

광학 현미경의 투과 모드를 이용한 세라믹스 성형체 관찰

조성재
한국표준과학연구원 물질량표준부
sjcho@kriss.re.kr

1. 서 론

재료의 미세 구조를 관찰하기 위하여 광학현미경 및 전자현미경이 흔히 사용된다. 전자현미경은 분해능이 매우 높기 때문에 광학현미경에 비하여 훨씬 높은 배율로 관찰할 수 있다는 장점이 있다. 전자현미경 중에서도 많이 사용되는 주사전자현미경은 표면을 관찰하기 위한 현미경이고, 투과전자현미경은 재료의 내부를 관찰하기 위한 현미경이다. 광학현미경은, 전자현미경과 비교해 볼 때 분해능이 낮기 때문에 배율이 훨씬 작다. 그러나 재료의 표면뿐만 아니라 빛이 투과되는 재료의 내부까지도 관찰할 수 있다는 장점이 있다.

우리는 보통 표면을 관찰하는 데에 익숙하다. 시편을 연마하여 광학현미경으로 관찰하던가 연마하지 않은 울퉁불퉁한 표면을 주사전자현미경 혹은 배율이 낮은 광학현미경으로 관찰한다. 그러나 시편의 표면만을 관찰하는 것은 재료의 미세구조에 대한 제한적인 정보만을 얻는 것이다. 만일 재료의 내부를 관찰할 수 있다면 미세구조에 관한 훨씬 더 많은 정보를 얻을 수 있다. 투과 전자현미경은 재료의 내부를 관찰할 수 있게 하는 현미경이다. 그러나 장비가 비싸고 시편의 준비가 까다롭다는 문제점이 있다. 또 배율이 매우 높기 때문에 아주 작은 범위의 미세구조 관찰만이 가능하다.

빛이 투과하는 재료의 경우 광학현미경의 투과 모드를 이용하여 내부를 관찰할 수 있다. Fig. 1은 한 예로 알루미나(Refceram)를 관찰한 것을 보여 준다. Fig. 1(a)는 표면을 반사 모드로 관찰한 것이고 Fig. 1(b)는 같은 위치를 투과 모드로 관찰한 것이다. 반사 모드로 표면을 관찰하였을 때에는 Fig. 1(a)에서 보는 바와 같이

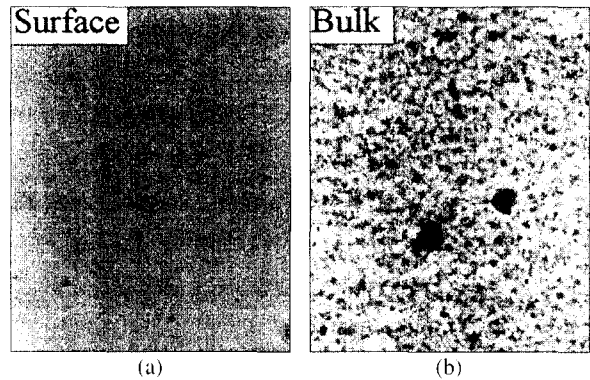


Fig. 1. Microstructures of alumina sintered body(Refceram) observed by (a) reflection mode and (b) transmission mode of optical microscopy.

기공이 거의 없는 것처럼 보이지만, 투과 모드로 내부를 관찰하였을 때에는 Fig. 1(b)에서 보는 바와 같이 기공이 많이 있음을 보여 준다. 이와 같이 투과 모드로 관찰하면 반사 모드로 관찰하여 얻을 수 없는 정보를 얻을 수 있다. 자성 재료를 제외한 많은 세라믹 재료는 Fig. 1에 나타난 알루미나와 마찬가지로 빛에 대한 투과성이 있다. 따라서 광학 현미경의 투과 모드를 이용하면 대부분의 재료에서 내부를 관찰할 수 있다.

한편, 빛이 밀도가 높은 소결체를 투과한다 하더라도 분말이나 성형체는 투과하지 못한다. 그 이유는 빛이 표면에서 반사되기 때문이다. 이에 따라 분말, 과립 및 성형체는 투과 모드로 관찰하지 못하여 왔다. 그러나, 일본 Nagaoka 대학의 Uematsu 교수는 분말, 과립 및 성형체 등 빛이 반사하는 표면을 많이 가지고 있는 시편에 대해서도 광학현미경의 투과 모드를 이용하여 미세구조를 관찰하는 방법을 개발하였다. 이 방법은 적용이 간단하면서도 과립이나 성형체 등 세라믹 공정 단계를 평가

할 수 있는 매우 유용한 도구가 될 것으로 생각되어 소개하고자 한다.

2. 원리

광학 현미경의 투과 모드로 과립이나 성형체 등을 관찰하는 원리를 Fig. 2에 나타내었다. 분말, 과립 및 성형체를 공기 중에서 광학현미경으로 관찰하면 빛이 표면에서 반사하여 내부를 관찰할 수 없다. 빛이 표면에서 반사하는 이유는 공기와 재료의 빛에 대한 굴절률이 서로 다르기 때문이다. Uematsu 교수가 개발한 방법은 시료를 굴절률이 같은 액체 용매에 담가 관찰하는 방법이다. 즉, 재료와 굴절률이 같은 용매 내에 시료를 담금으로써 시료 표면에서 일어나는 반사를 억제함으로써 빛이 투과되도록 하여 내부를 관찰하는 것이다. Fig. 3은 가압 성형한 알루미늄 디스크를 여러 굴절률을 가지는

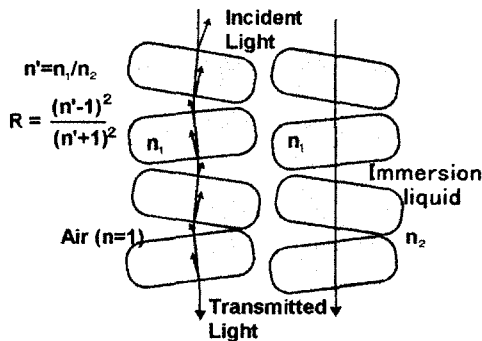


Fig. 2. Reflection and transmission of light. Light reflects at surface in air(left) but can transmit in liquid medium(right).

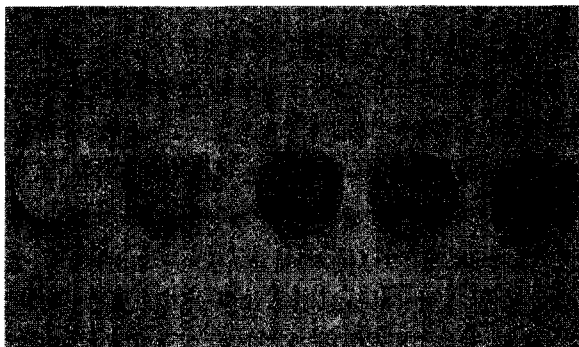


Fig. 3. Alumina green compacts made transparent with various liquids. Note the compact becomes transparent with liquid having refractive index of 1.76.

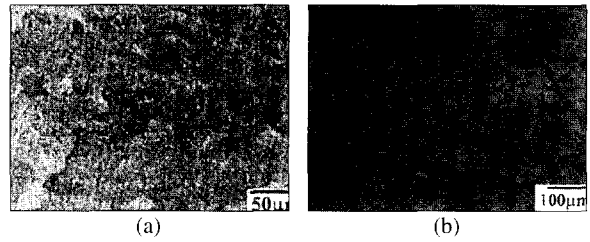


Fig. 4. Observation of alumina a green compact by (a) scanning electron microscope and (b) optical microscope with liquid medium.

액체에 담갔을 때의 빛이 투과하는 것을 보여 주기 위한 것이다. 굴절률이 1.76인 액체에 담갔을 때 빛이 투과하여 밑의 글씨가 선명하게 보임을 보여 주고 있다. 알루미늄의 굴절률도 1.76이다.

3. 적용 예

3.1. 성형체의 관찰

Fig. 4는 과립을 가압 성형하여 만든 성형체를 주사전자현미경과 투과 모드의 광학현미경으로 각각 관찰하여 비교한 것이다. 주사전자현미경으로 관찰하였을 때는 Fig. 4(a)에서 보는 바와 같이 성형이 균일하게 이루어진 것처럼 보인다. 그러나 투과 모드 광학현미경으로 관찰하였을 때는 과립을 단위로 성형이 이루어져 균일하지 않다는 것을 알 수 있다.

3.2. 과립의 관찰

Fig. 5는 과립을 주사전자현미경과 투과 모드의 광학현미경으로 각각 관찰하여 비교한 것이다. 주사전자현미경으로 관찰하였을 때는 Fig. 5(a)에서 보는 바와 같이 일부의 과립에만 덩플이 존재하는 것처럼 보이지만 광학현미경으로 관찰하였을 때는 Fig. 5(b)에서 보는 바와 같이 모든 과립에 덩플이 존재하고 있다는 것을 알 수 있다. 주사전자현미경으로 관찰할 때는 표면과 연결되어 있는 덩플이라 하더라도 방향에 따라 보이지 않을 수 있고 또 과립 내에 완전히 포함되어 있는 덩플은 관찰되지 않으나, 광학현미경으로 관찰하면 모든 덩플들이 관찰된다. 이 덩플들은 분산된 슬러리를 스프레이 드라이할 때 전형적으로 생기는 결함이다.

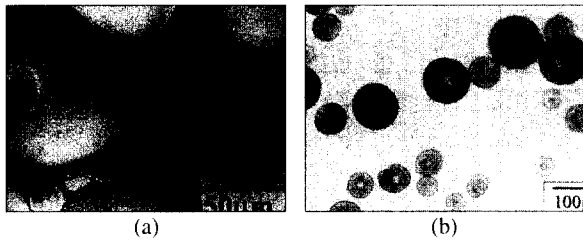


Fig. 5. Observation of spray dried granules of alumina by (a) scanning electron microscope and (b) optical microscope with transmission mode.

3.3. 적외선 현미경

투과 모드로 과립이나 성형체를 관찰하는데 있어서 중요한 것은 먼저 시료와 같은 굴절률을 가지는 액체 용매를 찾는 일이다. 대부분의 재료에 대한 굴절률 데이터는 화학 색인집(chemical index)에 수록되어 있다. 알루미늄의 경우 굴절률은 약 1.76이고 iodomethane이 같은 굴절률을 갖는 액체이다. 한편, 재료에 따라서는 같은 굴절률을 가지는 액체를 찾기가 어려운 경우가 있다. 비슷한 굴절률을 가지는 액체를 사용하여도 선명하게 관찰되지 않을 수 있다. 표면에서 빛의 산란이 일부 일어나기 때문이다. 그런데, 빛의 산란은 빛의 파장이 길수록 그 정도가 줄어든다. 따라서 가시광선보다 파장이 긴 적외선을 사용하면 액체 용매에 대한 선택의 폭이 넓어지게 된다. 물론 파장이 길수록 분해능이 나빠지는 단점은 있다. 그럼에도 파장이 긴 광선을 사용함으로써 액체에 대한 선택의 폭을 크게 하고 또 좀 더 두꺼운 시료를 관찰할 수 있다는 장점이 크기 때문에 적외선을 사용하

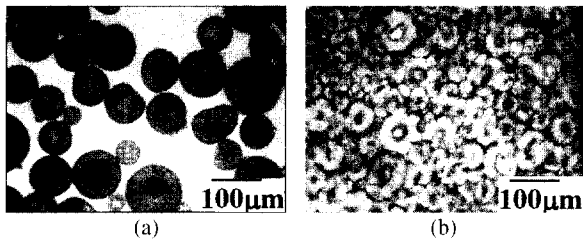


Fig. 6. Observation of (a) silicon nitride granules and (b) their compact by IR microscope with transmission mode.

는 것이 유용할 수 있다. Fig. 6은 적외선 현미경으로 관찰한 질화규소 과립과 성형체를 보여 주는 것이다. 과립에는 덩플들이 존재하고 있음을 보여 주고 있고 이 과립들이 성형체에서 어떤 형태로 존재하는지를 보여 주고 있다. 이러한 양상들은 투과 모드 광학현미경이 아니면 관찰하기가 어려운 것들이다.

4. 결 론

지금까지 광학 현미경의 투과 모드를 이용하여 소결체 뿐만 아니라 과립이나 성형체의 내부도 관찰할 수 있다는 Uematsu 교수의 연구 결과를 간단하게 소개하였다. 전자파를 흡수하는 자성 재료를 제외한 대부분의 세라믹스는 근본적으로 빛을 투과하는 성질이 있으므로 투과 모드를 이용하여 내부를 관찰할 수 있다. 밀도가 높은 소결체에서는 공기 중에서도 투과 모드로 관찰할 수 있으나, 과립이나 성형체와 같이 밀도가 낮아서 빛이 산란되는 표면이 많은 시료에 대하여는 공기 중에서 관찰할 수는 없다. 이러한 과립이나 성형체에 대하여는 시편을 굴절률이 같은 액체 용매 내에 담가서 관찰함으로써 내부를 관찰할 수 있다. 재료의 내부를 관찰하는 것은 세라믹 제조 공정에서 강력한 도구가 될 수 있다. 여기서 간단하게나마 소개한 재료의 과립이나 성형체 등의 내부를 관찰할 수 있는 새로운 기술이 국내에서 많이 활용되어 재료 연구에 도움이 되기를 희망한다.

조성재

- 1985년 KAIST 공학박사
- 1985년 한국표준과학연구원
- 현재 책임연구원