

## 광학현미경 가열실험대를 이용한 알바이트의 등온가열 실험 연구

### Annealing Experiments of Albite Using Optical Microscope Heating Stage

박 병 규 (Byung-Kyu Park)<sup>1</sup> · 김 용 준 (Yong-Jun Kim)<sup>1</sup> · 김 윤 중 (Youn-Joong Kim)<sup>2,\*</sup>

<sup>1</sup> 전남대학교 지구환경과학과

(Department of Earth and Environmental Sciences, Chonnam National University, Gwangju, Korea)

<sup>2</sup> 한국기초과학지원연구원 전자현미경연구부

(Division of Electron Microscopic Research, Korea Basic Science Institute, Daejeon, Korea)

요약 : 알바이트 분말시료, 박편시료, TEM 시편용 시료를 이용하여 광학현미경 상에서 등온가열 실험을 수행하였다. 시료의 방향성은 광학현미경 및 XRD를 통하여 점검하였으며 TEM의 전자회절도형을 통해 확인하였다. 분말시료의 경우 1030°C-12 hr에서, TEM 시편용 시료는 1060°C-6 hr에서 부분 용융이 일어나며 이 이상의 온도에서는 용융으로 인한 시편두께 증가 및 비정질상으로의 변화로 인하여 알바이트 미세구조의 TEM 영상 획득이 어려웠다. 광학현미경과 TEM의 연계를 통한 알바이트 등온가열 실험 결과 알바이트 tweed 미세구조의 TEM 영상을 얻을 수 있는 최적 조건은 대기압 하에서는 1050°C-12 hr로 파악되었다. 전자현미경 내 직접가열(in situ TEM heating) 실험의 경우 상기한 실험 조건에 비해 고진공 상태임을 고려하면 1050°C보다 다소 높은 온도에서 알바이트 tweed 미세구조를 직접 관찰할 수 있을 것으로 사료된다.

주요어 : 알바이트, 등온가열, 용융, tweed 미세구조

**ABSTRACT** : Annealing experiments on albite powders, thin sections, and TEM specimens have been performed utilizing an optical microscope heating stage. Sample orientations were determined by optical microscope and XRD, and then confirmed by TEM diffraction patterns. Partial melting of samples occurred at 1030°C-12 hr for powder, but at 1060°C-12 hr for TEM specimen. It is difficult to get TEM images of albite microstructures above this temperature due to thickening and the amorphous phase of the melted part. Correlative studies between optical microscopy and TEM indicated that the 1050°C-12 hr annealing in ambient condition was most adequate to observe tweed microstructures in albite through TEM. In situ TEM heating experiments for direct observation of tweed microstructures in albite may require annealing at slightly higher temperatures than 1050°C considering the high vacuum condition inside TEM.

**Key words** : Albite, Annealing, Melting, Tweed microstructure

\*교신저자: y-kim@kbsi.re.kr

서 론

장석 광물은 대부분의 암석 내에 존재하는 천연 광물로서 주로 알바이트(albite), 정장석(orthoclase) 및 아노르싸이트(anorthite)의 단성분과 이들의 고용체로 이루어져 있으며 매우 복잡한 미세구조를 보인다. 이러한 장석에 대한 가열실험은 Kőzu and Endő (1920, 1921), Kőzu and Suzuki (1925)가 X-ray 및 광축각 연구를 시작한 후 많은 연구자들에 의해 수행되었는데 가열 중 나타날 수 있는 장석의 구조적인 변화는 1) 단사정계와 삼사정계 사이의 대칭성 변화, 2) M 원자들의 이온교환 및 3) Si와 Al 원자의 이동 등이 그 주요 원인으로 추정되었다(Laves, 1960; Stewart and Limbach, 1967; Stewart and Ribbe, 1969; Brown, 1967). 이러한 원인들에 의해 나타나는 열적 팽창에 대한 연구는 대부분 가열 혹은 냉각 중에 나타나는 시료의 변형을 직접 측정하는 방법(Saucier and Saplevitch, 1962)이나 XRD를 이용한 격자상수의 변화(Brown *et al.*, 1984)를 통해 이루어졌다.

이들 중 순수한 성분의 알바이트( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ )와 정장석( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ )에서 관찰되는 미세구조는 주로 온도 변화에 따른 상전이 현상과 관련된 것으로 다양한 쌍정 구조(Smith and Brown, 1988; Parsons, 1994; Deer *et al.*, 2001)와 정장

석에서 나타나는 tweed 미세구조(McLaren, 1984; Sanchez-Munoz *et al.*, 1998; Xu *et al.*, 2000)를 들 수 있으며, 알바이트에서도 비교적 급격한 가열과 급격한 냉각 과정의 결과로 이러한 tweed 미세구조가 TEM에서 관찰됨이 보고되었다(김윤중과 이영부, 2003).

본 연구는 광학현미경 등온가열 실험을 통하여 알바이트의 미세구조 생성 및 변화를 관찰하고자 하였다. 특히 tweed 미세구조의 생성조건을 파악하여 추후 *in situ* TEM 가열실험을 수행하는데 지침으로 삼고자 하였다. 한편 동일한 분말이나 박편 시편을 이용하여 광학현미경과 TEM의 연계 연구(correlative microscopy)를 수행하는 방법을 개발하고자 하였다.

연구방법

본 연구에서는 Na-장석인 알바이트의 표준시료 중 하나인 미국 버지니아 주에서 산출되는 알바이트(Amelia albite, Virginia, U. S. A.)를 이용하였다. 원자배열구조는 Harlow and Brown (1980)이 X-선과 중성자 회절을 이용하여 정밀하게 분석하였다. 연구 시료의 전자현미분석(EPMA: Cameca SX-51) 결과 평균 조성은  $\text{Ab}_{99.64}\text{Or}_{0.17}\text{An}_{0.19}$ 로 측정되었다(김윤중과 이영부, 2003).

알바이트 표준시료로 광학현미경용 박편을

Table 1. Optical and physical properties of low albite (after Sue *et al.*, 1986)

$\alpha$	1.5288
$\beta$	1.5329
$\gamma$	1.5394
$\delta$	0.0106
2V	103°
D	2.62
Extinction angle	on (010): 20° on (001): 3.2°
Cleavage	{001} perfect, {010} good, {110} poor
Twinning	Albite twin: composition plane (010), twin axis $\perp$ (010) Carlsbad twin: composition plane (010), twin axis Z Pericline twin: composition plane (h0l), twin axis // (010)
Unit cell	a: 8.1385 Å $\alpha$ : 94.246° b: 12.7882 Å $\beta$ : 116.585° c: 7.1588 Å $\gamma$ : 87.694°

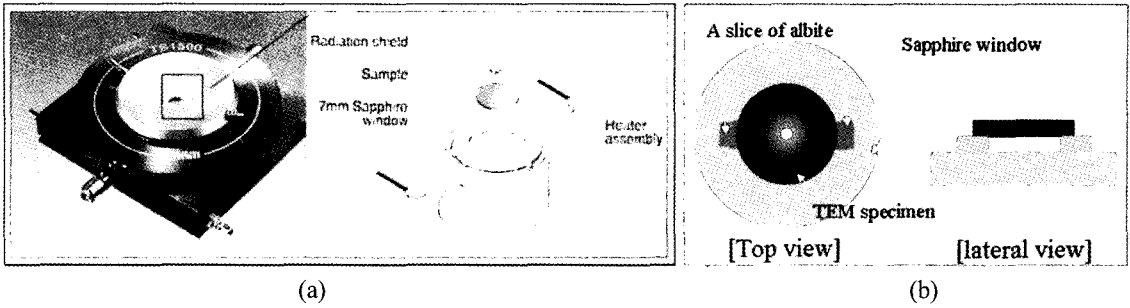


Fig. 1. Linkam TS1500 heating stage (a) and schematic illustration of specimen setting for annealing experiment in the heating stage (b).

Table 2. Technical specification of Linkam TS1500 heating stage

Temperature Range	Ambient to 1500 °C
Temperature Stability	±1 °C
Set Point Resolution	1 °C
Temperature Display	1 °C
Control Stability	±1 °C
Temperature Sensor	Platinum-10% Rhodium (Platinum type S)
Temperature Accuracy	±1 °C

제작하였는데 동일 박편으로부터 TEM 시편을 제작하기 위해서는 시편을 유리로부터 쉽게 분리해야 하기 때문에 접착제는 아세톤에 용해되는 제품(crystal bond)을 사용하였다.

시편의 방향성 확보를 위해 광학적 특성 및 쌍정 조성면(twin composition plane)과의 관계(표 1, Su *et al.*, 1986)에 따라 일차적으로 광학현미경으로 시편의 방향성을 점검하고 XRD(독일 Bruker사 D8 Advance; 40 kV-40 mA)를 통해 이차적으로 확인하였다.

방향성이 확인된 박편을 대상으로 3 mm 디스크 형태로 만들고 dimpling (Model 656, Gatan) 및 ion-milling (PIPS, Model 691, Gatan)을 거쳐 TEM 시편을 제작하였으며 TEM의 전자회절도형으로 제작된 시편의 방향성을 최종 확인하였다.

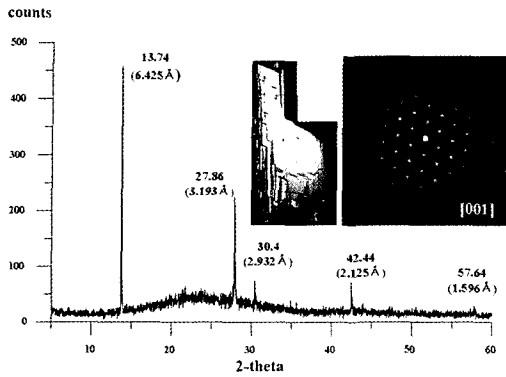
가열실험은 Linkam TS1500 가열시료대(heating stage; 그림 1a)를 이용하여 광학현미경 하에서 1020 °C ~ 1100 °C까지 10 °C 간격으로 등온가열 실험을 하였으며 승온 속도는 10 °C/min, 온도유지 시간은 12 hr로 설정하였다. 등온가열된 시료는

공기 중에서 급속 냉각하였다. 가열실험대의 세부사항은 표 2에 기술하였다.

광학현미경에서 관찰한 동일한 부분을 TEM에서 관찰하고자 알바이트 시료를 TEM 시편으로 제작된 상태에서 등온가열 실험을 실시하였다. 고온 가열실험의 특성상 일반적인 TEM 시편 제작 시 시편 보호를 위해 사용하는 Cu washer를 붙일 수 없었고 알바이트에 발달된 {001}, {010} 등의 벽개면으로 인하여 실험 및 시편 이동 중에 시편 파손이 쉽게 발생했기 때문에 극히 주의를 요했다.

그림 1a에서 보듯이 시편은 7 mm sapphire window 위에 놓인 상태에서 등온가열 실험을 수행하게 되는데, 이 때 시편과 sapphire window의 접촉부, 특히 TEM 시편의 얇은 부분 및 벽개면에서 부분적인 용융이 일어나 실험 후 시편을 분리 할 수 없는 경우가 생겼다. 이를 방지하기 위해 그림 1b와 같이 동일한 알바이트 시료를 제작된 TEM 시편의 양 밑에 받치고 등온가열 실험을 하였다. 물론 이 방법에서도 받치고 있던 알바이트와 sapphire window의 접촉부분, 즉 TEM 시편의 얇은 부분에서 용융이 일어나는 경우가 있었으나 관찰하고자 하는 TEM 시편영역은 sapphire window로부터 분리가 가능하였다.

실험의 전반적인 과정에서 동일한 영역을 광학현미경과 TEM으로 확인하였으며 TEM 장비로는 에너지 여과기능이 있는 Carl Zeiss사의 EM912 $\Omega$  (120 kV)와 FEI사의 Tecnai F20 (200 kV)을 이용하였다.



**Fig. 2.** XRD and TEM diffraction pattern of the thin-sectioned albite specimen.

**Table 3.** XRD 2-theta list for comparison between the measured and the calculated values

2-theta (d-spacing, Å)			
Measurement	Calculation	Deviation	<i>hkl</i>
13.74 (6.425)	13.852 (6.387)	0.112	001
	13.852 (6.387)	0.112	020
27.86 (3.193)	27.730 (3.214)	0.130	-202
	27.912 (3.194)	0.052	002
	27.971 (3.187)	0.111	040
30.40 (2.932)	30.218 (2.955)	0.182	-2-22
	30.519 (2.927)	0.119	0-22
	30.519 (2.927)	0.119	0-41
42.44 (2.125)	42.265 (2.137)	0.175	-3-13
	42.265 (2.137)	0.175	-332
	42.509 (2.125)	0.069	060
	42.635 (2.119)	0.195	-1-33
	42.696 (2.116)	0.256	151
	57.64 (1.596)	57.537 (1.608)	0.103
	57.537 (1.608)	0.103	3-12
	57.790 (1.597)	0.150	004
	57.918 (1.594)	0.278	080

연구결과 및 토의

시편의 방향성 결정

Tweed 미세구조는 (010) 조성면을 가진 알바이트 쌍정 및 (*h*0*l*) 조성면을 가진 pericline 쌍

정의 형성과 관련된 미세구조로서 서로 거의 직각의 방향성을 보이기 때문에 이를 TEM에서 확인하기 위해서는 [102]나 [001] 방향과 같은 특정 방향이 필요하며 이러한 관계로 인해 등온가열 실험 전에 시편의 방향성을 확보하는 것이 매우 중요하다. 특히 장석은 {001} 벽개면이 잘 발달한 특성을 가지고 있으며 이로 인해 벽개면에 거의 수직하는 방향인 [102] 방향의 전자회절도형을 획득하는 것이 용이하다. 이 경우 양측경사 시료지지대를 이용하면 [102]에서 [001] 방향으로 쉽게 경사시킬 수 있으며, 경우에 따라서는 [201]이나 [100] 방향까지도 경사시킬 수 있다(김윤중 등, 2004).

시편의 방향성 확인은 제작된 박편 중 광학적 특성 및 벽개면, 쌍정의 조성면의 상호 관계를 이용하여 [102] 방향에 거의 수직으로 잘린면, 즉 {001}에 평행한 면을 일차적으로 점검하였다. 또한 이를 확인하기 위해 XRD 분석을 실시하였다. 그림 2와 표 3의 XRD 자료를 보면 2-theta 값 13.74(*d*=6.425 Å), 27.86(*d*=3.193 Å), 57.64(*d*=1.596 Å)에서 나타난 회절선은 각각 (001), (002), (004)로 보이며 이를 통해 박편의 연마면이 {001} 면에 거의 평행하게 잘린 면임을 알 수 있다. 30.40(*d*=2.932 Å), 42.44(*d*=2.125 Å)에서 나타난 회절선은 박편 연마과정에서 벽개면을 따라 파손된 부분의 이동에 기인한 결과로 해석된다.

위의 과정을 통해 방향성을 확인한 박편을 대상으로 제작된 TEM 시편은 양측경사 시료지지대(double tilting holder)를 이용할 때 ±3° 내외의 경사각으로 [102] 방향의 전자회절도형을 얻을 수 있었으며 식별이 용이한 정육각형 형태의 [001] 전자회절도형으로 경사시켜 방향성을 최종 확인하였다(그림 2).

분말시료 가열실험

Tweed 미세구조 형성에 필요한 최적 가열온도의 설정을 위해 1020°C~1100°C까지 10°C 간격으로 가열실험을 실시하였다. 가열실험 도중 알바이트의 용융온도 보다 낮은 온도에서도 시편의 얇은 부분에서 변형이 관찰되어 온도와 시편두께에 따른 변화양상을 알아보기 위해 알바이트 분말에 대한 등온가열 실험을 수행하였다. TEM 시편의 얇은 부분을 감안해서 약 2

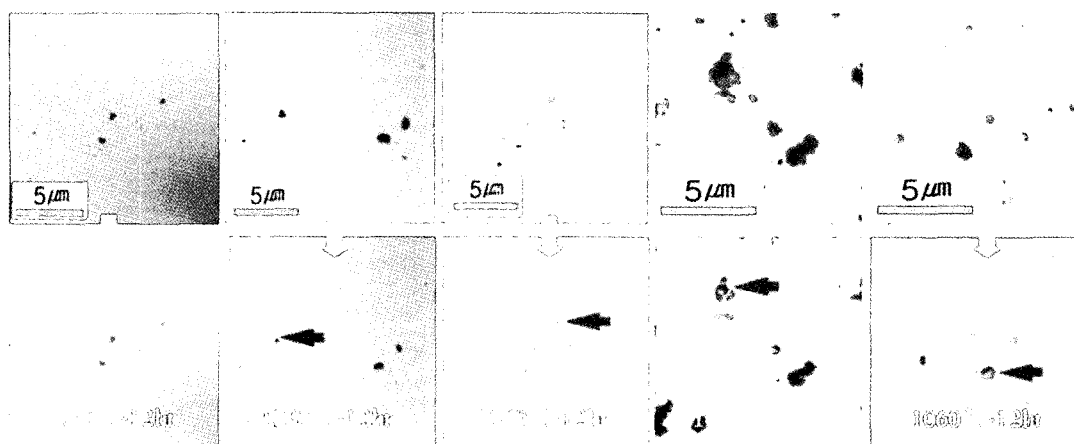


Fig. 3. Albite powder samples annealed at different temperatures for 12 hours. Note round deformation of powders resulted from melting (arrowed).

$\mu\text{m}$  이하 크기의 분말시료를 sieve-pipette 방법으로 분리하고  $1020^{\circ}\text{C} \sim 1060^{\circ}\text{C}$ 까지  $10^{\circ}\text{C}$  간격으로 가열실험을 실시하였다. 각 온도의 유지시간은 12시간으로 동일하였다.

각 온도에 따른 등온가열 실험의 결과를 종합해 보면 다음과 같다. (가)  $1020^{\circ}\text{C}$ 에서 12시간 유지한 시편에서는 외형의 변형이 관찰되지 않았다. (나)  $1030^{\circ}\text{C} \sim 1050^{\circ}\text{C}$ 에서 12시간 유지한 시편에서는 분말시료의 가장자리 부분에서 다소의 변형이 이루어졌으며  $1050^{\circ}\text{C}$ 에서 12시간 유지한 시편에서의 경우 작은 크기, 상대적으로 얇은 두께 부분에서 변형 즉 용융이 발생하여 비정질로 변화됨을 알 수 있었다. (다)  $1060^{\circ}\text{C}$ 에서 12시간 유지한 시편의 경우는 대부분의 분말시료가 용융으로 인해 타원형으로 변형되었다(그림 3).

각 온도범위에서도 분말의 크기나 모양에 따라 변형의 정도가 각기 다르나 대략  $2 \mu\text{m}$  크기를 기준으로 보았을 때 분말시료를 통한 가열 실험에서 시편변형이 이루어지지 않는 온도는  $1020^{\circ}\text{C}$  이하, 다소 변형되는 온도는  $1030^{\circ}\text{C} \sim 1050^{\circ}\text{C}$ , 타원형으로의 변형 온도는  $1060^{\circ}\text{C}$ 이었다.

#### 박편 및 TEM 시편의 가열실험

그림 4는 직교 니콜의 편광현미경 하에서 광학현미경용 박편이나 TEM 시편상태의 알바이트에 대한 가열실험 및 결과를 보여준다.

$1020^{\circ}\text{C} \sim 1040^{\circ}\text{C}$  12시간 유지 시편에서는 온

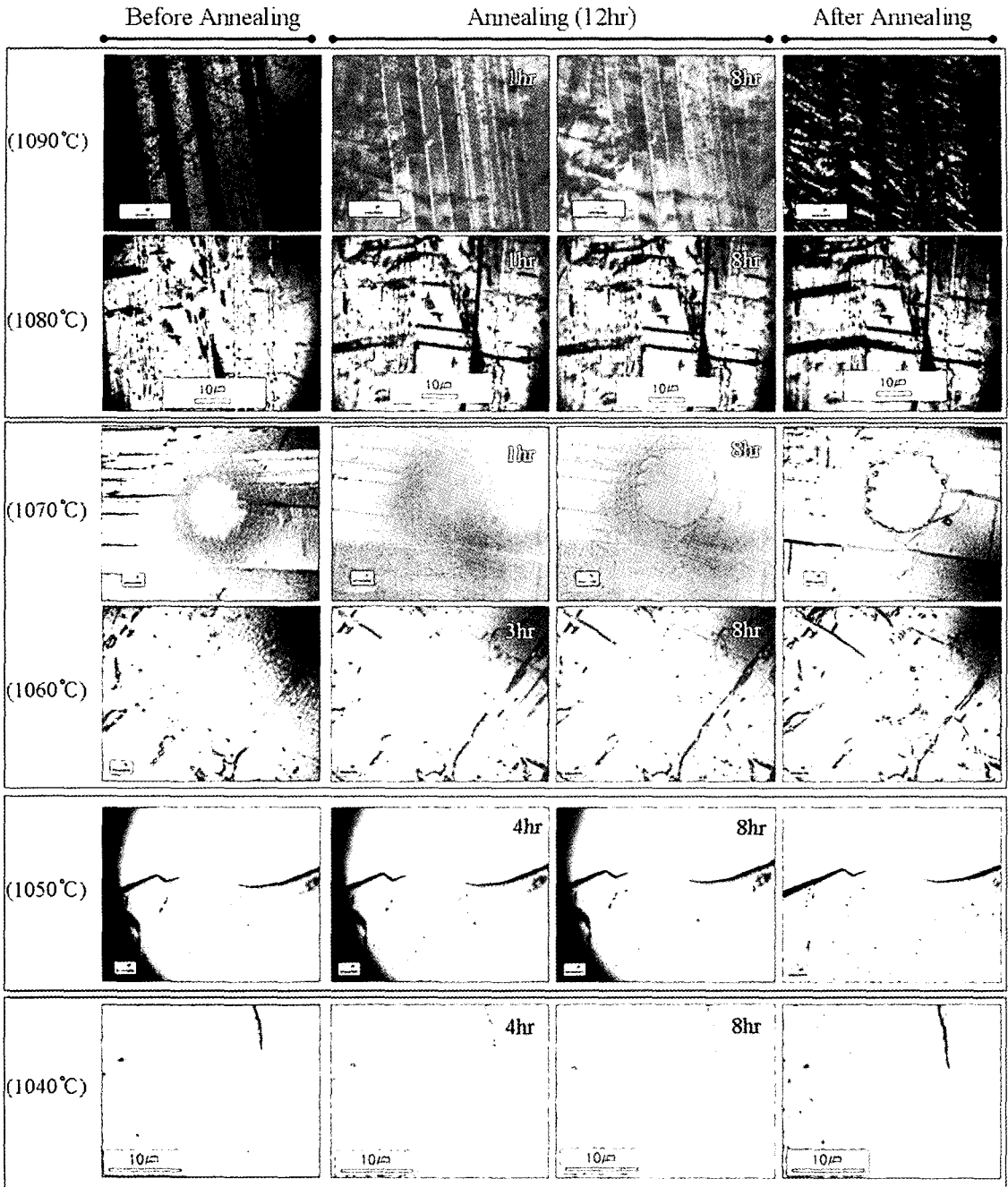
도증가 및 온도유지 시간 동안에 시편의 변형이 발생하지 않았으며 벽개면의 발달 또한 이루어지지 않았다. 다만 온도유지 후 실온에 도달할 때 비교적 급격한 온도하강으로 인하여 지지력이 약한 부분이 떨어져 나가는 경향이 있었다.  $1020^{\circ}\text{C} \sim 1030^{\circ}\text{C}$ 의 결과는  $1040^{\circ}\text{C}$ 와 같아 그림 4에서는 생략하였다.

$1050^{\circ}\text{C}$ -12시간 유지한 시편에서는 변형이 일어나지 않았으나 등온가열 실험 후 냉각된 시편에서 기존의 미약한 벽개면이 보다 확연히 발달하였음을 확인 할 수 있었다(그림 5).

$1060^{\circ}\text{C}$ 의 경우 목표온도에 도달할 때까지 시편의 변형은 없었으나 온도유지 3시간 이후 시편의 얇은 부분 즉 ion-milling에 의해 생성된 구멍(hole) 주변부에서 변형이 시작되며 접착 구멍의 크기가 커졌다. 또한 변형된 구멍 주변부를 따라 소광이 일어남이 관찰되었다. 즉, 3시간 이후 용융에 기인한 비정질화가 시작되며 8시간 이후부터는 본격적으로 비정질로 변화된 양상을 보인다. 직교 니콜 하에서의 이러한 소광은 이방성 광물인 장석이 등방성의 비정질로 변화했음을 말해준다.

$1070^{\circ}\text{C}$  이상의 온도에서는 목표온도에 도달하기 전 용융으로 인한 시편의 비정질화가 발생하며  $1100^{\circ}\text{C}$ 에서 12시간 유지한 시편의 경우 벽개면을 따라 용융이 일어난 흔적이 확연히 관찰되었다(그림 6).

박편 및 TEM의 등온가열 실험결과  $1050^{\circ}\text{C}$ 를 경계로 시편변형의 양상이 차이를 보인다. 즉,



**Fig. 4.** Optical micrographs (cross-nicol) of thin-sectioned samples or TEM specimens annealed at different temperatures for 12 hours.

1020°C ~ 1050°C 범위에서 12시간 유지한 TEM 시편의 변형은 급격한 온도 변화로 인해 상대적으로 지지력이 약한 얇은 부분이 떨어져 나

간 것으로 사료되고 비정질로의 변화는 보이지 않았다. 그러나 1060°C 이상의 온도에서 12시간 유지한 시편의 경우 급격한 온도 변화에 기



Fig. 5. Optical micrographs (cross-nicol) of thin-sectioned sample annealed at 1050°C-12 hr. Note the development of cleavage in the annealed sample.

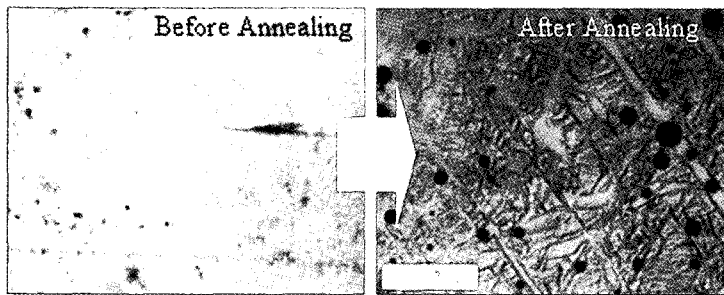


Fig. 6. Optical micrograph (cross-nicol) of thin-sectioned sample annealed at 1100°C-12 hr. Note partial melting producing along the cleavage.

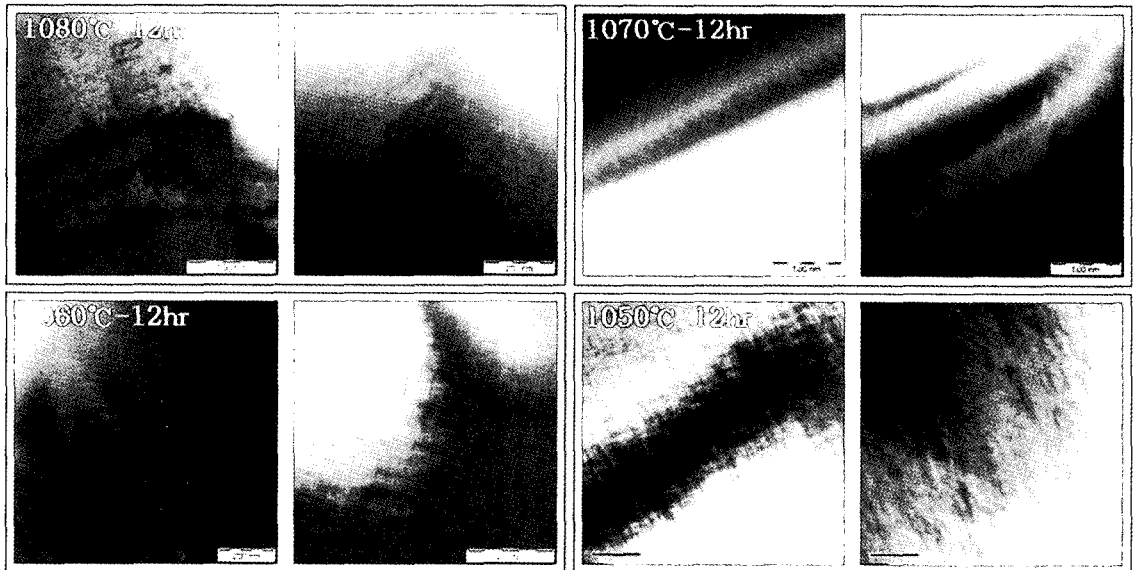


Fig. 7. Electron micrographs of tweed microstructures in annealed albite samples at 1050~1080°C for 12 hours.

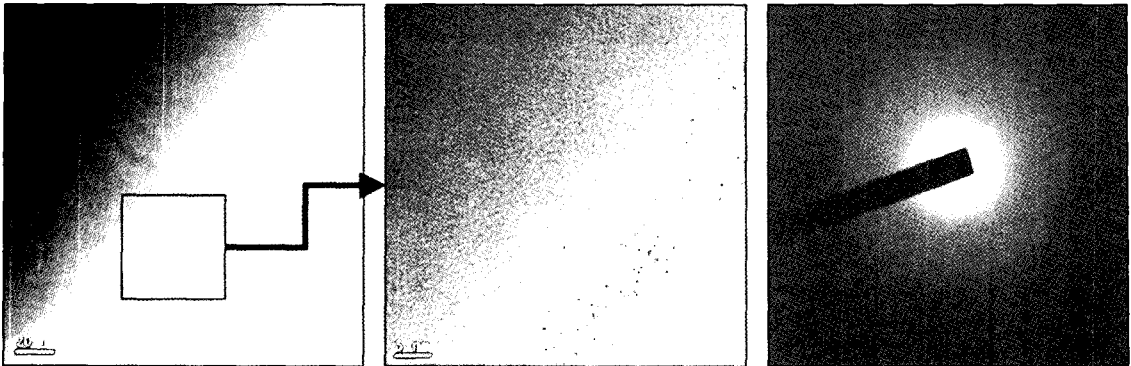


Fig. 8. Electron micrograph and the corresponding electron diffraction pattern of the edge area as a result of melting at 1060°C-12 hr.

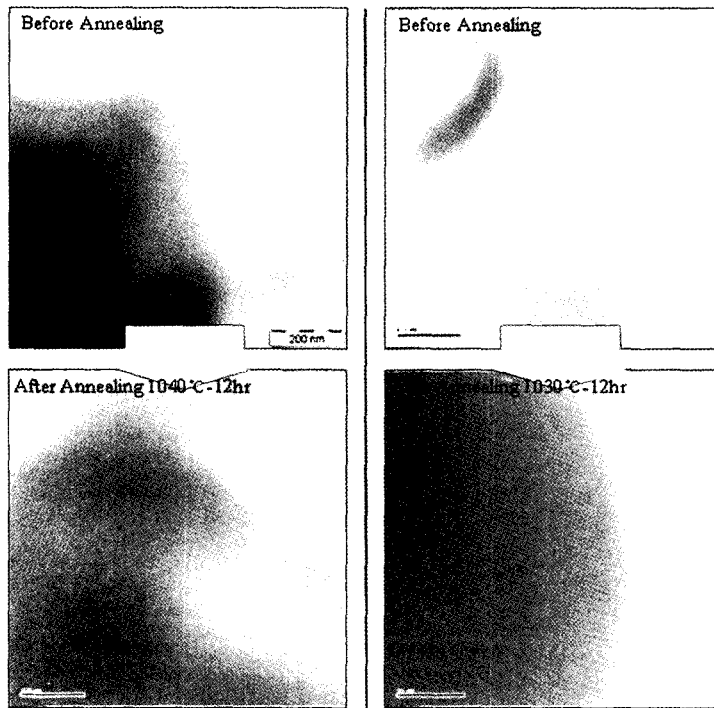


Fig. 9. Electron micrographs of annealed albite at 1040°C and 1030°C for 12 hours. No tweed microstructure was observed.

인한 변형에 용융으로 인한 비정질로의 변화가 추가적으로 발생하였으며 이로 인하여 시편의 얇은 부분에서 두께증가가 나타났다.

#### TEM 분석

1050°C ~ 1080°C 온도로 12시간 유지된 시편

에서는 tweed 미세구조가 잘 발달하였음을 확인할 수 있었다(그림 7). 또한 TEM 시편을 1060°C 이상의 온도에서 등온가열 실험한 경우 광학현미경에서 관찰된 바와 같이 부분적으로 비정질로의 변화가 일어났음을 관찰하였다. 시편의 비정질화가 일어난 부분은 용융으로 인해 얇은 부분이 없어졌고, 전자회절도형에서 특정 회절점



대신 약한 강도의 분산된 회절환(ring pattern)을 보이는 것으로 보아 비정질 구조로 변화했음을 확인하였다(그림 8). 그러나 시편의 얇은 부분은 고온 가열 시 용융으로 인하여 두께가 증가하고 비정질로 변화하기 때문에 고분해능의 TEM 영상을 획득하기가 어려워 tweed 미세구조의 존재 유무를 밝히는 것이 어려웠다. 본 실험의 1060°C ~ 1080°C 범위에서 관찰된 tweed 미세구조는 광학현미경용 박편 시료를 등온가열한 후에 추가적인 작업을 통하여 TEM 시편을 제작하여 획득한 것이다.

1030°C ~ 1040°C 온도에서 12시간 유지된 시편에서는 tweed 미세구조가 관찰되지 않았다(그림 9). 이 온도 범위에 대한 TEM 시편의 등온가열 실험 결과 시편의 얇은 부분에서 다소 시편의 변형이 이루어졌으나 용융으로 인한 비정질로의 변화는 보이지 않았다.

위의 사실을 종합해보면 알바이트를 TEM 시편상태로 직접 등온가열 실험할 경우 tweed 미세구조 연구를 위해서는 1050°C에서 12시간 유지한 조건이 가장 적합하다 할 수 있으며 1060°C 이상의 온도에서는 시편의 얇은 부분이 용융으로 인해 비정질로 변하고 시편의 두께가 증가하여 TEM 영상 획득이 어려움을 알 수 있다.

#### 가열에 따른 미세구조 변화

알바이트의 용융점은 Bowen (1913), Navrotsky *et al.* (1982), Nakvasil and Car roll (1996) 등에 의하면 1100~1120°C이며, Greenwood and Hess (1998)는 1125°C를 제시하였다. 하지만 본 실험에서는 1100°C 이하의 온도에서도 부분적인 용융으로 인해 비정질로 변화됨을 확인하였다. 2  $\mu\text{m}$  이하 크기의 분말시료의 경우 1030°C의 온도에서 12시간을 유지한 경우에서, 박편(30~40  $\mu\text{m}$ )의 경우 1060°C에서 6시간 유지한 경우부터 비정질로 변화하기 시작했다.

McConnell (1985)은 K-장석에서 산출되는 tweed 미세구조에 대해 대칭성 변이 및 Landau 설을 이용한 열역학적인 해석을 하였다. 즉, 고온에서 저온으로 변화하면 완전 disorder 상태에 있던 Al이 부분적인 disorder 상태로 바뀌게 되는데 그 결과로 계 전체의 자유에너지를 줄이고 구조적으로도 안정한 tweed 미세구조를 형성한다고 설명하였다. 김윤중과 이영부(2003)는 알

바이트에서 보이는 tweed 미세구조는 중간단계의 Al/Si의 배열 외에도 급속 냉각으로 인한 격자의 변형이 중요한 요소가 될 수 있다고 추정하였다. 이렇듯 열적변화에 의해 나타나는 tweed 미세구조는 본 연구에서 박편시편의 경우에는 1050°C에서 12시간 유지한 경우에서 나타난 반면, bulk 시편(직경 약 0.5 cm)의 경우에는 1074°C에서 3일 간 유지한 상태에서 나타난다고 보고되었다.

위와 같이 시료의 상태에 따라 열적변화를 보이는 온도가 차이를 보이는데 상기한대로 bulk 시료에서 박편 시료, 분말 시료로 갈수록 열적변화를 일으키는 온도가 낮아진다. 이는 열에 노출되는 면적의 정도, 확산의 통로가 되는 결합구조의 유무, 표면 확산(surface diffusion)의 용이성 등과 밀접한 관련이 있을 것으로 생각된다. 즉, 얇은 두께의 시료는 표면적이 넓고 표면 확산이 용이하기 때문에 상대적으로 낮은 온도에서 구조변화를 보인다고 판단된다. 이러한 경향은 카올리나이트(kaolinite) 분말의 in situ TEM 가열실험에서도 관찰되었는데 같은 조건에서도 얇은 분말시료의 구조변화가 두꺼운 시료보다 저온에서 일어났다(김윤중 등, 2001).

Goldsmith and Jenkins (1985)는 Al/Si의 order-disorder에 대해 온도, 압력의 증가에 따라 disorder의 경향성이 증가하나 압력에 의한 영향이 더 크게 작용한다고 하였다. 본 실험이 대기압 하에서 이루어진 실험인 것을 감안하면 고진공 상태인 TEM에서의 in situ 실험을 할 경우 본 연구에서 얻은 온도보다 다소 높은 온도에서 열적변화를 보이거나 혹은 예측하지 못한 방향으로 구조변화가 일어날 수도 있다고 추측된다(Kim and Kriven, 1995).

박편 시편의 경우 1050°C 이상의 온도에서 12시간 유지한 시편에서부터 벽개면의 발달이 현저히 나타났다(그림 5). Grundy and Brown (1969)은 950°C 이상의 가열온도에서 알바이트의 격자상수의 변화가 나타나며 그 변화정도는 각 축(a, b, c)에 따라 각기 다른 양상을 보인다고 하였다. 한편 Hochella *et al.* (1990)은 LEED (Low Energy Electron Diffraction)와 AFM (Atomic Force Microscopy)의 연구를 통하여 가열시 표면에 노출된 구조(surface structure)가 bulk의 경우에 비해 큰 측면 이완(lateral relaxation)을 겪게 되며 표면의 원자는 상대적으로

저대칭 구조(low symmetry structure)에서 안정화된다고 보고하였다. 이렇듯 벽개면의 발달은 온도 증가에 따른 격자 불안정성 증가로 인하여 기존의 미약한 구조들이 더욱 발달한 것으로 사료되나 위의 사항에 대해서는 원자 이동 및 격자의 안정성에 대한 추가적인 연구가 필요하다.

### 결 론

장석 표준시료인 Amelia 알바이트의 tweed 미세구조 연구를 위한 분말시료, 박편시료 및 TEM 시편용 시료의 등온가열 실험결과는 다음과 같이 요약할 수 있다.

1) Twed 미세구조의 TEM 분석에 필요한 시편 방향성 확보는 광학적 특성 및 벽개면, 쌍정의 조성면의 상호 관계를 통해 추정이 가능하며 박편의 XRD 및 TEM 회절분석으로 검증이 가능하다.

2) 시편의 용융온도는 시편두께 및 시편상태에 따라 변화하기 때문에 등온가열 실험 시 주의가 필요하다. 알바이트 분말 시편은 1030°C -12 hr에서 비정질로의 변화가 시작되고, TEM 시편은 1060°C -6 hr 이상에서 얇은 부분에 용융이 일어나며 이 이상의 온도에서는 용융으로 인한 시편두께 증가 및 비정질로의 변화로 인하여 tweed 미세구조의 TEM 영상 획득이 어렵다.

3) 광학현미경과 TEM의 연계연구를 위한 알바이트 등온가열 실험 결과 대기압 하에서는 1050°C에서 12시간 유지하는 경우가 tweed 미세구조의 TEM 영상을 얻을 수 있는 최적 조건이다.

4) Tweed 미세구조의 생성 및 변화의 직접 관찰을 위한 전자현미경 내 가열실험(in situ TEM)의 조건은 고진공 상태를 고려하면 1050°C 보다 다소 높은 온도가 필요할 것으로 사료된다.

### 사 사

바쁘신 중에도 논평과 원고의 세밀한 점검 및 교정을 해주신 최진범 교수님과 김정진 교수님께 감사드립니다.

### 참 고 문 헌

- 김윤중, 이영부 (2003) XRD와 TEM을 이용한 알바이트의 구조 및 상전이 연구, 한국광물학회지, 16, 91-106.
- 김윤중, 이영부, 박병규, 이정후 (2004) 전자회절도형을 이용한 장석의 구조 분석에 대한 고찰, 한국광물학회지, 17, 177-187.
- 김윤중, 정종만, 이영부, 이수정, 송지호 (2001) 분말시료의 투과전자현미경 직접 가열 실험법 연구, 한국전자현미경학회지, 31, 315-323.
- Bowen, N.L. (1913) The melting phenomena of the plagioclase feldspars. *Amer. J. Sci.*, 35, 577-599.
- Brown, W.L. (1967) A reinterpretation of monalbite. *Min. Mag.*, 36, 80-82.
- Brown, W.L., Openshaw, R.E., McMillan, P.F. and Henderson, C.M.B. (1984) A review of the expansion behavior of alkali feldspars: Coupled variations in cell parameters and possible phase transitions. *Am. Miner.*, 69, 1058-1071.
- Deer, W.A., Howie, R.A. and Zussman, J. (2001) *Rock-Forming Minerals, Vol. 4A, 2nd eds., Frame-work Silicates: Feldspars*, The Geological Society, London, 972p.
- Goldsmith, J.R. and Jenkins, D.M. (1985) The high-low albite relations revealed by reversal of degree of order at high pressures. *Am. Miner.*, 70, 911-923.
- Greenwood, J.P. and Hess, P.C. (1998) Congruent melting kinetics of albite: theory and experiment. *J. Geophys. Res.*, 103, B12, 29815-29828.
- Grundy, H.D. and Brown, W.L. (1969) A high-temperature X-ray study of the equilibrium forms of albite. *Min. Mag.*, 37, 156-172.
- Harlow, G.E. and Brown, G.E. (1980) Low albite: an X-ray and neutron diffraction study. *Am. Miner.*, 65, 986-995.
- Hochella, M.F., Eggleston, C.M., Elings, V.B. and Thompson, M.S. (1990) Atomic structure and morphology of the albite {010} surface: An atomic-force microscope and electron diffraction study. *Am. Miner.*, 75, 723-730.
- Kim, Y.J. and Kriven W.M. (1995) A transmission electron microscopy study on the decomposition of synthetic hillebrandite (Ca<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O). *J. Mater. Res.*, 10, 3084-3095.
- Kōzu, S. and Endō, Y. (1920) Preliminary note on the X-ray analysis of moonstone and adularia. *J. Geol. Soc. (Tokyo)* 27, 365-376. (In Japanese).
- Kōzu, S. and Endō, Y. (1921) X-ray analysis of adularia and moonstone, and the influence of

- temperature on the atomic arrangement of these minerals. *Sci. Repts. Tōhoku Imp. Univ.*, Ser. 3, 1, 1-17.
- Kōzu, S. and Suzuki, M. (1925) The influence of temperature on the optic axial angle of adularia, yellow orthoclase, and moonstone. *Sci. Repts. Tōhoku Imp. Univ.*, Ser. 3, 2, 187-201.
- Laves, F. (1960) Al/Si-Verteilungen, Phasen-Transformationen und Namen der Alkalifeldspate. *Zeit. Krist.*, 113, 265-296.
- McConnell, J.D.C. (1985) Symmetry aspects of order-disorder and the application of Landau theory. In: Kieffer, S.W. and Navrotsky, A (eds.) *Microscopic to Macroscopic, Reviews in Mineralogy*, 14, Mineral. Soc. Am., 165-186.
- McLaren, A.C. (1984) Transmission electron microscope investigation of the microstructures of microclines. In: Brown, W.L. (ed.) *Feldspars and Feldspathoids*, Reidel, Dordrecht, Netherland, 373-409.
- Navrotsky, A., Capobianco, C and Stebbins, J. (1982). Some thermodynamic and experimental constraints on the melting of albite at atmospheric and high pressure. *J. Geol.*, 90, 679-698.
- Nakvasil, H. and Carroll, W.J. (1996) Experimental constraints on the compositional evolutions of crustal magmas. *Trans. Roy. Soc. Edinburgh Earth Sci.*, 87, 139-156.
- Parsons, I. (ed) (1994) *Feldspars and Their Reactions*. Kluwer Academic Publishers, 650p.
- Sanchez-Munoz, L., Nistor, L., Van Tendello, G. and Sanz, J. (1998) Modulated structures in KAlSi<sub>3</sub>O<sub>8</sub>: A study by high resolution electron microscopy and <sup>29</sup>Si MAS-NMR spectroscopy. *J. Electron Microscopy*, 47, 17-28.
- Saucier, H. and Saplevitch, A. (1962) La dilatation thermique des feldspaths. *Norsk Geol. Tidsskr.*, 42, 224-43.
- Smith, J.V. and Brown, W.L. (1988) *Feldspar Mineralogy*. Springer-Verlag, 828p.
- Stewart, D.B. and Limbach, D.V. (1967) Thermal expansion of low and high albite. *Am. Miner.*, 52, 389-413.
- Stewart, D.B. and Ribbe, P.H. (1969) Structural explanation for variations in cell parameters of alkali feldspar with Al/Si ordering. *Am. J. Sci.*, 267-A, 444-462.
- Su, S.C., Ribbe, P.H. and Bloss, F.D. (1986) Alkali feldspars: structural state determined from composition and optic axial angle 2V. *Am. Miner.*, 71, 1285-1296.
- Xu, H., Veblen, R.D., Buseck, P. and Ramakrishna, B.S. (2000) TEM and SFM of exsolution and twinning in an alkali feldspar. *Am. Miner.*, 85, 509-514.

---

2005년 12월 8일 원고접수, 2005년 12월 19일 게재승인.