

## $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> whisker의 휨 형태와 결정성장 특성

윤여주, 서원선, 이수정, 이영호, 이명현, 최형석  
신뢰성평가분석센터, 요업(세라믹)기술원

### 1. 서론

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>는 내식성, 내열성, 내산화성 및 내마모성이 우수한 구조 세라믹재료로 알려져 있다. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> whisker는 파괴인성을 향상시키기 위한 보강결정립으로 사용되며, 이 때 결정의 형태와 배열상태 등이 중요하다. 본 연구에서는 직접질화법으로 합성한  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> whisker의 결정성장 특성을 고분해능 투과전자현미경으로 분석하여, 그 성장기구를 밝히고자 한다.

### 2. 실험방법

실리콘 웨이퍼 제조시 생기는 폐슬러지를 정제하여 실리콘분말을 분리한 후 고순도 질소를 혼합하는 직접 질화법을 이용하여 1200°C~1400°C에서  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> whisker를 제조하였다. 합성된 분말은 XRD를 이용하여 반응생성물을 확인한 후 고분해능 투과전자현미경으로 whisker의 형태와 미세구조를 분석하였다. 투과전자현미경 시료는 에탄올에서 분산시킨 후 microgrid에 떨어뜨려 준비하였다. 고분해능 투과전자현미경은 가속전압 400kV의 JEM 4010(Jeol사)이었으며, 고분해능 image simulation에는 MacTempas(ver.1.7.8) 프로그램을 사용하였다.

### 3. 결과 및 토의

XRD 분석결과  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>가 합성되었음을 확인하였다. 투과전자현미경으로  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의 형상을 관찰한 결과 곧게 뻗은 형태의 전형적인 whisker를 확인하였으나, 대부분의 whisker는 특정한 각도를 가지고 zigzag로 휘어 성장한 것으로 나타났다. whisker의 폭은 20nm~200nm 정도, 길이는 수 $\mu$ m~수십 $\mu$ m로 측정되었으며,  $[\bar{1}10]$  방향으로 1 $\mu$ m~4 $\mu$ m 곧게 성장한 후 약 120도 휘어 [210] 방향으로 성장하였다. 이와 같은 휨 현상은 휘스커의 성장속도의 차이, N<sub>2</sub> gas의 공급 특성 등과 밀접하게 관련되는 것으로 판단된다. [001],[110] 방향에서 고분해능 이미지를 얻을 수 있었으며, [001] 방향에서는 탈초점 -600 Å, 두께 500 Å, [110] 방향에서는 탈초점 -400 Å, 두께 60 Å의 image simulation 결과와 가장 잘 일치하였다.

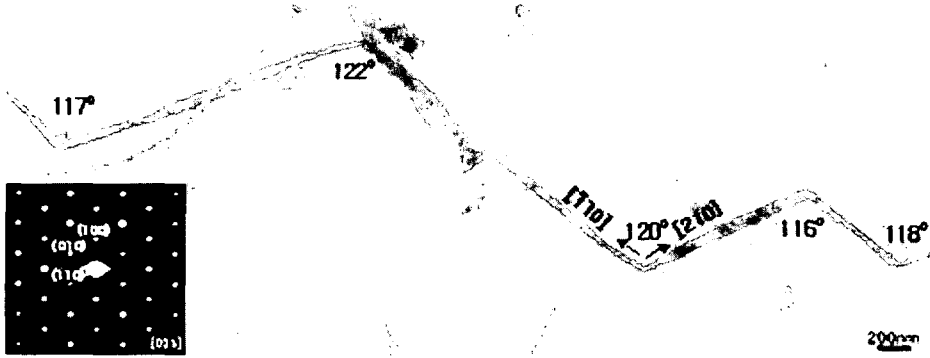


Fig. 1. [001] 방향에서 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> whisker의 deflection된 형태

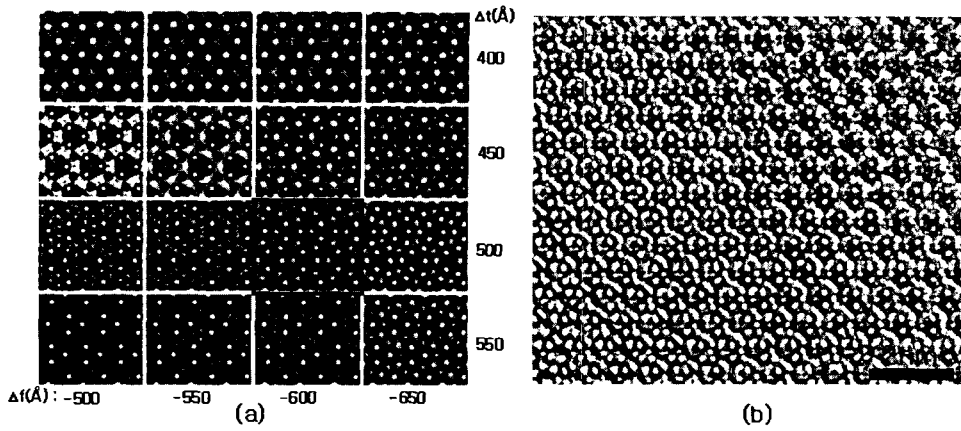


Fig. 2. 두께와 탈초점에 따른 [001] 방향에서의 image simulation 결과(a)와 고분해능 영상(b).

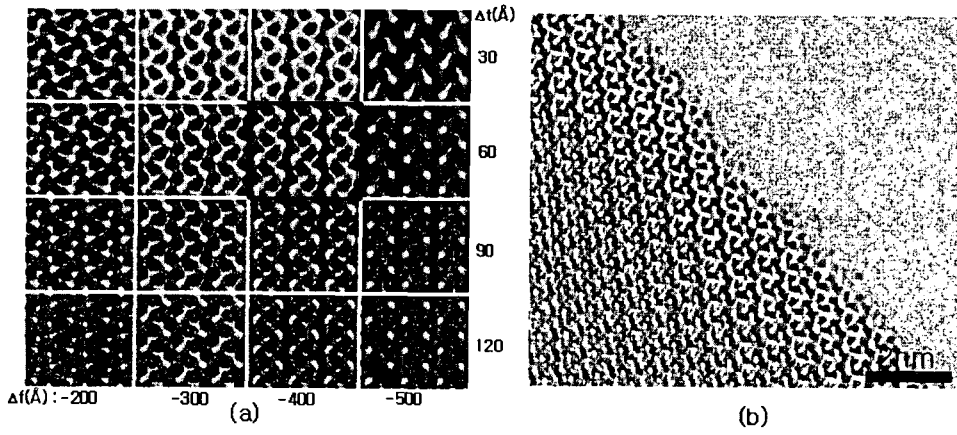


Fig. 3. 두께와 탈초점에 따른 [110] 방향에서의 image simulation 결과(a)와 고분해능 영상(b).