

점토의 미소구조 형성과 확인

민덕기 · 최영철
지구환경시스템공학부

<요약>

본 논문에서는 점토의 미소구조를 인공적으로 형성하고 확인하는데 목적이 있다. 기존의 논문에서는 각 미소구조를 인공적으로 만들기 위해 한 종류의 화학첨가제를 사용하였지만 본 논문에서는 동일한 대상시료에 대해 구조별로 여러 가지 화학첨가제를 사용하여 어떤 첨가제가 각각의 미소구조를 더 잘 형성시키는지 SEM과 XRD를 사용하여 비교·분석하였다. 미소구조를 인공적으로 형성하기 위해 이산구조에는 Calgon과 NaOH를 첨가하였고 면모구조 중 염면모구조를 형성하기 위해서는 NaCl과 CaCl₂를 첨가하였으며 비염면모구조를 위해서는 증류수만을 사용하였다. SEM 분석은 정성적인 분석으로 bulk sample을 수직·수평 방향으로 분석한 결과 시각적으로 각각의 미소구조가 형성된 것을 확인할 수 있었다. 또한 XRD 분석을 실시하여 방향성을 정량적으로 분석한 결과, 면모구조에서는 증류수만 사용하여 형성된 sample이 가장 불규칙한 방향성을 가졌으며 이산구조는 NaOH를 첨가한 경우 점토 입자들이 한 방향으로 집중되어 배열된 결과를 보여주었다.

Structural Formation and Identification of The Clay Microfabric

Tuk-ki Min · Young-chul Choi
School of Civil Environmental Engineering

<Abstract>

This paper is concerned with artificial formation and identification of a clay microfabric. To prepare each microfabric, dispersion and flocculation, a specified amount of the electrolyte was added to the clay. Many different kinds of chemical additives were used for the each microfabric at this paper. To form the dispersion microfabric of

a clay, Calgon and NaOH were added, and NaCl, CaCl₂ and distilled water were used for the salt and non-salt flocculation fabric, respectively. The structure of the formed samples was evaluated by the scanning electron microscope(SEM) and the X-ray diffractometer(XRD).

As a result of tests, the flocculation fabric formed by distilled water was oriented randomly and the sample fabric formed by NaOH was dispersed in direction.

Key words : microfabric, SEM, XRD, flocculation, dispersion, orientation

1. 서 론

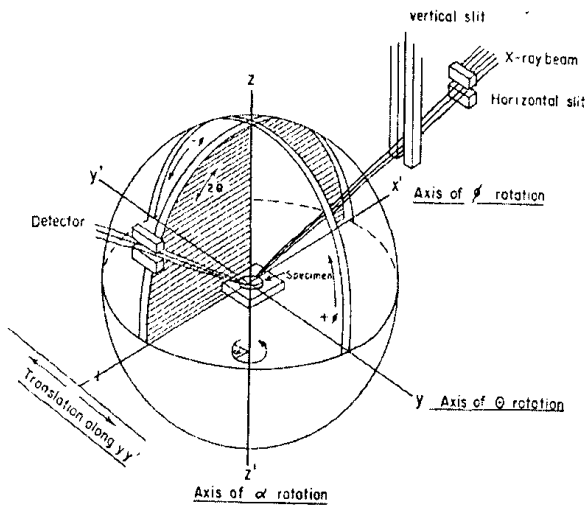
Karl Terzaghi가 토질역학이라는 과학을 정립화하면서 지금까지 많은 토질역학자들은 흙의 거동특성을 이해하고 예측하는 수단으로 거동 특성을 수식화하여 왔다. 이러한 과정에서 거시적인 흙 거동 특성을 지배하는 흙의 미소구조를 소홀히 하였지만 많은 토질역학자들은 미소구조라는 함수를 적용하면 흙의 거시적인 거동 특성을 보다 잘 예측하고 이해할 수 있다는 것을 알았다. 이러한 과정에서 각 미소구조별로 교란되지 않은 sample이 필요하게 되어 많은 sampling 기술이 개발되었지만¹⁾ 완전한 비교란 시료는 얻을 수가 없었다. 따라서 실내시험을 통해 인공적으로 각 미소구조를 형성하여 역학시험의 sample로 사용하고자 하였다.

본 연구에서는 점토광물과 화학첨가제를 이용하여 자연상태의 퇴적환경을 인공적으로 재현하여²⁾ 각 미소구조의 시료를 만들어 SEM과 XRD를 통해 미소구조의 형성 여부를 확인하였다.

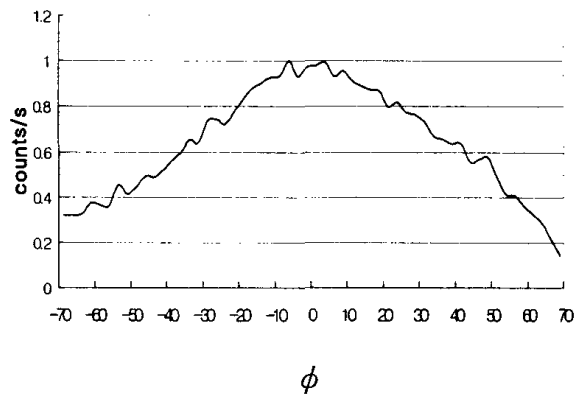
2. 구조판별이론

2.1 XRD에 의한 구조판별이론

XRD에 의한 미소구조 판별방법은 회절기(diffractometer)의 종류에 따라 standard diffractometer(SD) 방법과 pole figure device(PFD)방법 두 가지로 나누어진다³⁾. SD는 오직 [그림2.1]에서 보이는 YY' 축을 중심으로 회전하면서 회전각 변화에 따른 회절강도를 측정한다. 이에반해, PFD는 2가지의 추가적인 움직임을 가질 수 있도록 되어있다. 첫 번째는 [그림2.1]에서 보이는 XX' 축을 중심으로 움직이는 회전이다. 이는 그림에서 ϕ 로 표시되어 있는데 이 회전은 detector를 최대의 회절을 나타낸 2θ 에 고정시키고 시료를 XX'축을 중심으로 회전(ϕ)시키면 [그림2.2]와 같은 그래프가 생성된다. 여기서 FWHM(Full width at half maximum)으로 최대높이 반에 해당하는 높이에서의 곡선 폭을 구하여 입자의 방향성 정도를 알 수 있다.



[그림2.1] Pole figure device movements



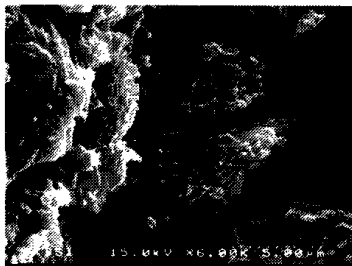
[그림2.2] ϕ 대 counts/s

두 번째는 [그림2.1]에서 보이는 ZZ' 축을 중심으로 움직이는 회전(α)이다. 이 회전 역시 detector를 최대의 회절을 나타낸 2θ 에 고정시키고 ϕ 를 $0 \sim 90^\circ$ 의 각으로 몇 등분하여 고정시키면서 ZZ'축을 중심으로 360° 회전시키므로 ϕ 값에 대한 모든 방위각에서 회절 강도의 분포를 보여준다.

3. 실험재료 및 방법

3.1 대상토 선정

이상적인 미소구조를 형성하기에 적합한 대상토는 결정질이면서 단일 판상의 형태를 가지고 있어야 한다⁴⁾. [그림3.1]과 같이 세 가지 다른 대상토를 대상으로 적합성을 판단한 결과 (a)의 하동백토는 점토입자들이 육각 판 더미 모양을 가졌으며 (b)의 국내 kaolin시약은 비결정질을 보여 미소구조 형성에 적합하지 않았고 (c)의 Junsei kaolin시약은 단일 판상이면서 결정질을 보여 가장 적합한 대상토로 선택되었다.



(a) 하동백토



(b) 국내 kaolin시약



(c) Junsei kaolin시약

[그림3.1] 대상토의 SEM 사진

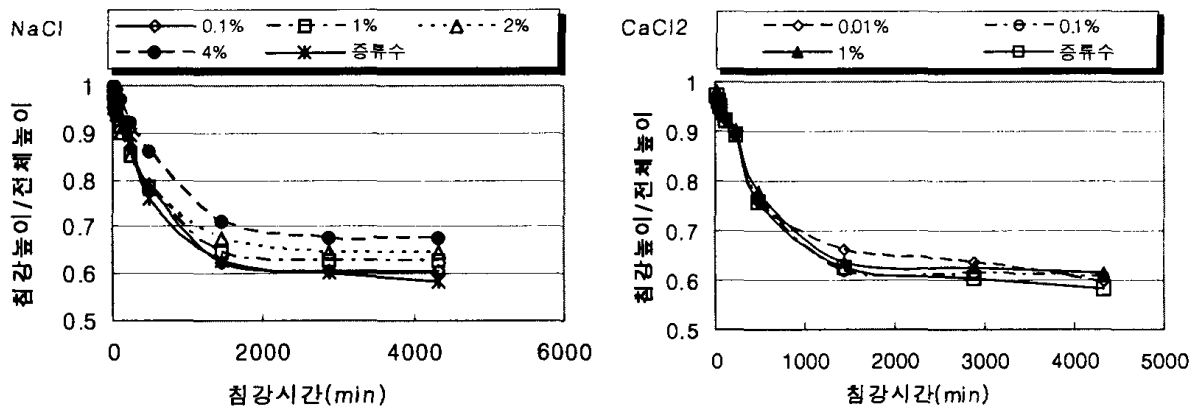
3.2 화학첨가제 적정량 시험

첨가제 적정량을 결정하기 위한 침강 장치로는 1000ml의 메스실린더를 사용하였고 미소구조가 형성될 때 이온의 영향을 없애기 위해 모든 실험은 증류수를 사용하였다⁵⁾. 화학첨가제 적정량 선택 실험에 사용된 시료의 양은 100g이며 함수비 $W=250\%$ 로 고정시켰다. 첨가제의 양은 물의 중량에 대한 백분율(%)을 사용하여 적정량을 결정하였다.

4. 결과 및 고찰

4.1 면모구조

면모구조를 형성하는 첨가제로 염면모구조를 위해서는 NaCl과 CaCl₂를 사용하였으며 비염면모구조는 어떤 첨가제도 첨가하지 않고 증류수만을 사용하였다⁶⁾. 면모구조는 점토입자가 「면 대 모서리」의 결합으로 인해 「침전물 높이/전체높이」의 최종 높이 비가 가장 큰 경우가 가장 잘 형성된 것이다. 실험결과 [그림4.1]에서 보는바와 같이 NaCl의 경우 4%, CaCl₂의 경우 1%에서 가장 면모구조가 잘 형성된 것으로 나타났다. 증류수로 형성된 비염면모구조인 경우 가장 낮은 높이를 보였다.



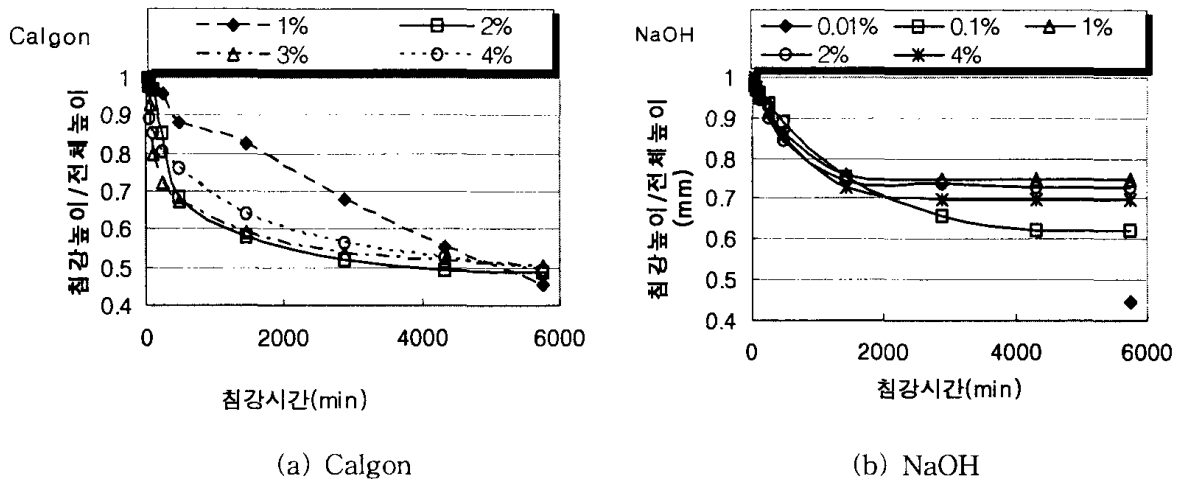
(a) NaCl

(b) CaCl₂

[그림4.1] 면모구조를 형성하는 첨가제 적정량 시험 결과

4.2 이산구조

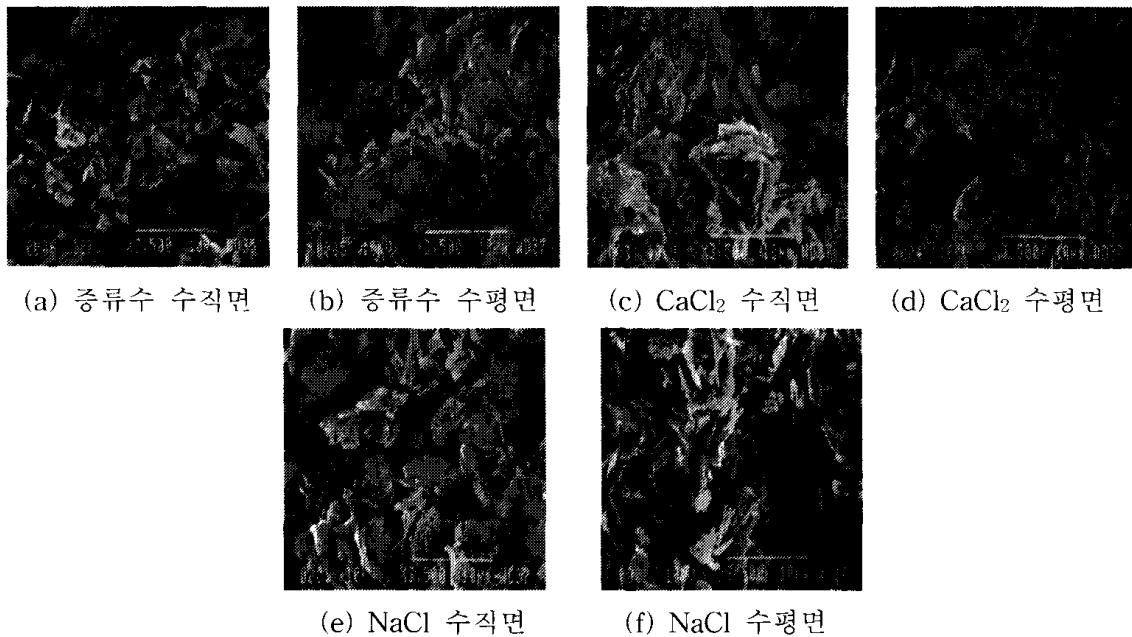
이산구조를 형성하기 위해 화학첨가제로 Calgon과 NaOH를 사용하였다⁶⁾⁷⁾⁸⁾. 면모구조와는 달리 이산구조는 점토입자들이 「면 대 면」의 결합으로 형성되므로 「침전물 높이/전체높이」비중 최종 값이 최소일 때 가장 잘 형성된 것이다. [그림4.2]에 보는바와 같이 Calgon의 경우 1%, NaOH의 경우 0.01%에서 가장 잘 형성되었다.



[그림4.2] 이산구조를 형성하는 첨가제 적정량 시험 결과

4.3 SEM 사진결과

[그림5.1]은 각 첨가제의 적정 농도를 사용하여 만든 시료에 대해 수평·수직의 직사각형 시편을 제작한 후 이중테이프를 사용하여 50 ~ 100번 박피(Peeling)한 후 SEM을 촬영한 사진이다.

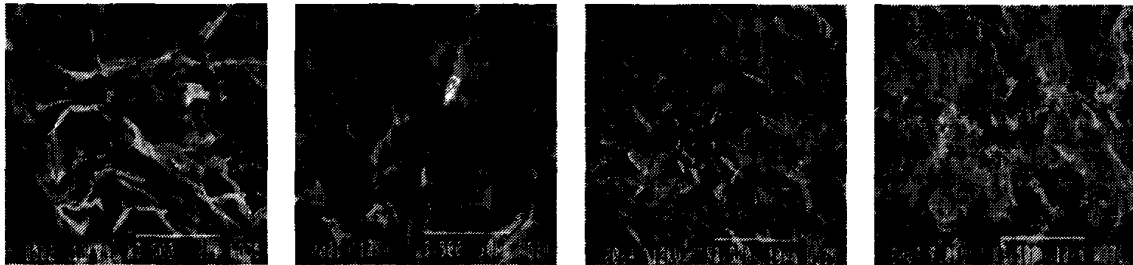


[그림5.1] 면모구조의 SEM 사진

[그림5.1]의 각 첨가제에 따른 수평·수직면 SEM 사진 모두에서 면과 모서리가 동시에 관찰되고 있다. 따라서 증류수, CaCl₂와 NaCl로 시료를 만든 경우 면모구조가 형성된 것을 알 수 있다.

[그림5.2]는 이산구조의 SEM사진이다. 이산구조는 점토입자의 「면 대 면」의 결합으로 수평면의 경우 면만 관찰되고 수직면의 경우 모서리만 관찰될 것이다. SEM 사진 결과 동

일한 양상을 보여주고 있으므로 Calgon과 NaOH로 만든 bulk sample은 이산구조를 형성한 것을 알 수 있다.

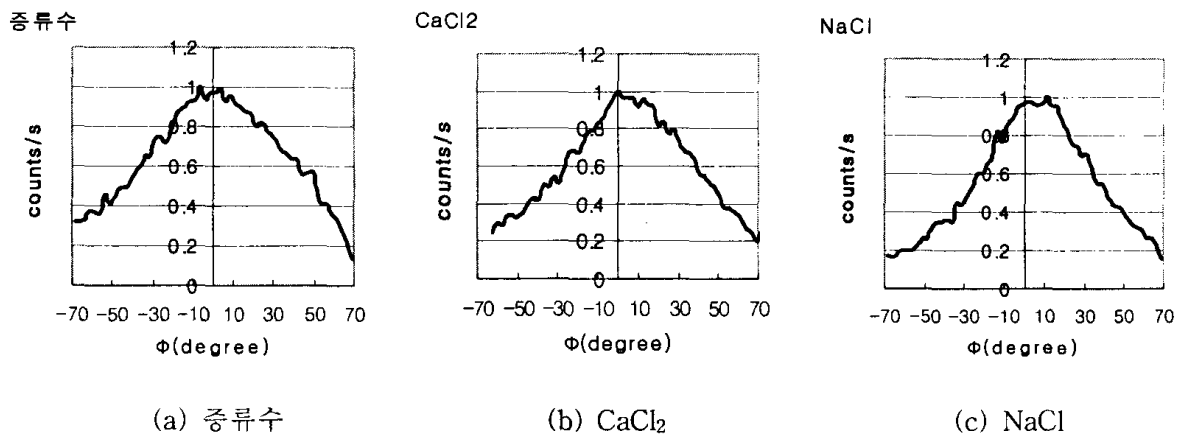


(a) Calgon 수직 (b) Calgon 수평 (c) NaOH 수직 (d) NaOH 수평

[그림5.2] 이산구조의 SEM 사진

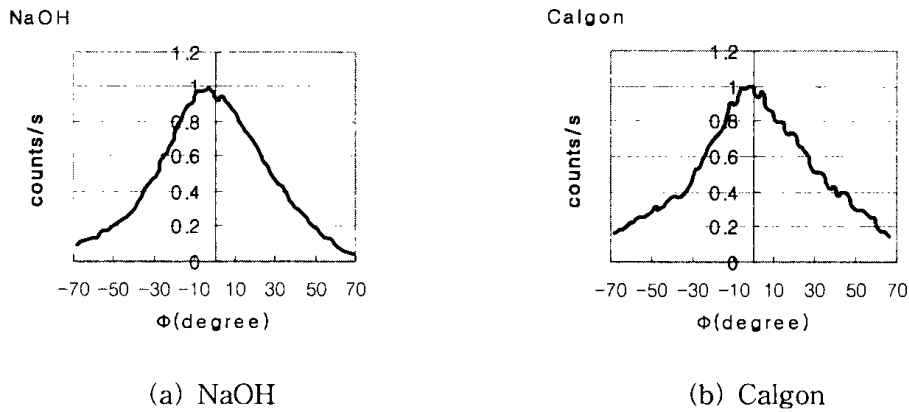
4.4 XRD 분석결과

[그림5.3]은 면모구조의 화학첨가제에 따른 「 ϕ - counts/s」 그래프이며 [그림5.4]는 이산구조의 화학첨가제에 따른 그래프이다. 이 그래프들은 280개의 counts/s가 출력되었는데 5회 평균값을 취한 후 각각의 가장 큰 counts/s를 1로 정규화 시킨 것이다.



[그림5.3] 면모구조의 「 ϕ 대 counts/s」 그래프

이 그래프에서 반치폭(FWHM)은 입자의 방향을 정량적으로 표현하는 것으로 면모구조는 큰 값을 가지고 이산구조는 작은 값을 가지게 된다. [표5.1]을 보면 NaOH=56.3로 가장 작운데 이는 점토입자들이 한 방향으로 집중되어 방향성이 좋음을 의미하고, 증류수=91°가 되어 가장 random한 방향으로 입자들이 배열된 것을 의미한다.

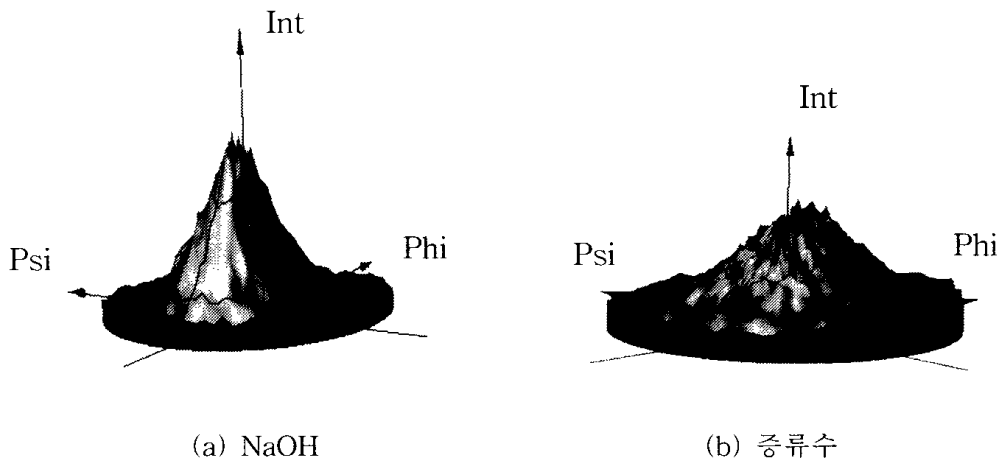


[그림5.4] 이산구조의 「 ϕ 대 counts/s」 그래프

[표5.1] 각 bulk sample의 반치폭

이산구조	첨가제 종류	Calgon (1%)	NaOH (0.01%)	면모구조	첨가제 종류	CaCl ₂ (1%)	NaCl (4%)	증류수
	대상토				대상토			
	FWHM(°)	61	56.3		FWHM(°)	83.1	67	91

NaOH와 증류수를 사용하여 제작된 시료에 대한 pole figure 그림을 2.5차원으로 나타내면 [그림5.5]와 같이 표현된다. 이산구조인 NaOH는 높고 가파른 산 모양을, 면모구조는 낮고 완만한 산 모양을 보여준다. 이는 이산구조와 면모구조의 일반적인 특성과 잘 일치한다. 따라서 각 미소구조가 잘 형성된 것을 알 수 있다.



[그림5.5] pole figure의 2.5차원

5. 결론

본 논문에서는 인공적으로 점토시료의 미소구조를 제작하였다. 제작된 시료의 미소구조

를 확인하기 위하여 정성적인 분석인 SEM과 정량적인 분석인 XRD를 사용하였다. 두 가지 분석 모두에서 미소구조 형성을 확인할 수 있었다. 분석결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 면모구조를 갖는 시료의 경우 침전물의 부피는 증류수와 CaCl₂를 첨가한 어떤 농도보다 NaCl의 4%의 농도에서 가장 큰 부피를 형성하였지만 XRD 분석결과 방향성에 있어 어떤 첨가제를 첨가하지 않은 비염면모구조가 가장 불규칙한 방향을 가지고 있었다. 따라서 점토입자의 방향성 정도는 침전물의 부피와 일치하지 않음을 알 수 있었다.
2. 이산구조를 갖는 시료의 경우 NaOH 0.01%의 농도에서 가장 작은 침전물의 부피를 형성하였고 XRD 분석결과 방향성 또한 NaOH 0.01%의 농도에서 한 방향으로 집중되어 배열되었다. 이는 「면 대 면」의 결합으로 입자들이 한 방향으로 배열되면 침전물의 부피도 작고 방향성도 가장 좋아짐을 알 수 있었다.
3. SEM과 XRD의 시편 제작시 peeling(박피) 기법은 교란된 부분을 효과적으로 제거하여 교란되지 않은 면의 관찰에 적합하였다.
4. 면모구조에서 SEM 사진 분석결과 비염면모구조와 염면모구조를 구분할 수 없었지만 XRD 분석 결과 NaCl과 CaCl₂를 첨가제로 사용한 염면모구조보다 증류수만을 사용하여 제작한 비염면모구조가 더 불규칙한 방향성을 보였다.
5. 미소구조를 bulk sample로 형성하고 확인하는 연구가 발달하여왔다. 그러한 연구 방법 중 본 연구에서 진행된 절차는 유용하여 이산구조와 면모구조를 각각 형성하였음을 확인하였다. 따라서 각각의 미소구조로 형성된 bulk sample은 역학시험을 위한 비교란 시료 제작에 본 연구의 결과를 유용하게 이용할 수 있을 것이다.

참고문헌

1. B. shi, Z. Wu, H. Inyang, J. Chen, and B. Wang, "Preparation of soil specimens for SEM analysis using freeze-cut-drying", Bull Eng Geol Env, 58,pp 1-7
2. McConnachie I.(1974), "Fabric Changes in Consolidated Kaolin", Geotechnique, Vol. 24, No. 2, pp 207-222
3. Martin R. T(1965), "Quantitative Fabric of Consolidated Kaolinite", Massachusetts Institute of Technology, Research Report R65-47, Soils Publication, No. 179, September
4. Geoffrey Sides, Laing Barden(1970), "The Microstructure of Dispersed and Flocculated Samples of Kaolinite, Illite, and Montmorillonite", Canadian Geotechnical Journal. 8, pp 391 - 399
5. Soga K.(1994), "Mechanical Behavior and Constitutive Modelling of Natural Structured Soils", Ph.D. thesis, University of California at Berkeley, Civil Engineering
6. Barden. L. and Sides, G.(1970), "Sample Disturbance in the Investgation of Clay Structure", Geotechnique 21, No. 3, pp 211-222
7. Sides, G. and Barden L.(1971), "The Microstructure of Dispersed and Flocculated Samples of Kaolinite, Illite, and Montmorillonite", Canandian Geotechnical Journal,

Vol. 8, pp 391-399

8. Raymond j. Krizek, Tuncer B. Edil and Kutay Ozaydin(1975), "Preparation and Identification of Clay Samples with Controlled Fabric", Engineering Geology. 9, pp 13-38