



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년05월26일
(11) 등록번호 10-1037139
(24) 등록일자 2011년05월19일

(51) Int. Cl.

H01J 37/26 (2006.01) G01N 25/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0089383

(22) 출원일자 2008년09월10일

심사청구일자 2008년09월10일

(65) 공개번호 10-2010-0033450

(43) 공개일자 2010년03월30일

(56) 선행기술조사문헌

JP07280714 A*

JP2005249681 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

한국기초과학지원연구원

대전광역시 유성구 어은동 52번지

(72) 발명자

정혜진

대전광역시 유성구 과학로 113 어은동 52국가핵융합연구소 선입연구단 핵융합기술개발그룹 연구2동 334호

(74) 대리인

공인복

전체 청구항 수 : 총 3 항

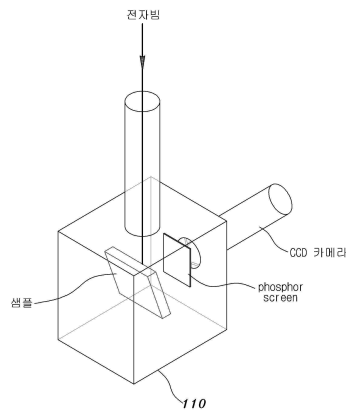
심사관 : 김용안

(54) 온도변화에 따른 다이내믹한 결정방위 측정장치

(57) 요약

본 발명은 온도변화에 따른 다이내믹한 결정방위 측정장치에 관한 것으로, 재료의 결정방위를 측정하기 위해 전자빔을 주사하여 재료에서 방출되는 2차 전자를 통해 결정방위를 측정하는 측정장치에 있어서, 진공챔버에 내에 위치한 재료에 전자빔을 주사하여 이를 통해 재료의 형상을 측정하는 주사 전자 현미경(SEM), 상기 진공챔버 내에서 주사 전자 현미경을 통해 주사된 전자빔이 재료에서 산란되면 이를 통해 결정 방위를 측정하는 전자 산란 회절장치(EBSD), 상기 진공챔버 내에 구비되어 상기 재료의 온도를 변화시키기 위해 열을 가해주는 히터부, 상기 히터부를 제어하여 상기 진공챔버내에 원하고자 하는 온도로 설정하기 위한 히터제어부 및 상기 SEM과 EBSD에서 측정된 재료의 결정방위를 출력하거나, 상기 진공챔버 내 온도를 변경하기 위해 상기 히터부를 동작시키는 히터 제어부를 제어하는 단말기를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도2



특허청구의 범위

청구항 1

재료의 결정방위를 측정하기 위해 전자빔을 주사하여 재료에서 방출되는 2차 전자를 통해 결정방위를 측정하는 측정장치에 있어서,

진공챔버에 내에 위치한 재료에 전자빔을 주사하여 이를 통해 재료의 형상을 측정하는 주사 전자 현미경(SEM);

상기 진공챔버 내에서 주사 전자 현미경을 통해 주사된 전자빔이 재료에서 산란되면 이를 통해 결정 방위를 측정하는 전자 산란 회절장치(EBSD);

상기 진공챔버 내에 구비되어 상기 재료의 온도를 변화시키기 위해 열을 가해주는 히터부;

상기 히터부를 제어하여 상기 진공챔버내에 원하고자하는 온도로 설정하기 위한 히터제어부; 및

상기 SEM과 EBSD에서 측정된 재료의 결정방위를 출력하거나, 상기 진공챔버 내 온도를 변경하기 위해 상기 히터부를 동작시키는 히터제어부를 제어하는 단말기;를 포함하고,

상기 히터부는 피드쓰루(Feedthrough) 히터이며 상기 진공챔버의 내측에 구비되며, 전자빔의 통로와 CCD 카메라의 촬영방향을 제외한 위치에 설치되고, 상기 진공챔버 내에 하나 또는 둘 이상의 복수개로 구비되며,

상기 히터제어부는 상기 히터부를 통해 변화된 온도를 검출하여 원하고자하는 온도를 유지시키기 위해 상기 히터제어부와 상호 연동하는 온도검출부;를 더 포함하고,

상기 온도검출부는 상기 단말기로부터 설정온도를 입력받고 측정된 온도값을 통해 상기 히터제어부를 자동 제어하는 것을 특징으로 하는 온도변화에 따른 다이내믹한 결정방위 측정장치.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

제 1항에 있어서, 상기 단말기는,

퍼스널 컴퓨터(PC)인 것을 특징으로 하는 온도변화에 따른 다이내믹한 결정방위 측정장치.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 히터부를 통한 재료의 온도변화에 따라 주사 전자 현미경과 전자 산란 회절장치의 이미지를 각각 획득할 수 있는 것을 특징으로 하는 온도변화에 따른 다이내믹한 결정방위 측정장치.

명세서

발명의 상세한 설명

기술분야

- [0001] 본 발명은 온도변화에 따른 다이나믹(Dynamic)한 결정방위 측정장치에 관한 것으로, 좀 더 상세하게는 재료의 결정방위를 측정하는데 온도변화에 따른 결정방위를 용이하게 측정할 수 있는 온도변화에 따른 다이나믹한 결정방위 측정장치를 관한 것이다.

배경기술

- [0002] 지금까지는 대부분의 재료 미세 조직에 대한 연구를 할 때 X-선 회절을 이용하거나 투과 전자 현미경(TEM)을 이용하였다. 물론 이러한 방법을 이용한 측정이 유용한 정보를 제공해 오긴 했지만, 한 편으로는 많은 제약조건이 따르기도 한다.
- [0003] X-선 회절법의 경우 측정 시편의 준비나 측정 방법이 비교적 간단하기는 하지만 미세 영역의 방위 결정에는 적합하지 않다. 따라서 미세 조직의 방위 결정을 위해서는 투과 전자 현미경을 이용한 전자 회절법이 널리 사용되고 있다.
- [0004] 그러나 투과 전자 현미경의 경우에도 시편 준비가 까다로울 뿐 아니라, 홀(hole) 주위의 극히 미세한 영역만을 관찰할 수 있기 때문에 재료의 전체적인 특성을 파악하는데 많은 한계가 있을 수밖에 없다.
- [0005] 따라서 이러한 단점을 보완하기 위해 SEM 내에서 후방으로 산란되는 kikuchi 회절 도형으로 결정 방위를 측정하는 EBSD(Electron Back Scattered Diffraction ; 전자 산란 회절 측정장치)이 개발되었다. 최근에는 이러한 제약을 극복한 새로운 측정기술이 등장하였는데, 이것이 바로 SEM을 이용한 EBSD이다.
- [0006] 이 방법은 재료의 표면에서 산란하는 전자빔을 이용하여 시편 좌표에 대한 조사 영역의 결정 방위를 결정하는 방법이다. 분해능의 측면에서는 X-선 회절기와 TEM의 중간 정도에 위치하고, TEM에 비해 시편 준비 및 측정영역에서 유리한 점(원하는 영역을 찾아 측정할 수 있고, 일정영역의 mapping이 가능함)을 가지는 SEM을 이용하여 이전에 분석이 힘들었던 재료도 많이 연구되고 있다.
- [0007] 하지만, 이러한 EBSD 이용 시 아쉬운 부분이 있다면, 본래 재료내의 결정(립)방위 결정성을 결정되는데 있어서는 '온도(temperature)'라는 중요한 parameter가 있는데, 현재까지의 기술로는 실시간으로 온도를 조절하면서 결정방위를 동시에 측정할 수 없다는 문제점이 있었다.
- [0008] 예를 들어, 먼저 200도에서 열처리 시킨 재료를 quenching 시킨 후, EBSD 안에 재료를 넣고 결정립 방위를 측정한다. 그 후 다른 온도에서의 재료 내 결정립 방위의 변화를 알기 위해서는 400도에서 열처리 시킨 재료를 다시 quenching 시킨 후 다시 EBSD를 이용하여 SEM 내부에 재료를 삽입한 후, 결정립 방위를 측정한다. 이런 경우 여러 번거로움이 예상되는데, 무엇보다도 SEM 내 시편의 재 출입 시 사전에 측정했던 같은 지점을 다시 동일하게 찾아주어야 하는 번거로우면서 중요한 작업이 필요하게 된다.

발명의 내용

해결하고자하는 과제

- [0009] 상기와 같은 문제점을 해결하기 위한 본 발명은 다른 온도에서 다시 결정립 방위를 측정하기 위해서 시편을 반출하지 않고 SEM(주사 전자 현미경) 내에서 온도를 조절하여 재료의 온도를 재설정한 후 그 온도에 해당하는 결정립 방위를 측정하고자 하는데 그 목적이 있다.

과제 해결수단

- [0010] 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명은 재료의 결정방위를 측정하기 위해 전자빔을 주사하여 재료에서 방

출되는 2차 전자를 통해 결정방위를 측정하는 측정장치에 있어서, 진공챔버에 내에 위치한 재료에 전자빔을 주사하여 이를 통해 재료의 형상을 측정하는 주사 전자 현미경(SEM), 상기 진공챔버 내에서 주사 전자 현미경을 통해 주사된 전자빔이 재료에서 산란되면 이를 통해 결정 방위를 측정하는 전자 산란 회절장치(EBSD), 상기 진공챔버 내에 구비되어 상기 재료의 온도를 변화시키기 위해 열을 가해주는 히터부, 상기 히터부를 제어하여 상기 진공챔버내에 원하고자 하는 온도로 설정하기 위한 히터제어부 및 상기 SEM과 EBSD에서 측정된 재료의 결정방위를 출력하거나, 상기 진공챔버 내 온도를 변경하기 위해 상기 히터부를 동작시키는 히터제어부를 제어하는 단말기를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 한다.

- [0011] 본 발명에 따른 바람직한 한 특징으로는, 상기 히터부는, 피드쓰루(Feedthrough) 히터인 것을 특징으로 한다.
- [0012] 본 발명에 따른 바람직한 다른 특징으로는, 상기 히터제어부는, 상기 히터부를 통해 변화된 온도를 검출하여 원하고자 하는 온도를 유지시키기 위해 상기 히터제어부와 상호 연동하는 온도검출부를 더 포함하여 구성되는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 본 발명에 따른 바람직한 또 다른 특징으로는, 상기 히터부는, 상기 진공챔버의 내측에 구비되되, 전자빔의 통과와 CCD 카메라의 촬영방향을 제외하고는 다양한 위치에 설치 가능한 것을 특징으로 한다.
- [0014] 본 발명에 따른 바람직한 또 다른 특징으로는, 상기 단말기는, 퍼스널 컴퓨터(PC)인 것을 특징으로 한다.
- [0015] 본 발명에 따른 바람직한 또 다른 특징으로는, 상기 온도검출부는, 상기 단말기로부터 설정온도를 입력받고 측정된 온도값을 통해 상기 히터제어부를 자동 제어하는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 본 발명에 따른 바람직한 또 다른 특징으로는, 상기 히터부는, 상기 진공챔버 내에 하나 또는 둘 이상의 복수개로 구비되는 것을 특징으로 한다.
- [0017] 본 발명에 따른 바람직한 또 다른 특징으로는, 상기 히터부를 통한 재료의 온도변화에 따라 주사 전자 현미경과 전자 산란 회절장치의 이미지를 각각 획득할 수 있는 것을 특징으로 한다.

효 과

- [0018] 상기와 같이 구성되고 작용되는 본 발명은 재료의 결정방위를 측정하는데 있어서, 온도 변화에 따라 용이하게 결정방위를 측정할 수 있으므로, 재료를 꺼내어 온도변화를 주는 불편한 작업을 생략하여 편리하고 정확하게 온도변화에 따른 재료의 결정방위를 측정할 수 있는 이점이 있다.
- [0019] 또한, 이 외에도 재료의 온도 변화에 따른 다양한 물성을 용이하게 측정할 수 있는 이점이 있어, 신소재/미래 재료의 물성 데이터를 용이하게 측정할 수 있는 효과가 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0020] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 따른 온도변화에 따른 다이내믹한 결정방위 측정장치의 바람직한 실시예를 상세히 설명하면 다음과 같다.
- [0021] 도 1은 본 발명에 따른 온도변화에 따른 다이내믹한 결정방위 측정장치의 개략도, 도 2는 본 발명에 따른 EBSD 장치의 개략적인 구성도, 도 3은 본 발명에 따른 결정방위 측정장치의 전체 구성도, 도 4는 본 발명에 따라 주사 전자 현미경의 챔버내에 설치되는 히터부를 나타낸 설명도이다.
- [0022] 본 발명에 따른 온도변화에 따른 다이내믹한 결정방위 측정장치는 진공챔버를 구비하여 상기 진공챔버(110) 내에 재료를 위치시킨 후 전자빔을 주사하여 재료의 형상을 측정하는 주사 전자 현미경(100 ; SEM)과 재료의 표면에서 산란되는 전자빔을 이용하여 결정방위를 결정하는 전자 산란 회절 장치(Electron Back Scattered Diffraction ; 200), 상기 진공챔버 내에 구비되어 재료의 온도 변화에 따른 결정방위를 측정하기 위해 온도를 가해주는 히터부(300)와 상기 히터부(300)를 제어하기 위한 히터제어부(400)를 포함하여 구성되는 것을 특징으로 한다.

- [0023] 주사 전자 현미경(100)은 재료(대상물)의 형상을 측정하는 것으로, 재료가 위치하는 진공챔버를 구비하고 여기에 전자빔을 조사하여 재료에 주사된 전자빔을 통해 재료에서 방출된 2차 전자의 신호를 영상 신호로 변환하여 패턴 이미지를 생성시키고, 상기 패턴 이미지를 이용하여 재료를 측정한다.
- [0024] 상기 주사 전자 현미경(100)은 전자빔을 발생시키는 전자총을 포함한다. 전자총으로부터 발생된 전자빔은 집속 렌즈, 편향 코일, 대물 렌즈 및 셔터의 조리개를 순차적으로 통과하면서 포커싱(focusing)된다. 포커싱 된 전자빔은 재료에 조사되게 된다. 이때 재료에서 방출되는 2차 전자들이 검출부에서 검출되게 되고 검출된 신호는 증폭부에서 증폭된 후 음극선과 내부의 형광면에 주사됨으로써 패턴 이미지(SE image)를 생성한다.
- [0025] 이러한 상기 주사 전자 현미경(SEM)은 공지된 기술로써 좀 더 상세한 설명은 생략하기로 한다.
- [0026] EBSD(200)는 전자 산란 회절장치로써 상기 주사 전자 현미경의 진공챔버내에서 후방으로 산란되는 전자빔을 이용하여 시편 좌표에 대한 조사 영역의 결정 방위를 결정한다.
- [0027] 상기 EBSD(200)를 간략히 설명하면, 진공챔버(110) 내에서 후방으로 산란되는 기쿠치(kikuchi) 회절 도형으로 결정 방위를 측정한다. 여기서 산란된 전자는 phosphor screen에 맺히고 이를 CCD 카메라를 통하여 획득한 후 이미지 프로세싱을 통해 EBSD 패턴을 획득하게 되는 것이다.
- [0028] 히터부(300)는 상기 진공챔버(110)에 내에 구비되어 재료의 온도변화에 따른 결정을 측정하기 위해 온도를 가해 준다. 상기 SEM의 진공챔버(11)는 진공상태로 사용되기 때문에 이에 따라 진공분위기에서 사용가능한 피드쓰루(Feedthroughs) 히터가 사용되는 것이 바람직하며, 다양한 feedthrough heater의 종류 중 Electrical Feedthroughs나 Power Feedthrough 또는 Thermocouple Feedthroughs 등이 사용될 수 있다.
- [0029] 상기 히터부(300)가 설치되는 위치는 전자빔의 이동통로, CCD 카메라 촬영방향, 재료(홀더)의 기울임 작업을 위한 일정영역을 제외하고는 어디에든 설치하여도 무관하다. 따라서 진공챔버 내에 설치되는 상기 히터부(300)를 동작시키면 내부 온도 즉, 재료의 온도를 변경시킨다. 이때 상기 히터부(300)는 한 개 또는 두 개 이상 복수개로 설치할 수 있다.
- [0030] 히터제어부(400)는 상기 히터부(300)를 제어하기 위한 것으로 일반적으로는 온도조절기라 하는 것이 바람직하며, 상기 히터부(300)와 연결되어 재료에 온도변화를 주기 위해서는 상기 히터제어부(400)를 통해 조절한다.
- [0031] 상기 히터제어부(300)로는 상용화되고 있는 제품의 일례로 Programmable Ramping Controller(제조사 GLAS-GOL)나 Digitrol II(제조사 GLAS-GOL)가 사용될 수 있으며, 이 뿐만 아니라 범용 온도 조절기나 정격 전압 조정식 온도 조절기 등 상기 히터부(300)를 제어 가능한 다양한 제어장치를 사용할 수 있다.
- [0032] 온도측정부(410)는 상기 히터제어부(300)와 피드백을 통한 상호 체크 작업이 수행한다. 이것은 상기 히터제어부(300)를 통해 진공챔버 내에 위치한 재료에 온도를 가함으로써 측정하고자 하는 재료의 온도 변화에 따른 정확한 온도 변화를 검출하기 위한 것이다. 즉, 히터제어부를 통해 일정한 온도를 가하여 재료에 온도를 변화시키겠지만, 좀 더 정확한 온도 변화를 위해서 상기 온도측정부(410)를 구비한다.
- [0033] 앞서 설명한 히터부(300), 히터제어부(400) 및 온도측정부(410)는 본 발명에 따른 일실시예일 뿐 주사 전자 현미경의 진공챔버 내에서 재료에 온도 변화를 가할 수 있는 다양한 히터 장치와 이를 제어하는 제어부가 사용될 수 있는 것은 당업자로부터 용이하게 설계변경 가능하다.
- [0034] 단말기(500)는 상기 주사 전자 현미경의 측정값(SEM image)과 EBSD의 측정값(EBSD image)을 출력하고, 히터제어부와 온도측정부를 컨트롤 한다.
- [0035] 상기 단말기(500)는 기존의 주사 전자 현미경을 이용한 측정 소프트웨어에서 추가적으로 EBSD장치의 측정을 이용한 소프트웨어(결정립 방위 해석 프로그램)가 구성되고, 이와 함께 상기 히터제어부(400)를 컨트롤하기 위한 소프트웨어가 포함되어 있다.
- [0036] 또한, 상기 히터제어부(300) 연결되어 원하고자 하는 재료의 온도 변화에 따라 측정하고자 할 때 자동제어를 통하여 달성하며, 더불어 상기 온도측정부(410)와 상호 작용을 통해 진공챔버내에 구비된 히터부(300)를 조절함으로써

써 재료의 온도를 가해줄 수 있다. 이러한 상기 단말기는 일반적으로 PC(personal computer)가 사용되는 것이 바람직하다.

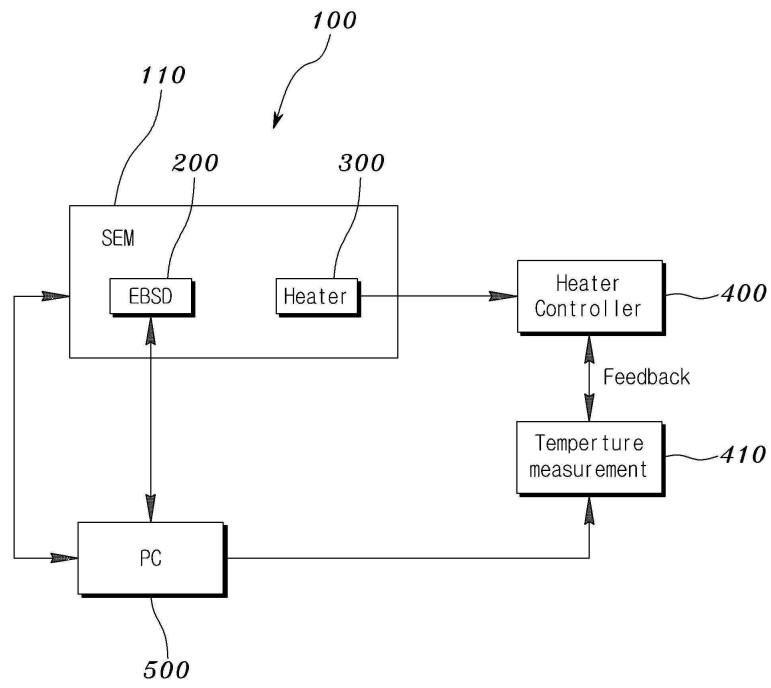
- [0037] 또한, 상기 온도측정부(410)는 조절하고자 하는 설정온도값을 상기 단말기로부터 입력받은 후 진공챔버내의 온도를 검출하여 설정온도값에 따라 상기 히터제어부(400)를 자동 제어되도록 구성할 수 있다.
- [0038] 또한, 온도 변화에 따른 SEM 이미지와 EBSD 이미지를 각각 획득할 수 있다.
- [0039] 따라서 온도변화에 따라 결정립 방위를 측정할 수 있고, 동시에 SEM 내에서 온도 변화에 따른 미세구조의 이미지 역시 상황에 맞게 얻을 수 있으며, SEM 이미지와 EBSD 결정 구조의 결과는 상호 유기적으로 해석이 가능하다.
- [0040] 이에 따라 본 발명은 재료의 결정방위를 측정하기 위해서 원하고자 하는 온도 분위기를 만든 후 결정립 방위를 먼저 측정하고 또 다른 온도 분위기에서 결정립 방위를 측정하고자 할 때 다시 히터부를 이용하여 온도를 변경시킨 후 다시 측정할 수 있다.
- [0041] 상술한 본 발명은 온도 변화에 따른 결정립 방위 측정 외에도 재료 상(phase)들의 변화, 결정의 크기와 모양, 변형된 결정립의 misorientation, 결정립의 타입 등을 측정할 수 있다.
- [0042] 이와 같이 구성되고 작용되는 본 발명은 온도 변화에 따라 달라지는 재료의 결정방위를 챔버 외부로 꺼내어 온도를 변화시킨 후 다시 챔버 내부로 위치시키는 번거로움 없이 실시간으로 온도를 조절하면서 그에 따른 결정방위를 측정할 수 있는 용이한 이점이 있다.
- [0043] 이상, 본 발명의 원리를 예시하기 위한 바람직한 실시예와 관련하여 설명하고 도시하였지만, 본 발명은 그와 같이 도시되고 설명된 그대로의 구성 및 작용으로 한정되는 것이 아니다.
- [0044] 오히려, 첨부된 청구범위의 사상 및 범주를 일탈함이 없이 본 발명에 대한 다수의 변경 및 수정이 가능함을 당업자들은 잘 이해할 수 있을 것이다. 따라서 그러한 모든 적절한 변경 및 수정과 균등물들도 본 발명의 범위에 속하는 것으로 간주되어야 할 것이다.

도면의 간단한 설명

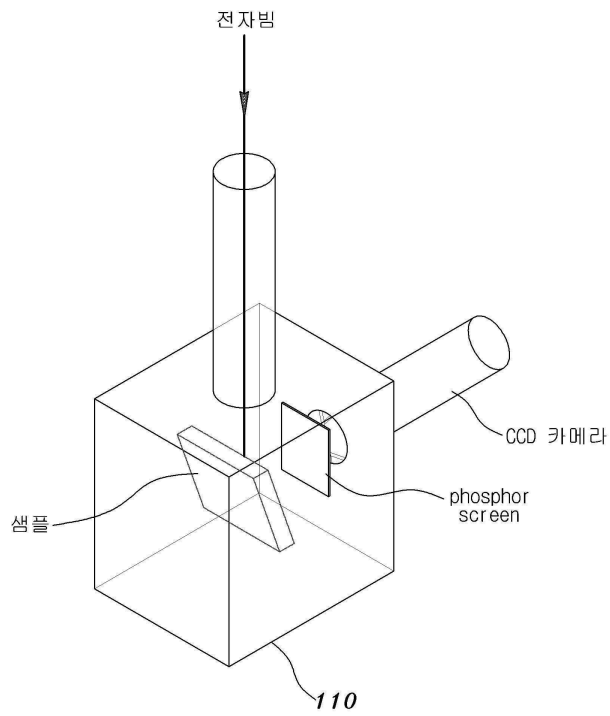
- [0045] 도 1은 본 발명에 따른 온도변화에 따른 다이나믹한 결정방위 측정장치의 개략도,
- [0046] 도 2는 본 발명에 따른 EBSD 장치의 개략적인 구성도,
- [0047] 도 3은 본 발명에 따른 결정방위 측정장치의 전체 구성도,
- [0048] 도 4는 본 발명에 따라 주사 전자 현미경의 챔버내에 설치되는 히터부를 나타낸 설명도,
- [0049] <도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>
- [0050] 100 : 주사 전자 현미경(SEM)
- [0051] 110 : 진공챔버
- [0052] 200 : 전자 산란 회절장치(EBSD)
- [0053] 300 : 히터부
- [0054] 400 : 히터제어부
- [0055] 410 : 온도측정부
- [0056] 500 : 단말기

도면

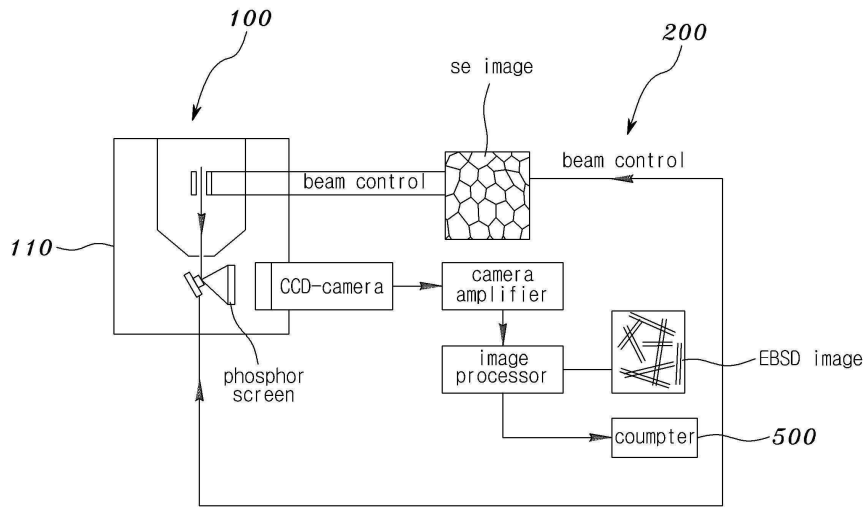
도면1



도면2



도면3



도면4

