

## Albite의 ordering에 대한 TEM의 SADP 및 CBED 연구

이영부<sup>1</sup>, 김윤중<sup>1</sup>, 이정후<sup>2</sup>

<sup>1</sup>기초과학지원연구소 중앙분석기기부(yblee@kbsi.re.kr); <sup>2</sup>전북대학교 지구환경과학과

### 1. 서론

Albite는 성분의 변화와 생성온도의 차이에 따른 Si-Al의 order-disorder의 변화가 cell parameter의 변화를 수반한다. 그 동안 미세한 구조적 변화를 이용한 장석의 연구는 광학현미경과 XRD를 이용하여 연구되어져 왔으나 광물의 크기가 미세하고 또한 부분적인 변화를 자세히 알기 위해서는 TEM을 이용한 구조연구가 필수적이다. TEM을 이용한 알칼리 장석의 구조에 대한 체계적인 연구의 일환으로 EF-TEM의 SADP와 CBED를 이용하여 Low-albite와 High-albite에 대한 3차원적 구조를 연구하였다.

### 2. 연구 및 실험방법

SADP와 CBED를 이용하기 위해서는 원하는 방향을 찾는 것이 매우 중요하지만 삼사정계의 구조를 가지는 장석 광물은 원하는 방향을 찾기가 매우 어렵다. 구조연구에 주로 이용되는 방향은 Pericline Twin의 방향관찰이 용이한 [010] 방향, 성분변화를 민감하게 반영하는 [100]방향 그리고 ordering에 대한 변화가 잘 나타나는 [001]방향과 [102]방향을 들 수 있다. 이번 연구에서는 주로 [001]방향과 [102]방향에 대한 정보를 이용하였는데 powder시편을 제작하여 관찰하면 가장 빈번히 나타나는 방향이 [001]방향과 [010] 방향이며 [102] 방향은 [001]방향으로부터 쉽게 찾을 수 있다. [001]방향은 장석의 TEM관찰에서 가장 좁고 선명하게 나타나는 0.6nm 이상의 Kikuchi line 3개가 서로 120°를 이루며 겹치면서 특징적으로 정육각형의 도형을 이루기 때문에 쉽게 판단할 수 있다. 그리고 [102] 방향은 [001] 방향에서 [020] Kikuchi line을 따라 약 30° tilting하면 나타난다. [001]방향에서  $\gamma^*$  측정하였으며 [102] 방향에서는  $\gamma$  방향의 정보를 그리고 [-416]방향에서는 CBED관찰을 수행하였다.

### 3. 결과

[001] 방향에서 관찰되는 SADP 도형에서의  $\gamma^*$  측정값과 (220)면과 (2-20)면의 면간거리를 비교한 결과와 [102] 방향에서 측정한 (020)면과 (102)면사이의 각 그리고 (221)면과 (221)의 면간거리의 차는 Table 1에 나타내었다.

[-416]방향 근처에서 관찰되는 CBED 도형에서 나타나는 각종 HOLZ line은 미세한 구조 변화에 민감하게 나타나며 구조변화를 쉽게 구분할 수 있다 (Fig. 1).

### 4. 결론 및 토의

장석에 대하여 TEM의 CBED를 이용한 연구를 위해서는 전자 beam에 의한 시료손상을 최소화하기 위하여 냉각시료지지대의 사용이 필수적이다. 관찰시 온도는 낮을수록 유리하지만 지지대의 냉각 능력을 고려하여 -150°C에서 주로 작업을 진행하였다. 원반의 결침, 시료의 손상, 선명한 HOLZ line 의 조건 그리고 투과 심도 등을 고려할 때 장석에 대한 CBED 관찰의 최적조건은 120keV, 37um C3 aperture, 25 - 50nm beam size 그리고 3초의 노출시간으로 진행하였으며 slow scan CCD camera를 이용하여 기록하였다.

CBED 도형에서 나타나는 HOLZ line의 변화를 이용하여 구조의 변화를 측정하기에는 [001] 방향과 [102]방향에서 직접 관찰하는 것이 가장 유용할 것으로 예상된다. 그러나 이러한 저지수 방향들은 면간거리가 넓어서 역격자 공간으로 표현되는 CBED 도형은 disk들이 서로 겹치며 HOLZ line 이 외에 Kikuchi line이 나타나 상을 교란하기 때문에 이용하는데 난점이 있다. 특히 0.6nm 이상의 Kikuchi line이 3개가 겹치는 [001] 방향의 CBED 도형은 이용이 아예 불가능하며 [102] 방향도 이용이 어렵다. 이를 해결하고자 [102] 방향에서 [221] Kikuchi line을 따라 [112] 방향으로 6.7 ° tilting하여 나타나는 [-416] 방향은 이러한 어려움은 대부분 해소되었으나 역시 [221] Kikuchi line에 의한 도형의 교란이 심하여 최적의 도형을 얻을 수 없었다. [-416]방향에서 [221] Kikuchi line 방향과 직교하는 방향으로 0.6 ° tilting하여 얻은 도형에서는 장석의 ordering에 의한 변화를 쉽게 인지할 수 있는 결과를 얻었다. 또한 이외에도 [-325], [-214] 등의 방향에서도 변화를 인지할 수 있으며 그 외에 많은 방향에서 구조의 변화가 인지 될 것으로 예상된다. [-416]방향에서 0.6 ° tilting하여 얻은 도형에서는 (6 -11 6), (-7 9 -6), (-5 11 -5), (1 15 -3), (8 7 4) 그리고 (4 -13 5)면의 line들이 변화가 인지되었으며 이들 line의 변화 조합은 intermediate albite의 인지에 매우 유용할 것으로 여겨진다.

Table 1. The measured value of diffraction pattern on two albites.

	$(200) \wedge (0-20)$ ( $\gamma^*$ )	$(020) \wedge (102)$ ( $\gamma$ )	$(220)/(2-20)$	$(221)/(2-21)$
Low-albite	90.03(01)	87.36(01)	1.0063(55)	0.9636(75)
High-albite	88.25(00)	90.06(00)	0.9698(01)	1.0011(02)
	1.78	2.7	0.0365	0.0375

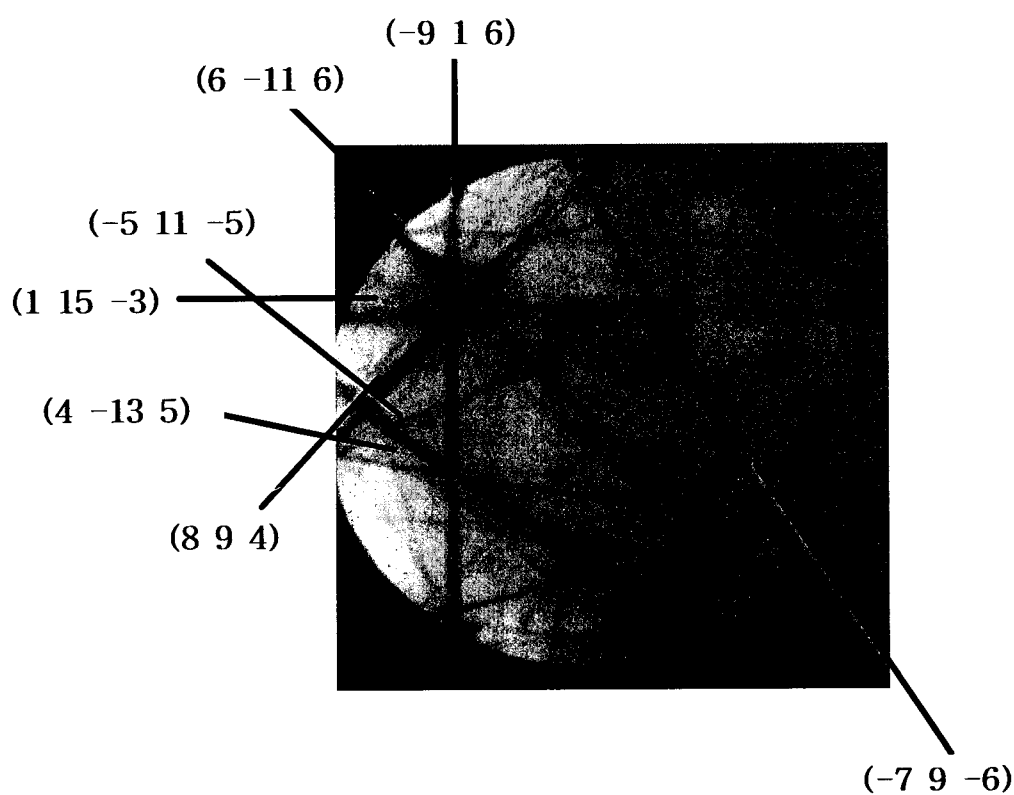


Fig. 1. CBED pattern of 0.6 ° tilting the  $[-4\ 1\ 6]$  direction on Low-albite