

## Ultra-microtome에 의해 시료 제작된 산화물 미립자의 내부구조 해석

박경수·홍순구

삼성종합기술원 분석연구실

## 1. 서론

최근 고기능성 신소재의 하나로서 입자의 형상, 성분, 크기등이 균일한 단분산 산화물계 미립자가 주목을 받고 있다. 스키모토등은 고농도 용액으로부터 다량의 미립자를 제조할 수 있는 합성법(Gel-Sol법)<sup>1)</sup>을 개발하여 다양한 형상을 가진 마이크론 크기의 단분산 헤마타이트( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 입자의 합성에 성공하였다. 이들 미립자들을 공업적으로 응용하기 위해서는 각 형상의 미립자에 대한 결정성장기구 해석이 필요하고, 이를 위해서는 미립자 내부구조를 알아야 한다. 본 연구에서는, 내부 구조를 입체적으로 조사하기 위해 Ultra-microtome로 연속초박절편을 제작한 후, 고분해능전자현미경으로 관찰하였다. 여기서는 그 결과들에 관해서 보고 하고자 한다.

## 2. 시료제작 및 관찰

Gel-Sol법으로 합성된 마이크론 크기의 Pseudocubic형과 Peanut형 단분산 헤마타이트 미립자의 입체적인 내부구조를 조사하기 위해 Ultra-microtome을 이용하여 투과전자현미경 관찰용 연속 초박절편을 제작하였다. 포매제(Embedding material)로는 아크릴계 수지 (Methyle methacrylate, N-Butyl methacrylate = 3:7, 4:6, Benzoyl peroxide = 1.5-1.7%)를 사용하였다. 헤마타이트 미립자의 Ultra-microtome의 절삭 조건<sup>2)</sup>은 스피드 0.6mm/sec, 두께가 70nm 였다. 절삭한 연속 절편은 타원형의 단공 그리드 위에 실은 후 포매수지를 제거하지 않은 채 투과전자현미경 관찰을 하였다. 사용한 투과전자현미경은 JEOL사의 JEM-2000EX 및 JEM-ARM1250, 주사전자현미경은 Hitachi사의 S-4000 였다.

## 3. 실험결과

그림1은 상기 Ultra-microtome 절삭 조건으로 제작한 수지를 포함한 Pseudocubic 헤마타이트 미립자의 연속 절편사진으로 두께가 균일하고 얇게 절삭된 것을 볼 수 있다. 이들 연속 절편을 같은 입자에 대해서 연속적으로 확대한 투과전자현미경 사진들을 그림 2a에, 이들 절편의 Pseudocubic 입자내의 위치를 입체적으로 그림2b에 각각 나타내었다. 그림2a의 절편들의 형상과 크기로부터, 이들 절편들은 Pseudocubic 입자의 한 표면에 대해 37도 경사져서 절삭된 것을 알 수 있다. 또한, 그림3에 나타난 Pseudocubic 미립자 표면 부근에 해당하는 절편의 고분해능상으로부터 Pseudocubic 헤마타이트 미립자는 다결정이고, 표면이 모두 (011 $\bar{2}$ ) 면으로 구성되어 있음을 알 수 있다.

## 4. 결론

Ultra-microtome로 산화물 미립자의 초박연속절편을 제작하여 고분해능전자현미경으로 이들 연속절편을 관찰하는 방법은 산화물 미립자의 입체적 원자배열과 결정성장기구를 해석하는데 유용하게 응용할 수 있다.

## 5. 참고문헌

- 1) T. Sugimoto et al., Colloids Surf. A 70 (1993) 167.
- 2) G-S. Park et al., J. Electron Microsc. 43 (1994) 208.

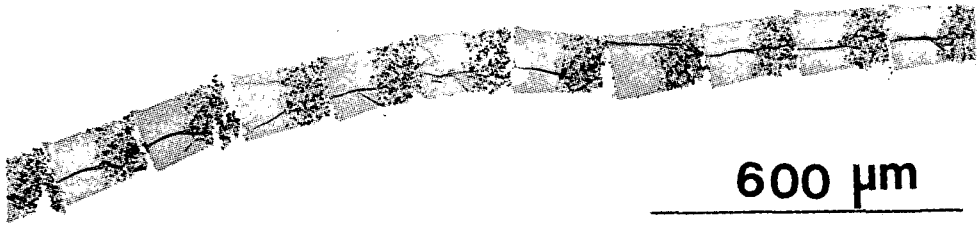


Fig.1. Successive thin sections of the resin containing pseudocubic particles obtained by an ultramicrotome.

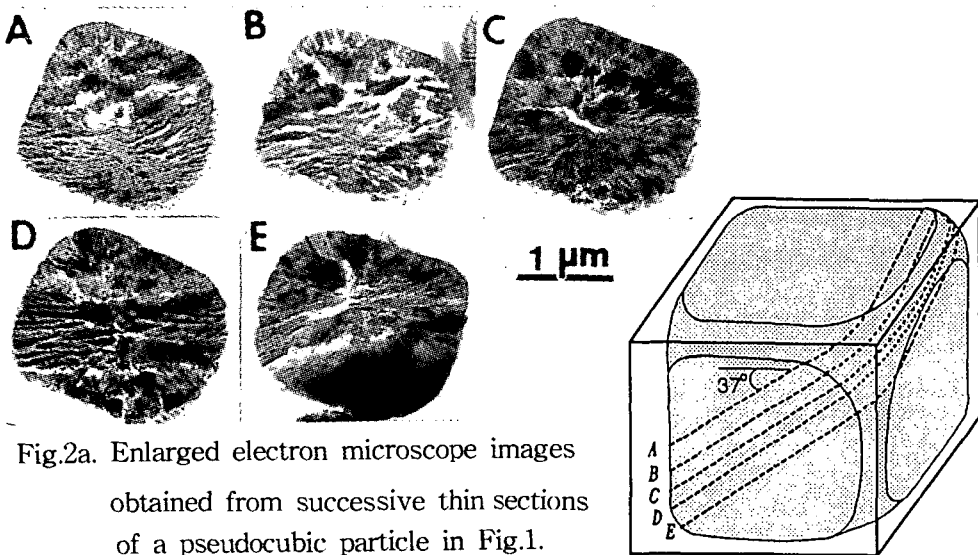


Fig.2a. Enlarged electron microscope images obtained from successive thin sections of a pseudocubic particle in Fig.1.

Fig.2b. Schematic illustration showing the positions of the successive sections of Fig.2a in a pseudocubic particle.

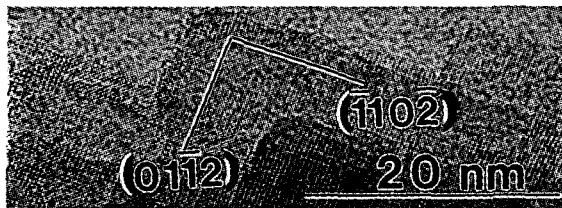


Fig.3. High-resolution electron microscope image around the surface of a pseudocubic particle.