분석하였다.

결과 및 고찰

Rotation holder를 이용하여 연구를 진행하기 위해서는 우선 holder의 구성 및 작동원리를 살펴볼 필요가 있다. Holder는 Fig. 1(a)에 나타난 것처럼 크게 세 부분으로 이루어져 있다. 즉, 시료를 장착할 수 있는 시료컵 부분, TEM의 goniometer에 장착할 수 있도록 지지대 역할을 하고 시료의 이동을 담당하는 이동바(bar) 부분과 시료컵을 회전시키는 구동 부분으로 이루어져 있다. 시료의 주축에 대한 경사 기능은 goniometer에 의해 수행되며, 회전 기능을 위해서는 goniometer의 외부에 위치한 추가적인 연결구와 holder의 구동부분의 모터와의 연결이 필요하다. Fig. 1(b)에서 보는 것처럼 시료의 회전은 holder의 뒷단에 위치한 모터를 구동시켜서 시료컵과 맞물려 있는 Cu 벨트를 회

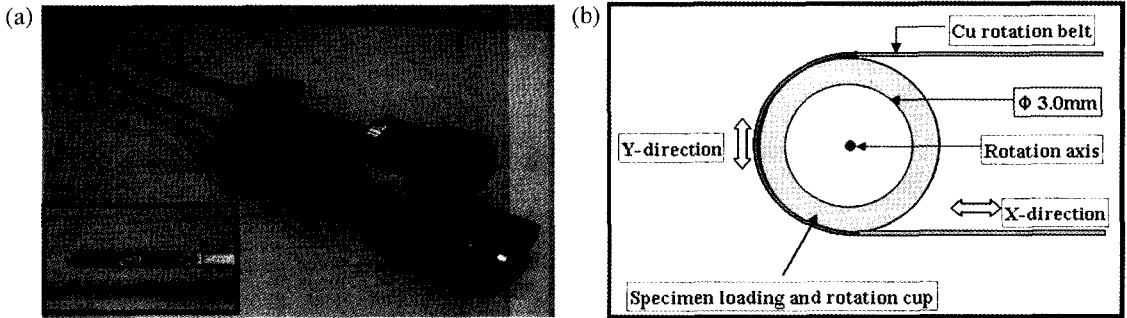


Fig. 1. (a) Main features and operation principles of rotation holder. It consists of ① specimen cup, ② specimen rod and ③ motor driver. (b) Specimen is rotated by physical interaction between the specimen cup and the rotation belt by the motor driver.

전시키는 방식을 채택하고 있으며, 회전 속도는 전위 차계를 조절하여 변경시킬 수 있다. 한편, 회전 각도는 holder의 뒷단의 눈금에 표시된 값을 직접 읽거나, 부착된 인코더에서 읽은 값을 변환하여 TEM과 연동되어 운용되는 FasTEM 프로그램에서 읽을 수 있다.

회전각의 정확도를 측정하는데 있어서 너무 빠른 회전 속도는 회전 토크에 의한 관성이 영향을 줄 수 있고, 너무 느린 회전 속도는 시료컵과 회전 벨트사이의 마찰력으로 인해 가해진 힘이 제대로 전달되지 않아 오차를 일으킬 수 있으므로 적정 수준의 속도를 설정하는 것이 중요하다. 또한 시료컵에 대한 회전축을 형광판의 중앙으로 정확하게 가져오는 것이 필요하다. 시료컵의 회전축을 찾기 위해서는 goniometer의 x, y 이동 축에 대한 보정을 수행한 후, grid의 중심 부근에서 시료를 회전시켜 움직임이 최소가 되는 지점을 형광판의 중앙으로 가져와야 한다. 이때 주의해야 할 사항은 각각의 회전에 대한 이미지 사이의 각도를 측정하기 위해서는 시료 내의 인지가 가능한 표식이 있는 부분을 선택하는 점이다.

Fig. 2는 시료컵의 중심부에서 약간 벗어난 replica line 중에서 표식이 가능하도록 돌출된 영역을 선택하여 획득한 회전각에 따른 이미지들을 나타내었다. 각각의 이미지는 Top-camera를 이용하여 획득하였다. Top-camera는 HV-GIF (Gatan Inc.)의 끝단에 위치한 HV-MSD에 비해 분해능은 떨어지지만, 보다 넓은 영역을 획득할 수 있고 필름과 스캐너를 이용할 때에 발생할 수 있는 필름 표면의 구부러짐에 의한 왜곡을 배제할 수 있는 장점이 있다. 또한 낮은 배율(2,000

x)에서의 작업을 통해 시료컵의 회전 때 관찰 영역이 형광판 밖으로 사라지는 현상을 방지할 수 있다. 5° 간격으로 측정한 이미지는 AnalySIS 프로그램을 이용하여 Fig. 2에 나타낸 바와 같이 이미지의 중앙에 표식이 가능한 부분으로부터 하나의 직선을 선택하여 0°로 설정한 후, 다음 단계의 이미지 상의 동일한 직선의 변화를 측정하여 회전각을 기록하였다. 이때 프로그램 이용자의 주관에 의한 회전각의 분석 오차는 ±0.05° 이하이므로 최종 정확도의 결과에는 고려하지 않았다.

Fig. 3에 회전된 이미지들로부터 회전각을 측정한 결과를 나타내었다. Fig. 3(a)는 전체 회전각도 범위에서 계산값과 측정값과의 상관관계를 나타낸 것인데 360° 전체 범위에 대해서 선형적으로 잘 일치함을 알 수 있다. 그러나 처음 0°에서 5°의 구간에서는 이미지로부터 측정된 각도는 1.68° 이었고, 이것은 계산값과 비교할 때 약 3.32°의 높은 오차를 나타내었다. 이 영역의 영향으로 인해서 360° 회전시켜서 처음 위치로 되돌아 왔을 때의 실제 측정각도는 약 3.04°가 못 미친 356.96°이었다. 이 현상은 시료컵의 회전을 위한 모터구동에 있어서 초기에 발생하는 회전벨트와 시료컵과의 강한 마찰력으로 인하여 모터에 가한 전류량에 비해서 실제적으로 벨트구동에 가해진 힘이 줄어들었기 때문으로 사료된다. 보다 세부적으로 회전각의 정확도를 파악하기 위해 Fig. 3 (b)와 같이 계산된 값과 5° 간격으로 회전시킨 이미지 사이의 각도를 측정하였다. 예상했던 바와 같이 처음 회전시킨 영역에서의 오차가 가장 심했고, 100° 이하의 영역에서는 상대

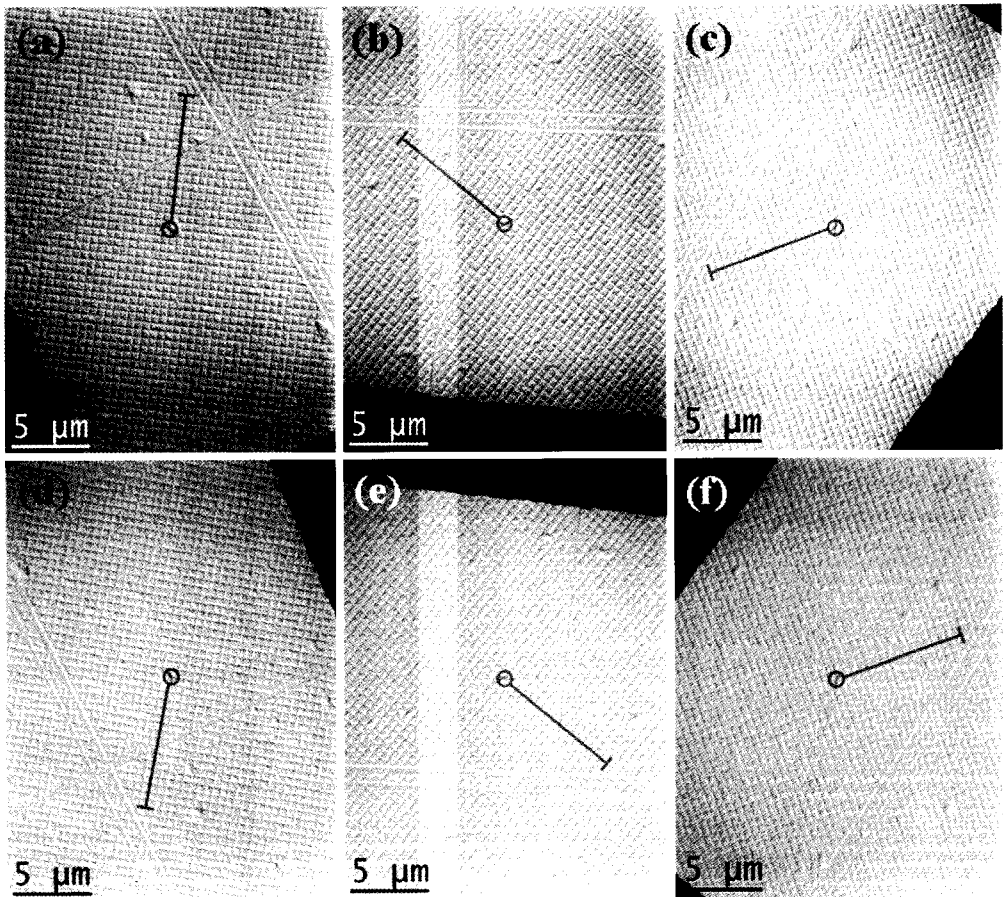


Fig. 2. Rotation series of the test specimen to measure the accuracy of rotation angles in the TEM. Images from (a) to (f) are obtained with rotation angles of 0° , 60° , 120° , 180° , 240° and 300° , respectively.

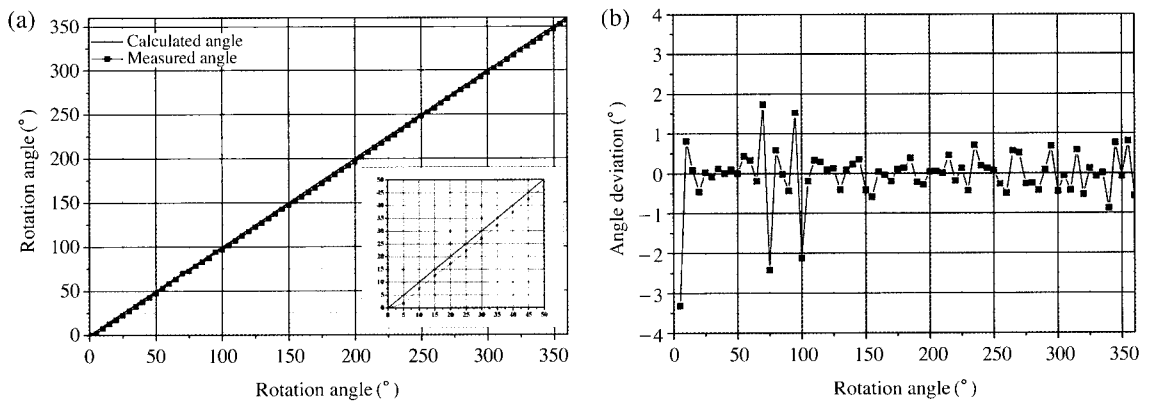


Fig. 3. Accuracy of rotation angles measured in the TEM: (a) Linear relationship between the calculated angles and the measured angles; (b) Angular deviations of each rotation steps.

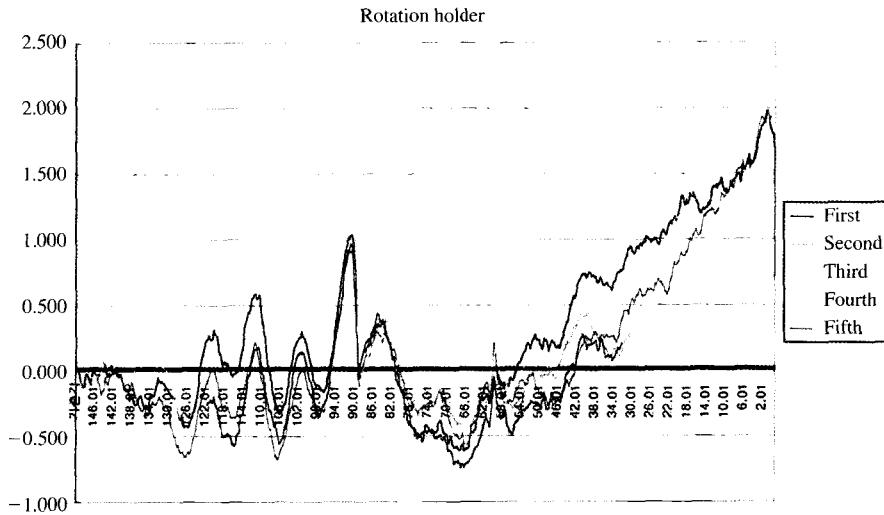


Fig. 4. The accuracy of rotation angles measured outside the TEM by reflecting a laser beam off a mirror located inside the holder cup.

적으로 불안정한 움직임을 보였다. 전체 영역에 대한 평균오차는 약 $\pm 0.42^\circ$ 이며, 5곳의 영역에 대한 비정상적인 회전을 제외한 영역에 대한 평균오차는 $\pm 0.28^\circ$ 이었다. 한편 가장 큰 편차를 보이고 있는 70° 와 75° 사이의 영역에서의 오차는 무려 4.16° 에 달했는데, 이는 만일 회전각의 오차를 보정하지 않은 채 시료에 대한 3-D 구조분석을 수행 했을 경우에는 결과에 큰 오류를 범할 수 있음을 시사하고 있다.

상기와 같은 TEM 내부에서의 직접적인 측정 방법은 goniometer의 불안정도, TEM 내부의 진공상태, 전자빔에 의한 시료의 손상, 관찰 시료의 불안정한 흐름과 같은 요인에 의한 효과가 추가될 수 있다. Holder 자체의 신뢰도를 보다 정확하게 평가하기 위해서는 이러한 효과를 배제시킬 수 있는 TEM 외부에서의 측정을 통해 상호 비교, 분석하는 것이 필요하다. 이를 위해 자체 제작한 측정장치(정중만 등, 2006)의 회전스테이지 위에 holder를 부착하고 시료컵 부분에 반사경을 삽입한 뒤 반사경에 조사된 레이저 빔을 검출기를 이용하여 회전각을 측정하였다. Holder의 회전속도는 기계적인 오류를 피하기 위해 $0.1^\circ/7 \text{ min}$ 을 적용한 결과 1회 측정에 총 17.5일이 소요되었다. 보다 느린 회전속도를 적용하기는 힘들기 때문에 상기 조건에서 5회를 반복 측정하였으며 Fig. 4에 일부 구간에 대한

측정 결과를 나타내었다. 외부 측정결과도 TEM 내부에서 측정한 결과와 동일하게 0° 근처에서 오차가 가장 큰 경향을 나타냈는데 이것은 모터 구동에 의한 회전벨트의 초기 운동의 문제점에 대한 논의를 뒷받침해준다. 전체 구간에 대한 평균오차는 $\pm 0.6^\circ$ 으로 TEM 내부에서 직접적으로 측정한 결과 보다 다소 높은 경향을 보였다. 이는 양쪽 실험에서의 측정변수, 즉, 회전속도, 회전축의 위치, 회전에 따른 시료 위치의 보정 등을 동일하게 고려하지 않았기 때문으로 추정할 수 있다.

회전축의 위치 설정 및 회전속도의 차이는 실험 장치에 사용된 부품의 성능 차이와 환경에 의해 피할 수 없을 것으로 사료된다. 그럼에도 불구하고 TEM 내부에서 회전각의 정밀도에 영향을 줄 수 있는 시료컵과 회전벨트 사이의 불안정한 고정 및 불균일한 마찰에 의한 비정상적인 시료 이동을 고려하기 위해 시료의 회전경로를 조사하였다. 사전조사를 위해 holder 이외의 영향에 의해 발생할 수 있는 시료의 drift를 점검하였다. 점검용 시료로는 비정질 Ge 필름 위에 Au 나노입자가 분산된 표준시료를 사용하였다. 적절히 분산된 영역 내에서 한 개의 Au 나노 입자를 5분 동안 관찰한 결과, 최종 이동거리는 14.6 nm 이었고, 이로부터 시료 drift의 정도는 분당 2.92 nm 의 속도임을 알 수

있었다. 따라서 회전축으로부터 일정한 거리에 떨어져 있는 시료에 대한 회전경로를 파악하기 위해 사용된 저배율에서는 시료 자체의 drift는 무시할 수 있었다.

Fig. 5(a)에 초기 위치로부터의 정상적인 회전에 의한 예측경로와 실제경로를 2차원적인 형광판 내에서의 x축과 y축의 좌표의 변화를 통해 나타내었다. 화살표 1은 초기 위치이며, 화살표 2는 360°를 회전한 후, 복귀한 위치이다. Fig. 3에서 360°를 회전한 시료는 약 3.04°에 해당하는 거리만큼 시료의 원래 위치에 도달할 수 없을 것이라는 예상과는 달리 원래의 위치를 지난 위치에 도달하였다. 이로부터 회전하고 있는 시료는 회전과 동시에 비정상적인 시료의 이동이 발생하고 있음을 알 수 있었다.

보다 자세히 살펴보면, 동심원으로 나타낸 정상적인 회전 경로에 비해 시료의 실제 회전경로는 예상 경로보다 벗어나서 회전을 하였는데, 약 180°와 360° 부근을 제외하고는 거의 대부분의 영역에서 회전축 방향의 안쪽 경로를 따라 회전하였다. 이것은 회전벨트의 구동방식에 의해 발생한 구심력의 영향이 시료컵에 전달되었기 때문으로 사료된다. 이를 보다 명확히 판단하기 위해 Fig. 5(b)에서와 같이 시료의 이동경로를 1차원적인 x축과 y축 방향으로 나누어서 점검하였다. 먼저 x축의 이동경로를 살펴보면 2차원적 평면에서의 회전운동을 할 때의 일반적인 이동경로와 마찬가지로 회전각에 따라 거의 90°마다 증감의 반전이 일어나며, 180° 근처에서 전체 이동량의 대칭이 일어나고 있는 것을 알 수 있었다. 반면에 y축의 이동경로를 살펴보면 비대칭 경로를 따라 움직이며 구간에 따라 비정상적으로 증감을 반복하고 있음을 보여주었다. 이것은 x축의 이동보다는 y축 이동 시에 구심력에 의한 영향이 크게 일어나고 있음을 시사한다. Fig. 5(c)는 시료의 정상적인 회전경로와 비교하여 실제적인 회전경로의 편차를 나타내고 있다. 평균 경로편차는 $\pm 2.95 \mu\text{m}$ 였고, 가장 큰 경로편차는 $-9.78 \mu\text{m}$ 였다. 이러한 비정상적인 역방향의 회전경로의 발생은 오히려 시료의 회전 시에 형광판 내에서 시료가 사라지는 현상을 피하는데 도움을 줄 수 있을 것 같으나, 그 방향이 불균일하기 때문에 실제로는 더 많은 문제점을 야기할 것으로 사료된다.

마지막으로, rotation holder의 회전축으로부터 R만

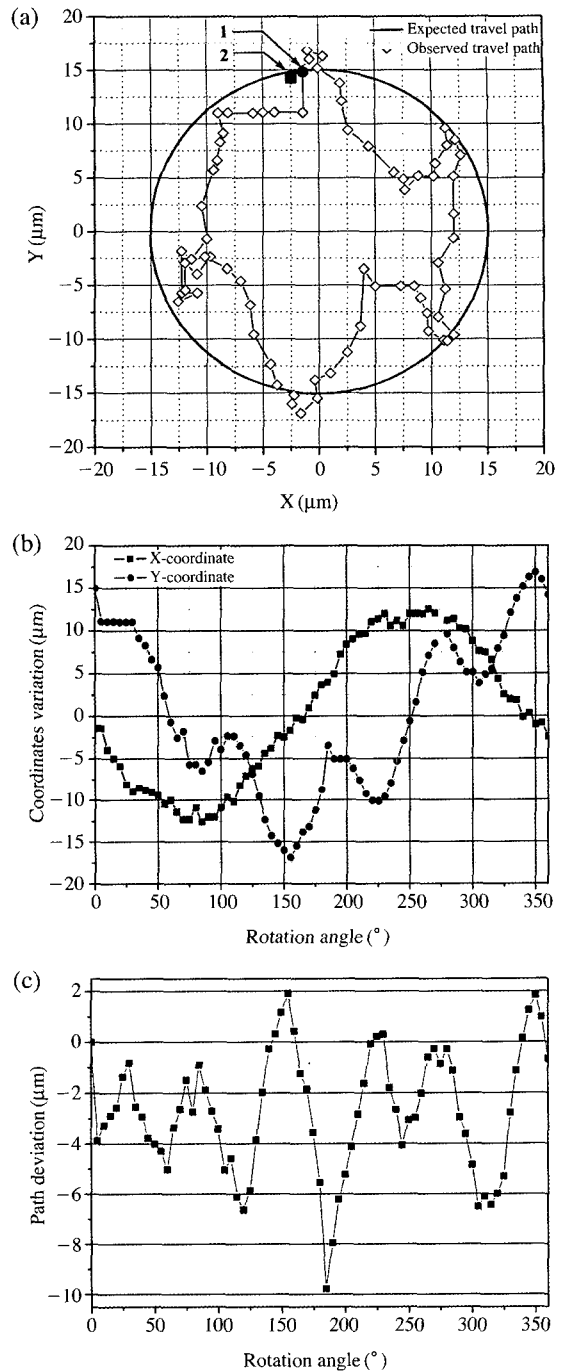


Fig. 5. Measurement of holder instability during specimen rotation: (a) abnormal specimen travel path in 2-D plane; (b) specimen travel path through x- and y-directions; (c) deviation of the measured travel path from the expected travel path.

Table 1. Calculation of available distances from the rotation axis for specimen rotation analysis at different magnifications

Observation magnification ($\times 10^3$)	Radius of screen (μm)	Available distance from the rotation axis (μm)	Travel length per 1 degree (μm)
2	40	2,290	39.97
5	16	915	15.97
10	8	460	8.03
50	1.6	90	1.57
100	0.8	45	0.79
500	0.16	9	0.16
1,000	0.08	5	0.09
1,500	0.053	3	0.05

크 떨어진 시료를 회전할 때 회전각(θ)에 따른 시료의 이동거리(L)를 다음과 같은 방법을 이용하여 계산하였다.

$$L=2\pi R \times \frac{\theta}{360}$$

HVEM의 형광판 크기가 직경 160 mm인 점과 관찰 배율을 고려하면 실제 형광판의 scale을 계산할 수 있다. 위 계산식에 의해 시료를 1° 회전했을 때 각 관찰 배율에서 따라 형광판을 벗어나지 않는 회전축으로부터의 시료의 위치를 Table 1에 나타내었다. $5,000\times$ 이하의 경우에는 회전에 따른 시료의 이동을 무시하면서 관찰이 가능하나, 관찰배율이 낮기 때문에 나노구조체에 대한 적용은 불가능하며 거대 생물조직이나 반도체 시료와 같은 전체 형태의 분석이 필요한 경우에만 적용이 가능하다. 나노구조체의 분석이 가능한 고배율($500,000\times$ 이상)에서는 회전축으로부터 $9\mu\text{m}$ 이내에 떨어진 영역에 대해서만 1° 이하의 간격으로 회전이 가능하지만, 실제적으로는 시료에 대한 회절 자료를 획득하거나, 정대축의 조정 작업을 위해 선택 영역 조리개를 사용할 경우에는 시료이동의 영향이 더욱 커지게 되므로 사용이 거의 불가능함을 알 수 있다. 또한 앞서 언급한 시료 회전에 따른 비정상적이고 불특정방향으로의 시료의 이동을 고려한다면, 저배율에서의 분석도 실제적으로 어려움을 겪을 수 있다. 이와 같이 rotation holder의 신뢰도를 파악하기 위해서는 회전각의 정확도의 측정도 여러 가지 방법을 이용하여 비교 분석을 하여야 하며, holder의 신뢰도에

영향을 줄 수 있는 요소들에 대해 추가적인 점검이 필요하다.

토 의

TEM을 이용한 3차원적 구조분석을 효과적으로 수행하기 위해서는 사용하는 specimen holder의 신뢰도가 매우 중요하다. Rotation holder의 회전각의 정확도만을 측정하고자 한다면 저배율의 이미지를 이용하는 것보다는 결정질 시료로부터 획득 가능한 전자회절도형을 이용하는 것이 보다 신뢰도를 높일 수 있는 방법이 될 수 있다. 하지만 TEM 렌즈 수차의 영향을 받지 않으면서 시료에 대한 적절한 회절도형을 얻기 위해서는 저배율 작업이 불가능하므로, 앞에서 언급한 바와 같이 시료가 회전축에 놓여 있지 않은 경우에는 어려움을 초래하게 된다. 그 대안으로 단일 결정입자에 대한 고분해능 이미지에 나타난 격자면이나 원자 배열을 기준점으로 삼아 측정할 수도 있다. 이 방법은 고분해능 이미지와 그의 fast Fourier transform (FFT)를 이용한 역격자 공간의 회절점을 동시에 이용할 수 있기 때문에 통계적으로 보다 정확한 결과를 유도할 수 있을 것으로 사료된다. 그러나 동일 입자에 대해 장시간의 작업이 소요되므로 강한 전자빔에 의해 자료의 정확도가 오히려 떨어질 수 있다는 단점이 있어 신중한 고려가 필요하다.

Rotation holder는 double-tilt holder와 달리 시료를 모든 방향에 대해 이동 할 수 있다는 장점을 가진 반면에, 회전축으로부터 일정한 거리에 떨어진 영역을 형광판의 중앙으로 이동하여 관찰할 경우에 발생하는 극심한 시료의 이동 때문에 오히려 사용상의 불편함이 더 크게 나타난다. 또한 double-tilt holder와 같이 시료컵과 모터 구동부가 직접 연결되어 있지 않고 회전벨트를 통한 간접 구동방식을 채택하고 있기 때문에, 모터구동부와 회전벨트, 회전벨트와 시료컵 사이의 맞물림의 완성도가 holder의 정밀도에 크게 영향을 미치고 있다. 따라서 rotation holder의 사용을 원활하게 하기 위해서는 시료컵과 회전벨트의 표면에 대한 초정밀 가공 및 회전벨트의 인장강도에 대한 세심한 고려가 필요하다. 또한 시료의 위치에 따라 회전축을 변

경할 수 있는 기능이 추가된 새로운 holder의 제작이 필요하다. 이것은 시료컵 전체를 회전시키는 기존의 방식에서 탈피하여, 시료컵과 grid 사이에 여유 공간을 확보하여 grid 자체를 회전축에 일치하도록 이동할 수 있는 방식의 도입으로 해결할 수 있을 것으로 사료된다.

결 론

본 연구에서는 3차원적 구조분석 연구에 필요한 상업용 TEM rotation holder의 작동원리를 기술하고 신뢰도를 측정하였다. 회전각에 대한 정확도는 TEM 내부에서 회전된 이미지를 이용하는 방법과 레이저 빔의 반사를 이용한 외부적인 방법을 수행한 결과, 오차가 각각, $\pm 0.42^\circ$ 와 $\pm 0.6^\circ$ 였다. 또한 시료컵과 회전벨트 사이의 불안정에 따른 시료의 불규칙한 이동에 대하여도 점검한 결과, 평균 경로편차는 $\pm 2.95 \mu\text{m}$ 였고, 가장 큰 경로편차는 $-9.78 \mu\text{m}$ 였다. 이러한 결과로부터 rotation holder의 사용은 나노구조체의 분석에는 부적절하나 거대 생물조직이나 반도체 시료의 stereography나 tomography에는 사용이 가능하리라 짐작된다.

참 고 문 헌

- 정종만, 이정민, 김진규, 김영민, 김윤중: 투과전자현미경용 Double-Tilt Holder의 경사각과 Rotation Holder의 회전각 측정장치 및 보정장치 제작, 특허 출원 중, 2006.
- Charcroft JD, Davey CL: A simple constructed extreme tilt holder for the Philips eucentric goniometer stage. *J Microsc* 134 : 41-48. 1984.
- Chou CT: Computer software for specimen orientation adjustment using double-tilt or rotation holders. *J Electron Microscop Tech* 7 : 263-268. 1987.
- Lauffer EE, Milliken KS: Note on stereophotography with the electron microscope. *J Phys E Sci Instrum* 6 : 966-968. 1973.
- Shaw PJ, Hills GJ: Tilted specimen in the electron microscope; A simple specimen holder and the calculation of tilt angles for crystalline specimens. *Micron* 12 : 279-282. 1981.
- Turner JN, Reiber CL, Collins DN, Chang BB: Optimum specimen positioning in the electron microscope using a double tilt stage. *J Electron Microscop Tech* 11 : 33-40. 1988.
- Turner JN, See CW, Matuszek G: A simple specimen rotation tip for CTEM and HVEM. *J Electron Microscop Tech* 3 : 367-368. 1986.
- Waddington CP: Calibration of a Siemens Elmiskop 1b double tilting goniometer stage. *J Phys E Sci Instrum* 7 : 842-846. 1974.
- White JR, Thomas EL: Applications of tilted illumination in transmission electron microscopy and diffraction of crystalline materials. *J Mater Sci* 20 : 2169-2185. 1985.

< 국문초록 >

투과전자현미경을 이용한 3차원적 구조분석의 신뢰도를 향상시키기 위해서는 고니오미터와 사용되는 시료 홀더에 대한 정확도와 정밀도의 측정 및 보정이 필요하다. 본 연구에서는 상업용 투과전자현미경 홀더 중의 하나인 rotation holder에 대한 작동원리를 기술하고 회전각의 정확도를 측정하였다. 투과전자현미경 내부에서 회전된 이미지의 분석을 통한 홀더의 회전각의 측정오차는 $\pm 0.42^\circ$ 이었다. 회전각의 정확도를 비교하기 위해 투과전자현미경 외부에서 시료 홀더에 부착된 반사경에 레이저 빔을 반사시켜 측정한 결과, 회전각의 측정오차는 $\pm 0.6^\circ$ 이었다. 추가적으로 시료컵과 회전벨트 사이의 불안정한 맞물림에 의해 야기된 비정상적인 시료의 회전경로에 대해서도 점검하였다.