

Image Processing of Defocus Series TEM Images for Extracting Reliable Phase Information

Kyung Song, Ga-Young Shin, Jong Kyu Kim,
Sang Ho Oh*

Department of Materials Science and Engineering,
Pohang University of Science and Technology,
Pohang 790-784, Korea

(Received September 9, 2011; Revised September 20, 2011;
Accepted September 20, 2011)

ABSTRACT : We discuss the experimental procedure for extracting reliable phase information from a defocus series of transmission electron microscopy (TEM) dark-field images using the transport of intensity equation (TIE). Taking InGaN/GaN multi-quantum well light-emitting diode as a model system, various factors affecting the final result of reconstructed phase such as TEM sample preparation, TEM imaging condition, image alignment, the correction of defocus values and the use of high frequency pass filter are evaluated. The obtained phase of wave function was converted to the geometric phase of the corresponding lattice planes, which was then used for the two-dimensional mapping of lattice strain following the dark-field inline holography (DIH) routine. The strain map obtained by DIH after optimized image processing is compared with that obtained by the geometric phase analysis of high resolution TEM (HRTEM) image, manifesting that DIH yields more accurate and reliable strain information than HRTEM-based GPA. (송 경, 신가영, 김종규, 오상호: 정확한 위상정보를 얻기 위한 탈초점 영상들의 이미지 처리기법)

Keywords : Dark-field inline holography, Defocus series, Phase retrieval, Strain mapping, Transport of intensity equation

TEM 내에서 시료를 투과한 전자빔 파동함수의 위상(Phase)은 시료의 원자 배열 구조 또는 전·자기적 포텐셜에 직접적인 영향을 받는다. 따라서 시료 밀 표면에서의 전자빔 파동함수(Exit-wave function)의 위상을 구하게 되면 시료 내의 전·자기적 포텐셜이나 원자의 배열에 대한 정보를 알 수 있어 재료의 연구에 매우 유용하게 활용될 수 있다. 하지만, 우리가 실제 관찰하는 고분해능 TEM 영상은 투과빔과

여러 회절빔들의 간섭에 의해 형성되므로 기록된 영상의 신호 세기(Intensity)로부터 위상 정보만을 추출하는 것은 불가능하다. 게다가, 전자현미경 대물렌즈의 구면수차(Spherical aberration), 전자빔의 색수차(Chromatic aberration), 입사빔의 분산도 및 기계적인 불안정 등에 의해 시편 고유의 위상 정보는 왜곡되기 마련이다. 이러한 이유로 시료 밀 표면에서의 파동함수를 구하고자 하는 연구가 오랜 전부터 진행되어 왔고, 현재 다양한 분석법이 개발되어 활용되고 있다.

TEM 내에서 시료에 의해 발생하는 전자빔 파동함수의 위상 변화를 구하는 방법으로는 크게 bi-prism을 이용한 off-axis electron holography 방법과 일련의 탈초점 이미지로부터 위상을 구하는 간접적인 방법이 있다. Off-axis electron holography는 양전압이 인가된 Au 와이어를 사용하여 시료를 지나면서 위상변화를 겪은 전자빔과 시료가 없는 진공을 지난 전자빔을 서로 중첩시켜 형성된 간섭무늬로부터 시료에 의한 위상변화(phase shift)를 측정한다. 그러나 off-axis electron holography 분석법은 electrostatic biprism과(저배율 영상을 얻기 위한) Lorentz lens가 필요하다는 장비 제약이 따르며, Lorentz 렌즈의 구면수차로 인해 분해능이 다소 저하된다. 또한 전자빔의 정합도(coherency)가 좋아야 정확한 분석이 가능하다.

일련의 탈초점 TEM 영상으로부터 전자빔 파동함수의 위상을 구하는 방법을 off-axis electron holography와 구분하여 inline holography라고 지칭한다. 이에 사용되는 수학적 알고리즘으로는 MAL(Maximum-likelihood; Chang & Kirkland, 2006)과 EPWFR(Exit-Plane Wave Function Reconstruction; Coene et al., 1992, 1996) 방법이 널리 이용되고 있다. Allen et al. (2004, 2006)에 의해 제안된 IWFR(Iterative Wave-Function Reconstruction) 방법은 4~5개의 TEM 이미지를 이용하여 시료 밀 표면의 복소수 파동함수를 얻어 낼 수 있다는 점에서 MAL 방법에 비해 비교적 간단하다. 이 분석법은 고분해능 TEM 영상으로부터의 위상정보를 추출하는데 가장 널리 활용되고 있다. Teague(1983)에 의해 처음 제안된 Transport of intensity equation (TIE)은 위 방법들에 비해 더욱 간

이 논문은 포항공과대학교 기초과학연구소와 2011년도 정부(교육과학기술부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행되었다(No. 4.0006898.01). 그리고 실험에 큰 도움을 주신 독일 슈트트가르트 Max-Planck-Institute for Intelligent Systems의 Dr. Christoph Koch에게 감사의 말씀을 전한다.

* Correspondence should be addressed to Prof. Sang Ho Oh, Department of Materials Science and Engineering, Pohang University of Science and Technology, Pohang 790-784, Korea. Ph.: (054) 279-2144, Fax: (054) 279-2399, E-mail: shoh@postech.ac.kr

Table 1. Comparison of defocus values set in the experiment and their refined results by FRWR

Defocus (nm)	Image number								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Set defocus value	-9600	-5200	-2400	-600	0	600	2400	5200	9600
Refined defocus value	-8473	-5284	-2163	-597	0	553	2137	5283	8470
Deviation	1127	84	237	3	0	47	263	83	1130

단한 기본 개념을 가지며, 수학적으로 아래와 같이 표시된다.

$$\frac{2\pi}{\lambda} \frac{\partial}{\partial z} I(xyz) = -\nabla_{xy} \cdot (I(xyz) \nabla_{xy} \phi(xyz)) \quad (1)$$

윗 식에서 $\partial I/\partial z$ 는 전자빔이 전달되는 방향으로 영상면에서 신호의 세기 변화를 나타내며, ∇_{xy}^2 는 이차원 라플라시안이다. 위 공식에 따르면 파동의 위상(phase)은 광축으로 진행하는 신호의 세기를 측정함으로써 결정될 수 있다. 일반적으로 일련의 탈초점 영상들로부터 위상을 추출하는 inline holography에서는 통상 5~15장의 이미지가 필요로 하는 것에 반해, TIE에 의한 분석법에서는 단지 3장의 탈초점 영상만이 요구된다. 3장의 연속적 탈초점 영상 중의 중앙의 이미지는 신호의 세기(Intensity) 분포를 측정하는데 이용되며, 나머지 두 장의 이미지를 이용하여 광축 방향으로 이차원 영상면에서 신호의 세기 변화를 측정한다. TIE 방법은 고분해능 TEM 영상뿐만 아니라, 저배율의 conventional TEM 영상(Ishizuka & Allman, 2005) 및 일반 광학현미경에서도 유용하게 사용되고 있다.

최근에는 off-axis 또는 inline holography를 이용하여 특정 회절빔의 파동함수의 위상을 구하고, 이로부터 격자 변형량을 측정하는 분석법이 개발되었다(Hýtch et al., 2008; Koch et al., 2010). Koch et al.에 의해 발표된 dark-field inline holography (DIH) 분석법은 특정 결정면이 강하게 회절하는 영상 조건에서 암시야상 탈초점 시리즈를 기록하여 선택된 회절빔의 위상을 구하는 방법이다. 이로부터 얻어진 회절빔 파동함수의 위상은 결정면의 기하학적 위상(Geometric phase)로 쉽게 전환할 수 있어, 시료의 넓은 영역에서 격자 변형량을 정밀하게 측정하는데 매우 유용하게 사용될 수 있다. Off-axis electron holography 방법을 근간으로 하는 유사한 방법이 Hýtch et al.에 의해 먼저 개발되었으나, 이 방법의 경우 electrostatic biprism과 Lorentz 렌즈가 필요하며, 반드시 TEM 진공을 지나는 전자빔을 사용해야하므로 적용할 수 있는 시편에 큰 제약이 있다.

본 연구에서는 암시야상 모드에서 기록된 일련의 탈초점 TEM 영상들로부터 회절빔 파동함수의 위상을 추출하는 DIH 방법을 적용함에 있어 중요한 기술적 사항을 고찰하고자 한다. 중점을 두어 다룰 사항은 1) 양질의 탈초점 영상을 얻기 위한 시편 준비법과 TEM 영상의 기록 조건, 2) 탈초점 값의 정확한 결정, 3) 탈초점 시리즈의 정확한 정렬, 그리고

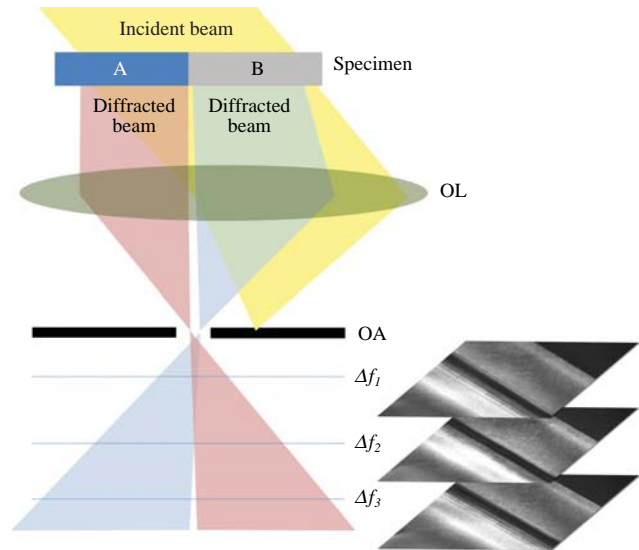


Fig. 1. Principle of dark-field inline holography (DIH). The diffracted beam is selected by objective lens aperture and defocus-series images are recorded at least three different defocus planes.

4) TIE 방법으로 위상을 결정할 때 사용하는 high frequency pass filter의 영향이다. 최종적으로 DIH 방법으로 구해진 격자 변형량과 고분해능 TEM 영상으로부터 얻은 격자 변형량을 비교하여 DIH 방법의 유용성을 평가하고자 한다. 본 연구에서는 InGaN/GaN multi-quantum well 구조를 가진 light-emitting diodes (LEDs) 시편을 분석 대상으로 선택하였다. LED 소자에서 다층 박막의 격자 변형량은 발광 특성 및 수명을 결정하는 중요한 요소 중에 하나이다. TEM 관찰을 위한 단면 시료는 tripod polishing과 Ar⁺ ion milling (PIPS, Gatan, Inc), low-energy Ar⁺ milling (Gentle mill, Technoorg Linda)에 의해 제작되었으며, TEM 실험에는 monochromator가 장착되고 200 kV 가속전압에서 작동하는 subelectron-volt-subangstrom-microscope (SESAM) (Koch et al., 2006) (Carl Zeiss NTs)를 사용하였다. TEM 암시야상 탈초점 영상들은 InGaN/GaN 다층 박막의 성장방향으로 회절 조건을 만든 뒤, (0002), (0004), (0006) 회절빔을 선택하여 기록하였다. 영상 기록에 사용된 탈초점 값은 Table 1에 정리하였다.

DIH로 얻은 TEM 암시야상 탈초점 시리즈로부터 격자 변형량을 분석할 수 있는 기본 개념을 Fig. 1에 도식적으로 설명하였다. 서로 다른 격자상수를 갖는 시료의 A 부분과 B

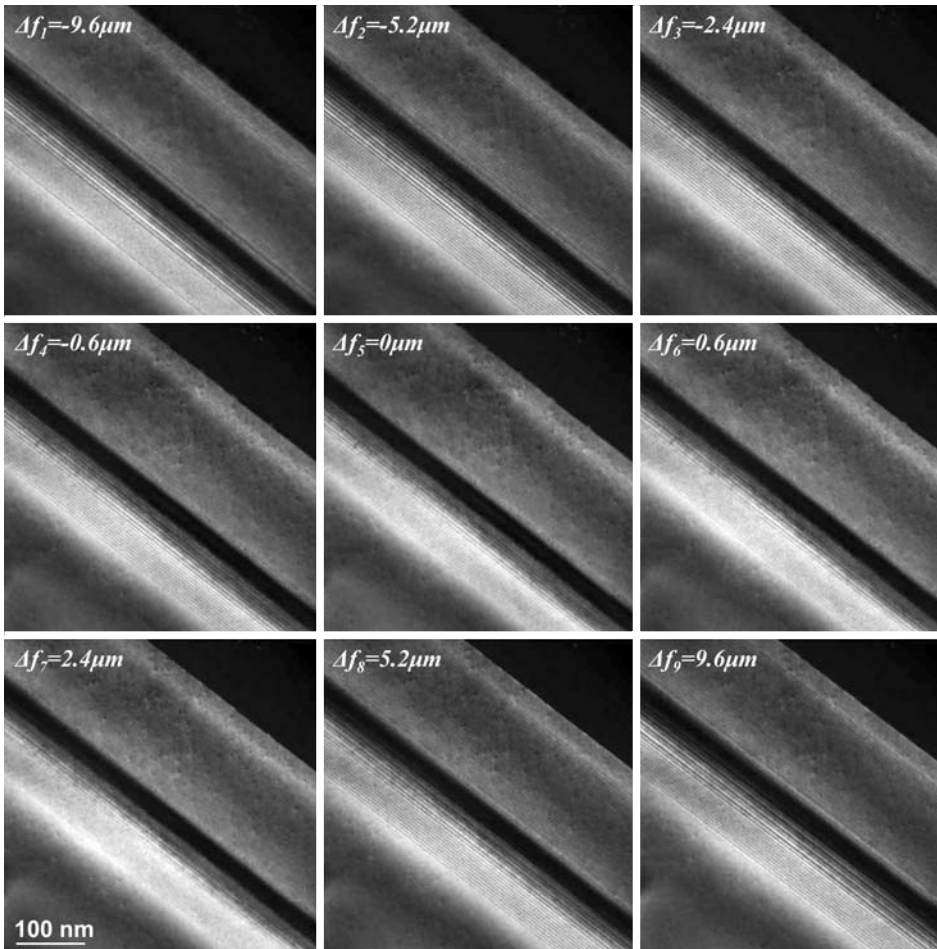


Fig. 2. Defocus series TEM dark-field images formed by $g=0004$ at: $\Delta f = -9.6 \mu\text{m}$, $-5.2 \mu\text{m}$, $-2.4 \mu\text{m}$, $-0.6 \mu\text{m}$, $0 \mu\text{m}$, $0.6 \mu\text{m}$, $2.4 \mu\text{m}$, $5.2 \mu\text{m}$ and $9.6 \mu\text{m}$.

부분의 격자 간 불일치는 회절 공간에서의 미세한 회절 각의 변화를 야기하는데, 이는 곧 각 회절빔의 위상 변화를 의미한다. 정확한 초점(Δf_2)에서 벗어난 TEM 영상들(Δf_1 , Δf_3)을 기록하면 실 공간에서 간섭무늬의 반전을 관찰할 수 있으며, 이 변화를 TIE로 분석하여 전자빔의 위상변화를 추출할 수 있다. 본 연구에서는 특정 회절빔을 beam tilt로 광축에 위치하게 한 후 대물렌즈 조리개로 회절빔을 선택하여 9장의 탈초점 암시야상 영상들을 얻었다.

Fig. 2는 [11-20] 정대축에서 (0004) 회절빔을 선택하여 얻은 일련의 탈초점 암시야상들을 보여준다. 탈초점 값들은 각각 $\Delta f_1 = -9.6 \mu\text{m}$, $\Delta f_2 = -5.2 \mu\text{m}$, $\Delta f_3 = -2.4 \mu\text{m}$, $\Delta f_4 = -0.6 \mu\text{m}$, $\Delta f_5 = 0 \mu\text{m}$, $\Delta f_6 = 0.6 \mu\text{m}$, $\Delta f_7 = 2.4 \mu\text{m}$, $\Delta f_8 = 5.2 \mu\text{m}$, $\Delta f_9 = 9.6 \mu\text{m}$ 이며, 이 값들은 대물렌즈의 전류 값을 변화시켜서 얻었다. TIE 방법은 시료를 투과(또는 회절)하는 전자빔이 단지 위상 변화만을 일으키고, 진폭(Amplitude)은 거의 일정하다는 가정 하에 성립되므로, 관찰하고자 하는 부분에서 시료의 두께 또는 회절 조건의 변화가 없어야 한다. 이를 위해 시편 제작 과정에서 생길 수 있는 시편의 휨 현상을 최소화하는 것이 매우 중요하다.

DIH 분석의 정확도를 향상시키기 위해 일련의 탈초점 TEM 암시야상을 얻는 과정에서 고려해야 할 사항이 있다. 먼저, 입사빔의 정합성(coherence)을 높이기 위해 작은 집속렌즈 조리개(Condenser lens aperture)를 사용하여야 하며, 대물렌즈의 초점값의 변화에 따른 영상의 변화를 최소화하기 위해 대물렌즈의 current centering이 반드시 필요하다. 또한 energy filter를 사용하여 비탄성 산란에 기인하는 위상변화를 제거하는 것이 시편의 격자변형에 기인하는 위상 정보를 추출하는데 유리하다. 본 연구에서는 $20 \mu\text{m}$ 의 작은 집속렌즈 조리개를 사용하였고, in-column Mandoline filter를 이용하여 에너지 손실이 배제된 탄성산란 회절빔을 선택하여 암시야상들을 얻었다. 그러나 일련의 탈초점 영상들을 획득 과정에서는 긴 노출 시간에 따라 시료의 위치변화와 대물렌즈 전류의 미세한 변화에 따른 측정 영상들 간의 회전이 필연적으로 동반된다. 전자빔의 위상 변화를 분석하는 상용 소프트웨어를 사용할 경우, 특히 TIE 알고리즘을 사용하는 QPt (HREM Research Inc.) 분석법의 경우에는 각각의 이미지들 간의 정렬이 최종 결과의 정확도에 매우 중요한 영향을 미친다.

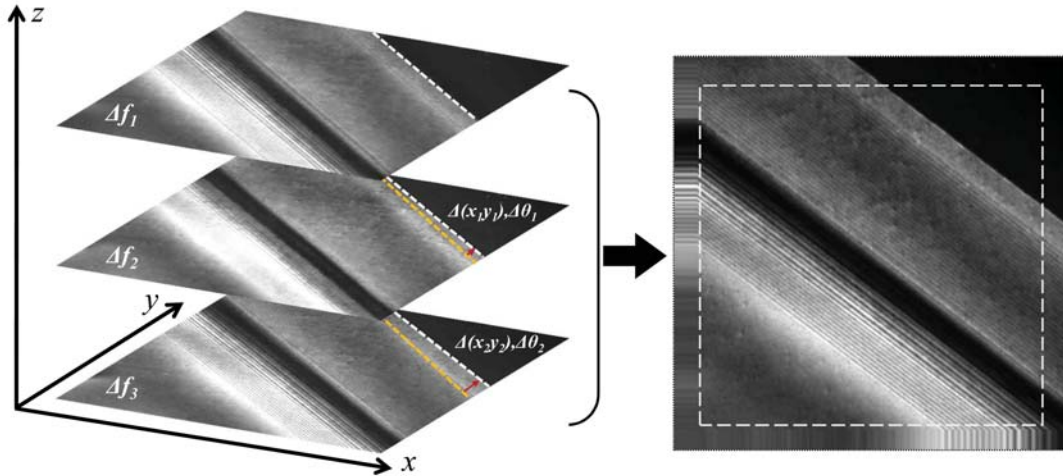


Fig. 3. (Left) A stack of defocus series TEM images showing the image shift and rotation as a function of defocus value. Image shift and rotation measured from the edge of specimen (highlighted by white dot line) are shown for each defocus image by red arrow. (Right) Corrected image stack after the alignment. The white dot line outlines the area which can be used for the phase retrieval.

Fig. 3에는 실험적으로 얻은 탈초점 영상들 간의 위치 변화와 회전, 그리고 이를 보정하여 정렬된 결과를 보여준다. 그림에서 볼 수 있듯이 Δf_1 을 기준으로 $\Delta f_2, \Delta f_3$ 의 탈초점 면에서의 이미지는 각각 $\Delta x_1 y_1, \Delta x_2 y_2$ 만큼의 위치 변화와 $\Delta \theta_1, \Delta \theta_2$ 만큼의 이미지 회전을 갖는다. 이러한 이미지 위치 변화와 회전은 소프트웨어의 자동 정렬기능을 이용하여 보정이 가능하다. 그러나 탈초점된 이미지 사이의 변위 및 회전이 매우 커서 자동으로 정렬이 되지 않을 때에는 이미지에 나타난 특별한 형상을 기준으로 소프트웨어의 수동 정렬방법을 이용하여 보정하는 과정이 필요하다. 이러한 정렬 과정이 끝난 후에 일련의 이미지를 하나로 모은 through-focus image를 얻을 수 있다. 이미지 정렬 과정에서 위치 변화와 회전에 의해 신호가 존재하지 않는 부분을 제외하고 나머지 부분은 위상을 측정하기 위한 영역으로 사용이 가능하다.

정렬된 영상으로부터 위상 추출을 위한 TIE 알고리즘을 적용할 때 중요한 변수는 정확한 탈초점의 시작값과 각 이미지의 정확한 탈초점 값이다. 식(2)에 TIE 알고리즘에서 전자빔이 진행하는 광축에 대한 신호 세기의 변화를 나타내었다.

$$\frac{\partial}{\partial z} I(xyz) \approx \frac{\partial I}{\partial z} = \frac{I(z+\epsilon/2) - I(z-\epsilon/2)}{\epsilon} \quad (2)$$

ϵ 는 첫 번째 이미지부터 세 번째 이미지 간의 탈초점 값이다. 식에서 확인할 수 있듯이, 3장의 탈초점 영상 중 가운데 정초점 영상으로부터의 신호 변화($\partial I/\partial z$)는 광축으로부터 동일하게 $\pm \epsilon/2$ 만큼 탈초점된 2장의 영상으로부터 구할 수 있다. 이렇듯 TIE 방법에서는 정초점 이미지로부터 동일한 양($\epsilon/2$)의 탈초점 값을 갖는 다른 탈초점 면에서의 신호 세

기를 이용하여 전자빔이 진행하는 광축에 대한 신호 세기의 변화를 구하고, 이로부터 위상을 구하기 때문에 부정확한 탈초점 값은 결과에 큰 영향을 미친다(식(1)). 그러나 TEM 내의 대물렌즈 전류의 불안정성으로 실험 과정에서 입력하는 탈초점 값과 실제 값은 큰 차이를 갖는다. QPt 소프트웨어에서 사용하는 TIE 알고리즘에는 식(2)에서처럼 영상 간 탈초점 값을 $\pm \epsilon/2$ 로 동일하게 간주하여 사용하기 때문에 가능한 정확하고 동일한 탈초점 값을 입력하는 것이 매우 중요하다. 이러한 문제를 보완하기 위해 본 연구에서는 FRWR (Full-Resolution Wave Reconstruction, Koch, 2008) 소프트웨어를 이용하였다. 이 소프트웨어는 프리웨어로서 (<http://www.christophkoch.com>)로서 DigitalMicrograph (Gatan, Inc.)에서 plug-in으로 구동된다. FRWR 소프트웨어를 이용하면 획득한 영상의 FFT (Fast Fourier Transform)로 얻은 diffractogram을 이용하여 정확한 탈초점 값을 결정할 수 있다. 또한 실험 과정에서 정확하게 보정되지 않은 비점수차(Astigmatism) 값 역시 소프트웨어를 통해 보정 가능하다.

Table 1에는 실제 실험에서 설정한 탈초점 값과 FRWR을 이용하여 보정된 탈초점 값들을 정리하였다. 표에서 볼 수 있듯이 FRWR을 이용하여 탈초점 값을 보정한 결과, 실험 과정에서 입력한 탈 초점 값들과 같이 규칙적으로 변하지 않고 불규칙적인 변동 값을 가짐을 알 수 있다. 정확한 위상 정보를 구하기 위해서는 위와 같이 정확한 탈초점 값과 비점수차 정보를 이용하여야 보다 신뢰성 있는 결과를 도출할 수 있다.

앞서 설명한 방법으로 탈초점 영상들 간의 정렬과 탈 초점값의 정확한 보정 과정을 마친 총 3장의 정렬된 탈 초점 영상으로부터 QPt 소프트웨어를 이용하여 위상 영상을 구하

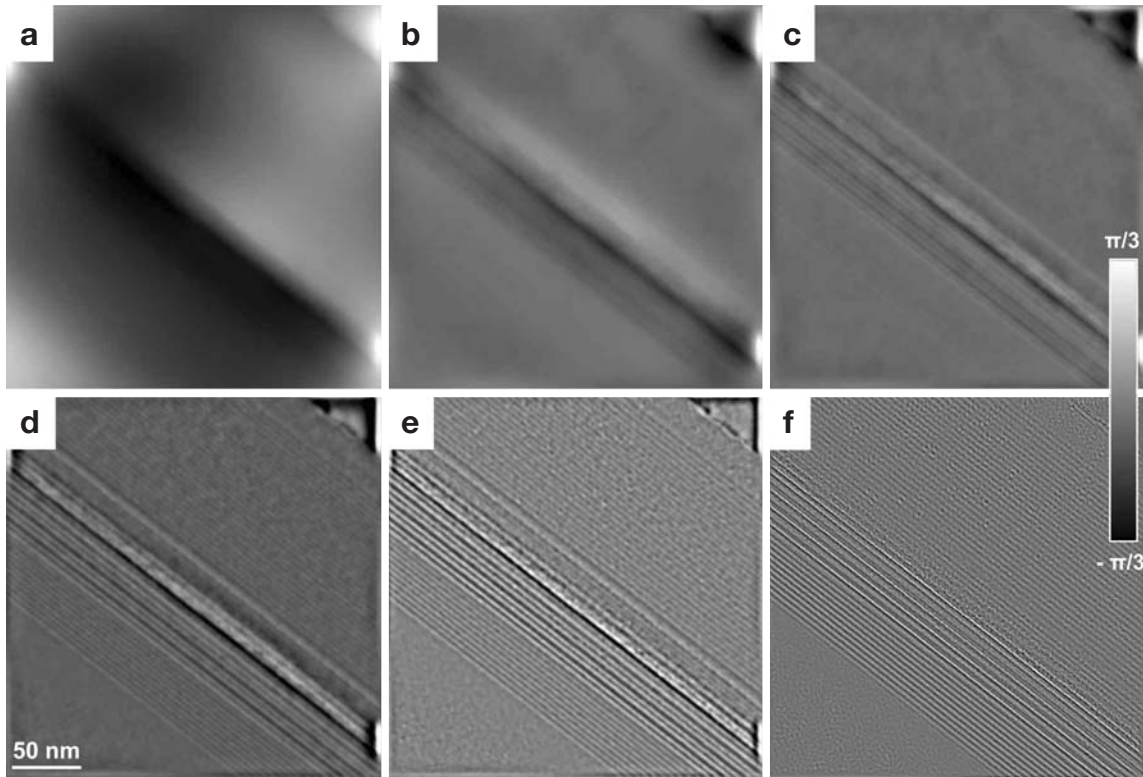


Fig. 4. Reconstructed phase images obtained by using the QPt software (HREM Research Inc.) with applying high frequency pass filters. The low frequency cutoff values, defined as the pixel number in reciprocal space, are: (a) 0; (b) 2; (c) 5; (d) 10; (e) 20; (f) 50.

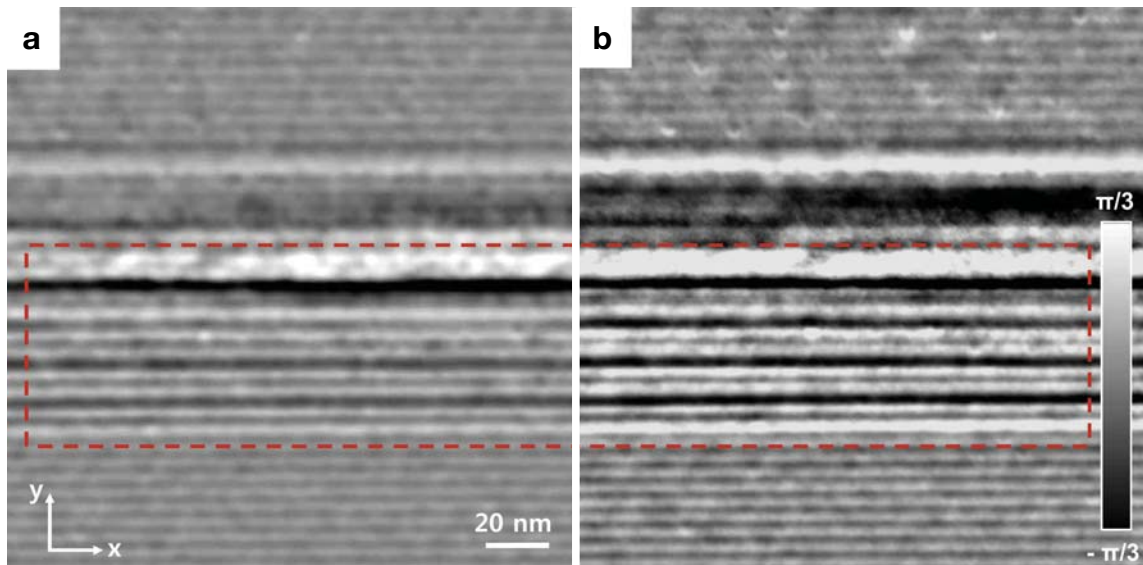


Fig. 5. Phase images covering the whole active region (highlighted red dot line) of InGaN LEDs. The reconstructed phase image obtained from (a) three dark-field TEM images by using the QPt and (b) nine images by using FRWR.

였으며, 얻어낸 위상 영상에 high frequency pass filter를 적용하였다. 이 결과는 Fig. 4에 나타내었다. 이 과정에서 적용되는 filter는 역 라플라시안 연산자(Inverse Laplacian opera-

tor)에 의한 Tikhonov-type filter로 위상 정보를 구하는 과정에서 low-frequency로 인해 발생할 수 있는 발산 오류와 노이즈를 줄이기 위해 $1/g^2$ 대신 식(3)의 값을 이용한다. 여기

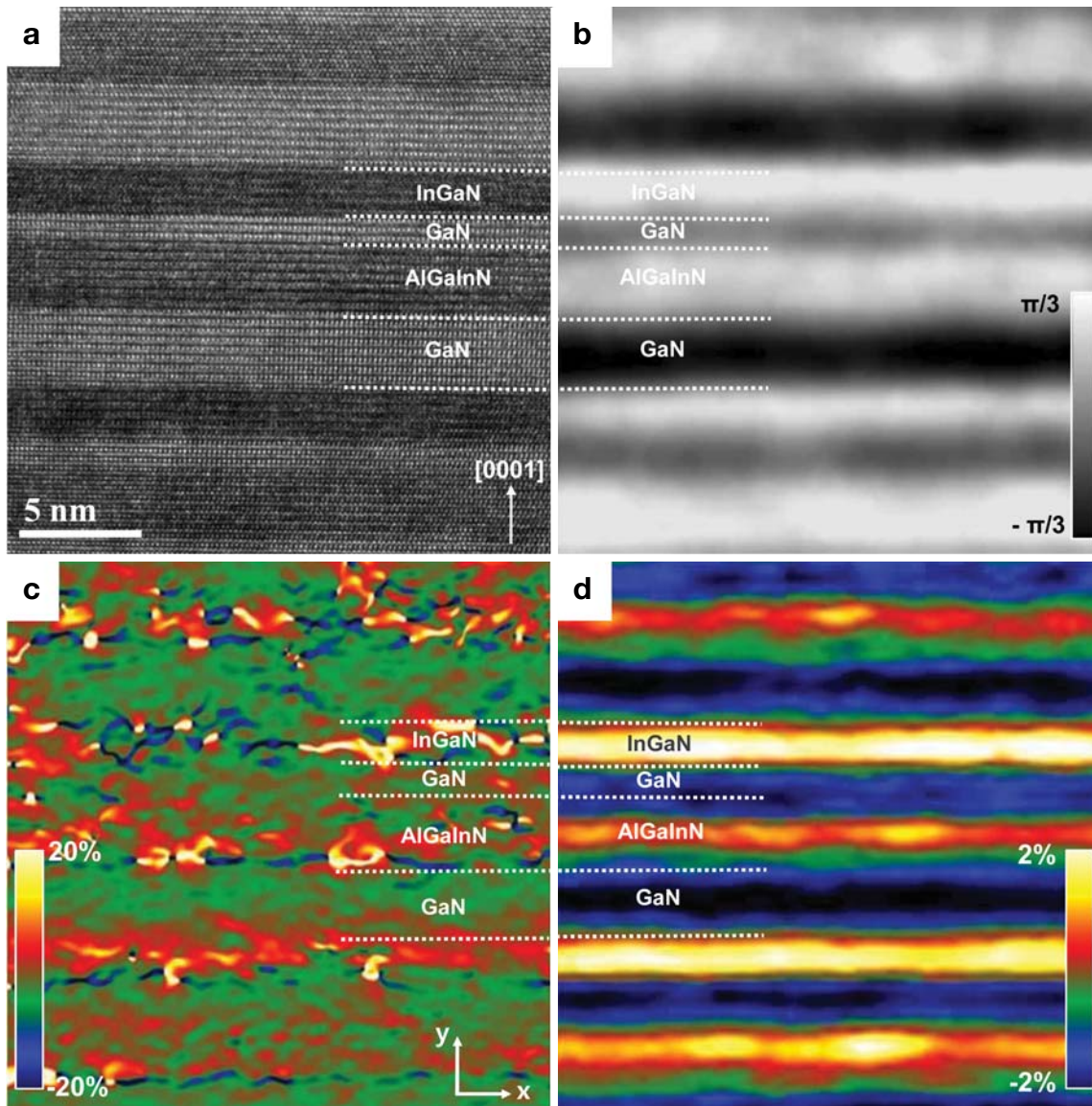


Fig. 6. (a) HRTEM image of InGaN/GaN multi-quantum well. (b) Geometric phase image for the (0004) reflection, which were reconstructed from 9 defocus images obtained by the FRWR. (c) Strain map (ϵ_{yy}) extracted from HRTEM image in (a) by using geometric phase analysis (GPA). (d) Strain map (ϵ_{yy}) extracted from the phase image in (b).

서 g_c 는 양의 값을 갖는 상수이다(Mitome et al., 2010).

$$T(g) = g^2 / (g^2 + g_c^2)^2, \quad (3)$$

본 연구에서는 QPt 소프트웨어의 high frequency pass filter 사용함에 있어 최적의 조건을 찾기 위해 다양한 값의 high pass filter를 적용하였다. 결과에서 확인할 수 있듯이 작은 high pass filter 값을 사용하면 low-frequency components에 의한 노이즈로 인해 위상 정보를 얻기가 어려우며(Fig. 4a-c), 상대적으로 큰 high pass filter 값을 사용하게 되면 low-frequency components뿐만 아니라, high-frequency components의 신호를 많이 잃게 되어, 이에 따라 왜곡된 결과를

가져올 수 있다(Fig. 4e, f). 실제 Fig. 4(e)와 (f)의 위상변화의 결과는 FRWR을 통해 얻어진 위상 결과와 비교해볼 때 현저히 낮은 값을 보임을 확인하였으며, 위의 결과 중에서 10 (pixel number in reciprocal space)의 high frequency pass filter를 사용하였을 때 얻은 Fig. 4(d) 결과가 FRWR을 이용하여 얻어진 위상 변화와 거의 동일한 위상 정보를 얻었다.

Fig. 5는 최종적으로 얻은 위상 영상들을 보여준다. Fig. 5(a)는 총 3장의 탈초점 암시야상(Fig. 2)을 대상으로 TIE 알고리즘을 사용하는 QPt 소프트웨어를 이용하였고, (b)는 총 9장의 탈초점 암시야상을 이용하여 FRWR 방법으로 얻은 위상 영상이다. QPt 결과는 high frequency pass filter를

사용했음에도 불구하고 LEDs 소자의 다층구조가 흐릿하게 나타나는 반면, 더 많은 탈초점 이미지를 사용한 FRWR의 결과는 QPt의 결과보다 명확히 multi-quantum well 구조가 구분되는 것을 볼 수 있다. 이는 FRWR의 reconstruction 과정에서는 QPt로는 보정할 수 없는 탈초점 값과 비점수차 (Astigmatism)를 정확히 보정할 수 있어 보다 정확한 결과를 얻을 수 있는 것으로 판단된다.

위에서 얻은 회절범의 위상 정보는 geometric phase와 동일하다고 가정할 수 있으므로 (Koch et al., 2010), 이로부터 시료 내부의 격자 변형량을 얻어 낼 수 있다 (Hýtch et al., 1998).

본 연구에 사용된 시료는 Fig. 6(a)의 고분해능 TEM 이미지에서 보는 것과 같이 InGa_nN multi-quantum well 구조로, 나노미터 크기의 InGa_nN (2.5 nm)/Ga_nN (1.5 nm)/AlGaIn_nN (4 nm)/Ga_nN (3.5 nm)의 구조가 하나의 주기를 이룬다. InGa_nN multi-quantum well 구조에서 InGa_nN은 Ga_nN보다 큰 격자상수를 가지며, 또한 Ga_nN과 층과 계면에서 격자일치로 인해 유발되는 추가적인 격자 팽창이 더해져 *c* 축을 따라 큰 격자 팽창이 발생한다. Fig. 6(c)는 (a)의 고분해능 TEM 이미지를 이용하여 (0002) 결정면의 격자 변형량 ϵ_{yy} 를 얻은 결과이다. 그리고 Fig. 6(d)는 (b)의 (0004) 회절범 파동함수의 위상을 결정면 면간거리의 주기에 해당하는 geometric phase로 전환하고, 이 결과를 이용하여 성장방향인 *c* 축으로 격자 변형량인 ϵ_{yy} 값이다. 일반적으로 고분해능 TEM 영상을 이용하여 특정 결정면의 geometric phase를 구한 뒤, 이를 이용하여 strain을 구하는 방법은 일반적으로 많은 연구에 적용되고 있다 (Taraci et al., 2005; Carbone et al., 2007; Johnson et al., 2008). 그러나 고분해능 TEM 영상에서 LED 다층구조가 명확히 구분된다고 할지라도 GPA 방법으로 구한 strain map은 전혀 유용한 정보를 전달하지 못한다. 이러한 원인에는 1) 고분해능 TEM 이미지 획득 시 전자빔의 영향으로 인한 시료의 손상이 야기될 수 있으며, 2) 고분해능 TEM 관찰을 적합한 아주 얇은 TEM 시료를 제작하는 과정에서 시료는 Ar⁺ 이온빔에 의해 손상을 받기 때문이다. 본 연구에 사용된 시료는 앞서 언급한 바와 같이 제작 마지막 과정에서 시료의 두께를 줄이기 위해 Ar⁺ ion polishing을 수행하였다. 이러한 과정에서 Ar⁺ 이온빔에 의한 InGa_nN 층의 손상은 매우 커서 In clustering이 발생하거나 혹은 이에 동반하는 나노미터 스케일의 격자 변형이 일어날 수 있다. 고분해능 TEM의 GPA 분석에서 이러한 문제점을 해결하기 위해서는 low-dose HRTEM-GPA를 이용하여 분석하여야 결과의 신뢰성을 높일 수 있다는 보고가 있다 (Özdöl et al., 2010). 이렇듯 고분해능 TEM 영상의 GPA 분석은 의미있는 분석을 수행하는데 많은 제약이 따른다.

본 연구에서 사용한 DIH 분석법은 탈 초점 영상들을 이용하여 시료 밀 표면에서 위상 정보를 얻을 수 있을 뿐만

아니라, 나노미터 수준의 공간분해능으로 격자 변형량에 대한 정량적인 분석이 가능하다. DIH 분석법을 이용한 격자 변형량 분석은 낮은 배율에서 넓은 영역의 분석이 가능하므로, 고분해능 분석을 위한 시료의 두께보다도 상대적으로 다소 두꺼운 영역에서도 분석이 가능하다. 따라서 시료의 제작 과정에서 야기되는 시료의 손상이나, 고분해능 영상을 관찰하는 과정에서 수반되는 전자빔에 의한 시료의 손상을 줄일 수 있다. 이러한 장점으로 인해 전통적인 고분해능 영상 분석에 의한 방법에 비해 유용하다고 할 수 있다. 그러나 DIH 분석법은 고분해능 TEM 영상을 이용하여 위상 정보를 얻는 방법이 아닌 탈초점 영상들 간의 간섭무늬의 변화를 이용하여 분석하므로, 분석의 정확성과 신뢰도를 높이기 위해서 균일한 영상 신호를 가지는 탈초점 영상을 얻는 것이 가장 중요하다. 이를 위해서는 시료가 휘어지지 않고 균일한 두께를 가져야 하며, 또한 시료의 부분적인 손상으로 인한 이미지의 컨트라스트 변화는 위상 분석 결과에 오차를 야기하므로 이점을 고려해야 한다.

참 고 문 헌

- Allen LJ, McBride W, O'Leary NL, Oxley MP: Exit wave reconstruction at atomic resolution. *Ultramicroscopy* 100 : 91-104, 2004.
- Allen LJ, Oxley MP, Ishizuka K: Electron microscope Cs correction using iterative wave-function reconstruction. *Microscopy and Analysis* 52 : 5-7, 2006.
- Carbone L, Nobile C, De Giorgi M, Sala FD, Morello G, Pompa P, Hýtch MJ, Snoeck E, Fiore A, Franchini IR, Nadasan M, Silvestre AF, Chiodo L, Kudera S, Cingolani R, Krahn R, Manna L: Synthesis and micrometer-scale assembly of colloidal CdSe/CdS nanorods prepared by a seeded growth approach. *Nano Letter* 7 : 2942-2950, 2007.
- Chang LY, Kirkland AI: Comparisons of linear and nonlinear image restoration. *Microsc Microanal* 12 : 469-475, 2006.
- Coene WMJ, Janssen G, Op de Beeck M, Van Dyck D: Phase retrieval through focus variation for ultra-resolution in field emission transmission microscopy. *Phys Rev Lett* 69 : 3743-3746, 1992.
- Coene WMJ, Thust A, Op de Beeck M, Van Dyck D: Maximum-likelihood method for focus-variation image reconstruction in high resolution transmission microscopy. *Ultramicroscopy* 64 : 109-135, 1996.
- Hýtch MJ, Houdellier F, Hüe F, Snoeck E: Nanoscale holographic interferometry for strain measurements in electronic devices. *Nature* 453 : 1086-1090, 2008.
- Hýtch MJ, Snoeck E, Kilaas R: Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs. *Ultramicroscopy* 74 : 131-146, 1998.
- Ishizuka K, Allman B: Phase measurement of atomic resolution image using transport of intensity equation. *J Elec Micro* 54(3) :

- 191-197, 2005.
- Jonhson CL, Snoeck E, Ezcurdia M, Rodríguez-gonzález B, Pastorza-Santos I, Liz-Marzan LM, Hýtch MJ: Effects of elastic anisotropy on strain distributions in decahedral gold nanoparticles. *Nature Materials* 7 : 120-124, 2008.
- Koch CT: A flux-preserving non-linear inline holography reconstruction algorithm for partially coherent electrons. *Ultramicroscopy* 108 : 141-150, 2008.
- Koch CT, Özdöl VB, van Aken PA: An efficient, simple, and precise way to map strain with nanometer resolution in semiconductor devices. *Appl Phys Lett* 96 : 091901, 2010.
- Koch CT, Single W, Höschel R, Rühle M, Essers E, Benner G, Matijevic M: SESAM: Exploring the frontiers of electron microscopy. *Microsc Microanal* 12 : 506-514, 2006.
- Mitome M, Ishizuka K, Bando Y: Quantitativeness of phase measurement by transport of intensity equation. *J Elec Micro* 59(1) : 33-41, 2010.
- Özdöl VB, Koch CT, van Aken PA: A non damaging electron microscopy approach to map In distribution in InGaN light-emitting diodes. *J Appl Phys* 108 : 056103-3, 2010.
- Taraci JL, Hýtch MJ, Clement T, Peralta P, McCartney MR, Drucker J, Picraux ST: Strain mapping in nanowires. *Nanotechnology* 16 : 2365-2371, 2005.
- Teague MR: Deterministic phase retrieval: a Green's function solution. *J Opt Soc Am* 73 : 1434-1441, 1983.