

## Tripod polishing을 이용한 $\text{Mo}_5\text{Si}_3/\text{Mo}_2\text{B}$ diffusion layer 관찰을 위한 TEM 시편의 제작

조명주, 김연욱  
계명대학교 재료공학과

### 1. 서론

높은 용융 온도와 내 산화성을 지닌 Mo-Si-B계에서  $\text{Mo}_5\text{SiB}_2(\text{T}_2)$ 상과  $\text{T}_2$ 상과 관련된 여러 가지 중간 상들의 미세 조직은 높은 온도에서 기계적 특성 및 내부식성의 특성이 요구되는 특수 환경에서 구조재료의 필요성이 절실한 현재, 많은 연구의 대상이 되고 있다.

$\text{Mo}_5\text{Si}_3/\text{Mo}_2\text{B}$  diffusion couple을 오랜 기간 동안 어닐링(500시간)하면 약  $1600^\circ\text{C}$ 에서  $\text{Mo}_5\text{Si}_3/\text{Mo}_3\text{Si}/\text{T}_2/\text{Mo}_2\text{B}$ 의 연속적인 상들이 나타나며, 이것은  $\text{T}_2$ 상이 약  $32\mu\text{m}$ 의 두께로  $\text{Mo}_2\text{B}$ 면으로부터 나타나 성장하고,  $\text{Mo}_3\text{Si}$ 상이 약  $15\mu\text{m}$ 의 두께로  $\text{Mo}_5\text{Si}_3$ 상으로부터 나타나 성장한다는 사실을 반영한다.

$\text{Mo}_2\text{B}$ 위에 성장한  $\text{T}_2$ 상의 결정학적 성장 방향을 확인하기 위하여 TEM을 사용하였으며, 얇은 wedge모양의 TEM 시편을 제작하기 위하여 여러 가지 제작법 가운데 그 방법이 비교적 간단하며, 단시간에 시편의 두께를 매우 얇게 기계적으로 연마할 수 있고, 다른 제작법에 비해 비교적 광범위한 전자 빔 투과 지역을 확보할 수 있어 그 활용 가치가 높은 tripod polishing의 방법을 사용하였다.

본 논문에서는 이러한 tripod polishing의 방법을 사용하여  $\text{Mo}_5\text{Si}_3/\text{Mo}_2\text{B}$  diffusion layer에 있어  $\text{T}_2$ 상의 결정학적 성장 방향의 관찰을 위한 TEM 시편을 제작, 소개함으로써 양질의 분석결과를 얻고, 앞으로 이와 같은 연구의 기초자료로 유용하게 사용되고자 한다.

### 2. 실험방법

#### 2.1 Diffusion couple의 제조

고순도 알콘 분위기의 Arc melt에서 순수 Mo와 B, 그리고 Mo와 Si을 용해하여  $\text{Mo}_2\text{B}$ 와  $\text{Mo}_5\text{Si}_3$ 의 모합금을 제조하였다. 만들어진 ingot의 표면을 매끄럽게 만들기 위하여 약 2-3mm정도의 두께로 얇게 절단하고 이것을  $14\mu\text{m}$ 입자의 알루미늄 파우더로 연마한 후, 메틸알콜에 넣어 ultrasonic cleaner를 사용하여 세척한 후 건조시켰다. 제조된 모합금  $\text{Mo}_2\text{B}$ 와  $\text{Mo}_5\text{Si}_3$ 을 붙여 만든 diffusion couple은 알콘 분위기에서  $1600^\circ\text{C}$ 에서 어

널링하였다.

## 2.2 TEM 시편의 제조

시편은 투과전자현미경(TEM)상에서  $\text{Mo}_2\text{B}$ 상의  $\text{T}_2$ 상의 결정학적 성장방향을 확인하기 위하여 매우 얇은 wedge모양의 sample을 제조하였다.

먼저 diffusion couple은 diamond saw를 사용하여 매우 느린 속도로 계면에 수직으로 절단하고, 이를 다시 약 2mm의 폭으로 절단하였다. 이렇게 절단된 시편은 상부 확산층으로부터 아래로 약 3mm의 높이가 되도록 뒤쪽의 모합금부분을 잘라낸 후, 다시 약 3mm의 폭으로 절단한 후, 상부의 확산층 부분을 보호하고 연마 과정 동안에 모서리 부분이 닳아나가는 것을 방지하기 위하여 dummy waper를 접착시켰다.

Dummy waper로는 glass를 사용하였으며, 이 역시 diamond saw를 사용하여 접착부인 시편상부(확산층)와 거의 비슷한 크기( $3 \times 2$ )로 절단한 후, m-bond 610을 사용하여 확산층 상부에 접착하였다. Dummy waper를 부착한 후 시편과 dummy waper사이에 존재하는 접착제의 wetting을 좋게 하기위하여 집계를 사용하여 시편을 물려두고, 이를 dry oven에서  $200^\circ\text{C}$ 로 약 3시간정도 curing시켰다.

시편의 표면에 미세한 스크래치라도 남아있으면 ion milling후에도 그 스크래치의 흔적이 그대로 남아있으므로 아세톤 용액에서 깨끗이 용해되는 crystal wax를 사용하여 시편을 small jig의 홀더에 부착한 후, 경면 polishing을 하였으며 SiC paper, diamond lapping paper를 차례로 사용하여 앞 단계에서 만들어진 스크래치를 순차적으로 제거하면서 시편의 두께를 약  $500\mu\text{m}$ 정도까지 줄여준 후, syton으로 마무리처리 하였다.

시편을 떼어낸 후, tripod jig의 홀더에 경면 polishing한 부분이 닳도록 순간접착제를 사용하여 부착시키고 tripod jig의 micrometer를 조절하여 뒤쪽부분이 앞쪽의 홀더보다 약  $500\mu\text{m}$ 정도 더 높게 조절해주어 앞쪽의 glass가 먼저 갈려나갈 수 있도록 하고, 관찰하고자 하는 지점이 적정 두께가되면, 사이톤을 사용하여 마무리작업을 하였다.

또한 재료의 특성상 비교적 균일한 두께의 시편을 얻을 수 없으므로, 별도의 ion milling을 해 주었고, 완성된 시편 위에 M-bond 610을 사용하여 grid를 부착한 후, 시간이 경과한 후 아세톤에 담구어 시편을 떼어 내었다.

## 3. 결과 및 고찰

$\text{Mo}_5\text{Si}_3/\text{Mo}_2\text{B}$  diffusion layer는 그 부위가 매우 취약하여 수직으로 절단했을 때, 일부 불균일하게 떨어져 나가는 모습을 나타내었다.(Fig. 1)

또한, glass를 확산층 상부에 부착하고 한쪽 면을 최종단계까지 polishing하였을 때, 확산층 상부와 모재 부분에 이르기까지 많은 균열이 발생해있음을 알 수 있었다.(Fig.

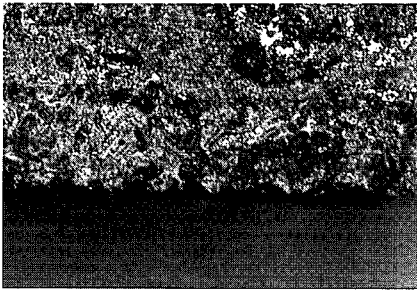
2)

시편을 tripod jig에 부착하여 반대쪽 면을 경사를 주고, 시편의 손상을 방지하기 위해 최저의 속도에서 거의 하중을 주지 않으면서 연마를 하였음에도 불구하고 연마시간이 길어질수록 확산층을 따라 더 많은 균열이 발생함을 알 수 있었다.(Fig. 3)

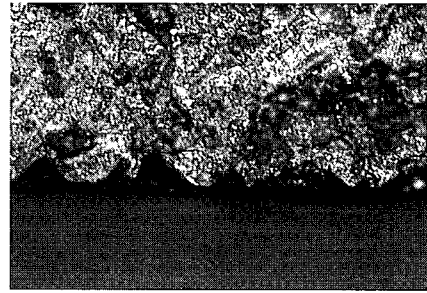
따라서, 시편은 연마를 통해서 완전한 두께를 얻기는 불가능하여 구리 grid에 부착하여 시편의 부위 중, 가장 얇은 곳을 중심으로 약 1시간동안 ion milling을 하여야했다.

TEM 분석 결과, T<sub>2</sub>상은 원통형의 구조로 성장함이 확인되었다.(Fig. 5)

또한 T<sub>2</sub>의 입계에서의 전자 회절 패턴은 전자빔의 방향이 [001]면이고 정상적인 (001)면이라는 것을 나타내었다.

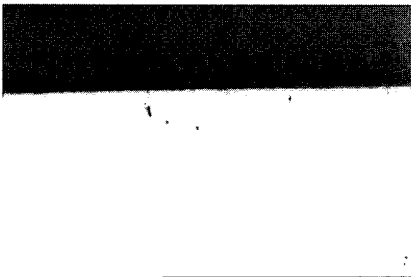


(a)

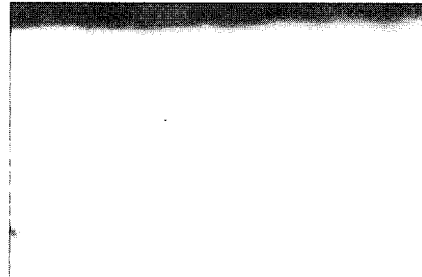


(b)

Fig. 1. image of cutting plane : (a) ×50, (b) ×100

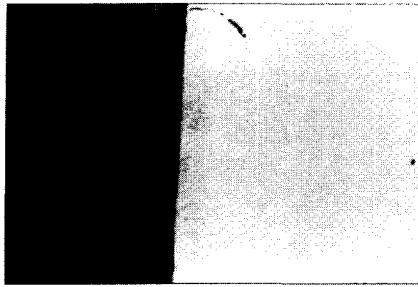


(a)

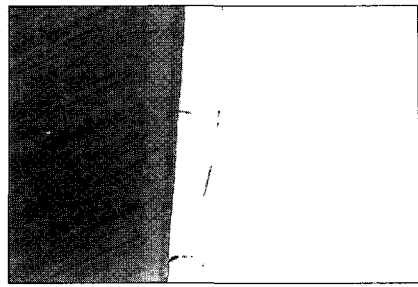


(b)

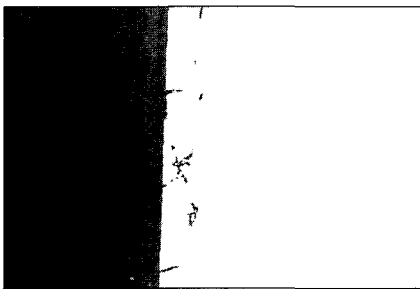
Fig. 2. image of plane after small jig polishing : (a) ×100, (b) ×500



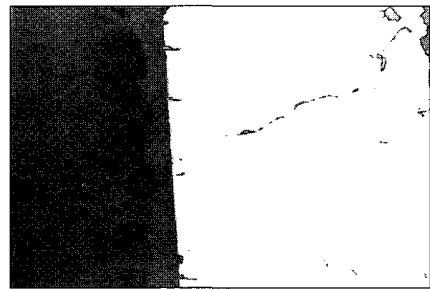
(a)



(b)

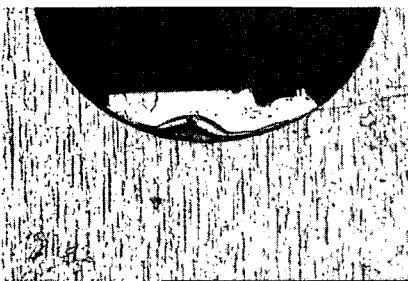


(c)



(d)

Fig. 3. procedure of tripod jig polishing : (a)  $30\mu\text{m}$  diamond lapping paper( $\times 200$ ), (b)  $15\mu\text{m}$  diamond lapping paper( $\times 200$ ), (c)  $6\mu\text{m}$  diamond lapping paper ( $\times 200$ ), (d) syton ( $\times 200$ )



(a)



(b)

Fig. 4. image of specimen on grid after tripod jig polishing : (a)  $\times 50$ , (b)  $\times 100$



Fig. 5. (a) TEM image of the T<sub>2</sub> phase revealing a columnar growth and the growth direction and (b) electron diffraction pattern of the T<sub>2</sub> phase (001)

#### 4. 참고 문헌

1. Ron Anderson : specimen preparation for transmission electron microscopy of materials II, Symposium held April 19-20, San Francisco, California, U.S.A
2. Jung-Yong Lee, specimen preparation for electron microscopy, pp.20-40, 2000