

Tripod Polishing을 이용한 불균질 재료의 TEM 시편준비 방법과 미세조직 관찰

김 연 옥*, 조 명 주¹

계명대학교 공과대학 신소재공학과, ¹LG전자기술원 물성연구그룹

TEM Sample Preparation of Heterogeneous Materials by Tripod Polishing and Their Microstructures

Yeon Wook Kim* and Myung Ju Cho¹

Department of Advanced Materials Engineering, Keimyung University

¹Materials Characterization Group, LG Electronics Institute of Technology

(Received March 17, 2004; Accepted April 6, 2004)

ABSTRACT

The TEM samples prepared by ion milling have the advantage that thin area can be obtained from almost any materials. However, it has the disadvantage that the amount of thin area can often be quite limited. For the cross sectioned samples and grossly heterogeneous materials, the thickness of less than 0.1 μm can be achieved by mechanical grinding and polishing (tripod polisher) and then the TEM samples may be ion milled for final thinning or cleaning. These approaches were described in this paper. Examples of TEM observations were taken from cross section samples of thin films on silicon and sapphire, from diffusion layers between Mo_5Si_3 and Mo_2B , and from rapidly solidified 304 stainless steel powders embedded in electroplated copper.

Key words : Cross section TEM sample, Diffusion couple, Ion milling, Mechanical polishing, Stainless steel powder, Tripod polisher

서 론

수백 kV로 가속된 전자가 시편에 도달하였을 때 시편과의 상호작용으로 많은 산란이 일어나게 되므로 TEM에서 전자가 시편을 투과하여 상이나 회절상을 관찰하기 위해서는 다음과 같은 조건을 만족하여야

한다. 첫 번째로 시편이 수백 nm 이하로 매우 얇아 전자가 투과할 수 있어야한다. 두 번째로 전자가 투과하는 얇은 지역에서 두께가 균일하고 평탄하여야 한다. 세 번째로 TEM 시편을 핸들링하거나 관찰하는 동안 휘거나 부서지지 않아야 한다. 또한 시편의 크기에 있어서도 TEM 홀더에 들어갈 수 있도록 지름 3.05 mm 이하로 제약을 받게 되므로 TEM으로 시편을 분석하

* Correspondence should be addressed to Prof. Yeon Wook Kim, Department of Advanced Materials Engineering, Keimyung University, 1000 Shindang-dong, Dalseo-gu, Daegu, 704-701, Korea. Ph.: (053) 580-5547, FAX: (053) 580-5547, E-mail: ywk@kmu.ac.kr

고자 할 경우 시편의 제조가 매우 큰 비중을 차지하고 있다고 할 수 있다.

TEM 시편의 제작 방법은 그 대상 재료와 분석 목적에 따라 매우 다양하지만, 에칭 연마(electropolishing, chemical etching 및 ion milling)와 기계적 연마(dimpling 및 mechanical polishing)로 크게 나눌 수 있다. 화학적 연마와 ion milling의 경우 특정 원소나 상이 선택적으로 연마되어 복합재료나 불균질 재료에서 넓은 영역에 걸쳐 전자가 투과할 수 있도록 균일하게 연마할 수 없다. 따라서 모체에 증착된 얇은 박막의 단면을 관찰하기 위하여 Bravman & Schinclair(1984)는 dimpling과 ion milling을 조합하여 TEM 시편을 처음으로 제작하였으며, 현재까지도 다층 박막의 반도체 시편의 경우에 많이 적용하고 있다. 시편 제작은 dimpler를 이용하여 시편을 연마한 후 ion milling하여 전자가 투과할 수 있도록 에칭하는 방법으로서, 상당한 시간 동안 ion milling하는 것이 보통이다. 그러나 오랜 시간 ion milling하여 TEM 시편을 제작할 경우 milling 가스 이온의 충돌에 의하여 발생하는 충격과 열에 의하여 dislocation 및 적층결함 등의 결정결함이 발생하기도 하고 본래의 시편에 없었던 새로운 상이 만들어지기도 한다. 또한 시편 및 ion miller의 시편 홀더에서 에칭(milling)된 원소들이 시편표면에 다시 증착되는 오염 현상이 발생하기 때문에 화학적 조성의 정량 및 정성 분석에 크게 영향을 주기도 한다. 그리고 다층 박막의 반도체 시편의 경우 단면 TEM 시편을 제작할 때 두께가 수 μm 이하의 박막 부위를 정확하게 dimpling하는 데 많은 어려움과 실패를 반복하기도 하지만, 성공하여 ion milling으로 최종 연마하여도 주요 관심 지역인 박막/모재 경계는 극히 제한적인 지역에서만 전자가 투과할 수 있는 두께를 갖게 된다.

따라서 신뢰성있는 TEM 시편을 제작하기 위해서는 ion mill 작업을 최소화하거나 생략할 필요가 있다. 다층 박막 반도체 시편과 같이 균질하지 못한 시편의 경우, ion milling 시간을 최소화하며 얇고 표면 요철이 발생하지 않는 균일한 두께의 시편을 제작하는 방법은 기계적인 연마가 유일하다. 이와 같은 목적으로 Klepeis(1989), Dawson et al.(1990) 등은 tripod라는 polishing jig를 사용하여 TEM 시편을 기계적으로 연마하는 IBM East Fishkill 방법을 개발하였다. 본 논문에서는 서로

다른 물성을 지닌 다양한 물질로 구성된 복합체의 불균질 재료들의 TEM 시편을 tripod polishing 방법으로 제작하였으며 TEM에서 관찰하였다.

재료 및 방법

경한 물질과 연한 물질이 복합적으로 구성된 대표적인 불균질 재료는 실리콘이나 사파이어 기판에 금속이나 세라믹으로 증착된 다층 박막 반도체 시편이다. 일반적으로 이와 같은 재료를 화학적 연마나 ion milling할 경우 재질에 따라 부분적으로 연마되는 속도가 다르기 때문에 두께가 균일하고 평탄한 TEM 시편을 준비하기 어렵다. 이 경우 tripod polishing 방법으로 기계적 연마하면 경한 부분과 연한 부분이 같은 속도로 연마되기 때문에 우수한 시편을 제작할 수 있다. 또한 $\text{Mo}_5\text{Si}_3/\text{Mo}_2\text{B}$ diffusion couple의 계면에 생성된 다양한 실리사이드는 화학적인 연마가 불가능하며, 매우 취성이 강하여 dimpling할 경우 모두 부서지기 때문에 TEM 시편 준비는 tripod polishing 방법이 유일하다. 금속 분말을 TEM 시편으로 준비할 경우 첫 번째로 분말을 지지할 수 있도록 분말 양쪽에 $500\mu\text{m}$ 두께로 전해도금하여 샌드위치 형태의 판재로 만든다. 전해도금은 Ni 혹은 Cu를 사용하며 분말과 물성이 다르기 때문에 tripod polishing jig를 사용하여 기계적 연마하면 TEM 시편 준비에 많은 장점이 있다. 이와 같은 다양한 시편을 tripod polishing 방법으로 TEM 시편으로 만드는 과정을 순차적으로 설명하면 다음과 같다. Sapphire(사파이어) 기판에 MOCVD법으로 p-GaN 박막을 성장시킨 후, Pd 박막을 전자빔 증착시킨 Pd/GaN/Sapphire를 예를 들었다.

1. 시편의 절단

Pd/GaN/Sapphire 시편의 양쪽 면에 M-bond 610을 사용하여 약 $200\mu\text{m}$ 두께의 glass slide를 접착시키고 drying oven에서 100°C 의 온도로 1시간 동안 curing하였다. Glass slide를 부착하는 이유는 박막의 단면을 관찰하기 위한 시편으로는 Pd/GaN/Sapphire의 두께가 너무 얇기 때문이다. 또한 glass slide를 시편의 박막

상부에 부착하면 증착된 박막을 보호하며, 광학현미경에서 빛이 투과하기 때문에 tripod polishing 하면서 시편의 두께를 측정할 수 있다(Benedict et al., 1989). 시편은 기판에 쌓여있는 여러 층의 박막 단면을 볼 수 있도록 diamond saw를 사용하여 기판에 수직인 방향으로 절단하였다. 이 때 시편의 크기는 연마가 완료된 후 TEM grid 부착될 수 있도록 폭이 3 mm를 넘지 않도록 하였다.

2. Small jig 연마

기본적으로 TEM 시편은 양쪽 면을 경면으로 연마하여야 한다. Tripod polishing jig를 이용한 연마는 관찰이 필요한 부위에 경사를 주어서 wedge(쐐기) 형상으로 만들어 끝을 얇게 만들어 주는 것이다. Tripod jig를 이용하여 TEM 시편으로 연마하기 전에 jig에 부착되는 면이 우선적으로 평탄한 경면으로 이루어져야만 우수한 wedge 형태의 TEM 시편이 완성된다. 따라서 본 연구에서는 tripod jig에 부착되는 한쪽 면을 연마하기 위하여 small jig를 사용하였다.

준비된 시편은 crystal wax를 사용하여 small jig의 holder에 부착하고, grit size 400의 SiC paper를 사용하여 시편의 두께가 약 1 mm가 되도록 연마하였다. Grit size 600, 800, 1000의 SiC paper를 차례로 사용하여 앞 단계에서 만들어진 스크래치를 순차적으로 제거하면서 시편의 두께를 약 500 μm 정도까지 줄여주었다. 더욱 미세한 연마를 위하여 diamond lapping film을 사용하며, 30 μm , 15 μm , 6 μm , 3 μm , 1 μm , 0.5 μm film 순서로 시편의 두께가 약 200 μm 정도까지 연마한다. 마지막 최종 마무리는 알루미늄 클로이드 용액인 syton(사이톤)으로 연마천에서 연마하여 시편의 한쪽 면을 경면으로 만들었다. Small jig에서 시편을 떼어내기 위하여 아세톤에 crystal wax를 용해하였다. 이 때 시편에 crystal wax가 남아있을 경우, 시편을 tripod jig에 부착시킬 때 평면을 유지하기 힘들고 그 부위에 집중적으로 하중을 받게 되면 tripod polishing하는 동안 시편에 손상을 줄 우려가 있으므로 crystal wax를 완전히 제거하는 것이 중요하다.

3. Tripod polishing jig 연마

Tripod polishing jig는 Fig. 1과 같이 알루미늄 판에

세 개의 다리(foot)가 부착된 형상이며 세 다리는 서로 120° 각을 이룬다. 두 다리는 마이크로미터에 플라스틱 재질을 부착한 것으로서 높이를 조절하여 시편을 부착하는 다리에 대하여 경사각을 만들어 준다. 시편을 부착하는 다리는 빛이 투과하는 pyrex이며 광학현미경을 이용하여 시편의 두께를 측정할 수 있다. Small jig로 연마된 경면이 tripod jig의 pyrex 다리 면에 닿도록 순간접착제를 사용하여 부착시킨다. 이 때 시편의 박막에 부착된 glass부분이 jig의 앞쪽을 향하도록 하였다. 시편이 완전히 접촉되면 tripod jig의 세 다리가 평행이 되도록 두 개의 마이크로미터를 조절한다. 시편이 wedge 모양으로 연마되도록 다시 마이크로미터를 조절하여 두 다리를 약 500 μm 정도 높여 시편에 대한 경사각을 만들어준다.

Tripod polishing은 small jig polishing과 같은 순서로 연마한다. 이 때 diamond lapping film의 grit size의 3배 정도의 두께가 될 때까지 연마한다. 예를 들어 30 μm diamond lapping film으로 시편의 두께가 90 μm 정도까지 연마하고, 시편의 두께는 광학현미경에서 박막 침단 부분의 glass 표면과 시편을 접촉한 pyrex 바닥의 초점 깊이(depth)로 측정한다. 같은 방법으로 15 μm , 6 μm , 3 μm , 1 μm 으로 연마하고, 0.5 μm diamond lapping film으로 시편의 두께가 1~2 μm 정도가 되도록 연마한 후 연마천에서 syton을 사용하여 두께 프링지(interference fringes)가 나타날 때까지 연마한다.

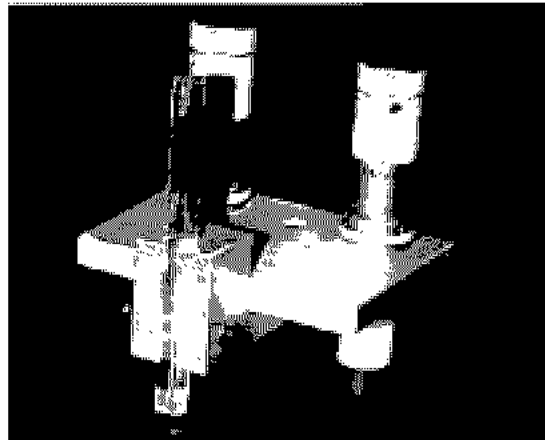


Fig. 1. Picture of tripod polishing jig consisted of one pyrex insert foot and two micrometer feet.

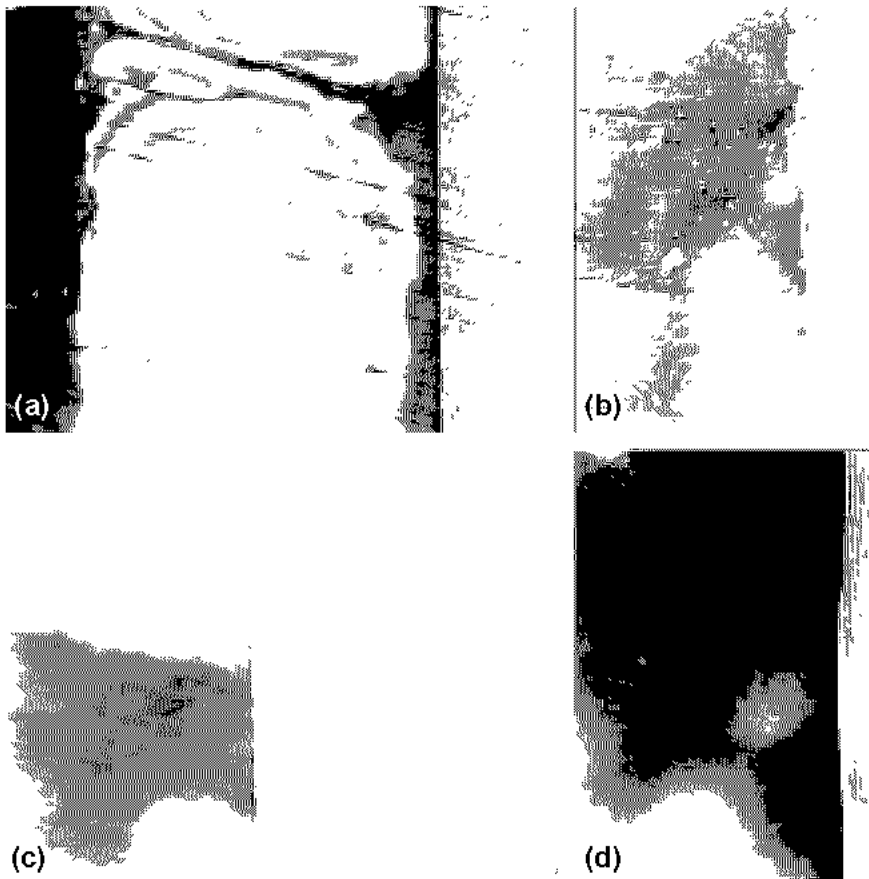


Fig. 2. Optical micrographs of Pd/GaN/sapphire device polished on (a) 15 μm , (b) 6 μm , (c) 3 μm diamond lapping film and (d) syton.

Fig. 2는 tripod polishing의 과정을 보여주고 있다. Fig. 2(a)는 15 μm diamond lapping film에서 연마한 시편의 사진이다. 왼쪽 부분은 시편을 부착하는 tripod jig의 pyrex 다리이며, 오른쪽 부분은 시편으로서 시편 앞에 접착한 glass, Pd/GaN 박막, 사파이어 기판 순서로 관찰할 수 있다. Fig. 2(b)는 6 μm diamond lapping film에서 연마한 시편의 사진이며, tripod jig의 경사각에 의해서 시편의 glass 부분이 갈려나가면서 wedge 모양으로 연마되는 것을 관찰할 수 있다. 3 μm diamond lapping film에서 연마한 시편을 보여주는 Fig. 2(c)에서 시편 보호를 위해 부착한 glass가 모두 연마되어 사라진 것을 관찰할 수 있다. Fig. 2(d)는 syton으로 연마한 시편의 사진이며, 시편의 상부에 사파이어 기판이

편중되어 연마된 관계로 Pd/GaN 박막이 사라졌으나 두께 프린지를 선명하게 관찰할 수 있다. 두께 프린지의 간격이 넓을수록 시편의 두께는 얇은 것을 의미하며, 이 시편의 경우 더 이상 특별한 연마 작업 없이 200 kV로 가속된 전자가 투과할 수 있을 정도로 얇다는 사실을 두께 프린지로 판단할 수 있다. 연마된 시편은 직경 1 mm 원형의 구멍이 뚫린 구리 grid에 m-bond 610으로 접착시킨다. 이 때 시편의 wedge 끝 부분이 grid 구멍의 중앙에 위치하도록 한다. Grid가 시편에 완전히 고정되도록 m-bond 610을 충분히 curing 시킨 후, tripod에 시편을 접착시킨 순간접착제를 아세톤으로 용해하면 TEM 시편이 완성된다.

결과 및 고찰

1. Pd/GaN/Sapphire 박막의 TEM 관찰

Fig. 3의 TEM bright field image는 tripod polishing 방법으로 제작한 시편을 JEOL 2010에서 촬영한 것이다. Fig. 2(d)의 시편의 중간 부분을 ion milling 연마 없이 관찰한 것으로서 기계적 연마만으로도 아주 선명한 이미지를 얻을 수 있었다. Fig. 3(a)의 사진에서 사파이어(0001) 기판 위에 MOCVD (metal organic chemical vapor deposition)법으로 증착한 p-GaN 박막은 그 두께가 약 $300\text{ }\mu\text{m}$ 이며 에피택셜(epitaxial) 층으로 성장하였음을 관찰할 수 있다. Fig. 3(b)는 Pd/GaN 박

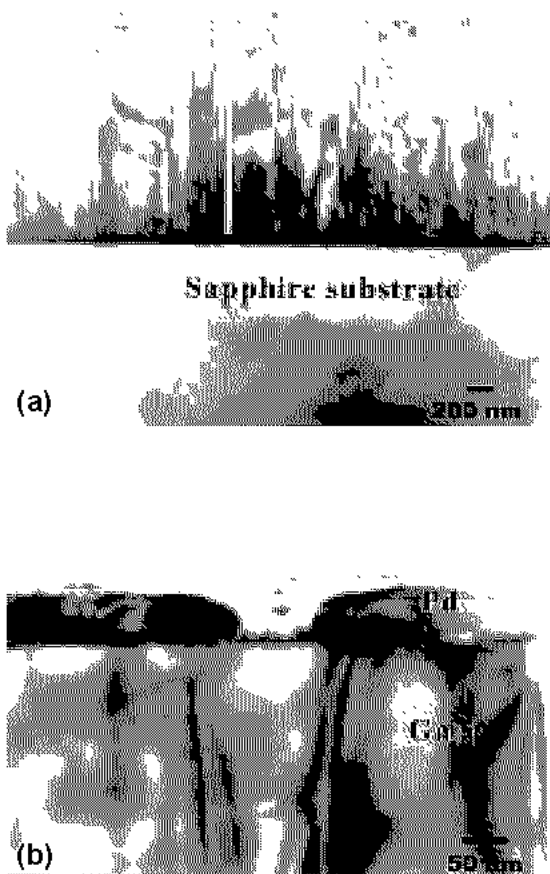


Fig. 3. TEM images of the Pd/GaN/sapphire thin film. This TEM sample was prepared by tripod polishing with no ion milling.

막을 고배율로 촬영한 사진이며 GaN 박막 위에 전자빔 증착한 Pd 박막을 관찰할 수 있다. Pd 박막의 두께는 약 $500\text{ }\text{\AA}$ 이며, GaN 박막 위에서 다결정체로 성장한 것을 알 수 있다. 그리고 이 사진에서 Pd 박막 위에 시편 준비 과정에서 박막을 보호하기 위하여 접착한 glass가 아직 조금은 남아있는 것을 발견할 수 있다. Pd 박막은 상온에서 우수한 ohmic 특성을 나타내는 재료 가운데 하나이다. 그러나 Pd/GaN 시스템의 중요성이 증가함에도 불구하고 Pd(111)박막이 GaN(0001) 위에 성장하면서 혹은 열처리에 의한 Pd 층의 상세한 미세 구조와 그 고온거동에 관해서는 잘 알려지지 않고 있다 (Kim et al., 2001). 특히 사파이어 기판과 $500\text{ }\text{\AA}$ 두께의 Pd 박막의 기계적 특성이 현저히 다른 이유 때문에 TEM 시편을 준비하는 것은 쉽지 않았다. 그러나 tripod polishing을 이용하면 Pd 박막과 사파이어를 같은 속도로 평탄하게 연마할 수 있으며, 연마작업 중에 광학현미경을 이용하여 관심 지역인 Pd/GaN 계면을 정확히 관찰하면서 연마할 수 있기 때문에 폭이 1 mm 이상의 넓은 지역에서 시편의 손실 없이 TEM에서 관찰할 수 있는 시편을 제작할 수 있다.

2. PZT/MgO/Si 박막의 TEM 관찰

Pb (Zr, Ti) O_3 (PZT) 박막은 강유전 특성 뿐 아니라 압전성, 초전성 및 전기광학성 등의 특성이 있으며, 박막화 기술의 발전으로 Si, GaAs 반도체 소자와의 집적화가 가능하기 때문에 다기능성 소자로 많이 연구되고 있는 강유전체 재료이다. 실리콘 웨이퍼에 전자빔 증착법으로 MgO박막을 약 $2000\text{ }\text{\AA}$ 의 두께로 증착한 후 초음파 분무 MOCVD법으로 PZT 박막을 증착한 PZT/MgO/Si를 tripod polishing으로 TEM 시편을 준비하였다.

Fig. 4는 tripod polishing법으로 준비된 PZT/MgO/Si 박막을 JEOL 2010 TEM에서 관찰한 결과를 보여주고 있다. Fig. 4(a)는 PZT/MgO/Si 시편 표면 부위의 박막 계면을 저배율로 촬영한 것으로 tripod polishing으로 준비된 시편이 넓은 영역에 걸쳐서 전자가 투과할 정도로 얇게 기계적 연마가 되었으며, 상당히 두꺼운 PZT와 MgO 다층 박막 ($0.5\text{ }\mu\text{m}$)에서도 박막의 손상 없이 모든 계면을 폭 넓게 분석할 수 있는 것을 보여준다. Tripod polishing은 수작업으로 이루어지기 때문에

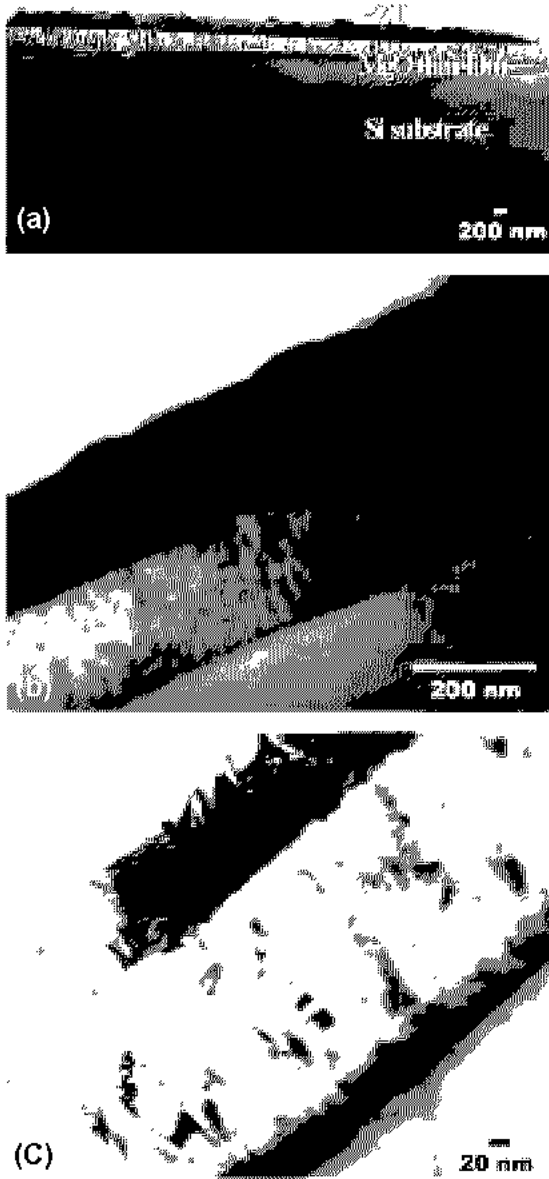


Fig. 4. TEM images of wide thin area at the interface near the surface of PZT/MgO/Si thin film. Note the differences between (b) before ion milling and (c) after ion milling.

연마 중 때때로 시편에 편마모가 일어난다. Fig. 4(a)에서도 시편의 왼쪽이 오른쪽 보다 약간 두꺼운 것을 발견할 수 있다. 이 경우 짧은 시간 동안 ion milling하면 시편이 약간 연마될 뿐 아니라 tripod polishing 작업 중 발생하는 시편 표면의 오염 물질을 제거할 수 있다. Fig. 4(b)는 tripod polishing 후 ion milling을 하지 않은 상태의 미세조직 사진이며, Fig. 4(c)는 7분간 ion milling한 경우이다. Tripod polishing 후 시편이 약간 두껍거나 오염이 있을 때 ion milling을 하면 Fig. 4(c)에서 볼 수 있듯이 MgO와 PZT 박막에서 결정립 등의 미세조직을 선명하게 관찰할 수 있다. 그러나 시편 맨 위의 PZT 박막층이 ion milling으로 소실될 것을 발견할 수 있다. 따라서 tripod polishing으로 준비된 TEM 시편을 ion milling으로 마무리할 경우에는 10분 이내로 제한하여야 하며, milling gun은 1개만 사용하며 gun의 milling 각도 역시 5° 이하로 제한하는 것이 좋다.

3. 304 stainless steel powder의 TEM 관찰

Inert gas atomization으로 제조된 분말의 급속응고 미세조직을 분석하기 위하여 tripod polishing으로 TEM 시편을 제조하였다(Kim, 2001). 직경 $20\sim 100\ \mu\text{m}$ 이하의 분말을 테이프 위에 한 개의 층으로 분포시킨 후 Ni 전기도금하고, 테이프를 제거한 후 반대 면 역시 전기도금하여 분말이 샌드위치된 판재를 만들었다. Fig. 5(a)는 small jig를 이용하여 전기도금한 시편의 한 면을 연마한 SEM 사진으로서 분말의 분포를 보여준다. 이 시편을 박막 시편과 같은 방법으로 tripod polishing하고 JEOL 2010 투과전자현미경을 사용하여 관찰하였다. Fig. 5(b)는 ion milling하기 전에 $100\ \mu\text{m}$ 직경의 분말이 연마된 것을 보여준다. 분말의 양옆을 전기도금된 Ni이 지지하고 있으며, 시편이 왼쪽 끝은 얇고 오른쪽으로 갈수록 두꺼워지는 wedge 모양을 하고 있으며 분말의 약 50%가 $200\ \text{kV}$ 에 가속된 전자에 투과하는 것을 알 수 있다. Fig. 5(c)는 약 10분간 ion milling으로 클리닝한 후 고배율에서 관찰한 304 stainless steel 분말의 미세조직 사진이며, 급속응고에 의하여 형성된 twin band를 관찰할 수 있으며 분말 전체에서 이와 같은 planar defect가 분포하고 있다.

4. $\text{Mo}_5\text{Si}_3/\text{Mo}_2\text{B}$ diffusion couple의 TEM 관찰

고순도 알콘 분위기의 arc melt에서 Mo와 B 및 Mo

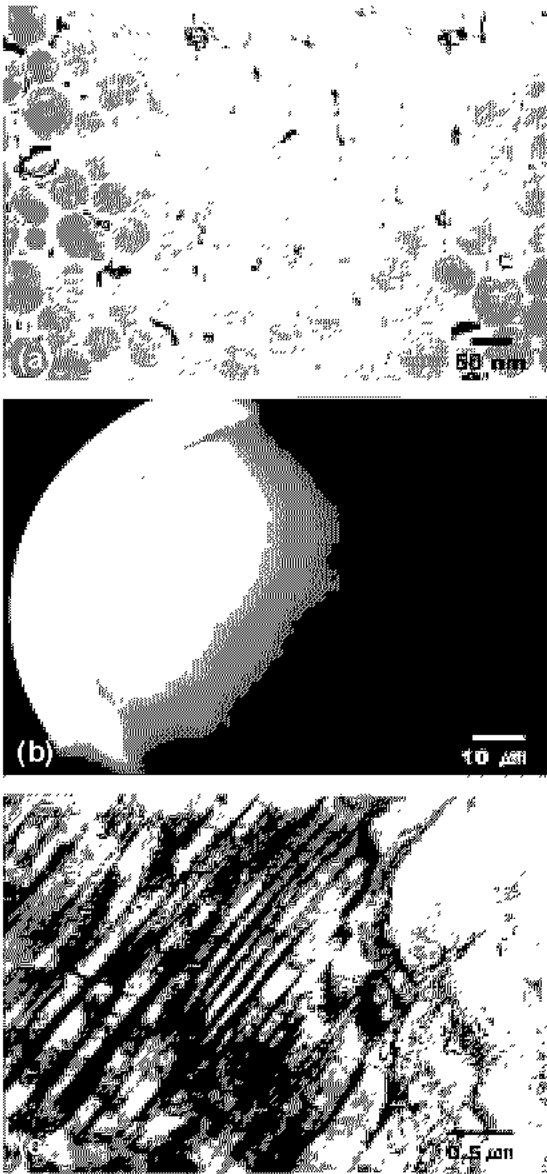


Fig. 5. (a) SEM image showing distribution of 304 stainless steel powder composite in electroplated Ni after small jig polishing. (b) TEM image of a 100 μm diameter powder. (c) TEM image of the thin area of a powder particle.

와 Si을 용해하여 Mo_2B 와 Mo_5Si_3 의 모합금을 제조하였다. 모합금은 약 2~3 mm 정도의 두께로 얇게 절단하고, 표면을 1 μm 알루미나 연마재로 polishing한 후 coupling하여 1600°C에서 400시간 동안 어닐링하였

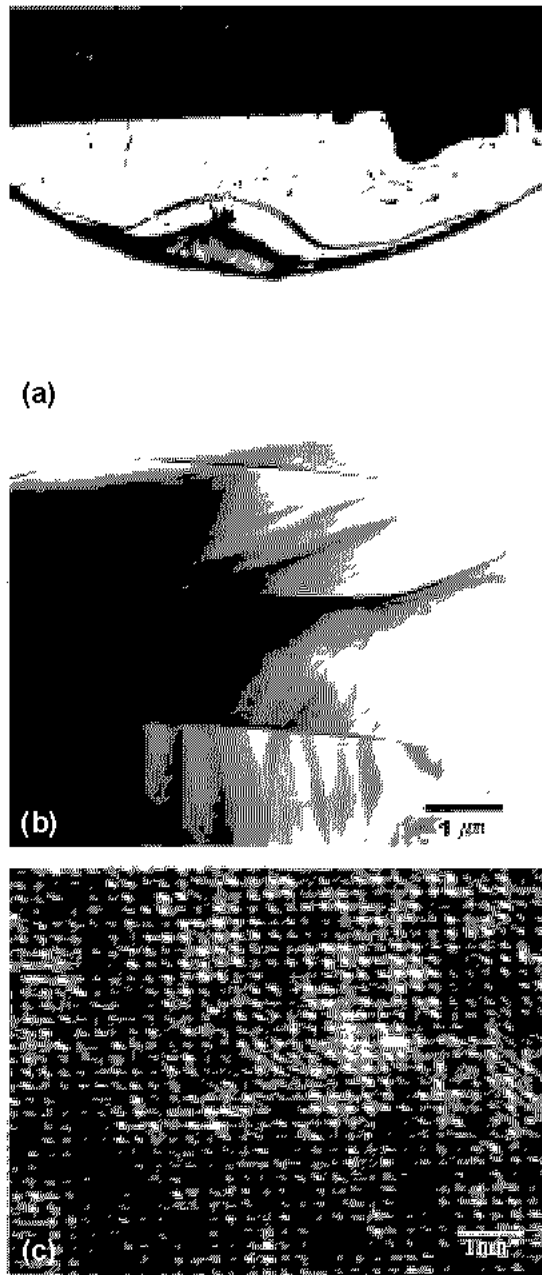


Fig. 6. (a) Optical image of the specimen on TEM grid after tripod jig polishing. (b) TEM image of the T_2 phase showing a columnar growth. (c) HRTEM image of T_2 aphase.

다. Mo_2B 와 Mo_5Si_3 사이에 두 개의 확산층 T_2 와 MoSi_3 이 형성되어 $\text{Mo}_2\text{B}/T_2/\text{MoSi}_3/\text{Mo}_5\text{Si}_3$ 의 확산경로

를 나타내는데, 특히 T_2 상은 Mo에 코팅층으로 형성되면 고온 내산화 특성이 우수하다. T_2 상의 형성 과정을 규명하기 위해서는 TEM 분석이 필수적이다. 그러나 Mo_2B 상에서 성장한 T_2 상은 취성(brittle)이 커서 기존의 덤플링과 같은 방법으로 TEM 시편을 제작하는 것은 불가능하며 tripod polishing이 유일한 방법이다. Fig. 6(a)는 tripod polishing을 이용하여 wedge 형상으로 연마하여 TEM grid에 부착한 시편의 사진이다. 시편의 오른쪽 부분의 확산층 부위가 부서져 불균일하게 떨어져나가는 현상을 관찰할 수 있으며, 시편의 왼쪽에서는 확산층의 균열을 발견할 수 있다. 따라서 이와 같이 brittle한 시편의 경우 syton으로 두께 프린지가 나타날 때까지의 연마가 불가능하기 때문에, Fig. 6(a)의 상태에서 1시간 동안 ion milling한 후 Phillips CM200에서 관찰하였다. Fig. 6(b)는 T_2 상의 미세조직을 보여주며, Mo_5Si_3 의 계면에서 형성된 $MoSi_2$ 로부터 Si이 확산되어 T_2 확산층이 Mo_2B 쪽으로 방향성을 갖고 columnar structure 형상으로 성장하는 것을 알 수 있다(Kim et al., 2000). Fig. 6(c)는 T_2 상의 고분해능 TEM image로서 tripod polishing으로 준비된 시편은 HRTEM image까지도 얻을 수 있음을 보여준다.

참고 문헌

- Benedict JP, Klepeis SJ, Vandygrift WG, Anderson R: A Method for Precision Specimen Preparation for Both SEM and TEM Analysis. EMSA bulletin 19.2 : 74-79, 1989.
- Bravman JC, Schinclair R: Mechanical Polishing to Submicron Thickness for Extensive Thin Area in Heterogeneous Samples. J Electron Microscopy Technology 1 : 53-57, 1984.
- Dawson Elli DD, Turowski MA, Kelly TF, Kim YW, Zreiba NA, Mei Z: Specimen Preparation for Transmission Electron Microscopy of Materials II. Mat Res Soc Symposium Proceedings 199 : 75-84, 1990.
- Kim CC, Je JH, Kim DW, Baik HG, Lee SM: Annealing behavior of Pd/GaN (0001) microstructure Materials science and engineering B82 : 105-107, 2001.
- Kim ST, SaKidja R, Dong JF, Perepezko JH, Kim YW: Growth of the Mo_5Si_3 Phase in a Mo_5Si_3/Mo_2B Diffusion Couple. Materials Research Society Symposia Proceedings 646 : M5.42.1-m5.42.6, 2000.
- Kim YY: Microstructural Characteristics of Rapidly Solidified 304 Stainless Steel Powders Produced by Gas Atomization. J of Korean Foundrymen's Society 21 : 3-43-47, 2001.
- Klepeis SJ: Specimen Preparation for Transmission Electron Microscopy. Mat Res Soc Symposium Proceeding 115 : 179-185, 1989.

<국문초록>

본 실험에서는 tripod polishing 방법을 이용하여 Pd/GaN/Sapphire 박막, PZT/MgO/Si 박막, 304 stainless steel 분말, Mo_5Si_3/Mo_2B diffusion couple의 매우 다양한 물성이 포함된 불균질 재료의 TEM 시편을 제작하고 분석하였다. Tripod polishing을 사용하여 시편을 준비하면 시편의 종류에 관계없이 시편의 선단부에 매우 광범위한 전자빔 투과 영역을 지닌 TEM 시편을 얻을 수 있었으며, Pd/GaN/Sapphire 박막, PZT/MgO/Si 박막과 같이 기판이 경한 반도체 재료의 경우에는 연마 정도가 균일하며 연마 과정 동안 오염이 심하지 않기 때문에 ion milling으로 cleaning 없이 TEM 관찰이 가능하다. 한편 304 stainless steel 분말과 같은 금속재료의 경우 짧은 시간의 ion milling은 시편의 오염 제거에 도움이 된다. Mo_5Si_3/Mo_2B diffusion couple에 형성된 실리사이드는 큰 취성 때문에 polishing 동안 시편이 깨지는 현상으로 전자가 투과할 수 있을 정도의 연마가 불가능하여 1시간 정도 ion milling 연마가 필요하다.

Tripod polishing으로 TEM 시편을 준비하면 분석하고자 하는 지역을 정확하고도 넓게 연마할 수 있다. 또한 비교적 짧은 시간 내에 ion milling 없이 TEM 시편을 제작할 수 있기 때문에 ion milling에서 유발되는 여러 가지 문제점들을 해결할 수 있는 장점이 있었다. 그러나 tripod polishing은 전부 수작업으로 시편을 준비하기 때문에 시편을 제작하는 과정 동안 매우 세심한 주의가 요구되며 제작자의 숙련도와 경험을 필요로 하는 단점이 있다.