

구형 분말시료인 SiC/Si₃N₄의 TEM 시편준비법 연구

정종만, 이영부, 김윤중

기초과학지원연구소 중앙분석기기부

일반적으로 분말시료는 알코올과 함께 용액을 만든 다음, 초음파세척기를 이용하여 분산한 후, 분말의 벽개면이나 파쇄면을 탄소막이 입혀진 grid 위에 띄우는 방법으로 TEM 시편을 준비한다. 그러나, 연구에 사용된 분말시료와 같이 크기가 크거나 구형에 가까운 형태를 가진 시료를 이러한 방법으로 준비하는 경우에는 분말의 단면 구조를 관찰하기가 어렵다. 다른 방법으로는 분말시료를 epoxy에 embedding하여 ion milling하는 방법을 이용할 수 있는데, 본 연구에서는 시료를 효과적으로 embedding하여 준비하는 방법을 제시하고자 한다.

연구에 사용된 시료는 SiC/Si₃N₄ 복합상으로 직경이 약 1 μ m이며 구형인 분말시료이다. 실험에 사용된 epoxy는 G-1과 Caldofix이며 원심분리기와 초음파세척기를 이용하여 embedding을 시도하였다. 첫 번째 실험방법으로는 용기에 먼저 epoxy를 넣고 그 위에 시료를 넣은 후에 원심분리기를 4000rpm의 속도로 고정된 상태에서 시간을 20분, 40분, 60분으로 변화를 주면서 embedding하여 만들어진 각각의 시료를 비교했다. 두 번째 실험방법으로는 ethanol과 시료가 혼합된 현탁액을 epoxy와 함께 초음파세척기로 분산한 후에, 원심분리기로 위의 방법과 동일하게 작업한 시료를 비교해 보았다. 세 번째 실험방법으로는 ethanol과 시료가 혼합된 현탁액을 초음파세척기 작업으로 완전히 분산한 다음, 용기에 있는 epoxy 위에 붓고 원심분리기로 위의 방법과 동일하게 작업한 시료를 비교해 보았다.

분말시료인 경우 embedding 상태에서 분말의 조밀도가 좋을수록 ion milling을 할 때 주위의 분말 보다 먼저 epoxy가 milling되어 사라지는 경우를 줄일 수 있다. 그러나, 첫 번째 실험의 결과는 그림 1에서와 같이 시료가 epoxy에 섞여 있지 않고 분말시료만 별도로 뭉쳐져 있는 것을 볼 수 있었는데, 이런 경우 ion milling 시 epoxy로 고정되지 않은 입자는 모두 사라지게 된다. 두 번째 실험의 결과도 첫 번째 실험과 같은 결과를 나타냈으나, 세 번째의 실험에서는 뭉쳐져 있는 분말시료를 볼 수 없었으며, 시료가 잘 분산되어 있는 것을 볼 수 있었다. epoxy의 종류에 있어서는 G-1보다는 Caldofix를 이용하여 작업한 시료가 더욱 조밀도가 높은 것을 확인 할 수 있었다. 그림 2는 Caldofix를 이용하여 세 번째 실험방법으로 embedding한 시료를 ion milling한 후 TEM으로 촬영한 것이다. 약 1 μ m의 구형인 분말의 단면 구조를 쉽게 관찰할 수 있음을 알 수 있다.

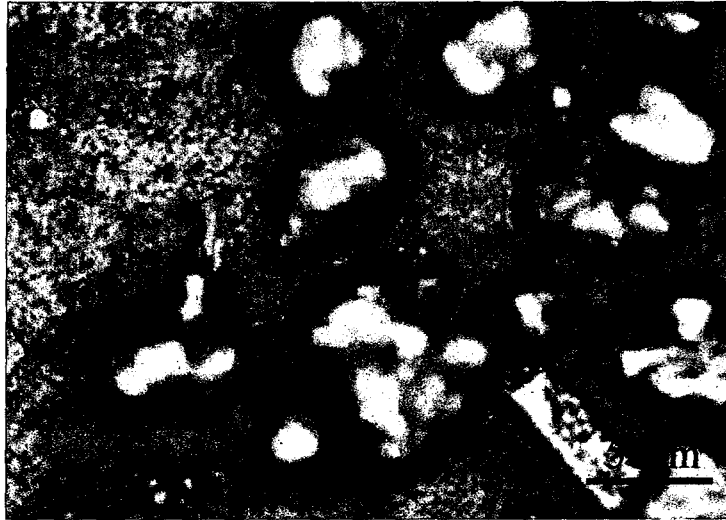


Fig. 1. Optical micrograph of SiC/Si₃N₄ powders embedded by the Experimental Method 1. Note aggregated powders without mixing with epoxy.



Fig. 2. TEM micrograph of ion-thinned SiC/Si₃N₄ powders embedded by the Experimental Method 3. Internal structures of powders are easily observable.