

## CHAPTER 6

### Final Polishing

#### 6.0 FINAL POLISHING

시편이 Final Polishing 단계까지 적합한 방법으로 준비되었다면, 시편의 실제 미세조직은 손상되지 않은 상태여야 한다. 실제 미세조직은 계재물과 취성 상/조직, 동글지 않고 온전히 날카로운 시편모서리, 뚜렷하게 구분되는 기공의 모서리 등이 보존되어 있어야 하며, 기름얼룩 및 시편에 박힌 연마재 입자 등이 없는 상태여야 한다.

**Note:** Final Polishing의 유일한 목적은 시편표면을 깨끗하게 하여 에칭(필요 시)을 할 수 있게 표면을 준비하는데 있다. 준비된 실제 미세조직이 이 관점을 충족시키지 못한다면, Final Polishing 후 최종 표면은 실제 미세조직이 아닌 인공적인 조직을 나타낼 수 있는 가능성이 매우 높다. Final Polishing은 일반적으로 alumina 등의 연마재를 Flocked 혹은 Napped 구조의 Polishing 천에 사용하여 완성된다. 하지만, Backing이 적합하다면 Woven pad 또한 사용될 수 있다.

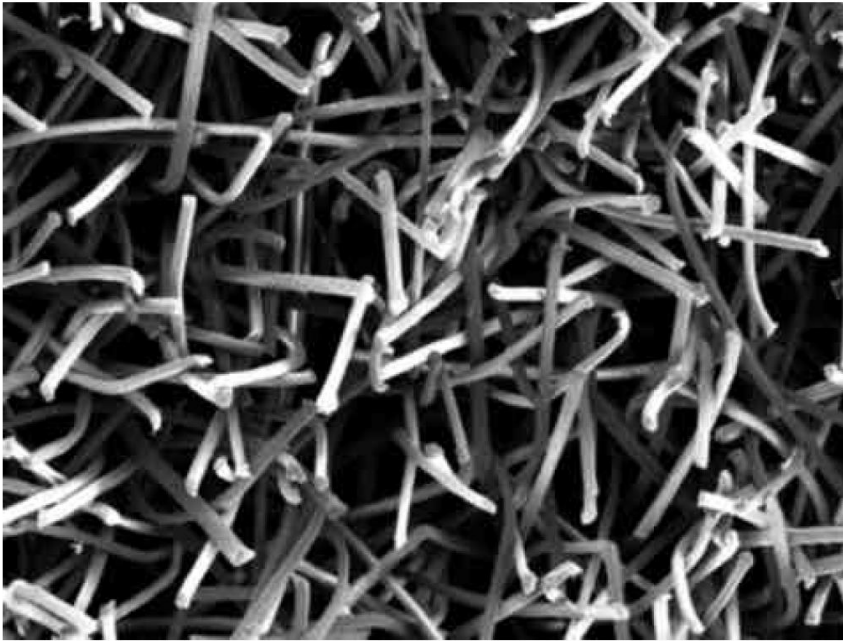


Figure 6-1 Flocked or napped polishing pad.

#### 6.1 FINAL POLISHING ABRASIVES

Final polishing에는 alumina, 다이아몬드, 콜로이드 실리카, Ceria(Cerium oxide), Rouge(iron oxide) 등이 사용된다. 하지만, 가장 일반적으로 사용되는 Final polishing용 연마재는 alumina 이다. alumina 연마재는 제조공정, 결정 구조(경도), 크기에 따라 Calcined, Levigated, Polycrystalline으로 구분된다 (Table XIX).

TABLE XIX. Alumina Abrasive Properties

Alumina Property	Polycrystalline	Calcined	Levigated
Crystal structure	Polycrystalline alpha alumina	Monocrystalline alpha alumina	Monocrystalline gamma or alpha alumina
Shape	Rough spherical particles	Hexagonal platelets	Hexagonal platelets
Particle size	0.25-0.5 micron	0.5 - 15 micron	<1 micron
Specific gravity	3.95 gm/cc	3.95 gm/cc	3.95 gm/cc

Hardness	Knoop 2000 (Mohs 9)	Knoop 2000 (Mohs 9)	Mohs 8 or 9
Applications	Available in a slurry at either a pH 4 or pH 10, primarily for metal polishing	Available in powders, slurries or suspensions, rough polishing	More commonly known as Linde A (0.30 micron), Linde B (0.05 micron), Linde C (1 micron)

#### 6.1.1 Polycrystalline Alumina

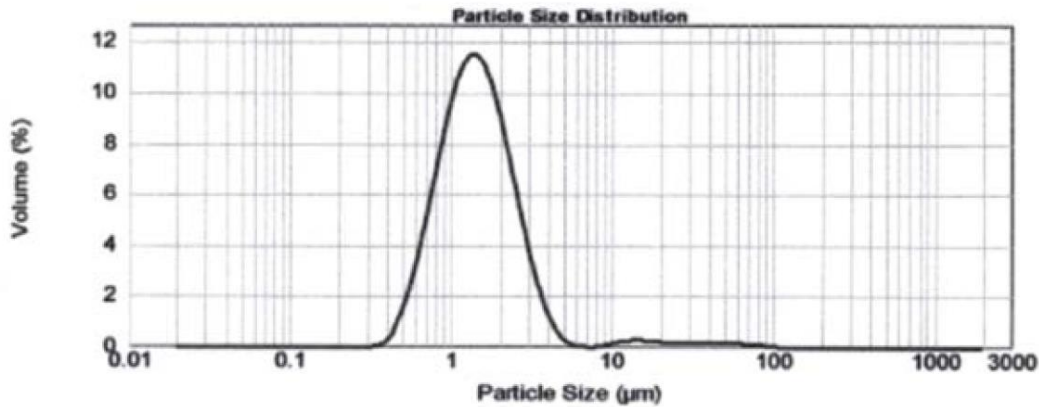
Polycrystalline, 및 Nanometer, Alumina는 특허된 Seeded gell process에 의해 제조된 Colloidal alumina이다. Polycrystalline 연마재 역시 덩어리로 뭉쳐지는 현상을 피하기 위해 낮거나 높은 pH값에서 Milling 처리된다. 연마재 용액 역시 이와 같은 뭉침 현상을 피하기 위해 pH값을 유지한다. 이 제조공정은 기존의 Calcined alumina 제조공정에 비해 두 가지 중요한 개선사항을 제공하고 있다.

- 더 촘촘하고 조절된 입자크기 분포
- 더 강한 Alpha alumina 결정

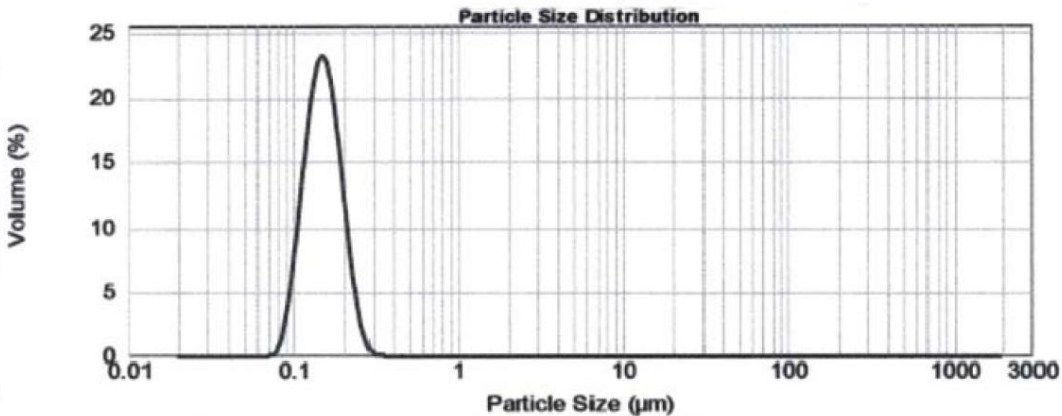


**Figure 6-2** 0.05 micron polycrystalline alumina.

작고 균일한 입자크기 분포일 수록 연마알갱이 박힘 현상이 적어진다. 예를 들면, Calcined 0.05micron Gamma alumina 연마알갱이는 시편 표면에 박힐 경우 5micron 정도 크기의 침투 크기를 발생한다 (Figure 6-3). 이런 경우, 박힌 alumina 연마 알갱이는 강한 시편을 Polishing 할 경우 더 작은 크기로 부수어질 수 있다, 그러나, 문제는 연질 금속( 알루미늄, Tin, Lead, Copper, 연강)을 Polishing 할 때 Calcined alumina 알갱이가 박힌다는 것이다.



**Figure 6-3** Particle size distribution for 0.05 micron deagglomerated alumina.



**Figure 6-4** Particle size distribution for 0.05 micron polycrystalline alumina.

Nanometer polycrystalline alumina는 좀 더 작게 밀집된 입자크기를 만들기 위해 특정 분쇄공정으로 처리된다(<0.5 micron) (Figure 6-4). 또한, Polycrystalline alumina 강한 Alpha alumina 입자로서, 좀더 효율적인 연마재로 사용된다. Polycrystalline alumina는 Calcined gamma alumina에 비해 좀 더 정밀한 Polishing 연마재다. 일반적으로도, Polycrystalline alumina는 Calcined와 Levigated 보다 Final polishing에서 더 뛰어난 성능을 발휘하는데 입자크기가 균일하고 표면마무리 능력이 보다 우수하기 때문이다.

#### Polycrystalline Alumina 장점과 특징 정리

- Gamma alumina보다 향상된 표면 Polishing 효과
- 보다 적은 Scratch 생성
- Gamma alumina보다 뛰어난 표면 연마효과
- 좀 더 균일한 표면 마무리 효과
- Gamma alumina보다 좀 더 촘촘한 입자크기 분포
- 점도가 낮아 분사특성 우수
- 연마재 침전율이 매우 낮음

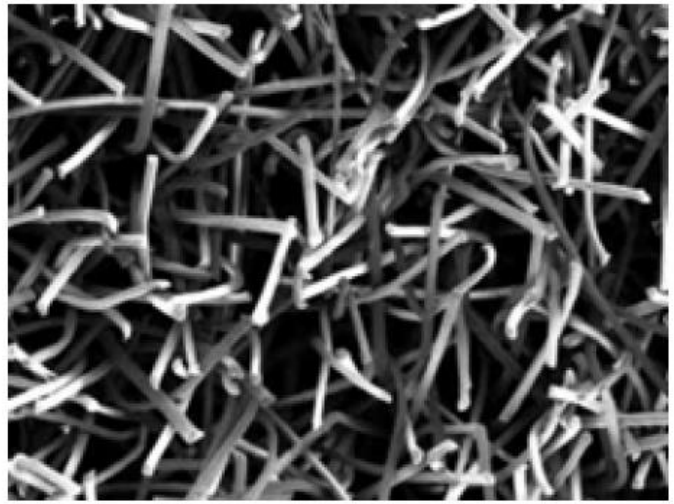
#### Polycrystalline Alumina의 Polishing 활용방법

가장 효율적인 Polishing 방법은 Polycrystalline alumina slurry를 Polishing 천에 적셔준 다음 천천히 Polishing 천에 점차적으로 보충해주는 방법이다. Alumina를 사용한 Polishing에 가장 일반적으로 사용되는 천은 MICROPAD (MICROPAD 2) pad, ATLANTIS pad, TRICOTE pad 그리고 NAPPAD pad 이다.

**MICROPAD /MICROPAD 2** polishing pads-alumina를 사용하는 최종 Polishing 천으로 가장 많이 사용되는 제품이다. 이 Polishing 패드는 high napped, flocked, fiber의 특성을 보유하고 있으며 Polishing 시간이 짧을 경우 작업성능이 매우 우수한 제품이다. High napped 패드 제품의 Polishing 시간이 길어지면, 시편 모서리가 둥글게 되고(Edge rounding), 게 제물 빠짐, 또한 시편에 과도한 마찰력이 발생하게 된다.

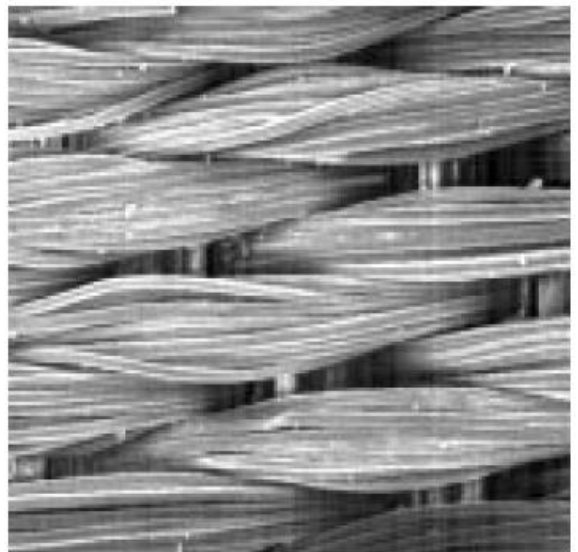
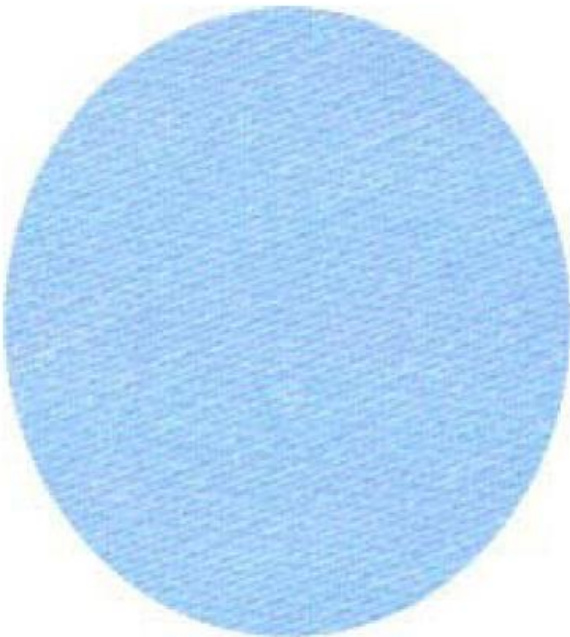
Note: MICROPAD와 MICROPAD 2는 같은 섬유구조이다, 다른 점은 MICROPAD 2가 좀 더 단단한

Backing으로 적층된 구조라는 점인데, 이와 같은 구조는 패드가 늘어나는 현상을 방지해준다.



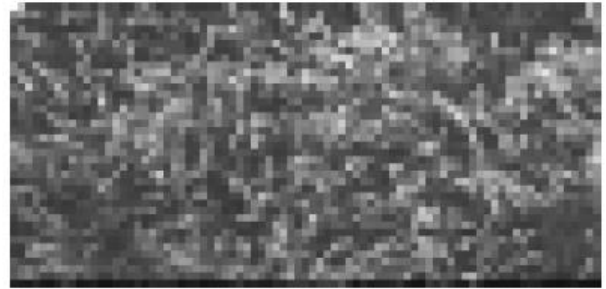
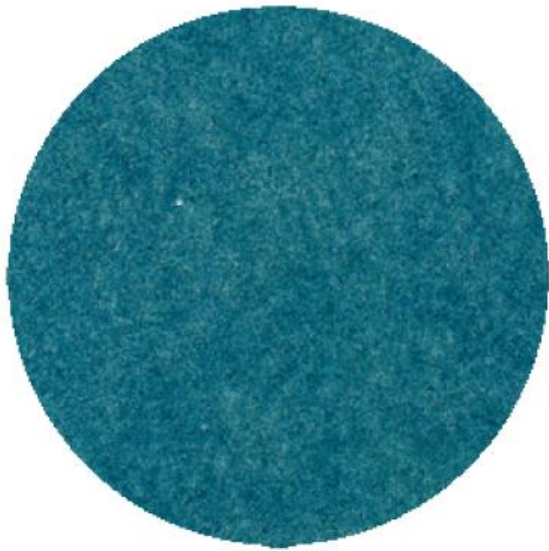
**Figure 6-5 MICROPAD polishing pad and SEM image of fiber.**

**ATLANTIS polishing pad** - 균일한 직물구조의 제품으로 최종 Polishing에 매우 적합한 제품이다. 섬유직물이 적층된 구조이며 발포성 고무 Backing은 고유의 탄력이 있다. 이와 같은 Backing은 시편의 표면을 개선시키며 High-napped Polishing 패드와 유사한 특성을 구현하게 된다. 하지만 가장 중요한 차이점은 ATLANTIS Polishing 패드는 High-napped Polishing 패드에 비해 좀더 평면을 구현하며 시편 모서리 둥글어짐 현상 및 Polishing 저항을 줄여줄 수 있는 점이다. 이와 같이 ATLANTIS Polishing 패드는 코팅 층이 있는 재료, 복합재료 및 다양한 경도와 연성이 분포되어 있는 재료의 최종 Polishing에 매우 적합한 제품이다.



**Figure 6-6 ATLANTIS polishing pad and SEM image of fiber.**

**TRICOTE polishing pad** -이 제품은 매우 촘촘한 Napped Polishing 패드 이다. 이 제품의 성능은 MICROPAD와 ATLANTIS Polishing 패드의 중간 영역에 위치한다.

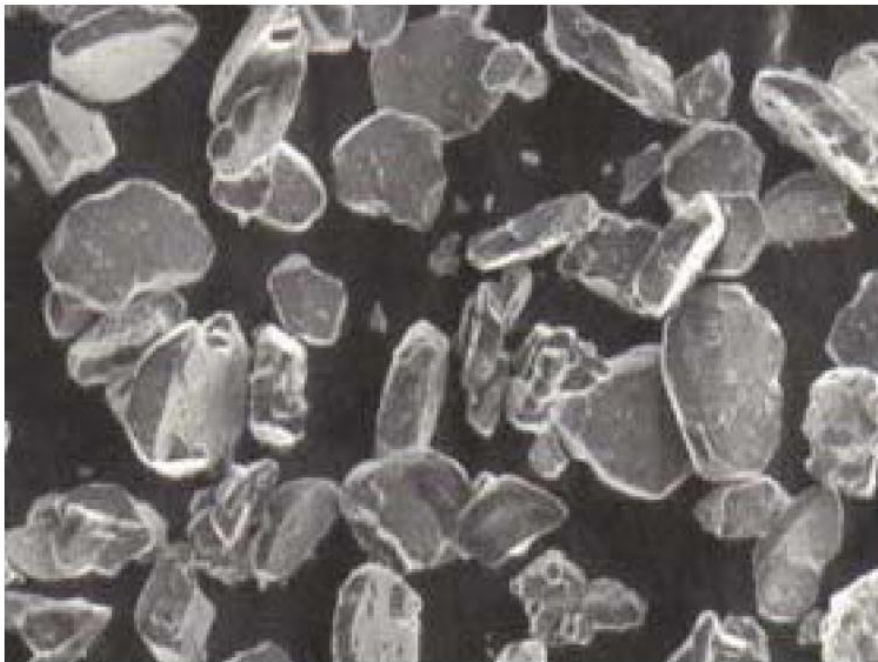


**Figure 6-7 TRICOTE polishing pad and SEM image of fiber.**

**TIP:** Polycrystalline alumina 알갱이는 정전기적으로 안정하게 시편을 코팅하게 되는데, 이 코팅 층은 목화 솜에 UTRACLEAN 2와 같은 세정제를 적셔서 닦아내면 제거된다.

#### 6.1.2 Calcined Alumina Polishing Abrasives

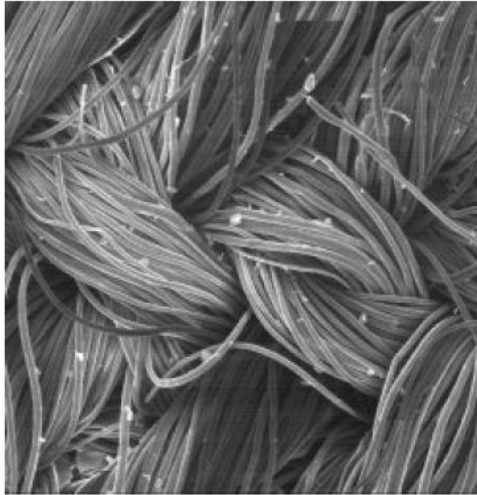
Polycrystalline alumina가 우수한 Polishing 연마재이긴 하지만, Calcined alumina 연마재는 다양한 재료의 Polishing에 수십 년 간에 걸쳐 사용되어 왔고, 현재에도 가장 일반적인 Polishing 연마재로 인식되고 있는 실정이다. Calcined alumina 연마재가 Polycrystalline alumina를 넘어서는 중요한 장점은 비용이 저렴하다는 것이다. Calcined alumina 연마재는 파우더나 슬러리 형태로 구입할 수 있다. Calcined alumina의 구조는 길이방향의 판 모양으로 생겼다고 하여 Plate-like(platy)라고도 하며 강한 Alpha와 연질의 Gamma 결정구조 둘 다 이용 가능한 장점이 있다. 종종, 매우 미세한 Calcined alumina(1micron 및 이하 크기)가 Deagglomerated alumina powder로 제조되기 위해 제트밀링 처리가 사용된다. 일반적으로 Deagglomerated calcined alumina powder는 매우 높은 밀도를 높으며 솜털로 뒤덮힌 형태(Fluffy)를 나타낸다.



**Figure 6-8 Calcined alumina particles.**

### Calcined Alumina의 Polishing 활용방법

Calcined alumina는 일반적으로 Polycrystalline alumina와 같은 종류의 Polishing pad에 사용될 수 있다(MICROPAD, NAPPAD, ATLANTIS, TRICOTE).



그러나, 일반적으로는 매우 부드러운 천 재질인 MOLTEC 2 Polishing pad와 함께 사용된다. MOLTEC 2 Polishing pad는 일반적으로 5micron까지의 Calcined alumina abrasive에 사용되고 있다.

**Figure 6-9 MOLTEC 2 polishing pad and SEM image of fiber.**

### 6.1.3 Colloidal Silica Polishing Abrasives

금속조직학 Polishing에 사용되는 콜로이달 실리카의 연마알갱이 크기는 20~70nm(0.02~0.07micron)의 범위로 구성되어 있다. 본 연마재의 농도는 20~50%이다. 이 정도의 농도에서 콜로이달 실리카는 거의 완벽에 가까운 연마재 성능을 보유하게 된다. 전기화학적으로 안정된 콜로이달 실리카는 세라믹을 Polishing 할 경우에 우수한 CMP연마재로서의 기능을 연출하게 된다. 단점으로는 건조되면서 결정이 발생하는 점이다. 특히 제품의 뚜껑에 이와같은 결정이 발생하게된다. 이와같은 결정화를 감소시키기위해 첨가물을 넣게 되는데 콜로이달 실리카에 함유된 물의 증발속도를 감소시키기 위해서이다. 아래 표는 두 종류의 콜로이달 실리카인 SIAMAT과 SIAMAT 2 Colloidal Silica의 비교표(Table XX)이다.



**Figure 6-10 Colloidal silica suspensions for CMP polishing.**

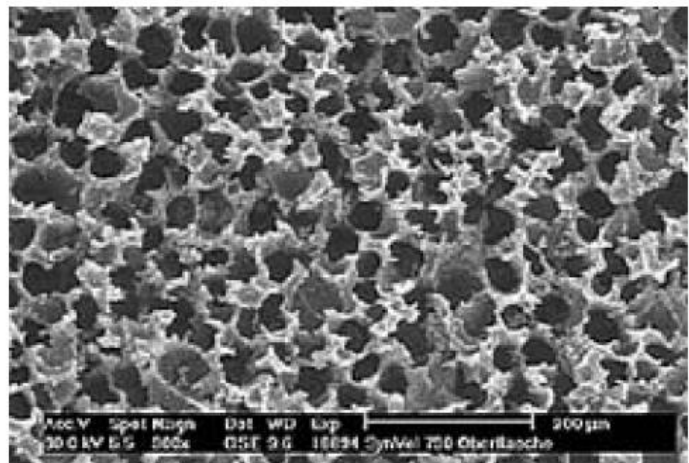
Table XX. Colloidal Silica의 제품구분특성

제품구분	SIAMAT colloidal silica	SIAMAT 2 colloidal silica
연마알갱이 크기	50-70 nm	20-40 nm
pH	9.5-10.0	9.5-10.0
농도	50%	40%
중량(@77°F/25°C)	1.39	1.25
점도 (@77°F/25°C)	15 cp	20 cp
용도	세라믹 및 유리의 표면 Polishing에 적합. CMP공정에 연마재로서 사용되거나 다이아몬드 연마재와 함께 사용됨	금속 및 전자재료의 최종 정밀 Polishing에 사용됨.
권장되는 Polishing Pad	TEXPAN As a polishing-extender for intermediate polishing of ceramics and glass with diamond  BLACK CHEM 2 Final-polishing of glass and ceramics	MICROPAD -Metals and composites  BLACK CHEM 2 -Final polishing of microelectronics

### Colloidal Silica를 사용한 Polishing

콜로이달실리카는 자체의 연마기능을 이용한 연마재로서 사용하거나, 다른 연마재와 함께 사용될 수 있다. 콜로이달 실리카는 CMP기능 및 자체 연마재 기능을 보유한 독보적인 연마재다. 단단하거나 취성이 있는 유리나 세라믹 같은 재료의 CMP공정에는 콜로이달 실리카가 주로 사용된다. 또한 금속, 복합재료, 전자재료와 같은 재료의 Polishing에는 순수한 연마재로서도 사용된다.

콜로이달 실리카를 사용하는 CMP공정에서는, 다공성의 BLACKCHEM 2 Polishing pad가 사용되는데 그 이유는, 더 많은 마찰열이 발생하고 Polishing 속도가 증가하는 공정연출이 가능하기 때문이다. GOLDPAD와 TEXPAN Polishing cloth 역시 세라믹과 복합재료의 Polishing에서 콜로이달 실리카와 함께 사용되는 제품이다.



**Figure 6-11 BLACKCHEM 2 Polishing Pad and SEM image of fiber.**

Colloidal silica suspensions은 분산특성이 매우 좋고, 입자 균일도가 우수하며, 연마성능 또한 우수하다. 그러나, 콜로이드 실리카는 건조될 경우 결정화되어 연마재 입자가 커지는 단점이 있으니 주의하여야 한다. 이를 방지하기 위한 방법은 콜로이드 실리카로 Polishing 한 후 즉시 물로 표면을 세척하는 방법이다. 또한, 증류수를 사용하여 콜로이드 실리카를 사용한 Polishing pad도 15~30초간 세척해주는 작업도 중요하다. 시편 표면의 세척이 콜로이드 실리카가 결정화 된 후에 하게 되면, 부식성의 세척액을 사용하여 결정화 층을 제거해주어야 한다. 이 세척액의 일반적인 성분은 Ammonia (NH<sub>4</sub>OH)의 Hydrogen peroxide의 혼합물이다.

Note: 세척액으로 사용되는 Ammonia (NH<sub>4</sub>OH)의 Hydrogen peroxide의 혼합물은 Copper와 Copper 합금과 반응 및 부식시킬 수 있으므로 사용에 있어 주의한다.

## 6.2 ALTERNATIVE POLISHING TECHNIQUES

일반적인 Polishing 기술로는 좀처럼 잘 Polishing 되지 않는 재료들이 종종 있다. 매우 낮은 온도에서 재결정 및 얼룩이 발생하는 연질재료 등이 여기에 속한다. 이와 같은 재료들이, 적절하게 Polishing 되지 않을 경우, 잘못된 미세조직적 특징을 나타낼 수 있다. 이와 같이 까다로운 재료들 다루기 위해서, 몇 가지 Polishing 기술들이 개발되어 사용되고 있다. 다음의 3가지 Polishing 기술들이 이에 속한다.

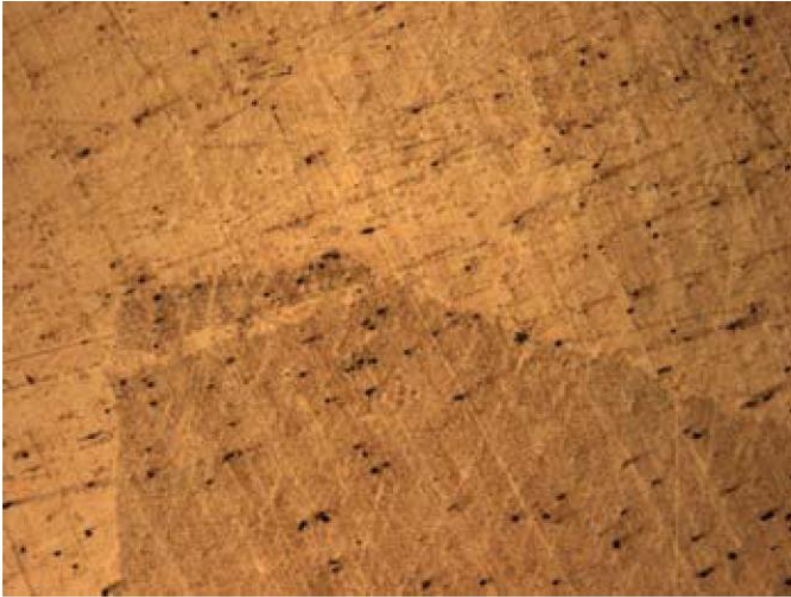
1. Electrolytic polishing(전해 연마)
2. Attack polishing(공격성 Polishing)
3. Vibratory polishing(진동 Polishing)

### 6.2.1 Electrolytic Polishing

기본적으로, 전해연마는 전기화학적으로 시편을 부식하는 원리를 가진다. 본 내용은 Chapter 7에서 더 상세히 소개하도록 한다.

### 6.2.2 Attack polishing

연마재가 쉽게 박히거나 연마 시 잘게 부스러지는 재료의 경우, Attack polishing이 매우 유용한 방법이 된다. 이 방법은 연마와 폴리싱 공정 사이에 한 단계 및 두 단계의 부식 공정을 포함하고 있다. 예를 들어, Tin 재료는 매우 연질의 재료로서 부스러진 SiC 연마재가 쉽게 박히는 재료로 알려져 있다 (Figure 6-12a). 이와 같이 까다로운 재료를 준비하기 위해서는 SiC 각 Grit 연마공정 사이에 부식공정을 추가하게 된다 이와 같은 부식공정을 통해 각 연마공정에서 재료내부에 박힌 SiC 연마입자를 제거할 수 있게 된다.( Figure 6-12b). 결과적으로 각 연마공정에서 시편 표면에 박힌 SiC 연마입자는 다음 연마공정으로 넘어가기 전 제거된다. 이 부식 폴리싱 공정에서 중요한 것은, 화학적 부식액은 해당 재료의 표준 부식액을 사용하거나 공격성이 덜한 부식액을 사용해야 한다. 시편을 실제 미세조직을 보기 위해 부식시키는 대신에 시편 표면층을 녹여서 박힌 연마알갱이를 빼내는 것이 중요하므로, 본 목적을 위한 부식공정은 일반적인 부식시간보다 길게 유지하며 더 공격적으로 표면을 부식시킬 수 있는 방법을 사용한다.



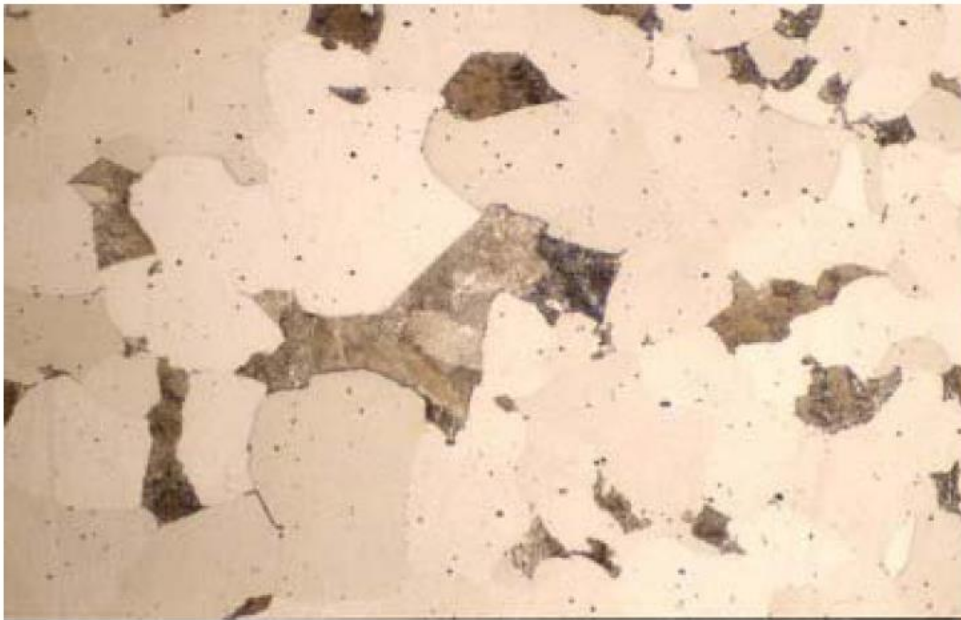
**Figure 6-1 2a** Tin with embedded abrasives, mag. 50X.



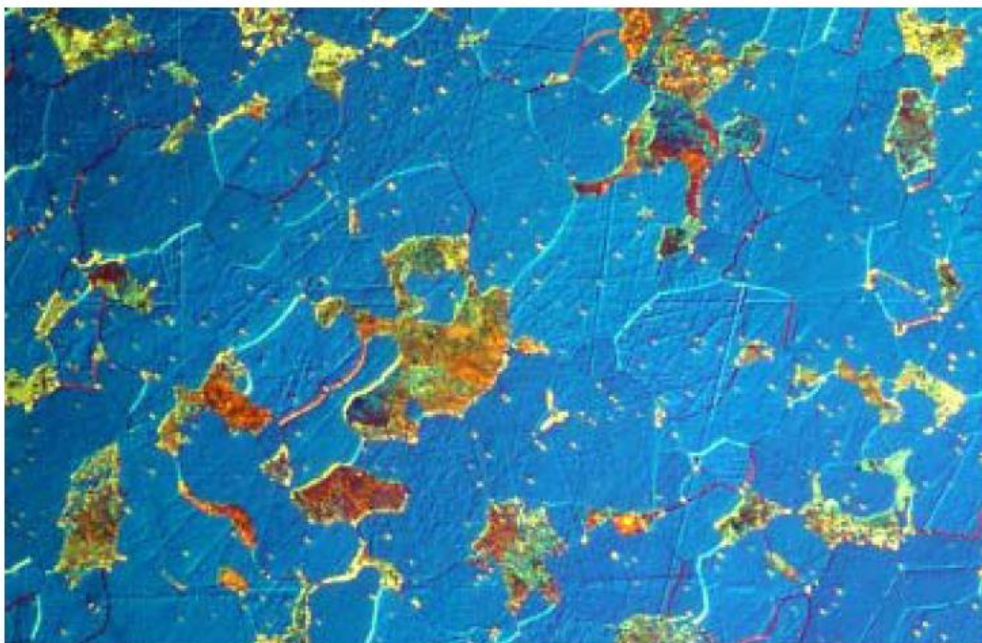
**Figure 6-12b** Tin after attack polishing with 2% Nital, mag. 50X.

### 6.2.3 Vibratory polishing

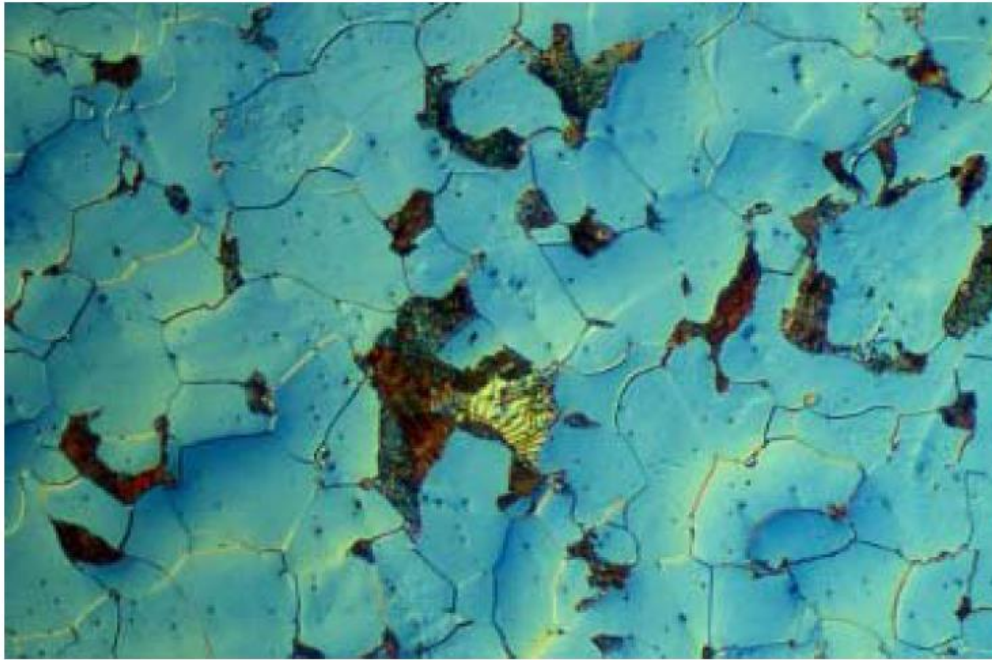
다른 한가지 방법에는 일반적인 표준 연마재를 사용하는 진동 폴리싱이 있다. 이 방법에는 진동을 생성시키기 위해 스프링과 모터를 사용한 장비를 사용하게 된다. 본 장비를 사용하면, 시편에는 진동의 특정 세기가 전달되며, 스프링의 각도에 의해 시편은 회전하는 기능을 연출할 수 있다. 진동 폴리싱은 변형이 매우 적게 가해지는 폴리싱 기법으로 알려져 있으나 폴리싱 속도가 매우 느리므로 재료에 따라 수일에서 수주에 걸쳐 진행되는 경우도 발생한다. 그림 6-13b와 6-13c의 비교를 통해, 진동 폴리싱의 효과를 확인할 수 있다.



**Figure 6-13a** 1018 Steel, standard polishing, 400X B.F., etchant 2% Nital, mag. 400X.



**Figure 6-13b** 1018 Steel, standard polishing, 400X DIC., etchant 2% Nital, mag. 400X.



**Figure 6-13a** 1018 Steel, vibratory polishing, 400X DIC, etchant 2% Nital, mag. 400X.

### 6.3 FINAL POLISHING 문제점 해결 가이드

Final polishing 후에 일반적으로 확인되는 문제점들을 나열하였다.

Table XXI. Final Polishing Troubleshooting

현상	원인	대응책
Scratches	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 연마재 오염 및 불순물</li> <li>- 연마재 박힘</li> <li>- 깨지기 쉬운 Inclusion 및 Particle</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 각 연마공정 사이에 마운팅 몰드와 시편을 초음파 세척기로 세척</li> <li>- 좀 더 단단한 연마재 사용(알루미나 래핑필름)</li> <li>- 폴리싱 패드 교체 및 CMP공정 검토</li> </ul>
Smearing	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 매우 낮은 재결정온도를 갖는 연질금속으로서 가공경화가 일어나지 않아 쉽게 오염되며 이로 인해 미세조직적 특징이 보이지 않음</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Softer Higher napped polishing cloth 사용</li> <li>- 부식 폴리싱 공정 및 전해 연마, 진동 연마 등의 다른 방법 검토</li> </ul>
Comet tails	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 잘게 부스러지거나/ 표면에 박힌 연마입자</li> <li>- 잘 깨지는 성질의 Inclusion</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 좀 더 단단한 연마재 사용(알루미나, 다이아몬드 래핑필름)</li> <li>- 표준 연마재를 사용한 CMP공정을 결합하여 사용</li> </ul>
Embedded Abrasive	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 연질재료 연마 시 연마알갱이 부스러짐과 연마알갱이 박힘 현상</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 알루미나 및 다이아몬드와 같은 단단한 연마재 사용(연마재 고정방식)</li> </ul>
Edge rounding	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 시편의 몸체보다 시편의 모서리가 더 빨리 연마되는 현상</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Woven polishing pad 및 Lapping film 등의 Lower napped polishing pad 사용</li> <li>- 좀 더 단단한 마운팅 레진 사용</li> </ul>
Polishing relief	<ul style="list-style-type: none"> <li>- 서로 경도가 다른 성분이 다른 연마속도로 연마되는 현상</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Harder 혹은 Lower napped polishing cloth 사용</li> <li>- 비 접촉식 Lapping film으로 평탄도 개선</li> </ul>

		- 기계적 연마공정에 <b>CMP</b> 연마공정을 추가
Pull-out	-시편 내 취성 성분 깨짐 및 빠짐	- 세라믹은 <b>CMP</b> 공정으로 처리 - 초기 연마공정에 고운 입자를 사용 - Lapping film 사용
Gaps		
Porosity		
Cracks		
Staining		
Matted finish		
Crystallized colloidal silica on specimen		

### 6.3.1 Scratches

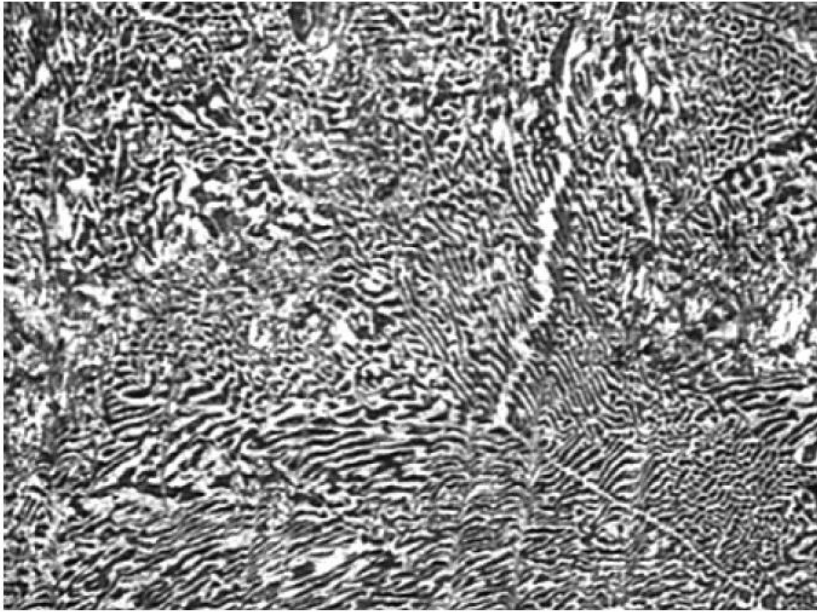
**설명:** 최종 표면에 남아있는 **Scratch**는 이전 가공단계에서 발생한 연마재 때문이거나 시편에 남아있던 게제물 등이 빠지면서 표면을 손상시켜 발생할 수 있다.

**예시:** 매우 연질재료, 예를 들면 58%의 공정조성 Bismuth와 42%에 해당하는 Tin 합금 등이 포함되는데, 이런 재료들은 **Scratch**가 매우 쉽게 생성되며, 표면이 오염되기 쉽다. 또한 연마단계에서 부스러지는 연마알갱이들이 매우 쉽게 박히는 재료이다.

**해결책:** Polycrystalline alumina를 사용한 폴리싱 공정 사이에 2% Nital 부식공정을 추가한다.



**Figure 6-14a** Bismuth-tin alloy prior to polish-etch-polish.



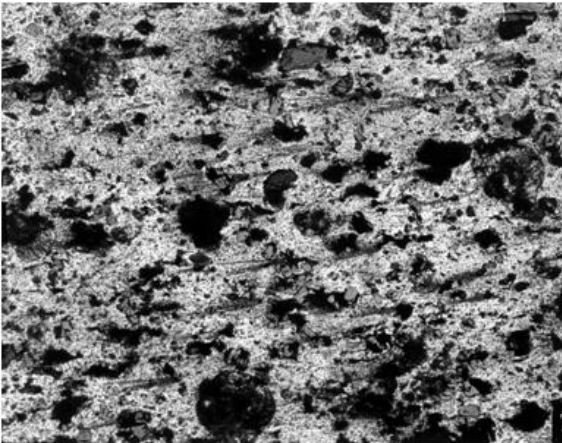
**Figure 6-14b** Bismuth-tin alloy after polish-etch-polish.

### 6.3.2 Smearing

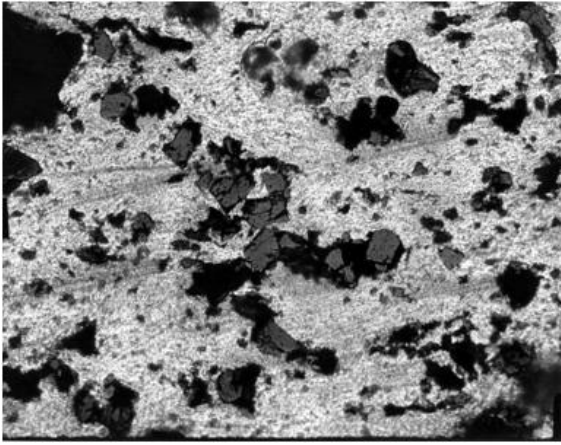
**설명:** 매우 낮은 재결정온도를 갖는 연질재료(Tin Lead, Zinc, Austenitic steel)들은 최종 연마공정과 폴리싱 공정 동안 표면이 오염되기 쉬운 성질이 있다. 이와 같이 오염된 표면이 일으키는 문제점은 실제 존재하는 결함을 잘 안 보리게 하다가 후속 폴리싱 공정 및 부식공정에서나 되어야 결함의 존재를 확인할 수 있다는 점이다.

**예시:** 단단한 성분과 연질 금속이 한 시편 안에 존재하는, MMC 복합재의 경우 단단한 재료를 연마하기 위해 단단한 재질의 폴리싱 천을 사용할 경우 표면오염이 쉽게 발생한다.

**해결책:** 더 부드러운 혹은 Higher-Napped 폴리싱 패드를 사용하거나 폴리싱 동안 윤활유 사용을 증가시킨다.



**Figure 6-15a** Smearing with hard polishing cloth.



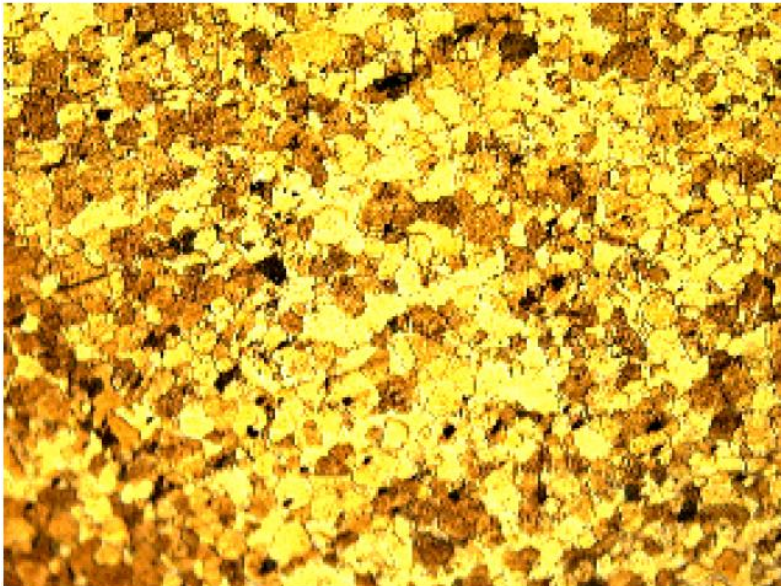
**Figure 6-15b** Smearing significantly reduced with softer polishing cloth.

### 6.3.3 Recrystallization

**설명:** Tin, Lead, Zinc는 상온 이하의 재결정온도를 갖는 재료들이다. 이 의미는 가공경화를 일으키지 않으므로 적합한 방법으로 폴리싱 되지 않을 시 결정립크기 등의 측정에서 잘못된 측정을 유발할 수 있다는 의미이다.

**예시:** Tin 재료는 재결정온도가  $-25^{\circ}\text{C}$ 이다, 그러므로 시편준비에서 재결정화된 입자들은 정확한 미세조직을 확인하기 위해선 반드시 제거되어야 한다.

**해결책:** 재결정화된 표면층을 제거하기 위해 폴리싱-에칭-폴리싱 기법을 사용한다.



**Figure 6-16a** Recrystallized pure tin by standard polishing (fine grain structure).



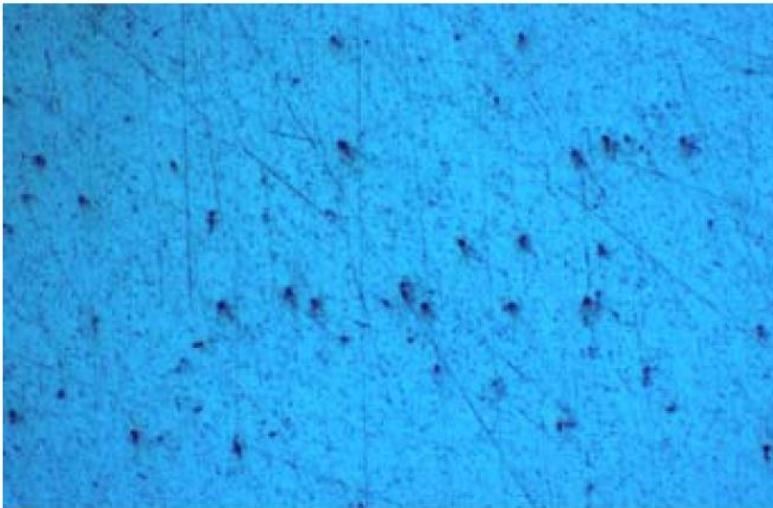
**Figure 6-16b** Large tin grains following attack polishing with 2% Nital.

#### 6.3.4 Comet Tails

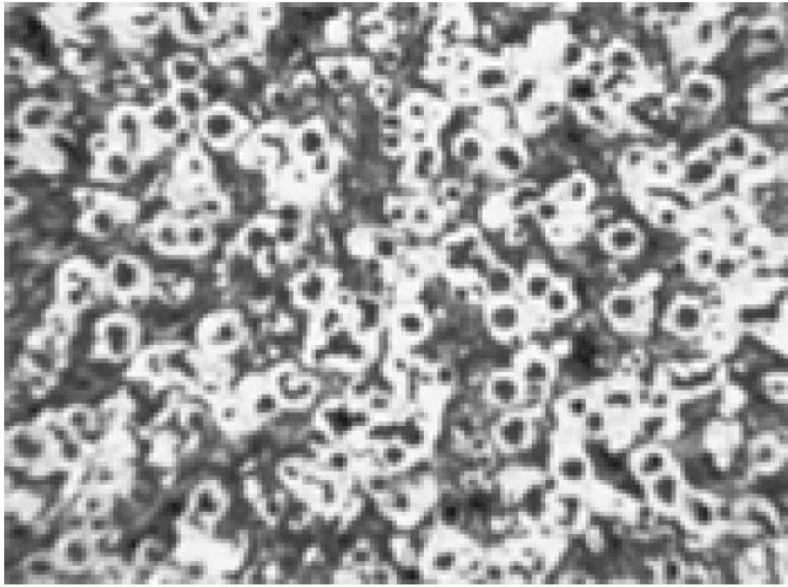
**설명:** Comet tails는 매우 작은 Scratch이며 표면에 박힌 연마재나 시편내에 존재하는 Particle을 기점으로 발생하는 표면결함 중 하나이다. 연질재료의 폴리싱에서 일반적으로 나타나는 현상으로서, SiC 연마재를 사용할 때 주로 발생한다. SiC는 매우 좋은 연마재이기는 하나 쉽게 부서지는 단점이 있다. 연질 재료 중에서도 그 정도가 매우 연질인 재료의 경우, 연마 중 부서지는 SiC알갱이는 표면에 박히기 쉬우며 해당 재료의 본질적인 연마 및 정마 특성을 바꾸어놓기까지 한다.

**예시:** Tin재료는 잘게 부스러진 SiC알갱이가 쉽게 박히는 연질재료이다.

**해결책:** Alumina lapping film을 사용한다.



**Figure 6-17a** Comet tails in soft austenitic steel.



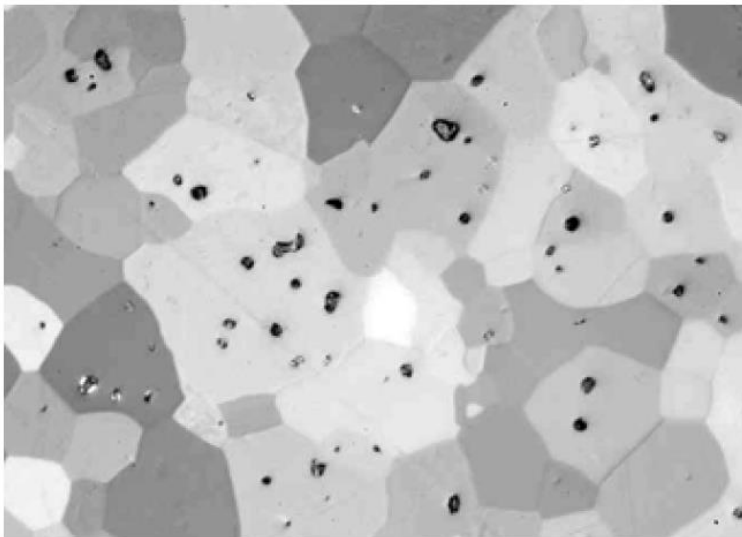
**Figure 6-17b** Retained brittle nodules in cast iron.

### 6.3.5 Embedded Abrasives (연마재 박힘현상)

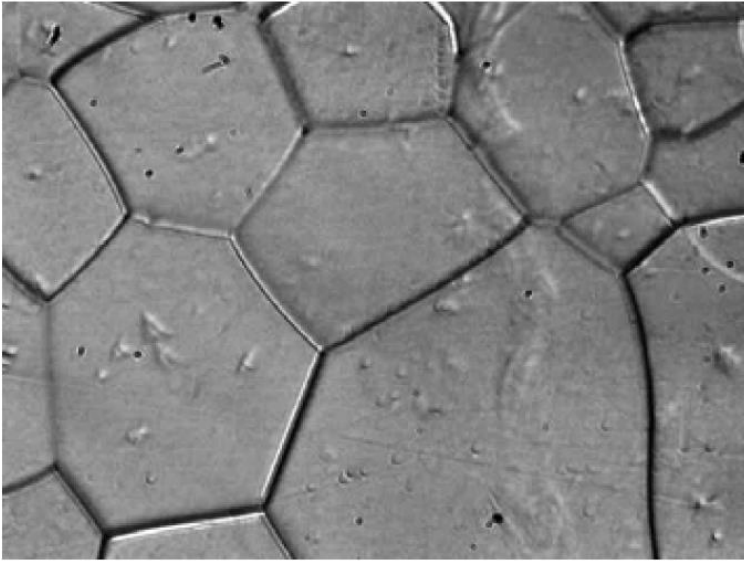
**설명:** 연마재가 일단 박히면 박힌 연마재를 제거하는 데에는 상당한 어려움이 따른다. 이와 같은 현상은 SiC 연마재를 사용하는 연질재료의 시편준비에서 흔하게 발생하는 문제이다.(Rhenium, Niobium, Aluminum, Copper)

**예시:** Rhenium은 연마 중 잘게 부서진 SiC연마재가 쉽게 박히는 연질 재료이다.

**해결책:** Alumina lapping films을 사용한다.



**Figure 6-18a** Embedded SiC abrasives in Rhenium



**Figure 6-18b** Rhenium polished with alumina lapping films (Photo courtesy of Climax Corporation).

#### 6.3.6 Edge Rounding

**설명:** 모서리가 둥글어지는 현상은 시편의 모서리 및 시편의 특정성분이 서로 다른 속도로 연마될 경우 발생하는 현상이다. 이런 현상이 광학 현미경의 고 배율에서 확인될 경우, 시편 전면에 걸쳐 초점을 잡고 촬영하기 어려운 단점이 발생한다.

**예시:** Rhenium이 비교적 단단하지 못한 마운팅레진으로 마운팅되고 Soft high-napped polishing pad를 사용한 진동 폴리셔에서 처리 되었다.

**해결책:** 시편 내에 존재하는 다양한 재료의 연마속도를 평준화하기 위해서 Low-napped polishing pad와 CMP 폴리싱 조건을 사용한다. 또한, 시편의 평탄도를 개선하기 위해선 Lapping film의 사용이 권장된다.



**Figure 6-19** Edge rounding at edge of titanium and mount.

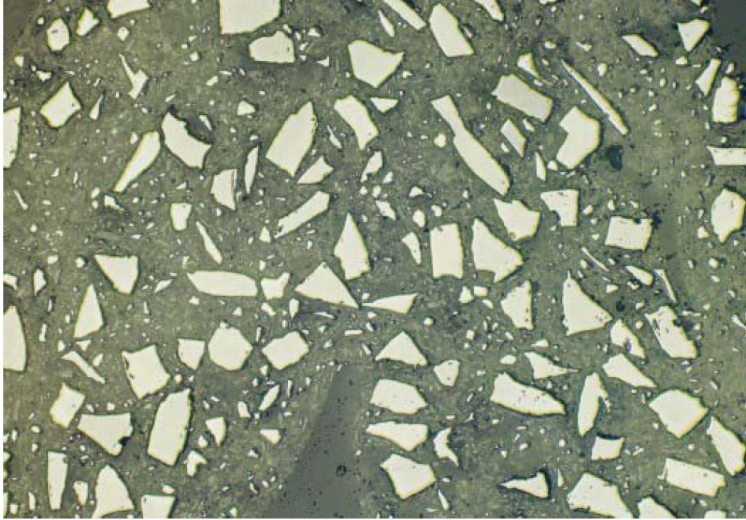
#### 6.3.7 Polishing Relief

**설명:** Polishing relief는 두 가지 및 이상의 성분이 존재하는 시편이 서로 다른 속도에서 폴리싱 될 경우 발생하는 현상이다. 이와 같은 Polishing relief 현상의 영향이 적을 경우, 미세조직적 특성을 더욱 뚜렷하게 확인 할 수 있다. (단, 부식공정이 필요치 않을 경우임)

**예시:** 금속 기지에 SiC particle이 있는 재료의 경우, 약간의 Polishing relief만으로도 시편 표면의 3차원적 현상(SiC particle이 돌출된)을 확인할 수 있는 현상이 발생한다.

**해결책:** Relief를 최소화하기 위해서는, 시편의 강한 성분과 연한성분의 폴리싱 속도를 균형있게 하기 위해 CMP폴리싱 공정을 사용하여 Low-napped polishing pad를 사용한다. Lapping film의 사용은 시편의 평탄도를

보다 개선시킬 수 있다.



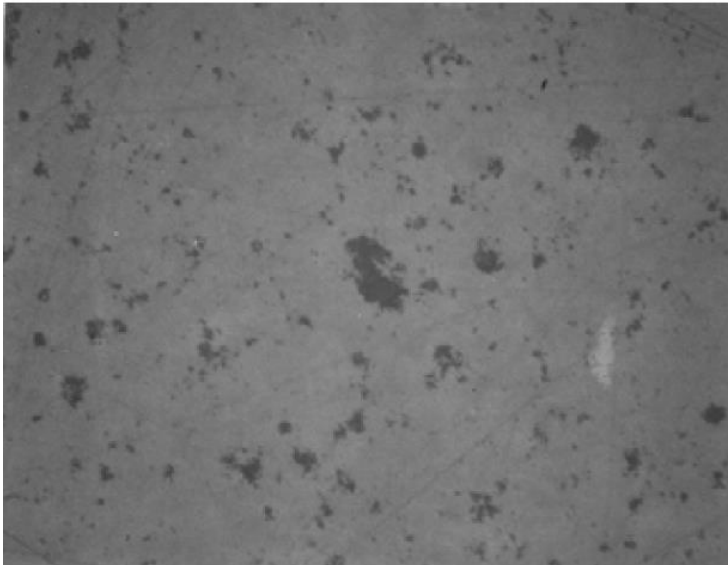
**Figure 6-20** Specimen polishing relief for a SiC filter.

#### 6.3.8 Pull-out

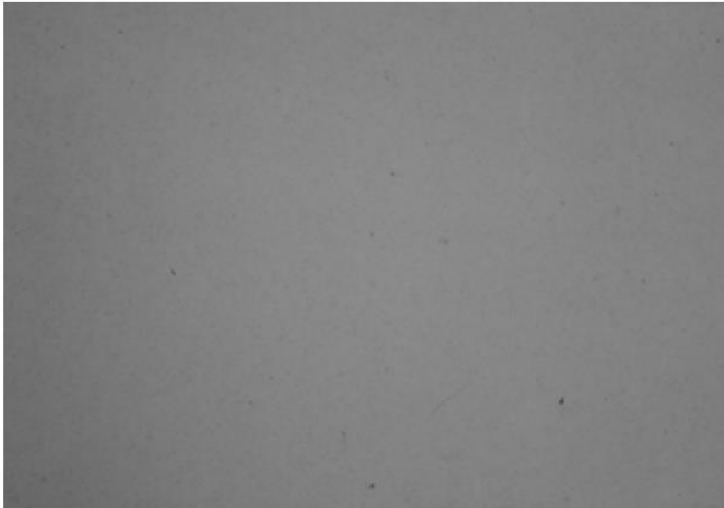
**설명:** Pull-out은 세라믹, 금속, 주철 등의 재료가 폴리싱 중에 해당재료의 특정 입자가 빠지는 현상을 말한다.

**예시:** Silicon nitride는 매우 단단하고 질긴 세라믹 재료로 알려져 있다. 그러나 이런 재료도 다이아몬드로 연마할 경우 특정입자가 빠지는 현상이 발생하며 이로 인해 발생한 표면결함을 제거하기에는 상당한 어려움이 뒤 따른다.

**해결책:** 우선, 절단공정과 평면 연마 시 발생하는 표면손상을 최소화 해야 한다. 세라믹의 경우 CMP 폴리싱 공정을 연출하기 위해 Colloidal silica를 사용한다. 금속재료의 경우, Lapping film 및 Low-napped/woven pad에 Polycrystalline diamond를 사용하여 연마한다.



**Figure 6-21a** Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> polished only with diamond abrasives.



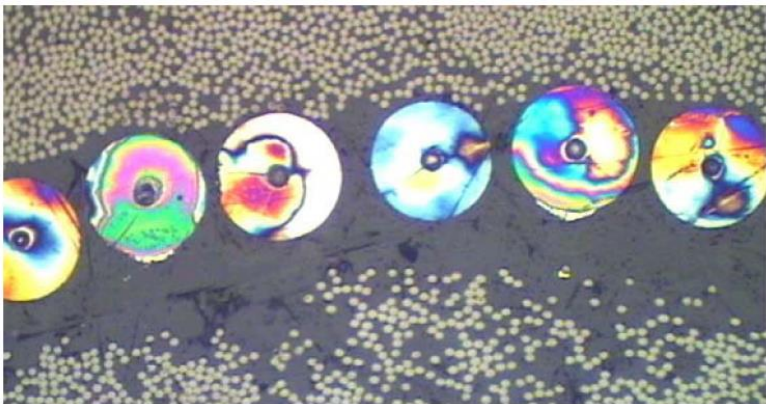
**Figure 6-21b** Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> initially planar ground with diamond, followed by CMP polishing with colloidal silica.

### 6.3.9 Gaps and Staining

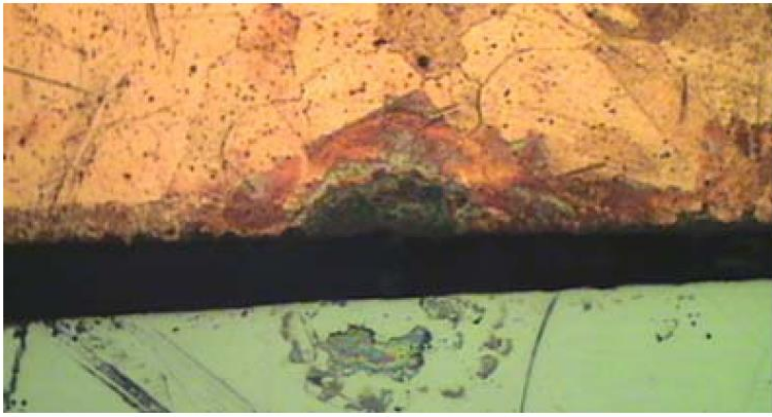
**설명:** Gap은 마운팅 재료와 시편 사이의 틈을 일컫는다. 일반적으로 이와 같은 Gap은 콜드 마운팅 시 레진이 뜨거워졌다가 상온으로 냉각되면서 시편과 레진 사이가 벌어져 발생한다. Gap은 시편과 레진의 수축률 차이로 인해 존재할 수 밖에 없으며, 이와 같은 현상을 피하기 위해서는 진공 콜드 마운팅 장비를 사용하여 레진을 미세한 부분까지 진공의 압력으로 침투시키는 작업이 필요하다. 이와 같이, 세심한 작업이 뒤따르지 않을 경우, Gap과 Void에는 잔여 부식액이나 윤활유가 침투하여 최종 폴리싱된 검경면을 오염시킬 수 있다.

**예시:** 다음 그림은 Gap과 Staining 현상을 나타내고 있다.

**해결책:** 시편 모서리 부분의 Gap현상을 줄이기 위해서는 마운팅 공정을 개선해야 한다, 내부의 Void와 Gap에 압력으로 레진을 충전시킬 수 있는 진공 마운팅 장비를 사용하고, 알코올성 세척액으로 시편을 초음파 세척하며 진공상태에서 시편을 건조한다.



**Figure 6-22a** Boron-graphite golf shaft, stained.



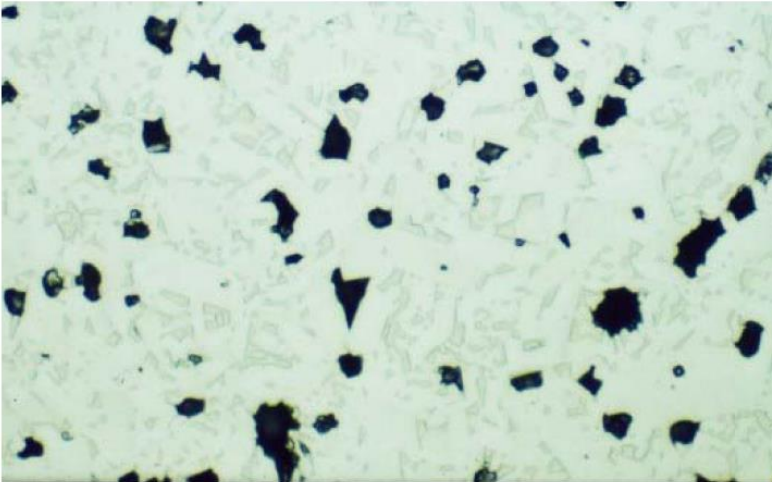
**Figure 6-22b** Gap and stain in copper/stainless steel weld.

#### 6.3.10 Porosity and cracks

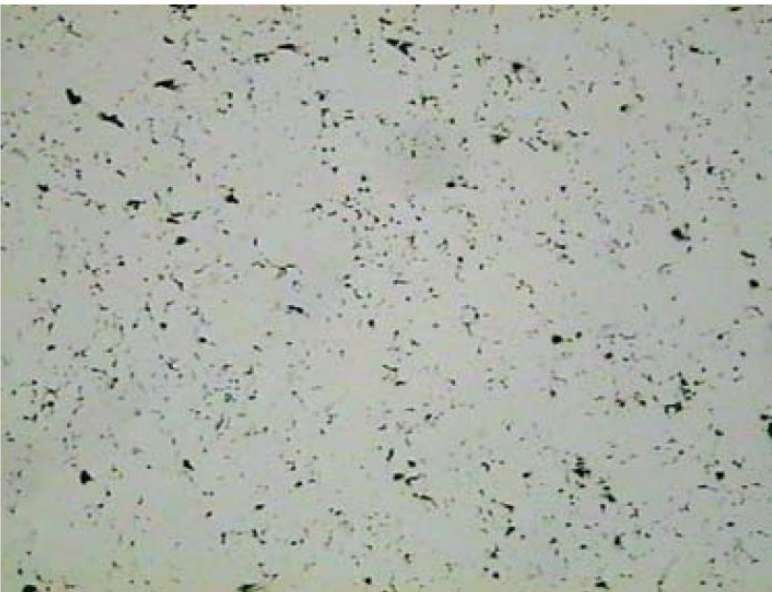
**설명:** 세라믹, 분말야금금속, 용사코팅 재료 등은 다양한 크기의 Porosity를 함유한 재료들이다. 잘못된 시편준비절차방법은 Pore와 Crack의 모서리를 둥글게 하므로 표면분석에 잘못된 영향을 끼칠 수 있다.

**예시:** 다음 그림은(Figures 6-23a, 6-23b) 세라믹과 분말야금금속에 존재하는 Porosity를 보여주고 있다.

**해결책:** Porosity의 모서리 보존을 위해 Low-napped polishing pad를 사용한다.



**Figure 6-23a** Cordierite ceramic with sharp pore edges for correct pore size analysis.



**Figure 6-23b** Powder metallurgy porosity for sintered iron specimen.