

첨정석 구조상의 결정구조에 관한 고찰

HVEM Evidence for a Structure of the Spinel-Type Phase in Kaolinite-Mullite Thermal Reactions

이수정¹, 서원선¹, 주형태²

¹요업기술원 신뢰성평가분석센터

²한국해양연구원 해양환경·자원연구본부

1. 서언

카올리나이트를 가열하면 메타카올리나이트, 첨정석 구조상을 거쳐 물라이트와 크리스토팔라이트로 상전이된다. 1959년 Brindley와 Nakahira는 단결정 카올리나이트의 X-선사진 분석결과를 바탕으로, 그 이후에 이루어진 수많은 다른 연구결과에도 불구하고, 가장 주목할 만한 추론과 제안을 발표한 바 있다. 메타카올리나이트에서 물라이트로 가는 중간상인 첨정석 구조상의 결정구조는, 이 상전이 반응의 가장 큰 난제로 남아있다. 에너지여과 투과전자현미경을 이용하여 얻은 최초의 전자회절도형 분석으로 상전이 경로 등이 새롭게 밝혀졌음에도 불구하고[1], 메타카올리나이트의 층 사이사이에 생성되어 첨정석 구조상 만의 결정학적 정보를 얻어내기에는 사실상 불가능하기 때문이다. 본 연구에서는 첨정석 구조상의 결정구조에 관한 기존의 연구결과와, EF-TEM 및 HVEM에서 얻어진 결과를 바탕으로 첨정석 구조상의 결정구조를 고찰하고자 하였다.

2. 실험방법

카올리나이트 시료는 전기로에서 920℃에서 3시간 가열된 후 자연냉각시켰다. 에탄올과 시료의 혼합액에 분산제인 Darvan-C를 5vol% 첨가하여 분산시킨 후 holey carbon film이 입혀진 Cu grid에 얹어 관찰하였다. 얻어진 고분해능 영상은 Digital Micrograph 프로그램을 이용하여 분석하였다.

3. 첨정석 구조상에 대한 결정학적 정보

고분해능 이미지의 푸리에변환 결과 얻어진 diffractogram에서 얻어진 면간거리와 회절점 사이의 각도는 그림 1과 같다. Brindley와 Nakahira(1959)는 카올리나이트의 b축 둘레에서 촬영한 X-선사진에서 5.6-5.7Å, c^{*}축 방향에서의 6.8Å의 주기성을 보고하고 이 값들로부터 격자상수 a=~7.9Å인 입방체구조의 첨정석 구조상을 제안하였다(그림 2). 그러나 그림 2에서 나타낸 바와 같이 이미 물라이트가 생성되어 회절환들이 관찰

되는 점으로 볼 때 5.6-5.7Å의 주기성은 물라이트의 (110)면의 면간거리일 가능성을 배제할 수 없다. 메타카올리나이트의 저면 방향에서 확인되는 침정석 구조상의 면간거리는 약 2.4Å과 1.3-1.4Å이며, 이러한 결과로부터 가능한 침정석 구조상의 결정구조를 고찰하였다.

References

[1] Lee, S., Kim, Y. J., Moon, H.-S. J. Am. Ceram. Soc., 82 : 2841-48. 1999.

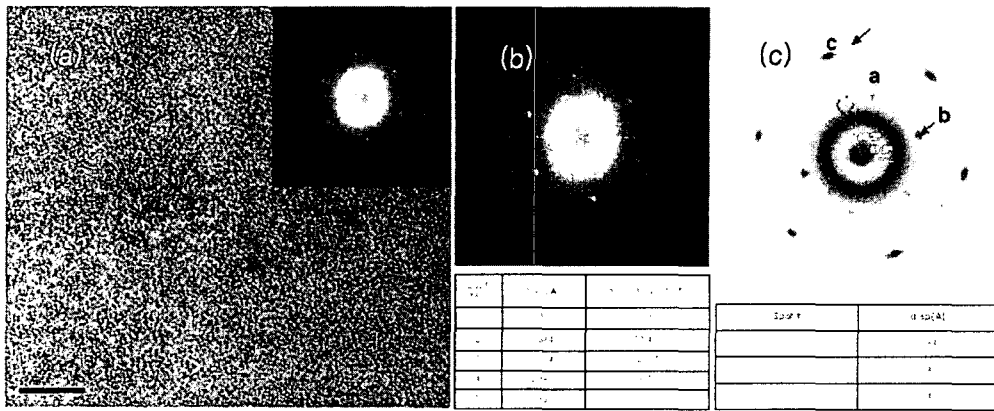


Fig. 1. (a) HVEM image of the spinel-type phase of the 920°C-heated kaolinite and (b) the FFT of (a). (c) SAED pattern of the same specimen using EF-TEM.

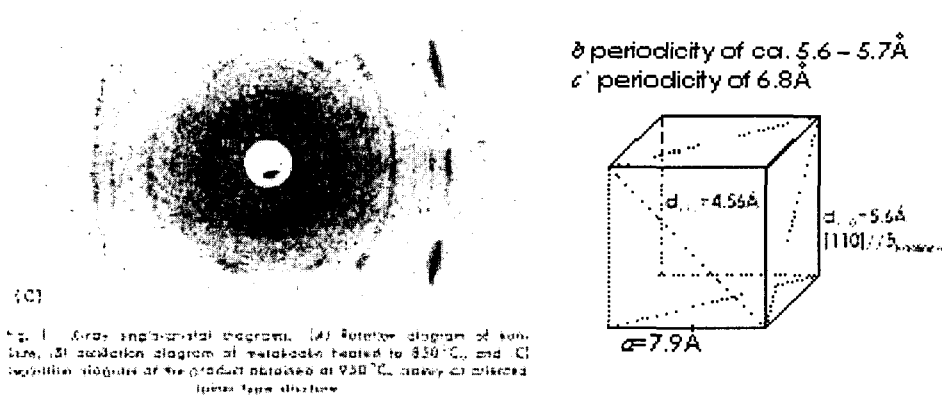


Fig. 2. X-ray single crystal photograph and in its orientation relative to kaolinite in Brindley and Nakahira (1959).