TEM을 이용한 분말 시료의 역동적 가열실험법 연구

김윤중, 정종만, 이영부, 이수정
기초과학지원연구소 중앙분석기기부

투과전자현미경 내에서의 가열실험은 고진공도와 고정밀도를 요구하는 장비에 결정적 손상을 초래할 수 있는 위험성을 가지고 있어 충분한 사전 지식과 대비가 필요하다. 특히 분말시료는 직접적인 시료장착이 불가능하여 grid 위에 시료를 띄우거나 고온 실험용 epoxy에 시료를 포매(embedding)하여 실험을 수행해야 하기 때문에 이러한 보조물들이 실험에 미치는 영향을 정확히 파악하는 것이 장비를 보호하고 실험을 성공적으로 수행하는데 필수적인 요소이다.

본 실험에서는 영국 Oxford사의 2-Tilting 가열 시료지지대(1000℃)와 미국 Gatan사의 1-Tilting 가열 시료지지대(1300℃)를 이용하였다(Fig. 1). 분말시료로는 자연산 kaolinite($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$)를 사용하였는데 사용된 시료의 특성, 실험 조건 및 가열에 의한 상전이 과정은 일반 furnace 가열실험을 통해 자세히 파악되고 기술되었다. 전자현미경 내의 실제 가열온도는 일반 furnace를 이용한 실험 결과와 비교함으로써 온도의 신뢰도를 추정하였다.

실험 결과는 아래와 같이 요약할 수 있다. (1) 가열실험의 위험 요소로는 EDS 등 주변 기기의 손상; TEM column의 오염 및 시편과 시료지지대의 시편 장착 부분과의 용접을 대표적으로 들 수 있다. 시편의 성분이나 상태 등의 사전 점검과 가열 속도의 조절 및 가열 시 진공도의 지속적인 점검이 필요하다. (2) 분말 시료의 가열실험에서 상업용 Cu-grid를 사용했을 경우 약 600℃ 이상의 가열에서는 시료 표면과 탄소 지지막에 미립의 결정(Cu)들이 부착됨이 관찰되었다(Fig. 2). TEM에 내장된 bakeout 기능을 이용하여 가열 전 column을 bakeout한 결과 이러한 현상을 크게 줄일 수 있었다. 1000℃ 이상의 고온 실험에는 Mo-grid를 이용하여 시편을 준비하는 것이 필요하다. (3) 가열 반응에 필요한 충분한 시간을 부여하는 것과 한 온도 구간에서 얇은 시편과 두꺼운 시편을 고루 관찰하는 것이 중요하다. (4) 다양한 방향에서 시편을 관찰하기 위해서는 고온용 epoxy로 시료를 embedding 해야 하는데 이런 경우 가열 시 epoxy의 유동을 피하기는 어렵다. 고온에 잘 견디면서도 화학적으로도 안정된 탄소

(혹은 graphite)나 그 화합물을 epoxy로 이용하거나 epoxy를 첨가하지 않고서도 분말의 접착성을 증가시킬 수 있는 방법을 찾는 노력이 요구된다.

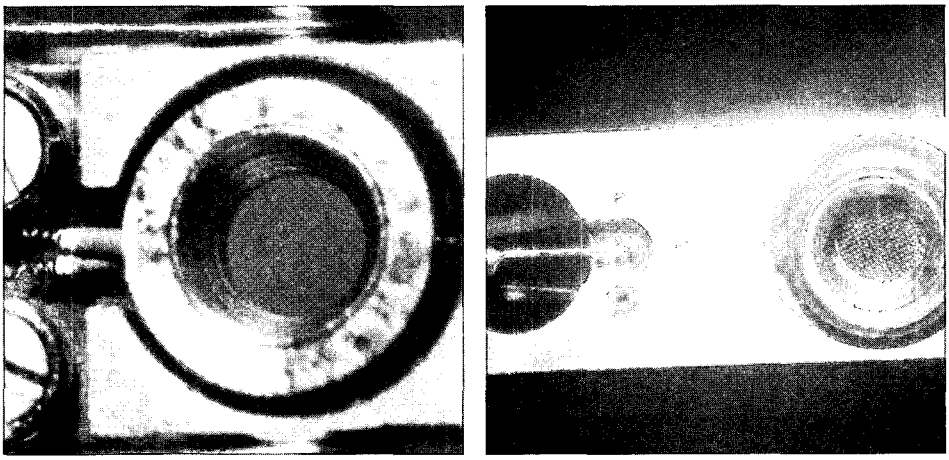

Fig. 1. Specimen loading parts of a 2-Tilting heating holder (left, Oxford) and a 1-Tilting heating holder (right, Gatan).

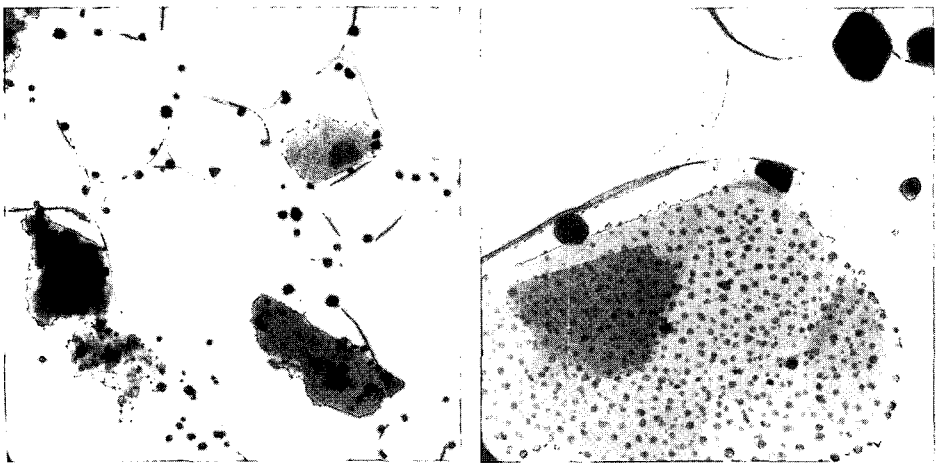

Fig. 2. Cu precipitates on the film (left) and the specimen (right) during the in situ TEM heating experiment.