

미세쌍정의 투과전자현미경 해석

류근걸*·하미영·이강득

순천향대학교 디스플레이신소재공학과

Transmission Electron Microscopic Analysis of Micro-Twin

Kun Kul Ryoo*, Mi-young Ha, and Kang Deuk Lee

Department of Display Materials Engineering, SoonChunHyang University, Asan 31538, Republic of Korea

Abstract: Micro-twinning has been investigated in some state-of-the-art materials by transmission electron microscopy, but such characterizations have not been clear so far. Micro-twins must be characterized by identifying their spots in the electron diffraction pattern, which is very unique compared to normal defects such as dislocations or stacking faults. In this study the electron diffraction pattern which should be developed by micro-twins was derived theoretically for the [011] beam direction assuming that the symmetrical mirror plane was {112}. The angles between the diffraction spots of the (200) and ($\bar{1}\bar{1}$) planes were concluded to be 15.7°. This conclusion could be utilized as an indicator of the likely offset of crystal rotations or stress relaxations due to micro-twinning formation. The presence of micro-twinning should also be confirmed, by making sure that twin spots appear in the diffraction patterns and micro-twin images in dark field.

(Received December 29, 2015; Accepted March 20, 2016)

Keywords: nanostructured materials, deformation, twinning, transmission electron microscopy(TEM), fcc crystal

1. 서 론

일반적으로 쌍정은 결정학적으로 면심입방 결정구조의 경우 {111}<112> 특징을 갖고 있으며, 결정의 일부가 다른 방향으로 소성 변형하여 그 경계면이 변형 전후 두 결정의 거울면 역할을 하는 현상이라 정의되고 있다 [1]. 그러나 최근 투과전자현미경을 이용한 미세쌍정(Micro-Twin)의 발견으로 일반적인 쌍정과 다른 새로운 재료학적 의미와 가치를 연구하게 되었다. 즉 자동차 강판의 일종인 고망간강 제조 혹은 실리콘 기판 위에 갈륨비소 이중 에피층 성장 연구 등에서 미세쌍정이 관찰되어 이들을 이용하거나 최소화하려는 결정학적 제어 기술이 연구되고 있다 [2-4].

20% 정도의 망간을 함유한 쌍정유도성형강(Twin Induced Plasticity Steel)은 높은 강도와 우수한 성형성을 동시에 갖추고 있어, 자동차산업에서 높은 관심의 대상이 되고 있다. TWIP강의 특성은 면심입방 결정구조의 오스테나이트 조직

이 저온에서 성형될 때 생성되는 기계적 미세쌍정에 기인하는 것으로 알려져 있다 [3]. 그림 1의 a)에서와 같이 TWIP강에서 관찰된 미세쌍정의 경우, 격자영상(Lattice Images)과 SAD(Selected Area Diffraction) 회절패턴을 통하여 결정립(Grain) 내에서 생성된 모습을 보여주고 있다. 이 경우, 회절패턴을 이용하여 쌍정계(Twin System)에 대한 정확한 결정학적 색인(Indexing)과 발생 현상에 대한 명확한 결정학적 해석이 이루어져야 하나, 쌍정계에 대하여 혼란을 줄 수 있는 색인 표현들이 보고되기도 하고 상호 각도 관계가 명확하게 설명되고 있지 않다.

또한 다이아몬드입방(Diamond Cubic) 결정구조인 반도체 재료의 에피층 성장에서도 미세쌍정이 생성되는 것으로 보고되고 있다. 반도체소자 연구의 경우, 실리콘 웨이퍼 위에 깊은 홈(Trench)을 가공하여 갈륨비소의 에피층을 성장시킬 때 주로 격자상수의 차이 등으로 인하여 특정 부위를 중심으로 그림 1의 b)에서와 같이 미세쌍정이 발생하는 것으로 알려져 있다 [4]. 이때 미세쌍정의 결정학적 해석은 이들의 생성을 제어할 수 있는 주요 요소라 할 수 있다.

*Corresponding Author: Kun Kul Ryoo

[Tel: +82-41-530-1380, E-mail: kraten@sch.ac.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

Table 1. Angles between Crystal Planes

구분 {hkl}	{hkl}		
{hkl}	100	110	111
111	54.7	35.3	0
	-	90	70.5
	-	-	109.5
211	35.3	30	19.5
	65.9	54.7	61.9
	-	73.2	90
	-	90	-

본 논문에서는, 면심입방 결정구조인 TWIP강 및 다이아몬드입방 결정구조인 반도체 기판에 생성된 미세쌍정의 결정학적 구조와 전자현미경으로 관찰할 때 예측되는 결과를 유도하여, 많은 연구자들에 의해 연구되고 있는 미세쌍정에 대한 연구결과들을 확인할 수 있게 하고, 생성거동, 기계적 물성, 혹은 전기적 특성 등에 대한 연구에 활용되기를 기대한다.

2. 본 론

투과전자현미경의 회절은 전자의 파장이 매우 짧아 회절

각이 매우 작다는 특성을 갖고 있다. 그림 2와 같이 전자회절의 경우, 전자가 200 kV 전압으로 가속되었을 때 전자파장(λ)이 0.0251 Å이므로 Bragg's Law 인 $\lambda = 2d \cdot \sin\theta$ 로부터 면간의 거리(d)가 3.14 Å인 실리콘 (111) 면의 경우 회절각(θ)이 0.023° 정도가 된다. 그림 2의 a)에서와 같이 수직으로 하강하는 전자빔(T)에 대해 회절되는 전자빔(D)은 $2X0.023^\circ$ 의 매우 작은 각도로 회절하게 되므로, 표시된 회절각 (2θ) 혹은 $g11\bar{1}$ 이 실제로는 매우 작아, 투과전자빔(T), 회절전자빔(D) 그리고 회절면은 서로 거의 평행하다 할 수 있다. 실제 키쿠치선(Kikuchi Line)으로 이해되듯이, 회절되는 면을 매우 미세하게 기울여 투과되는 전자빔에 대해 완전히 평행하게 할 수 있음을 알 수 있다. 그러므로 회절되는 모든 면들의 정대축(Zone Axis) 방향으로 전자빔이 진행한다 할 수 있으며, 면심입방 결정구조에서 전자빔의 방향이 $[e^-] = [011]$ 인 경우 구조인자(Structure Factor)로 허락되는 면들 중에서 그림 2의 b)의 $[011]$ 표준투상(Stereo-Graphic Projection)의 원주 위에 있는 면들 혹은 이들의 정수배(n) 면들에서만 회절이 발생하게 된다. 또한 표 1에서와 같이 면간의 각으로부터 $(\bar{1}00)$ 혹은

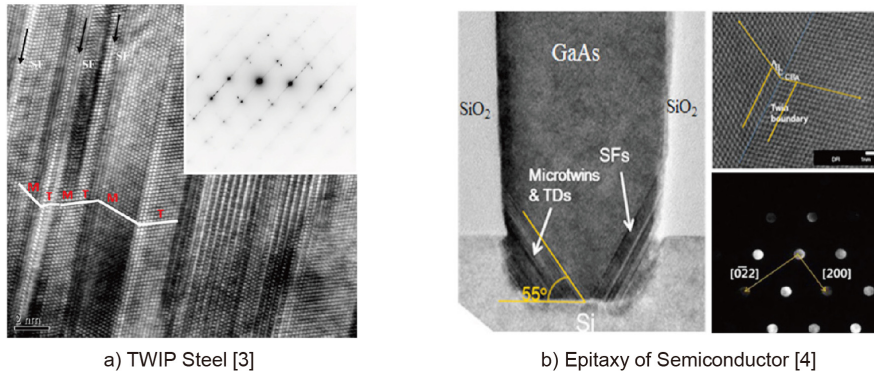


Fig. 1. Reported Observation of Micro-twins

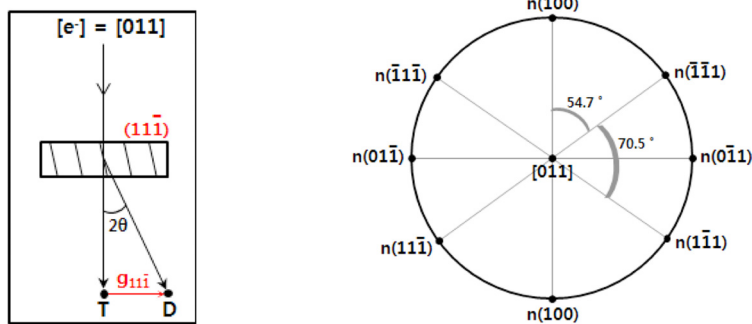


Fig. 2. Diffraction in Transmission Electron Microscopy

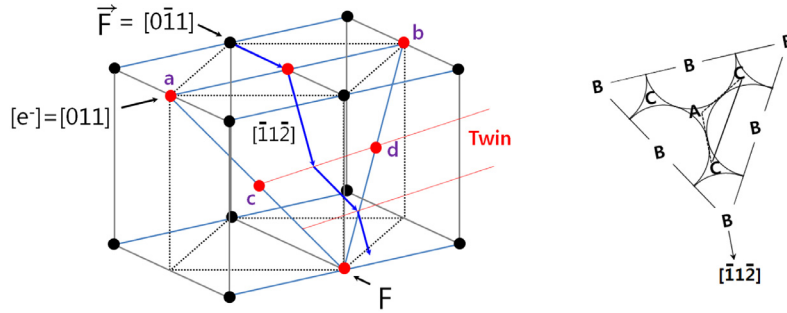


Fig. 3. Model of Micro-twin Formation in fcc Crystal

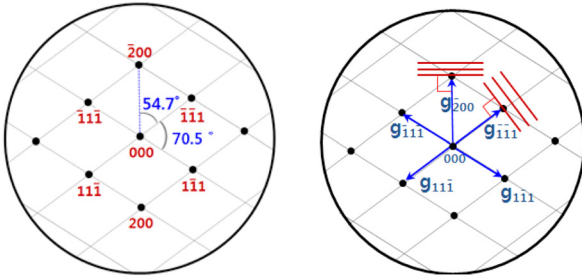


Fig. 4. Diffraction Pattern for [011] Electron Direction in fcc Crystal

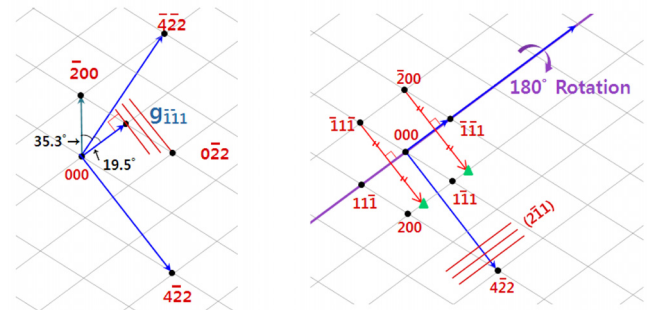


Fig. 5. Derivation of Diffraction Spots along [111] Direction

(200) 면과 $(\bar{1}\bar{1})$ 면 혹은 $(11\bar{1})$ 면간의 각은 54.7° , 그리고 $\{111\}$ 면끼리의 각은 70.5° 임을 알 수 있다.

그림 3 a)와 b)는 결정에서 $[\bar{1}12]$ 방향으로 놓여 있는 $(11\bar{1})$ 면이 외부의 응력에 의해 변형되면서 a - b 혹은 c - d 방향에 대해 대칭적으로 미세쌍정이 생성되는 것을 도식화한 것이다. 여기서 점선으로 표시된 부분이 면심입방 단위포(Unit Cell)이며, 외부 응력이 $[0\bar{1}1]$ 혹은 $[01\bar{1}]$ 방향으로 가해지고 있음을 나타내고 있다. 또한 전자현미경에서 전자빔 방향이 $[011]$ 이 되면 $\{200\}$, $\{111\}$, $\{022\}$ 면들 중의 일부는 전자빔에 대해 평행하므로 전자빔 방향은 이 면들의 공통적인 정대축이 된다. 예를 들어 팔면체(Octahedral)를 구성하는 (111) , $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$, $(1\bar{1}\bar{1})$, $(\bar{1}\bar{1}1)$, $(11\bar{1})$ 및 $(\bar{1}\bar{1}1)$ 의 8개 $\{111\}$ 면들 중에서 $(1\bar{1}\bar{1})$, $(\bar{1}\bar{1}1)$, $(11\bar{1})$ 및 $(\bar{1}\bar{1}1)$ 의 4개면들 만 $[011]$ 전자빔 방향에 평행하게 놓여 회절을 하게 된다.

전자빔 방향이 $[011]$ 일 때 면심입방 결정의 회절패턴은 그림 4의 a)와 같다. 전자빔 방향을 정대축으로 하는 2개의 $\{200\}$ 면과 4개의 $\{111\}$ 면들은 전자빔에 평행하므로 그림 4의 a)에서와 같이 회절점을 형성하게 되며, b)에서와 같이 같은 색인의 g-벡터와 그 면들은 항상 수직적인 관계이어야 한다. 또한 $\{200\}$ 면과 $\{111\}$ 면들 간의 각은 각각 54.7° 그리고

70.5° 가 되며, g_{200} , $g_{\bar{1}\bar{1}1}$ 그리고 $g_{1\bar{1}1}$ 도 이 각의 관계를 만족하여야 한다.

그림 5의 a)는 전자빔 방향이 $[011]$ 인 회절패턴을 이용한 $\langle 112 \rangle$ 방향들과 (200) 면 및 $(\bar{1}\bar{1})$ 면과 $\{022\}$ 면들과의 각의 관계를 보여주고 있다. 입방 결정에서 같은 면과 방향의 색인은 90° 이므로 $g_{\bar{1}\bar{1}1}$ 과 $(\bar{1}\bar{1})$ 면은 그림 5의 a)에서와 같이 90° 이어야 하며, 표 1을 이용하여 주요 면들 간의 상호간의 관계를 그림과 같이 표시할 수 있다. 이미 보고되어 있는 쌍정의 정의에 따라 $[11\bar{1}]$ 혹은 $[\bar{1}\bar{1}1]$ 방향을 축으로 180° 회전을 한다 면, 미세쌍정에 의한 회절패턴을 얻을 수 있게 된다. $[11\bar{1}]$ 혹은 $[\bar{1}\bar{1}1]$ 방향은 미세쌍정의 거울면의 방향이므로 거울면의 색인은 $n(x\bar{1}\bar{1})$ 혹은 $n(\bar{x}\bar{1}\bar{1})$ 이 되어야 하며, 이 중에서 제일 낮은 밀러색인은 $(2\bar{1}\bar{1})$ 혹은 $(21\bar{1})$ 이 가능하고 n은 정수이다. 따라서 면심입방 결정에서는 미세쌍정의 거울면은 반드시 $2(2\bar{1}\bar{1})$ 혹은 $2(21\bar{1})$ 면이 되어야 한다. 이렇게 쌍정계가 설정이 되면 180° 회전의 결과는 다음과 같다. 첫째, 그림 5의 b)에서와 같이 $(11\bar{1})$ 면은 회전축에 대하여 수직 방향이므로 새로운 회절점을 생성하지 않으며, 따라서 $[11\bar{1}]$ 축 상에 있는 모든 회절점은 새로운 회절점을 생성하지 않는다. 둘째, 180° 회전의 결과로 그 외의 모든 회절점들은 $[11\bar{1}]$ 회전축에 대해

다른 결정학적 결함인 전위, 적층결함 등과 함께 작동 전압 등의 전기적 특성에의 영향 등을 설명할 수 있을 것이다.

3. 결 론

나노 크기로 발생하는 미세쌍정에 대한 결정학적 이해를 위하여 전자현미경으로 관찰될 수 있는 회절패턴을 유도하였다. 전자빔 방향이 [011] 일 때, <111> 방향이 거울면 방향이 되는, 즉, {112} 면들이 거울면이 되는 미세쌍정의 회절패턴을 유도하였으며, (200) 회절점에 의해 생성되는 여분의 회절점과 ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$) 면의 회절점이 15.7°를 이루어야 함을 알 수 있었다. 이는 전자현미경으로 관찰되는 면간의 각, 영상과 회절 패턴과의 각, 혹은 회절패턴 자체 등에서 미세한 차이가 있음을 알 수 있었다. 따라서 발생된 미세쌍정을 정확하고 면밀하게 각도 변화 등을 관찰하고 이해하기 위하여 배율에 따른 영상의 회전 보상을 재확인할 필요가 있고, 하나의 결정립 속에서 미세쌍정의 발생은 응력의 해소를 충분히 하지 못하고 또한 정확한 결정학적인 방향성을 유지하며 소성 변형되

지 못할 수도 있으리라는 것을 고려하여야 한다. 또한 DF 영상을 반드시 확인하여 미세쌍정을 경계선만으로 표시하지 말고, 완전한 정합을 이루고 새로이 생성된 결정의 영역으로 표시하여야 미세쌍정에 대한 보다 명확한 설명이 될 것이다.

감사의 글

본 연구는 순천향대학교 학술연구비 지원으로 수행하였음.

REFERENCES

1. G. Frommeyer, U. Brück and P. Neumann, *ISIJ Int.* **43**, 438 (2003).
2. Y. Kim, N. Kang, Y. Park, I. Choi, G. Kim, S. Kim, and K. Cho, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.* **46**, 780 (2008).
3. Y. F. Shen, X. X. Li, X. Sun, Y. D. Wang and L. Zuo, *Mat. Sci. Eng. A* **552**, 514 (2012).
4. S. W. Kim, Y. D. Cho, C. S. Shin, W. K. Park, D. H. Kim and D. H. Ko, *J. Cryst. Growth* **401**, 319 (2014).
5. Wendy L. Sarney, Army Research Laboratory, p.1-23 (2003).