

가열에 의한 Kaolinite의 상분해 연구

김윤중, 이수정*, 이석훈, 정종만

기초과학지원연구소 중앙분석기기부, (*)연세대학교
지구시스템과학과

가열에 의한 kaolinite($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)의 상분해 과정을 연구하기 위해 고순도의 결정질 kaolinite 시료를 air furnace로 720°C까지 가열한 후 주로 에너지여과 투과전자현미경(EF-TEM)을 이용하여 분석하였다. 전자현미분석기(EPMA), X-선회절분석기(XRD), 열시차분석기(DTA) 및 적외선흡수분광기(FT-IR)의 분석도 병행하였다. 또한 상분해 과정을 직접 관찰하기 위해 동일 시료를 TEM 고온시료대를 이용하여 전자현미경 내에서 가열하면서 연구하였다.

DTA 분석에 의하면 kaolinite의 구조수(H_2O)의 분해에 의한 metakaolinite($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)로의 상전이 때 생기는 흡열반응은 약 400°C에서 시작하여 약 650°C에서 끝나는데 550°C에서 정점을 이룬다. 그러나, TEM 관찰에 의하면 상온에서 (001) 벽개면으로 배열된 자형의 kaolinite 시편은 550°C - 630°C - 720°C의 온도로 furnace에서 각각 가열될 경우에도 본래의 형태를 그대로 유지하며, 전자회절도형상 비정질에 기인하는 diffuse ring의 뚜렷한 형성에도 불구하고 특징적인 (001) 점도형이 720°C까지도 어느정도 유지됨을 볼 수 있다. 이는 kaolinite 결정구조의 기본 단위가 되는 SiO_4 사면체의 배열구조가 가열에 의한 구조수의 방출에도 불구하고 고온까지 지탱되고 있음을 시사한다.

TEM 고온시료대를 이용한 전자현미경 내의 직접 가열 실험도 furnace를 이용한 가열 실험과 같은 결과를 보이는데, 400°C 이상의 온도 가열 시에는 시편의 형태에는 변화가 없으나 전자회절도형에서 diffuse ring이 형성되기 시작함을 볼 수 있다. 이 때 시편에서 방출되는 구조수에 의해 경통 내의 진공 상태가 급격히 나빠지며 추가적인 가열 시에도 지속적으로 진공도가 떨어지기 때문에 실험에 제한을 초래한다. 이러한 경우에 대비하여 효과적인 TEM 고온시료대의 사용법을 소개한다.