

## 정량 구조 분석을 위한 Gibbsite 분말의 TEM 시편 준비법

김영민, 정종만, 이수정<sup>1</sup>, 김윤중\*  
한국기초과학지원연구원, <sup>1</sup>연세대학교 지구시스템학과

### TEM Specimen Preparation Method of Gibbsite Powder for Quantitative Structure Analysis

Young Min Kim, Jong Man Jeung, Sujeong Lee<sup>1</sup> and Youn Joong Kim\*  
Division of Analysis & Measurement, Korea Basic Science Institute, 52 Yeoeun-Dong,  
Yusung-Ku, Taejon, 305-333, Korea, <sup>1</sup>Dept. of Earth System Sciences, Yonsei University,  
134 Shinchon-dong, Seodaemun-ku, Seoul, 120-749, Korea  
(Received October 4, 2002; Accepted November 8, 2002)

#### ABSTRACT

There is great requirement on the TEM specimen preparation method with particle size selectivity as a prerequisite for the quantitative structure analysis on the materials such as gibbsite powder, which generally forms a large agglomerate and shows a variation of transition process depending on their sizes. In this experiment, we made an attempt to give a methodology for the TEM specimen preparation of powder with the size selectivity. After mixing 1 wt% gibbsite powder with ethanol solvent, gibbsite suspension was prepared by application of ball milling and ultrasonification with addition of 0.25 vol% dispersion agent, Darvan C, which was diluted into distilled water by the ratio 1 : 19. Applying the static sedimentation method to gibbsite suspension after estimation of the sedimentation time by the measurement of accumulative concentration variation, we acquired TEM specimens with well dispersed and size selected gibbsite particles in nm scale. Overall picture of each sample was taken by SEM and morphology of each dispersed particle was imaged by TEM. Raw and processed gibbsite powders were also examined by XRD to investigate whether they were suffered from phase change during the process or not.

**Key words** : Gibbsite powder, Particle size selectivity, Sedimentation method, TEM specimen preparation method

#### 서 론

세라믹 분말 공정 분야의 나노 기술 발전과 더불어

어 개개 분말 입자들의 nm scale의 분석이 요구되고 있으며 이에 TEM은 강력한 수단을 제공한다. 특히, TEM을 이용한 정량 구조 분석 작업은 원하는 크기를 갖는 개개 분말 입자들의 선택성이 넓어야 하기

\* Correspondence should be addressed to Dr. Youn-Joong Kim, Division of Analysis & Measurement, Korea Basic Science Institute, 52 Yeoeun-Dong, Yusung-Ku, Taejon, 305-333 Korea. Ph.: 042-865-3596, FAX: 042-865-3419, E-mail: y-jkim@kbsi.re.kr  
Copyright © 2002 Korean Society of Electron Microscopy

때문에 시편 준비법 또한 정량적이여야 한다. 그러나, TEM 분석을 위한 분말 시편 준비법은 매우 보편적이면서도 경험적 수단에 의해 시편의 품질이 좌우된다. 임의의 크기분포를 갖는 분말 시료의 경우, 이를 분급하지 않고 TEM 시편을 만들게 되면 분석에 적절한 입자를 찾아내기가 쉽지 않고 미세한 입자들일수록 표면 에너지가 크기 때문에 보다 큰 입자들 표면에 달라붙게 되어 분석에 장애를 주게 된다. 특히, gibbsite 분말은 입자의 크기에 따라 고온 상전이 경로가 달라지는 특성을 갖고 있으면서 (Brindley et al., 1961; Ingram-Jones et al., 1996) 전형적으로 매우 큰 응집 입자들로 존재를 하고 있다 (Seysiecq et al., 1998; Cesteros et al., 2001). 이러한 gibbsite 분말과 같은 재료의 TEM 정량 구조 분석 작업을 하기 위해서는 입자들이 크기별로 분리되고 상호 입자들간의 분산 상태가 양호한 TEM 시편의 준비가 필수 조건이 된다. 따라서, 단순한 분쇄에 의해서는 양질의 TEM 시편을 만들 수 없기 때문에 원료 분말의 물리 화학적 성질이 변화되지 않는 적절한 분리 분산 공정의 모색이 필요하다.

본 연구에서는 분말 시료의 TEM을 이용한 정량 구조 분석 작업의 전제로서 침강법 (McCabe et al., 1993; Hwang, 1983)을 이용한 분말 시료의 nm 크기 분급 및 분산에 의한 TEM 시편 준비법을 연구하였으며 향후 nm 크기의 TEM 분말 시료 시편 준비법의 범용성, 신뢰성 및 정량성 확보를 위한 단초가 되고자 한다.

## 재료 및 방법

분말 시료로는 입자 크기 및 형상이 다양하며 입자 크기에 따라 고온 상전이 경로가 선택적이고, 입자들의 응집이 잘 일어나는 특징을 갖는 gibbsite ( $\text{Al}(\text{OH})_3$ , Aluminum Trihydroxide, NOC-30, Alcoa Chem. Co.) 분말을 선택하였다. 분말 시료의 TEM 시편 준비 과정에 대한 보식도를 Fig. 1에 나타내었다. gibbsite 분말은 수십  $\mu\text{m}$  정도의 매우 큰 응집체로 존재하기 때문에 이들을 분리 및 분쇄시키기 위해서 에탄올 용매에 1 wt%의 gibbsite 분말을 혼합한 후 4

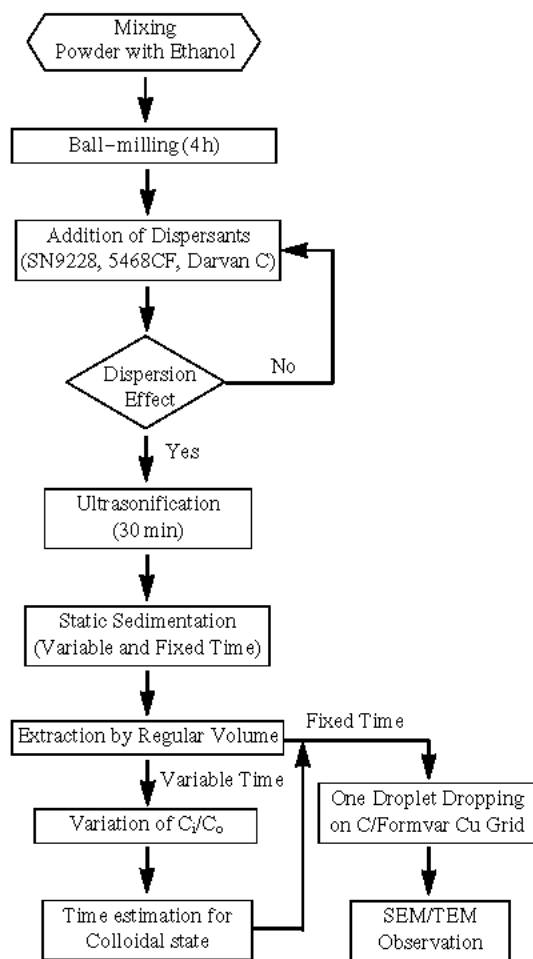


Fig. 1. Schematic depiction of experimental procedure in this work.

시간 동안 ball-milling 처리를 하였다. 용매를 에탄올로 사용한 이유는 물보다는 표면 장력이 낮고 무극성이므로 gibbsite 분말의 분산에 효과적이기 때문이다. 이로부터 얻어진 gibbsite suspension에 ceramics용 분산제인 SN Dispersant 9228 (Nonionic Ester, San Nopco Co. Inc. Japan), Ceraspers 5468CF (Ionic Polycarbon Acid Ammonium, San Nopco Co. Inc. Japan) 및 Darvan C (Ammonium Polymethacrylate Aqueous Solution, R.T. Vanderbilt Co. Inc. USA) 분산제들을 각각 0.05~5 vol%까지 일정 농도별로 첨가하였고 균질화를 위해 초음파 처리를 30분 동안 시행하여 각각

**Table 1.** The dispersion effect of some commercial dispersion agents on the gibbsite particles.

Dispersion agent	Diluting media	Chemical composition	Addition effect
SN Dispersant 9228 (San Nopco Co.)	Ethanol	Nonionic Ester	Dappled contamination on Cu grid No advantage
Ceraspers 5468CF (San Nopco Co.)	Distilled Water	Ionic Ploycarbon Acid Ammonium	Moderate dispersion with the addition amount within 0.25~2.5 vol%
Darvan C (R. T. Vanderbilt Co.)	Distilled Water	Amonium Polymethacrylate Aqueous Solution	Well dispersion with the addition amount within 0.25~1 vol%

\*The dilution ratio of dispersant and diluting media is 1 : 19 (5 vol% content of dispersant).

의 분산제별, 분산제의 첨가 농도별로 분산 효과를 조사하였다. 실험에 사용된 각각의 분산제중 수계 분산제인 Cerasperse 5468 CF 및 Darvan C는 중류수에 5 vol% (1 : 19)로 희석하였고 알콜계 분산제인 SN Dispersant 9228은 에탄올에 같은 비로 희석하여 사용하였다. 분산제 원액을 쓰지 않은 이유는 원액 분산제를 소량만 첨가하더라도 용매의 점도를 크게 증가시켜 오히려 건조시 입자들의 재응집을 야기하며 적정 농도 조건을 설정하는데 실험적으로 어려움이 있기 때문이다.

각각의 분산제들의 gibbsite 분말에 대한 분산 특성 결과를 Table 1에 나타내었는데, 5 vol%로 중류수에 희석된 분산제 Darvan C를 에탄올 용매에 대해 0.25~1 vol% 사이로 첨가했을 경우 양호한 분산 효과를 얻을 수 있었다. 희석된 Cerasperse 5468 CF 또한 0.25~2.5 vol% 사이로 첨가될 경우, gibbsite 분말에 대해 분산 효과를 나타냈으나 큰 입자들 표면에 붙어 있는 미세 입자들의 분리는 잘 이루어지지 않았으며 SN Dispersant 9228은 분산 효과가 없었고 오히려 Cu grid위의 carbon-formvar 필름층을 얼룩지게 만들었다.

일련의 분산 실험을 통해 얻어진 gibbsite suspension을 메스실린더에 담아 정적 침강을 시켰으며, 시간에 따른 농도 변화를 건조 무게 측정으로 평가하였고 농도 변화가 일정해 지는 안정적인 분산계가 이뤄지는 시간을 측정하였다. 안정적인 분산계를 이루는 시간은 약 1시간으로서 이를 침강 공정 시간으로 고정하여 침강 정지 후 suspension 표면으로부터 일정량의 용액을 단계별로 채취하였다. 단계별로 분리된 gibbsite suspension들을 carbon-formvar 필름층이 코팅된 Cu grid위에 한 방울씩 적하함으로써 TEM 샘플

을 만들었다. 이렇게 제조된 TEM 샘플의 gibbsite 입자 선택성을 관찰하기 위해 SEM(LEO 1455VP, LEO Electron Microscopy, Ltd., U.K.)을 이용하였고 개개 입자들의 morphology는 TEM(EM Omega 912, Carl Zeiss Co., Ltd., Germany)으로 관찰하였다. 또한, ball-milling 및 초음파 분쇄에 의한 기계적 처리가 gibbsite 시료의 상변화에 미치는 영향 여부를 확인하기 위해 분산 공정 전과 후의 XRD(MXP18A, MAC Science Co., Japan) 분석을 실시하였다.

## 결과 및 고찰

gibbsite 분말은 일반적인 분말 시편 준비 방법인 물이나 에탄올을 용매로 하여 초음파 처리에 의해 만든 샘플을 TEM으로 바로 관찰하기엔 곤란한 수십~수백  $\mu\text{m}$ 의 응집체로 존재하기 때문에 먼저 이들 입자들을 적당히 잘게 부수고 부서진 입자들의 재응집을 막기 위해서 분산 상태로 만들어 주어야 한다. Fig. 2의 (a)는 초기 gibbsite 입자의 응집 양상을 나타내며, (b)는 5  $\mu\text{m}$  micro-sieve를 이용하여 체가름하고 중류수 내에서 이를 초음파 처리한 후 분산상태를 관찰한 것이다. 원료 분말을 5  $\mu\text{m}$  이하로 체가름하고 초음파 처리를 한 시편은 TEM 시편 제작시 용매의 건조와 함께 물의 표면 장력에 이끌리어 입자들이 다시 응집하는 양상을 띤다. Fig. 2의 (C)는 낮은 표면 장력을 갖고 있으며 무극성인 에탄올 용매를 적용하여 동일 조건에서 만들게 되면 비교적 큰 입자들의 분산 상태는 양호하지만 이들 큰 입자들 표면에 gibbsite 미세 입자들이 붙어 있어 깨끗한 시편을 얻을 수가 없게 된다.

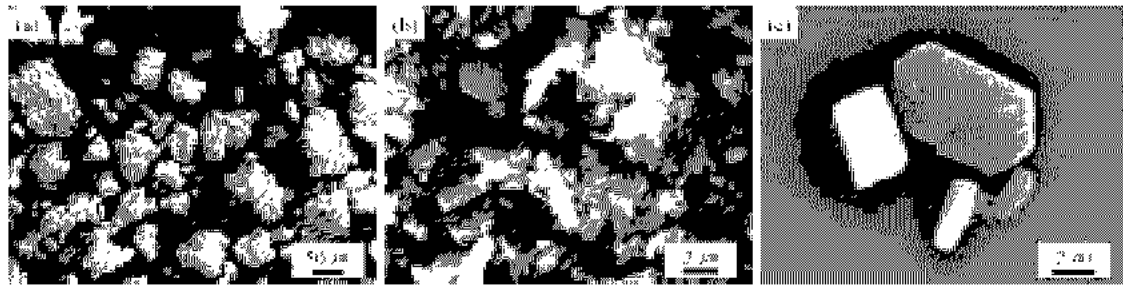


Fig. 2. Particle morphologies of gibbsite powder, (a) as-received, (b) after micro-sieving under 5  $\mu\text{m}$  and sonification into distilled water, and (c) after just sonification into ethanol.

따라서, 분산 용매를 에탄올로 하고 비교적 큰 입자들 표면에 붙어 있는 gibbsite 미세 입자들을 따로 분리해 내는 공정이 필요한데, 본 실험에서는 조대한 입자들의 분해를 위해 ball-milling을 4시간 실시하였고, 미세 입자들을 분산시키기 위해 5vol% 증류수에 희석된 분산 조제 Darvan C를 0.25 vol% 첨가하고 초음파 처리를 30분간 수행하여 비교적 개개 입자들이 잘 분산된 gibbsite 분산계를 얻을 수가 있었다. Table 1에서 보았듯이 분산 효과를 갖는 희석된 Darvan C 분산 조제의 첨가 농도 범위는 0.25~1 vol% 사이인데 이들이 gibbsite 분말에 대한 화학적 영향이 없다고 할지라도 원료 시료와 다른 화학 성분들이 적게 들어가는 것이 바람직하므로 본 실험에서는 분산 효과가 양호하게 나타나는 최소량인 0.25 vol%를 사용하였다. 초음파 분쇄기(Sonic Dismembrator 550, Fisher Scientific Co.)의 분쇄강도에 따른 입자들의 응집 상태를 관찰한 결과, 최대 분쇄 강도에서도 분쇄 시간에 관계없이(최대 2시간) 입자들의 응집 상태가 여전히 유지되기 때문에 초음파 처리 전 ball-milling으로 조분해를 시키는 기계적인 처리가 필요하였다.

Fig. 3은 gibbsite 분산계의 침강 시간에 따른 누적 농도 변화 곡선을 나타내는데, 침강 높이가 일정한 지점에서 일정한 시간마다 10 ml씩 추출한 후 초기 농도와 비교하여 시간 경과에 따른 농도 변화 추이를 관찰한 것이다. 이로부터 침강 시간에 따라 농도 변화가 거의 없는 안정적인 colloid 분산계가 이루어지는 시간을 측정하였다. Fig. 3의 결과로부터, 약 1시간 정도의 정적 침강 시간을 유지하게 되면 시간에

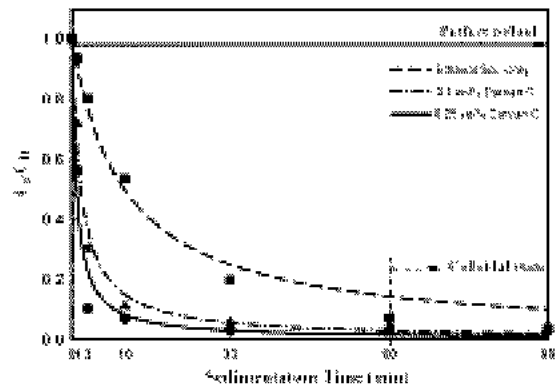


Fig. 3. Accumulative concentration profile of the gibbsite suspension with respect to sedimentation time and addition amount of the dispersant, Darvan C. (Where,  $C_0$ : initial solute concentration,  $C_t$ : solute concentration at some sedimentation time.)

따른 농도 변화가 일정한 gibbsite 분산계를 얻을 수가 있는데, 이때에는 1  $\mu\text{m}$  이상의 입자들은 대부분 침전되고 nm 크기의 미세 입자들만이 분산된 안정적인 gibbsite 분산계를 얻을 수 있게 된다. 또한, 순수 에탄올 용매에 Darvan C 분산 조제의 첨가 농도에 따른 누적 농도 변화를 관찰한 결과, Darvan C의 첨가 농도가 증가함에 따라 비교적 큰 입자들의 초기 침강이 급격히 이루어져 원료 분말 시료의 손실 정도는 더 큰 것으로 나타났다. 이는 Darvan C 분산 조제의 첨가로 인하여 분산 용매의 점도 및 밀도가 변화됨으로서 gibbsite 입자들의 분산 용매 내 유효 밀도가 증가하였기 때문으로 사료된다. 이에 따라 비교적

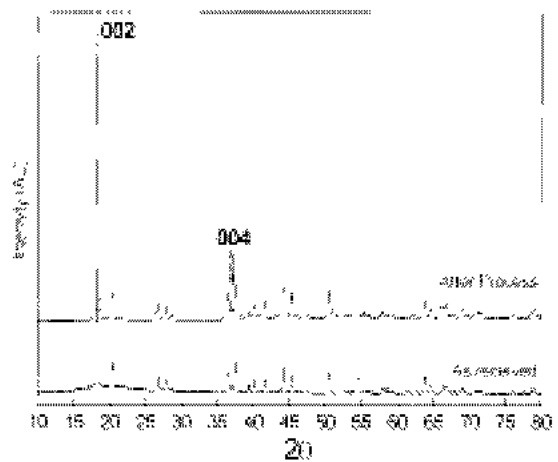
**Table 2.** Introduction of optimal process condition for the well-dispersion of gibbsite particles.

Parameter	Condition	Remark
Gibbsite concentration	< 1 wt%	Exclusion of interfering sedimentation
Solvent	Ethanol 99.8%	Improving dispersionability
Ball-milling	4hrs at 200 rpm	Crushing coarse grain
Dispersant	Darvan C 0.25 vol%	Disintegration of the fine gibbsite particles
Ultrasonification	< 30 min at mid-strength level	Homogenization
Size distribution*		vol%
< 1 $\mu\text{m}$		3
1 $\mu\text{m}$ ~ 10 $\mu\text{m}$		73
> 10 $\mu\text{m}$		24

\*Estimated by particle size analyzer (Mastersizer 2000, Malvern Co., U.K)

큰 응집 입자들의 침강 속도는 더 빨라지며 미세한 입자들의 분산성은 향상되므로 초기 빠르게 침강되는 gibbsite 입자들의 양이 많아진다고 볼 수 있다. 초기 원료로서 gibbsite 분말을 용매에 대해 약 1 wt% 미만으로 첨가하였는데 이는 침강 실험시 가급적 상호 입자들의 간섭 침강에 의한 영향을 배제하고자 한 것이다.

Fig. 3의 누적 농도 변화에 의하면 Darvan C 분산조제를 0.25 vol% 첨가하고 약 1시간 동안 침강 정지시켰을 때, 첨가된 1 wt%의 gibbsite 원료 분말에 대해 약 98%는 침전되고 약 2%만이 온전하게 TEM sampling에 사용된다는 것을 알 수 있는데, 이는 원료의 손실 측면에서 본 공정이 갖고 있는 약점이라 할 수 있다. 분산제를 적용하지 않고 에탄올만을 사용한 경우엔 약 3%의 Gibbsite만이 안정한 분산계를 이루고 있었으나 미세 입자들의 분산성이 불량하여 입자 선택성이 양호한 시편을 만들 수 없었다. 그러나, 분산제를 사용한 경우에는 약 2%의 gibbsite 입자들이 1  $\mu\text{m}$  이하의 크기를 갖고 침강 높이별로 크기가 다르며 양호한 분산 상태를 갖기 때문에 적절한 TEM 시편을 만들 수가 있었다. 일련의 본 실험을 통해 gibbsite 분말의 입자 크기 선택성을 갖는 TEM 시편 준비 과정으로서 도입된 최적 공정 조건과 해당 공정 후 얻어진 gibbsite suspension의 입도 분석 결과에 의한 입자 크기 분포를 Table 2에 나타내었다. 1  $\mu\text{m}$  이하의 gibbsite 입자들이 약 3%로 전체 gibbsite suspension 내에 분포하였고 이는 상기의 누적 농도 변화 관찰로부터 평가된 gibbsite 양과 유사한 수치를 보여준다.



**Fig. 4.** XRD patterns of gibbsite powders as received and after process.

이로부터, 안정한 gibbsite suspension을 이루기 위한 gibbsite 입자들의 크기는 1  $\mu\text{m}$  이하여야 하며 이들의 양은 첨가된 gibbsite 양에 대해 약 3% 미만이라는 사실과 그 이상의 입자들은 대부분 침전되어 걸러지게 된다는 것을 알 수 있었다.

기계적 혹은 화학적인 분산 처리과정을 겪을 동안, 무엇보다 중요한 것은 원재료의 성질에서 벗어나지 말아야 한다는 것이다. 즉, 화학적으로 다른 상이 생성되거나 구조적인 전이가 일어나지 말아야 하기 때문에 일련의 공정이 지난 후 gibbsite suspension을 건조하고 원료 분말과 함께 XRD를 이용하여 상변화 여부를 분석 비교하였으며 이를 Fig. 4에 나타내었다.

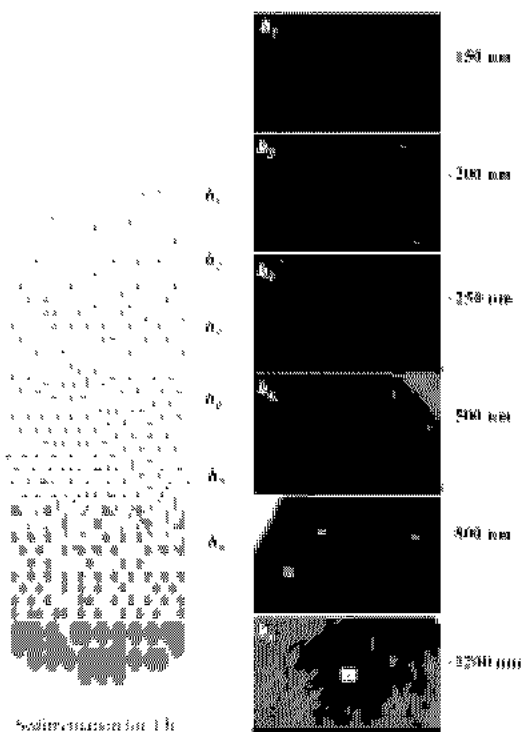


Fig. 5. Size separation and particle dispersion results of gibbsite powder (SEM images).

gibbsite 원료 분말의 전형적인 XRD 패턴에 대해, 분산 공정 후 XRD 결과는 002 피크의 강도가 크게 증가하였으나 여타의 상변화나 제2상의 형성은 배제되었음을 알 수 있었다. 002 피크 강도가 높게 나타나는 이유는 gibbsite 상이 [001] 벽개 특성을 갖기 때문에 ball-milling 및 ultra-sonic 처리와 같은 기계적 에너지의 도입에 의해 조대한 입자들이 분쇄되면서 해당 결정면의 출현 빈도가 높아졌기 때문이다.

분산 및 침강 공정 후 carbon-formvar 필름이 코팅된 Cu grid 위에 해당 샘플을 한 방울씩 적하하여 단계별로 분리된 시편을 만들었는데 이에 대한 SEM 관찰 결과와 모식도를 Fig. 5에 나타내었다. 이들 결과로부터 본 시편 준비법의 도입에 의해 gibbsite 분말에 대한 입자 선택성을 제어할 수 있음을 확인하였다. 예상되는 바와 같이, 입자 크기에 따른 용매 내 침강 속도의 차이에 따라 입자들의 크기 분포가 달

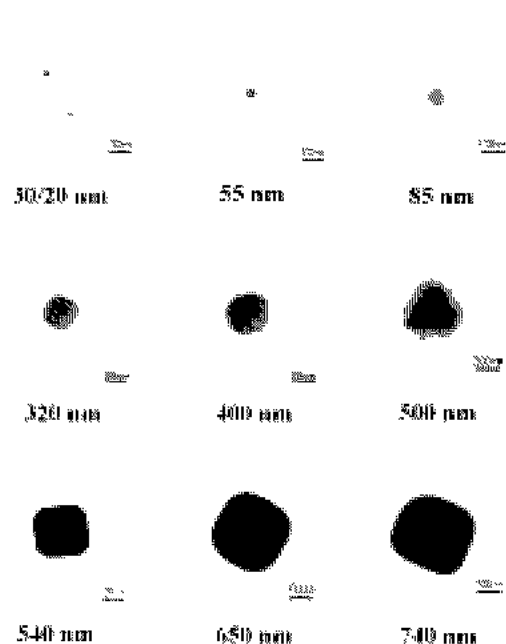


Fig. 6. Particle morphologies of the well-dispersed gibbsite powder (TEM images).

라지게 되며 이들을 단계별로 채취함에 따라 입자 선택성을 가진 시편 준비가 가능해진다. 표면층에서부터 추출되는 gibbsite suspension의 양에 따라 분리되는 입도가 세분화되는데, 본 실험에서는 250 ml 메스실린더에 200 ml의 gibbsite suspension을 담고 25 ml씩 6단계로 나누어서 표면층에서부터 추출하여 sub- $\mu\text{m}$  크기의 다양한 gibbsite 입자들을 분리해 낼 수 있었다. 본 실험에서는 총 6단계로 샘플링을 하였는데 그 보다 아래층의 gibbsite suspension에서는 추출 과정에서 발생하는 와류의 영향으로 인하여 일정한 크기 분포에서 벗어난 큰 입자들이 샘플링 과정에서 혼입되기 쉬어 입자 선택성이 떨어지게 된다. 보다 더 작은 입자들을 세밀하게 분리하기 위해서는 일정량을 추출할 수 있는 자동 추출 장치를 꾸며서 추출 과정에서 발생할 수 있는 와류에 대한 영향을 줄이고 일정 온도를 유지하여 액상의 열대류 영향을 가급적 배제하여야 한다.

크기별로 분리된 gibbsite suspension을 가지고 시편을 제조하여 각각의 입자들을 TEM으로 관찰한 결과

를 Fig. 6에 나타내었다. 단계별로 분리된 시편들로부터 수십 nm에서 수백 nm까지 다양한 크기들을 갖고 있고 결정 형태가 서로 다른 입자들을 손쉽게 선택할 수 있기 때문에 gibbsite 분말과 같이 입자 크기에 따라 상변화 경로 및 결정 성장 양상이 달라지는 재료들에 대한 TEM 시편 준비 방법으로서 본 공정이 적절한 방안이 되며, 개개 입자들에 대한 in-situ 가열 실험(Kim et al., 2001)이 TEM에서 가능하므로 입자 선택성을 가진 TEM 시편을 만들게 되면 gibbsite 분말과 같이 그 동안 논란의 여지가 있었던 상전이에 대한 입자 크기 의존성에 대해 보다 정밀하고 정량적인 상전이 연구가 가능해진다.

참고적으로 에탄올 용매에 분산된 gibbsite 분말의 TEM 시편을 준비할 때, 비닐 장갑을 끼지 않고 취급하면 피부의 염분이 에탄올에 잘 녹기 때문에 손에서 나온 염분이 TEM 시편의 주요한 artifact로 형성될 수 있으므로 주의를 요하여야 한다.

## 결 론

입자 크기에 따라 그 상전이 경로가 달라지는 gibbsite 입자의 정량적인 구조 변화 과정을 연구하기 위해 입자 크기가 선택적인 시편을 본 실험에서 만들 수가 있었다. 즉, 수십  $\mu\text{m}$ 의 조대한 응집체를 형성하는 gibbsite 분말을 물리, 화학적 변화가 야기되지 않는 적절한 기계적 화학적 분산 처리 공정을 도입함으로써 비교적 분산 특성이 양호한 gibbsite suspension을 획득 할 수 있었다. gibbsite suspension의 시간에 따른 농도 변화 관찰에 의해 안정적인 분산계를 이루는 침강 시간을 측정하고 해당 시간 동안 정적 침강을 시킨 후 분산 상태의 gibbsite 입자들을 단계별로 분리해 냄으로써 nm 크기의 입자들이 선택적으로 분리된 TEM 시편을 준비할 수가 있었다.

## 참 고 문 헌

Brindley GW, Choe JO: The reaction series, gibbsite  $\rightarrow$  chi

alumina  $\rightarrow$  kappa alumina  $\rightarrow$  corundum. The American Mineralogist 46(7/8): 771-785, 1961.

Cesteros Y, Salagre P, Medina F, Sueiras JE: A new route to the synthesis of fine grain gibbsite. Chem. Mater 13: 2595-2600, 2001.

Hwang KY: Size separation (Review paper). J Korean Institute Mineral Mining Engineers 20: 44-54, 1983.

Ingram Jones VJ, Slade RCT, Davies TW: Dehydroxylation sequences of gibbsite and boehmite: Study of differences between soak and flash calcination and of particle size effects. J Mater Chem 6(1): 73-79, 1996.

Kim YJ, Jeung JM, Lee YB, Lee SJ, Song JH: An investigation of in situ TEM heating experiments of powder samples. Korean J Electron Microscopy 31(4): 315-323, 2001.

McCabe WL, Smith JC, Harriott P: Unit operations of chemical engineering. McGraw Hill College Div, Newyork, pp. 123-128, 1993.

Seyssiecq I, Veessler S, Boistelle R, Lamerant JM: Agglomeration of gibbsite  $\text{Al}(\text{OH})_3$  crystals in Bayer liquors. Influence of the process parameters the case of gibbsite crystals agglomeration in bayer liquors. Chemical Engineering Science 53(12): 2177-2185, 1998.

## < 국문초록 >

입자 크기에 따라 상전이 경로가 달라지며 매우 큰 응집체로 존재하는 gibbsite 분말과 같은 재료의 정량적인 전이 구조 분석의 전제로서 입자 크기가 선택적인 TEM 시편의 준비가 절실히 요구된다. 입자 크기 선택성을 실현한 TEM 시편 준비의 방법론을 확립하기 위한 방안으로서 본 실험이 전개되었다. 약 1 wt%의 gibbsite 원료 분말을 에탄올 용매에 혼합한 뒤, ball milling에 의해 조분쇄 처리를 하고 증류수에 1:19의 비로 희석된 분산 조제, Darvan C, 0.25 vol%의 첨가와 함께 ultrasonic 처리를 하여 gibbsite suspension을 만들었다. 제조된 gibbsite suspension의 누적 농도 변화 관찰에 의한 침강 시간의 조정 후 정적 침강 분리에 의해 nm 크기별로 분리된 TEM 시편을 만들 수가 있었다. 시편의 전체적인 양상은 SEM으로 관찰하였고 개개 입자들의 morphology는 TEM으로 분석하였다. 또한, 공정 과정 중의 상변화 가능성을 검토하기 위해 XRD 분석을 실시하였다.