

HVEM을 이용한 카올리나이트의 상전이 연구

이수정¹⁾, 김윤중²⁾, 김영민²⁾, 김진규²⁾, 서원선¹⁾, 주형태³⁾

1. 서 론

가열에 의한 카올리나이트의 상전이 반응은 Brindley와 Nakahira(1959)에 의한 새로운 반응메커니즘 제안 이래 논란이 되어왔다. 이 중에서 침정석 구조로 알려진, 10nm 내외 크기의 미세 결정질상은 물라이트의 결정성장과 함께 분해되는데, 이 상의 결정구조와 화학 조성은 아직 명확하게 밝혀지지 않고 있다. 에너지여과 투과전자현미경을 이용하여 얻은 최초의 전자회절도형 분석으로 카올리나이트-물라이트의 상전이 경로 등이 제안되었으나, EDS 분석 결과만으로는 이 상이 γ -alumina인지 혹은 Al-Si Spinel인지 밝히기에 부족하였다(Lee et al., 1999). 따라서 본 연구에서는 카올리나이트-물라이트의 상전이 반응 과정에서 나타나는 침정석 구조상의 결정구조를 밝히기 위하여, 고각기울임 시료대가 갖추어진 1,250kV의 초고압투과전자현미경을 이용하여 ex-situ 가열시료에서 침정석 구조상의 고분해능 영상 촬영을 시도하였고, 동시에 전자선 조사효과를 알아보았으며, 상온 시료를 가지고 역동적 가열실험을 수행하였다.

2. 연구방법

카올리나이트 시료는 전기로에서 각각 900, 920, 940°C에서 가열된 것으로, 에너지여과 투과전자현미경 분석결과 900°C에서는 메타카올리나이트상만이, 920°C에서는 메타카올리나이트와 침정석 구조상이, 940°C에서는 메타카올리나이트, 침정석 구조상과 물라이트의 세 상이 공존하고 있다. 에탄올과 시료의 혼합액에 분산제인 Darvan-C를 5vol% 첨가하여 분산시킨 후 holey carbon film이 입혀진 Cu grid에 얹어 관찰하였다. 전기로에서 가열한 세 시료에 대한 전자선 조사효과를 1시간에 걸쳐 관찰하였으며, 역동적 가열실험을 승온속도 10°C/min으로 1,000°C까지 수행하였다. 얻어진 고분해능 영상은 DigitalMicrograph 프로그램을 이용하여 분석하였다.

3. 본 론

920°C 가열시료의 고분해능 영상은 비정질에 매우 가깝게 보이지만, 침정석 구조상의 존재를 나타내는 가속방대칭의 FFT 결과를 나타내었다 (Fig. 1). 900°C 가열시료에 대한 전자선 조사효과 실험 결과 침정석 구조상의 생성없이 부정방위의 물라이트가 성장한 반면 (Fig. 2(a), (b)), 침정석 구조상이 이미 존재하였던 940°C 가열시료의 전자선 조사효과에서는 기존의 침정석 구조상이 물라이트와 공존하였다 (Fig. 2(c), (d)). 전자선 조사효과 실험 결과 준안정상인 메타카올리나이트 구조는 전자선의 knock-on effect가 메타카올리나이트의 phase stability 보가 커서 그 구조가 붕괴되어 결과적으로 포토택시를 보이며 생성되어야 할 침정석 구조상이 생성되지 못하고 물라이트가 성장한 것으로 가정해 볼 수 있다.

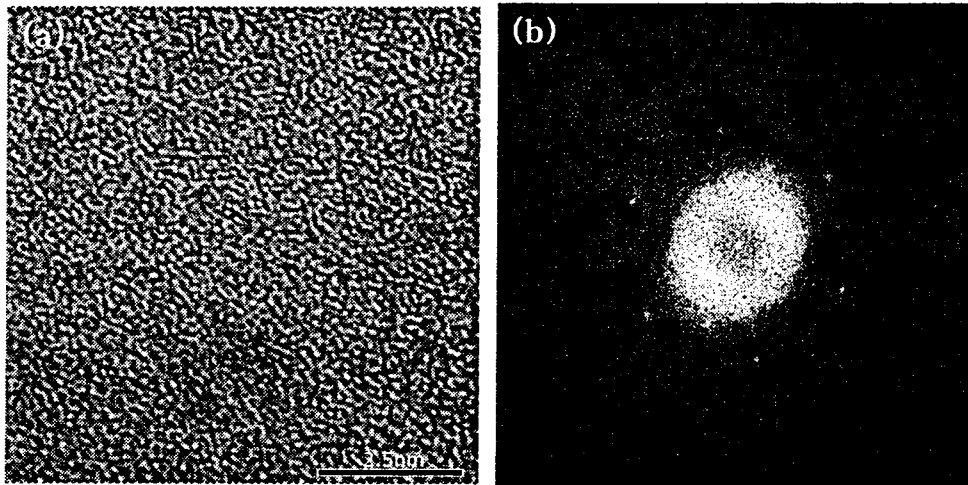


Fig. 1. (a) HVEM image of the spinel-type phase of the 920 °C-heated kaolinite after 40min electron-beam irradiation and (b) the FFT result of (a).

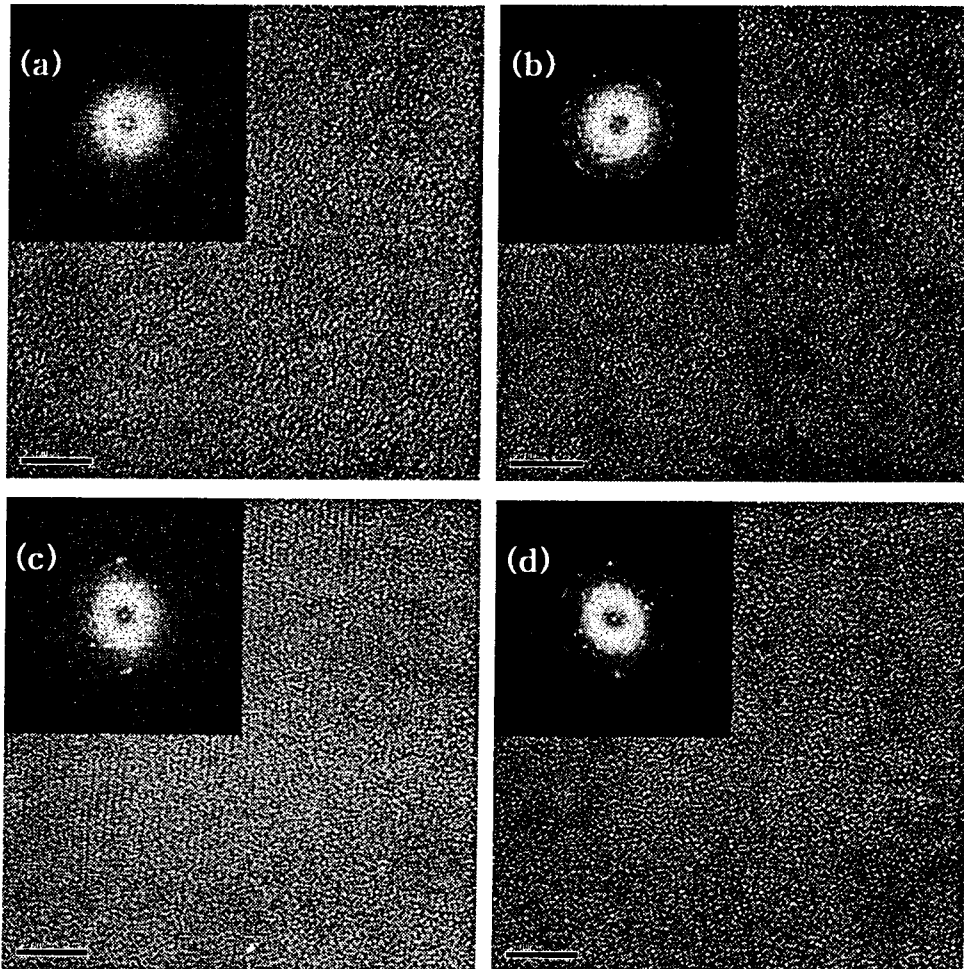


Fig. 2. HVEM images of the 900 °C-heated kaolinite after (a) 3min and (b) 30min electron irradiation. Mullite crystals of randomly oriented are formed without the spinel-type phase. HVEM images of the 940 °C-heated kaolinite after (c) 8min and (d) 30min electron irradiation. The spinel-type phase which is produced in advance of the mullite phase persists with the mullite phase. Insets are the FFT results of each HVEM image.

주요어 : HVEM, 카올리나이트, 침정석 구조상, 고분해능 영상

- 1) 요업기술원 신뢰성평가분석센터 (crystal@kicet.re.kr; wsseo@kicet.re.kr)
- 2) 한국기초과학지원연구원 전자현미경팀 (y-jkim@kbsi.re.kr; mirage91@kbsi.re.kr;
jjintta@kbsi.re.kr)
- 3) 한국해양연구원 해저환경·자원연구본부 (htjou@kordi.re.kr)