



저작자표시-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.
- 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#) 

2011年 8月
석사학위논문

극미량 암석 시료에 대한
X-선 회절 분석 연구

조선대학교 대학원

에너지자원공학과

장 미 소

극미량 암석 시료에 대한
X-선 회절 분석 연구

A study of X-Ray Diffraction analysis for extremely
small amounts of rock samples

2011년 8월 25일

조선대학교 대학원

에너지자원공학과

장 미 소

극미량 암석 시료에 대한 X-선 회절 분석 연구

지도교수 박 영 석

이 논문을 공학석사학위 신청논문으로 제출함.

2011년 4월

조선대학교 대학원

에너지자원공학과

장 미 소

장미소의 석사학위 논문을 인준함.

위원장 조선대학교 교수 박 천 영 (인)

위 원 조선대학교 교수 한 오 형 (인)

위 원 조선대학교 교수 박 영 석 (인)

2011년 5월

조선대학교 대학원

목 차

Abstract	iii
제1장 서 론	1
제2장 X-선의 발생과 회절	3
2.1. X-선	3
2.2. X-선의 발생	3
2.3. X-선 회절 실험의 특징	3
제3장 암석시료 준비	6
제4장 실험방법	7
4.1. Zero Background Holder(ZBH)	7
4.2. 분석시료의 준비	9
제5장 결과	20
5.1. Search - Match 방법	20
5.2. X-선 회절 분석 결과	20
5.2.1. Andesite	20
5.2.2. Granite	20
5.2.3. Dolomite	21
5.2.4. Shale	21
5.2.5. Kaolinite	21
5.2.6. Limestone	22

5.2.7. Sandstone	22
5.2.8. Calcite	22
5.2.9. Quartz vein	23
5.2.10. Pyrophyllite	23
제6장 논의	34
제7장 결론	35
참고문헌	36

표목차

Table 1. The weight and area of rock samples.9

도 목 차

Fig. 1. The scope of the electromagnetic spectrum.	4
Fig. 2. Schematic diagram of X-ray tube.	5
Fig. 3. The photo of the Zero Background Holder(ZBH).	7
Fig. 4. The photo of the X-ray diffraction patterns of ZBH.	8
Fig. 5. The photo of the Andesite samples on the ZBH.	10
Fig. 6. The photo of the Granite samples on the ZBH.	11
Fig. 7. The photo of the Dolomite samples on the ZBH.	12
Fig. 8. The photo of the Shale samples on the ZBH.	13
Fig. 9. The photo of the Kaolinite samples on the ZBH.	14
Fig. 10. The photo of the Limestone samples on the ZBH.	15
Fig. 11. The photo of the Sandstone samples on the ZBH.	16
Fig. 12. The photo of the Calcite samples on the ZBH.	17
Fig. 13. The photo of the part of Quartz vein samples on the ZBH.	18
Fig. 14. The photo of the Pyrophyllite samples on the ZBH.	19
Fig. 15.. X-ray diffraction patterns of Andesite samples.	24
Fig. 16. X-ray diffraction patterns of Granite samples.	25
Fig. 17. X-ray diffraction patterns of Dolomite samples.	26
Fig. 18. X-ray diffraction patterns of Shale samples.	27
Fig. 19. X-ray diffraction patterns of Kaolinite samples.	28
Fig. 20. X-ray diffraction patterns of Limestone samples.	29
Fig. 21. X-ray diffraction patterns of Sandstone samples.	30
Fig. 22. X-ray diffraction patterns of Calsite samples.	31
Fig. 23. X-ray diffraction patterns of Quartz vein samples.	32
Fig. 24. X-ray diffraction patterns of Pyrophyllite samples.	33

Abstract

A study of X-Ray Diffraction analysis for extremely small amounts of rock samples

By Miso Jang

Advisor : Prof. Youngseog Park, Ph.D.

Dept.of Energy Resources Engineering

Graduate School of Chosun University

X-ray diffraction(XRD) is the one of the indispensable methods for identifying crystal phases. The most common use of the X-ray diffraction phenomenon is in powder diffraction instruments where several randomly oriented crystals in a small amount of powder are rotated in an X-ray beam.

For an unknown sample analysis is conducted by X-ray diffraction pattern by comparison with standard data can be seen that composition.

Typical powder X-ray diffraction to conduct analysis requires a sample of approximately 1g.

Recently, however, paintings, pigments, consisting of stone, a samples excavation of cultural properties is very limited and expensive, complex samples are often very small amounts.

Extremely small amount of materials in modern times come to the X-ray diffraction is increasing the need for analysis.

Varying the amount and size of the rock samples in small quantities with how accuracy to be confirmed.

Depending the type of rock sample of granite, metamorphic rock, sedimentary rock, according to the top ten selecting representative samples in 200mesh or

270mesh producing specimens for analysis were made.

In general, to 40kV, 30mA, however in 40kV, 40mA, to DD samples as a result got a little stronger, but the peak values, 0.005g must analyze the results came to be most effective.

This study in the future, hard to get the samples or high prices obtaining the samples for the X-ray diffraction analysis by providing a way, to extreme the sample to increase the reliability and accuracy of research considered to be, and the foundation for future similar studies would like to raise.

제1장 서론

X-선회절(X-Ray Diffraction) 분석은 결정구조를 알아보는데 있어 없어서는 안 될 중요한 도구이다. X-선회절(X-Ray Diffraction) 현상의 가장 일반적인 사용은 적은 양의 분말시료에서 각각 무작위로 형성된 결정을 X-선 빛에 회전시키는 회절 분석기구이다(Joseph R.Swider, 2009.).

미지의 시료의 경우 어떠한 성분으로 구성되어 있는지를 X-선회절 분석을 실시하여 회절패턴(Diffraction Pattern)을 미리 알고 있는 물질로부터 얻어진 회절패턴(Diffraction Pattern)과 서로 비교 분석함으로써 그 성분물질을 알 수 있다. 초기의 X-선회절 분석법은 단순한 형태의 결정성을 지닌 물질 속에 원자들의 배열과 상호 거리에 관한 지식으로 금속, 복합물질 등의 다른 고체 결정질 물질의 물리적 성질을 명확하게 이해하는데 많은 도움을 주었다. 현대에 와서는 X-선회절 연구는 의약품, 비타민, 항생물질과 같은 복합물의 구조와 특징을 규명하는데 이용되고 있다(한봉희, 1995).

일반적인 분말 X-선회절 분석법을 실시하기 위하여 약 1g의 시료가 필요로 한다. 하지만 현대에 와서는 벽화, 안료, 석재로 이루어진 문화재의 경우 샘플 채취가 매우 제한적이고, 고가의 합성물 시료 등에서는 미량인 경우가 많다. 이렇듯 현대에 와서는 극히 적은 양의 시료에 대한 X-선회절 분석의 필요성이 증대되고 있다(Švarcová S et al., 2010).

X-선은 회절이 발견되어 오늘은 많은 결정구조가 밝혀지게 되었다. x-선을 이용하면 격자상수의 계산과 정산이 가능하고 결정상을 분석할 수 있다. 중성자(neutron)회절은 neutron-nucleus간의 상호작용에 좌우되므로 전자들이 별로 없는 원자번호가 작은 원자들로 이루어진 결정들의 구조해석에 유용하다. 또한, 회절선의 강도를 측정해서 각 성분의 정량분석을 할 수 있다. 미량으로 들어 있는 물질의 검출은 곤란하며, 비정질의 경우는 더욱 어렵다. 또 시료가 배향되어 있는 경우에는 오차가 크다. 결정구조 해석이 용이하다. 개략적인 구조를 알고 있는 경우는 이 회절 패턴을 정밀하게 측정해서 결정구조를 해석하는 일이 가능하다. 실험 조작이 용이해서 초보자라도 간단하게 회절패턴을 얻을 수 있다.

분말X-선 회절법을 이용할 경우에는 각광물이 특유의 peak를 가지고 있기 때문에 시료의 회절 peak를 표준data와 비교함으로써 광물의 정성분석이 가능하다.

일반적인 powder X-ray diffractory에서는 분석에 필요한 powder상태의 시료량은 1~2g 정도이다. 본 연구에서는 시료의 획득이 어려운 상황에서의 구한 극미량 시료에 대한 X-선 회절 분석을 실시하였을 때 분석 결과의 정확성이나 신뢰성을 가질 수 있는가를 알아보기 위하여 암석시료를 이용하여 양을 줄여 가면서 X-선 회절 분석을 실시하였다. X-선 회절 분석을 실시하고 비교 분석함으로써 어느 정도의 미량으로써 신뢰성과 정확성을 가지는 분석 결과를 규명하고자 한다.

향후 이 연구는 구하기 어렵거나, 고가여서 분석이 어려운, 극미량 시료에 대한 X-선회절 분석의 방법을 제시함으로써, 극미량 시료에 대한 신뢰성과 정확성을 높이는 연구가 될 것으로 여겨지며, 추후 유사한 연구의 기틀을 마련하고자 한다.
(김우경, 2011).

제2장 X-선과 회절

2-1. X-선

X-선은 높은 에너지를 가진 전자기 방사선이다. X-선은 200 eV에서 1 MeV범위의 에너지를 갖고 있으며, 그것은 전자기 스펙트럼에서 γ -선과 자외선(UV) 사이에 있다. γ -선과 X-선은 본질적으로는 같지만, γ -선이 X-선보다 파장은 짧고 에너지는 다소 큰 특징이 있다. γ -선과 X-선은 원자 내에서 발생하는 방법에 있어서 주된 차이가 있다. X-선은 외부에서 들어오는 전자선과 원자내의 전자각(껍질)에 있는 전자사이에 일어나는 상호작용에 의하여 발생되고, γ -선은 원자의 핵 내부변화에 의해서 발생된다. 전자기 스펙트럼을 Fig. 1에서 나타내었다. X-선회절 연구를 위해 사용 가능한 X-선 파장의 범위는 0.05 nm와 0.25nm 사이이며, 이와 같은 사실로부터 전형적인 원자간 간격이 0.2nm라는 것을 유추해 낼 수 있다.

2-2. X-선의 발생

Fig. 2의 단면도에서 X-선은 높은 진공이 유지된 튜브 안에 두 금속 전극으로 이루어져 있는 X-선관에서 발생된다. 전자는 텅스텐 필라멘트 음극을 가열하면 발생된다. 음극은 높은 음전위를 가지고 있으며, 여기서 발생된 전자는 보통 영전위 상태로 있는 양극을 향해 가속된다. 매우 높은 속도로 가속된 전자는 수냉되고 있는 양극에 충돌한다. 전자는 금속 양극에 부딪혀 에너지를 잃게 되며, 이때 손실된 에너지가 X-선으로 나타나게 된다. 실제로 아주 적은 양의 전자선만이 X-선으로 바뀌며, 나머지 대부분은 수냉되고 있는 금속 양극에서 열로 방출된다. (김유택, 1998)

2-3. X-선 회절 실험의 특징

회절은 모든 파들의 일반적인 특성으로 빛 또는 다른 파들이 물질과 상호작용함으로써 그것들의 거동이 변형되는 것으로 정의될 수 있다.

X-선 회절 시험의 특징으로는 시료에 대한 제한이 적고, 시료를 파괴함이 없이 측정가능하고 측정시간은 수 십분 정도이다. 시료는 금속, 합금, 무기화합물, 암석 광물, 유기화합물, 폴리머, 생체재료 등 무엇이든 가능하고, 결정질 및 비정질재료 모두 측정가능하고, 분말시료든지 판상, 액체, 리본, thin film시편에 대해서도 측정 가능하다. 또한 물질의 정성분석 가능하다. 물질의 결정구조와 화합형태가 다르면 회절패턴의 형태가 변화한다. 따라서, 표준물질의 데이터 파일과 대조해서(JCPDS card이용) 물질을 구별할 수 있다. 다른 특징으로는 회절선의 강도를 측정해서 각 성분의 정량분석을 할 수 있다. 미량으로 들어 있는 물질의 검출은 곤란하며, 비정질의 경우는 더욱 어렵다. 또 시료가 배향되어 있는 경우에는 오차가 크다.

$h\nu$ [eV]	ν [Hz]	λ [nm]	Radiation
1	10^{14}	10^3	Infrared
10	10^{15}	10^2	visible
10^2	10^{16}	10	ultraviolet
10^3	10^{17}	1	x-ray
10^4	10^{18}	10^{-1}	
10^5	10^{19}	10^{-2}	
10^6	10^{20}	10^{-3}	
10^7	10^{21}	10^{-4}	r-선
10^8	10^{22}	10^{-5}	

Fig. 1. The scope of the electromagnetic spectrum.

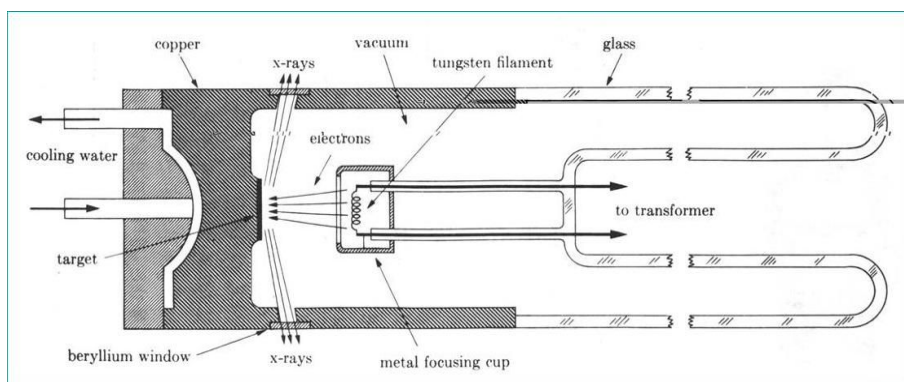


Fig. 2. Schematic diagram of X-ray tube.

제3장 암석 시료 준비

본 연구에서 사용될 시료는 화성암, 퇴적암, 변성암의 주요 암석시료를 이용하였다. 화성암에서는 안산암, 중립질화강암, 퇴적암에서는 돌로마이트, 셰일, 케올리나이트, 석회암, 중립질사암, 변성암에서는 방해석, 석영맥, 납석 총 10개 시료를 준비하여 암석시료는 유압식암석분쇄기로 1차 파쇄 후 멩쳐진 부분을 분리하여 알루미늄 몰탈로 $74\mu\text{m}$ (200mesh) 내지 $53\mu\text{m}$ (270mesh) 정도가 될 때까지 2차적으로 미분쇄하여 X-선 회절분석에 사용하였다.

제4장 실험방법

4.1. Zero Background Holder(ZBH)

Fig. 3의 Zero Background Holder(ZBH)는 단결정의 실리콘으로 만들어졌으며, 표면은 광학적인 방법으로 연마되었고, 직경은 32mm이고 두께는 2mm이다. 1mg 이하의 매우 적은 양의 분말시료, 유리 모세관 또는 섬유조각을 Zero Background Holder에 올려 분석하며, 배경값 없이 측정할 수 있는 장점이있다. (X'pert PRO X-ray diffraction system user's Guide, 2002.).

ZBH는 Fig. 4.과 같은 회절 패턴을 보인다.



Fig. 3. The photo of the Zero Background Holder(ZBH)($\varnothing=32\text{mm}$)

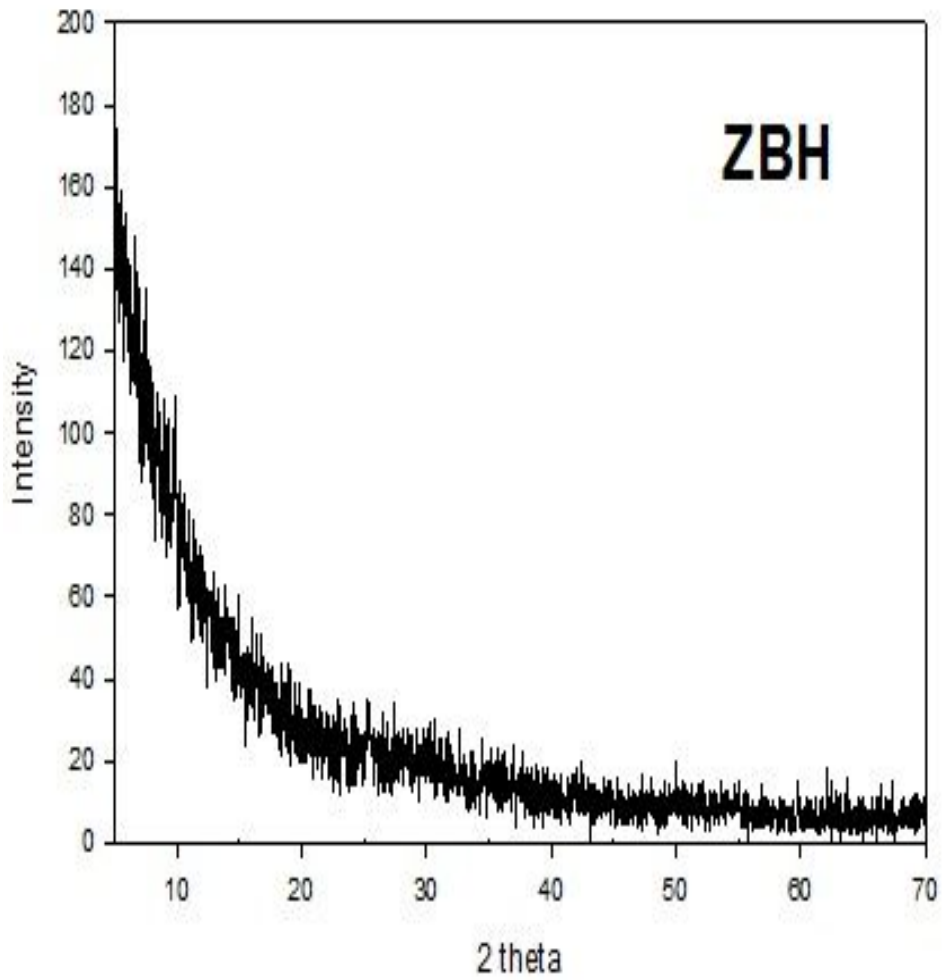


Fig. 4. The photo of the X-ray diffraction patterns of ZBH

4-2. 시료의 준비와 분석

암석시료에 대한 X-선회절 분석은 조선대학교 공동실험실습관 X-선분석실에서 실시하였다. X-선회절 분석기는 PANalytical社의 X'pert PRO MPD를 이용하였다. 이때 사용된 X-ray tube는 Cu target이고, 사용 전류와 전압은 40kV, 30mA이며, 측정 조건은 2 Theta 범위 5°~70°까지이며, scan speed는 1sec/step, step size는 0.03deg 이다.

본 연구에서 사용할 시편은 배경값이 아주 낮은 Zero Background Holder(ZBH) 위에 미량의 암석 시료를 올리는 방법을 사용하였으며, 시료의 양과 면적을 줄여가면서 측정하였고, 그에 따르는 중량과 면적의 변화를 조사하였다. 일반적으로 사용하는 40kV, 30mA의 전압, 전류를 사용하여 암석시료를 X-선회절 분석을 측정한 후, 극미량인 0.001g의 토양시료에 대해서는 비교 분석을 위하여 40kV, 40mA의 전류증가에 따른 강도(power intensity)를높여 암석시료에 대한 X-선회절 분석을 실시하였다(김우경, 2011).

A~D시료들의 양과 평균면적은 다음 Table 1에 표기하였다.

Table 1. The weight and area of rock samples.

Sample	Weight (g)	Area (approximately , mm ²)
시료 A	0.1	170
시료 B	0.01	43
시료 C	0.005	25
시료 D	0.001	11

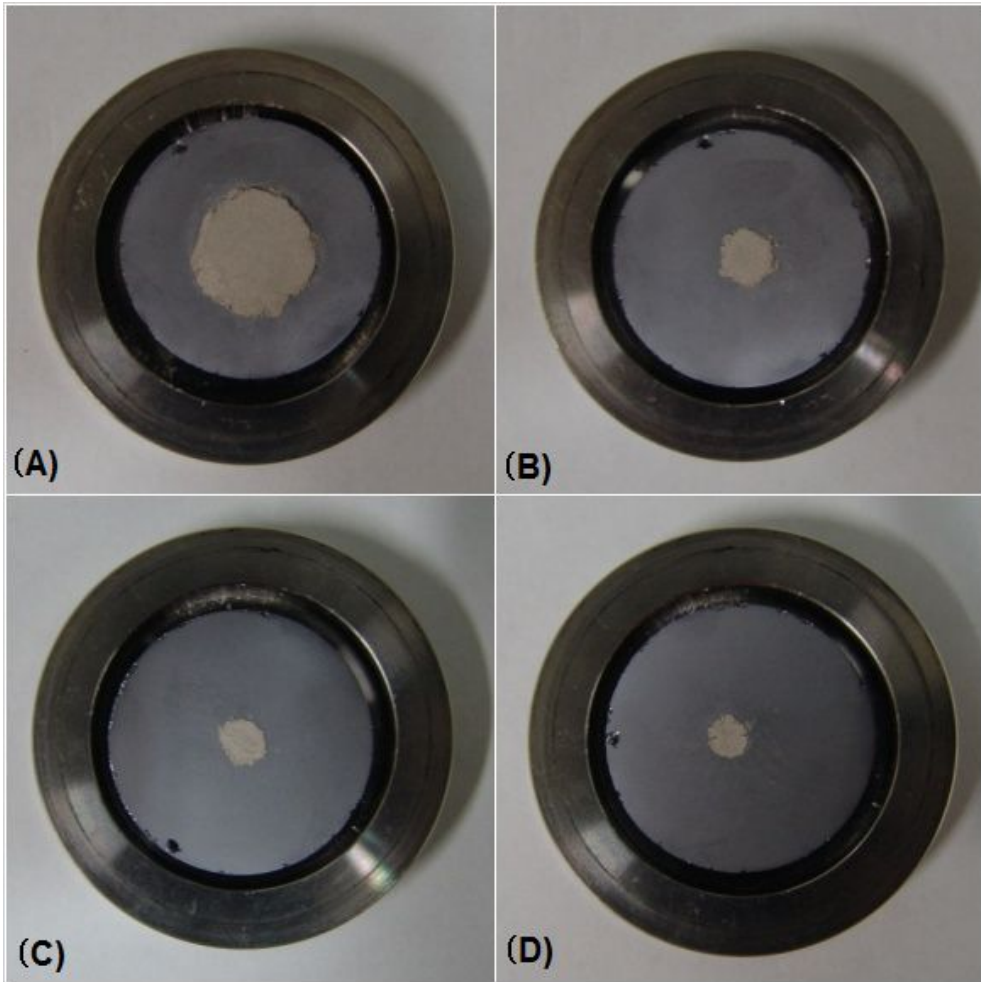


Fig. 5. The photo of the Andesite samples on the ZBH.

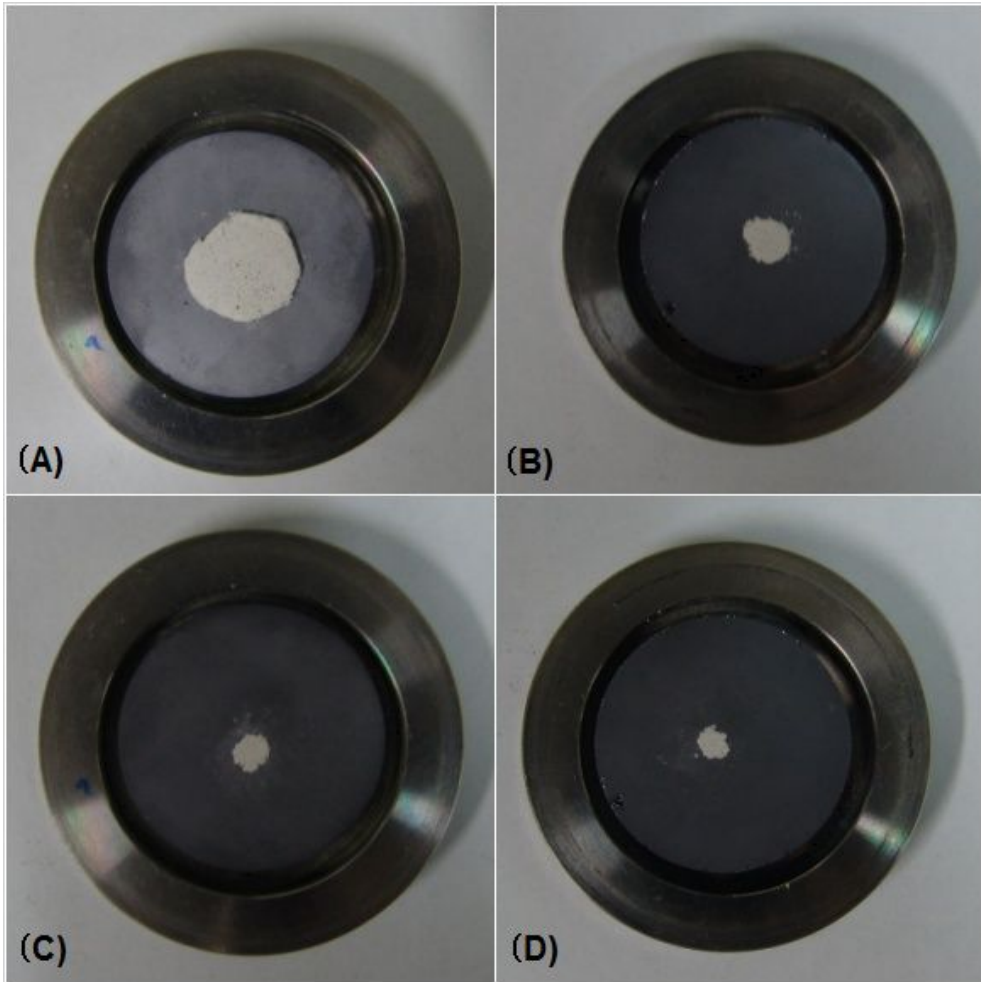


Fig. 6. The photo of the Granite samples on the ZBH.

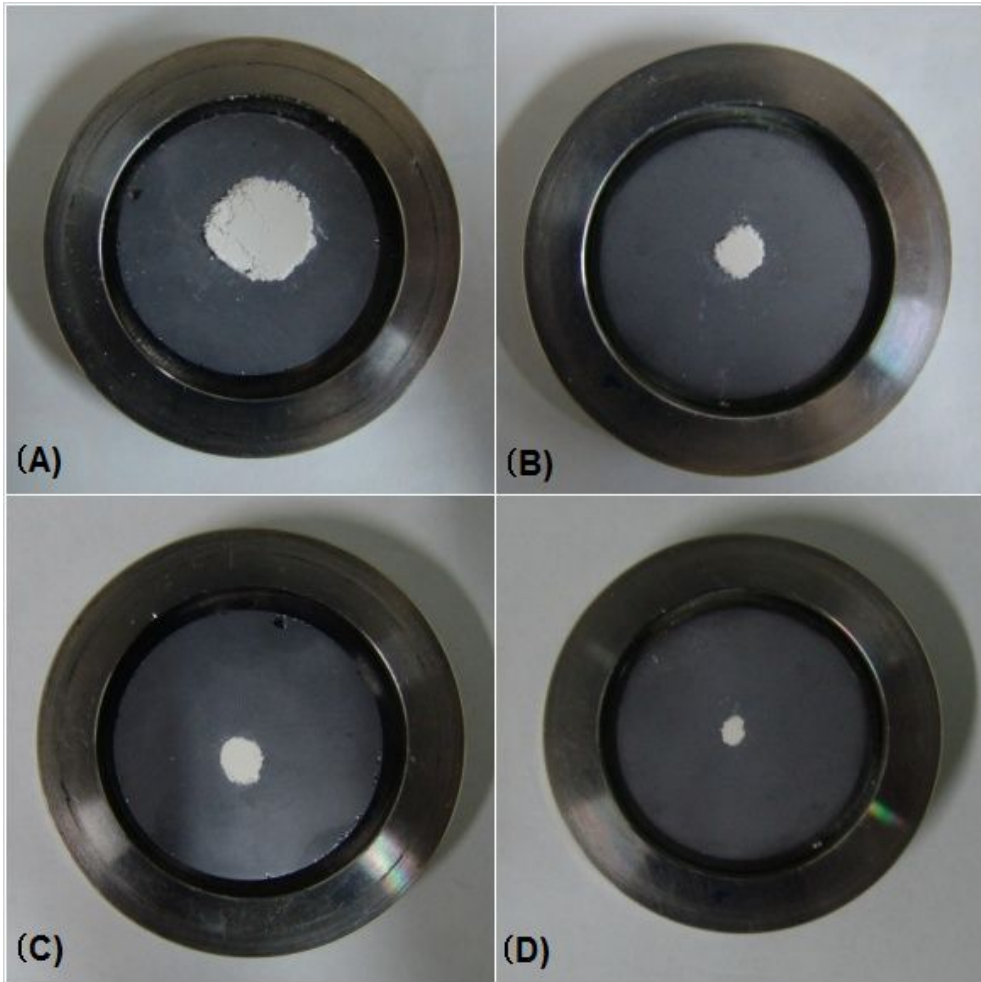


Fig. 7. The photo of the Dolomite samples on the ZBH.

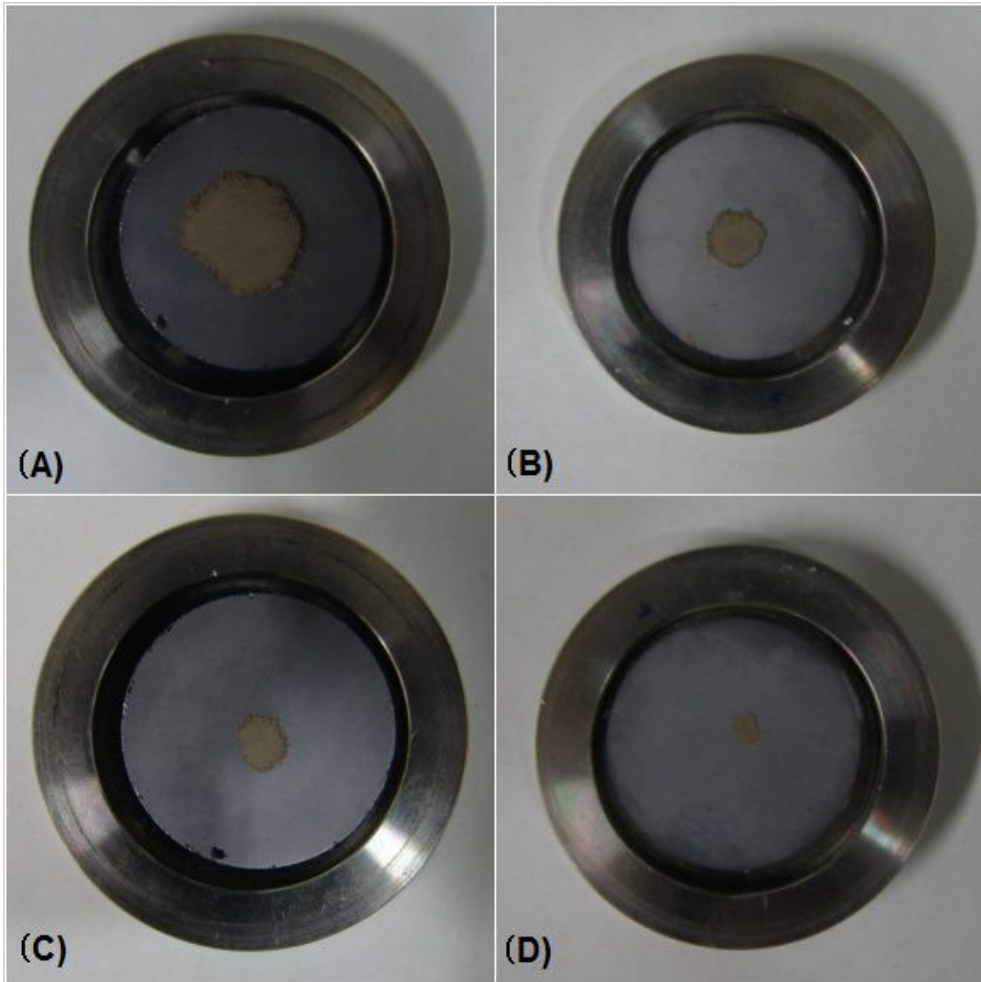


Fig. 8. The photo of the Shale samples on the ZBH.

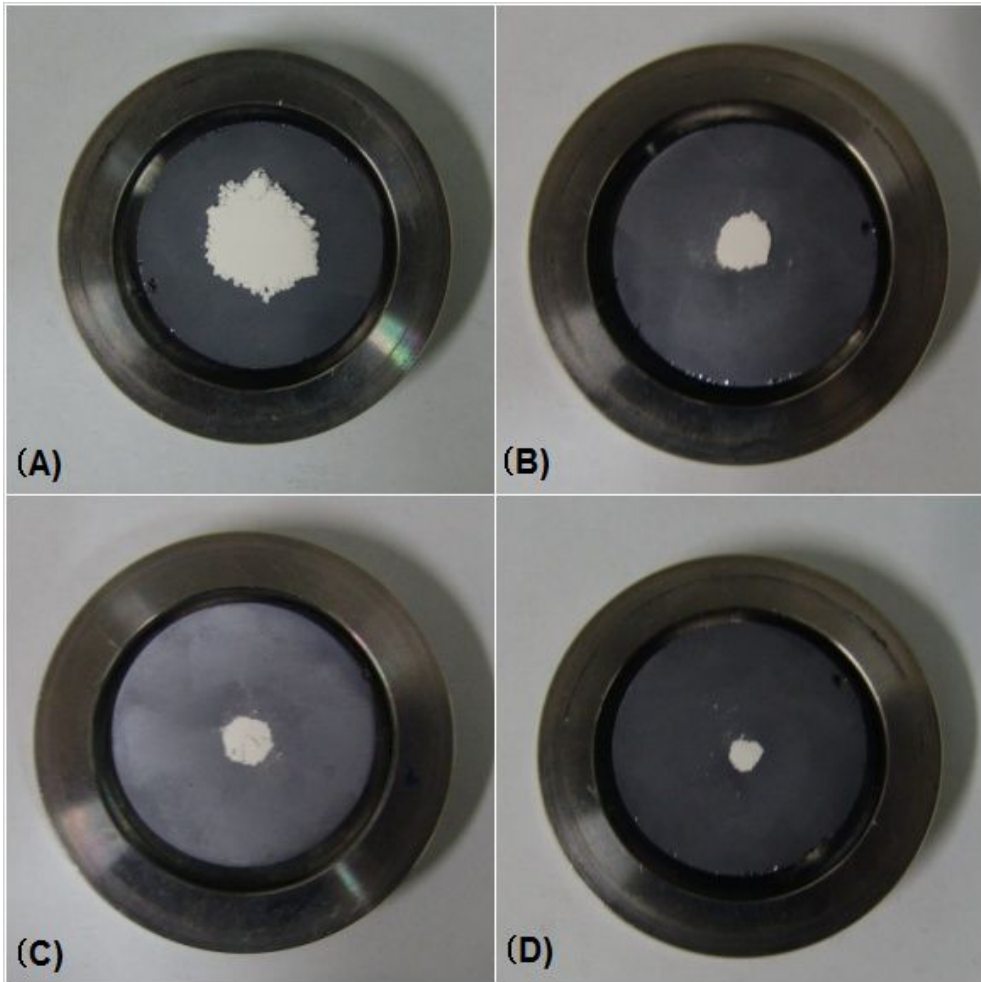


Fig. 9. The photo of the Kaolinite samples on the ZBH.

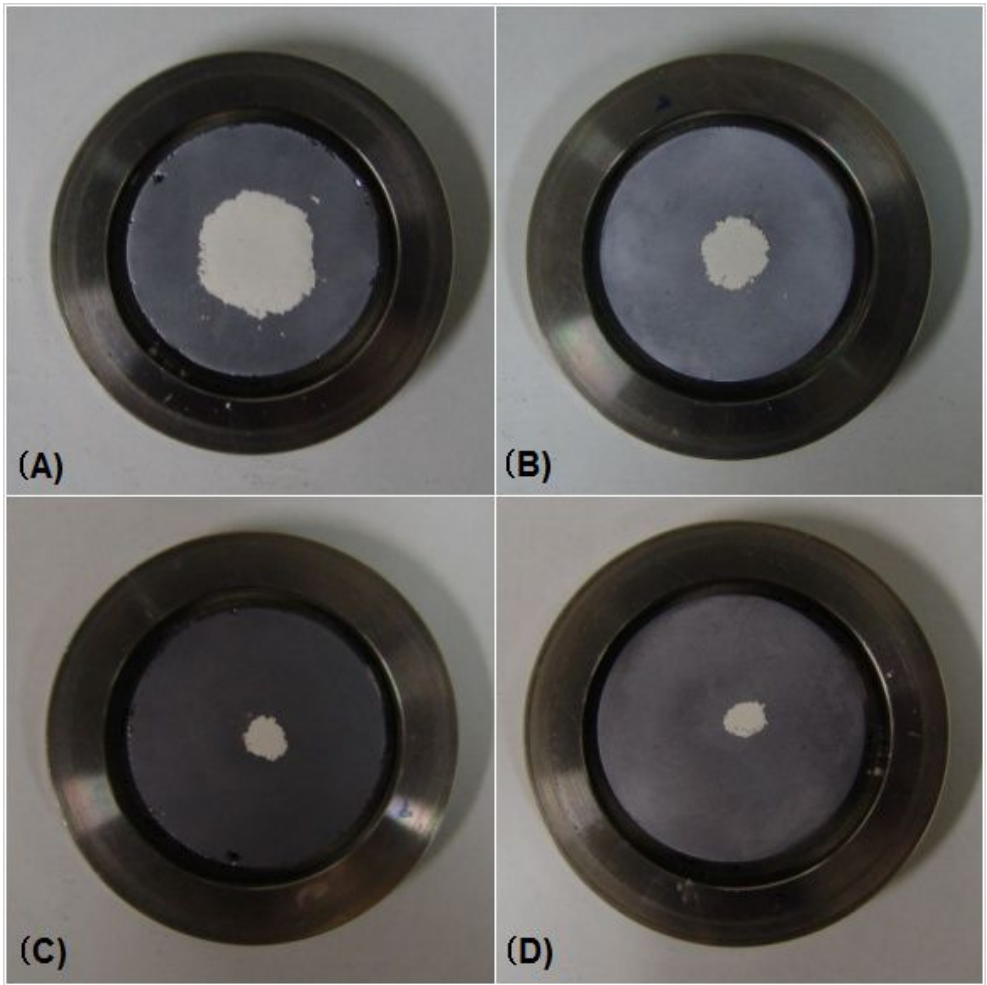


Fig. 10. The photo of the Limestone samples on the ZBH.

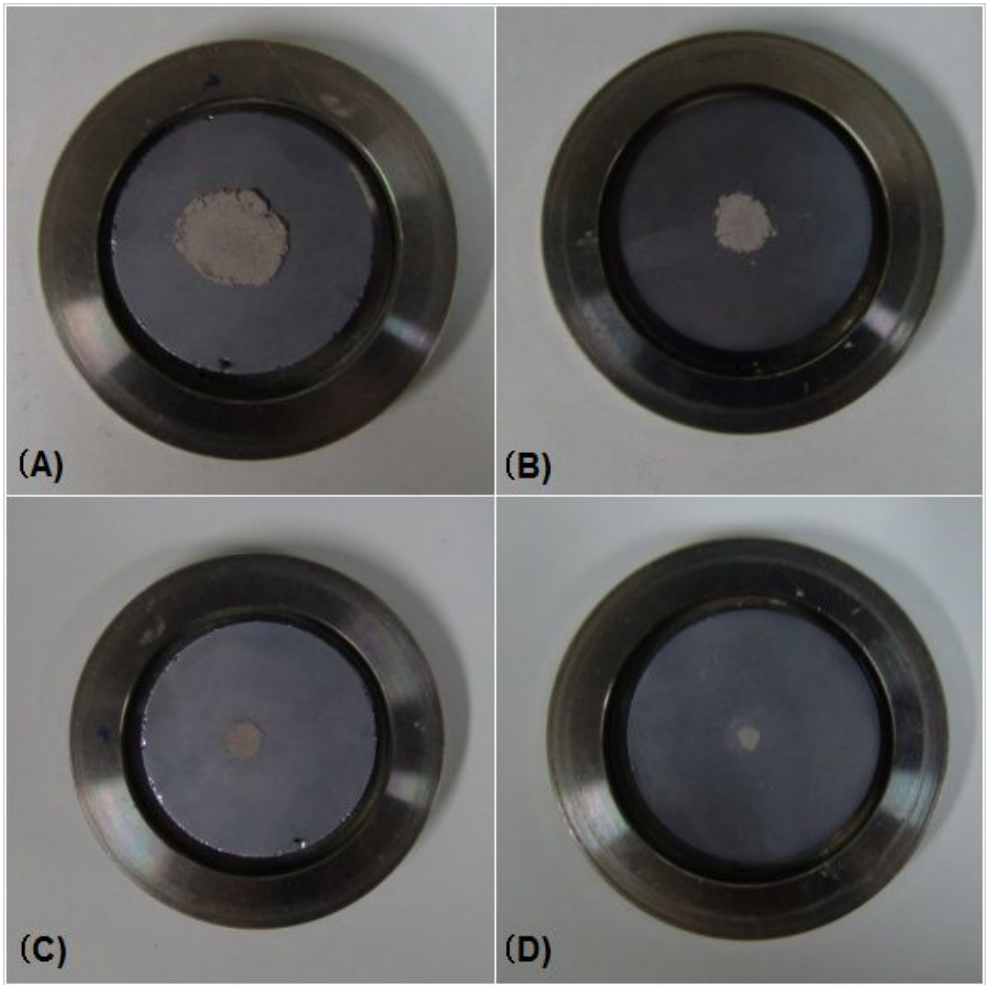


Fig. 11. The photo of the Sandstone samples on the ZBH.

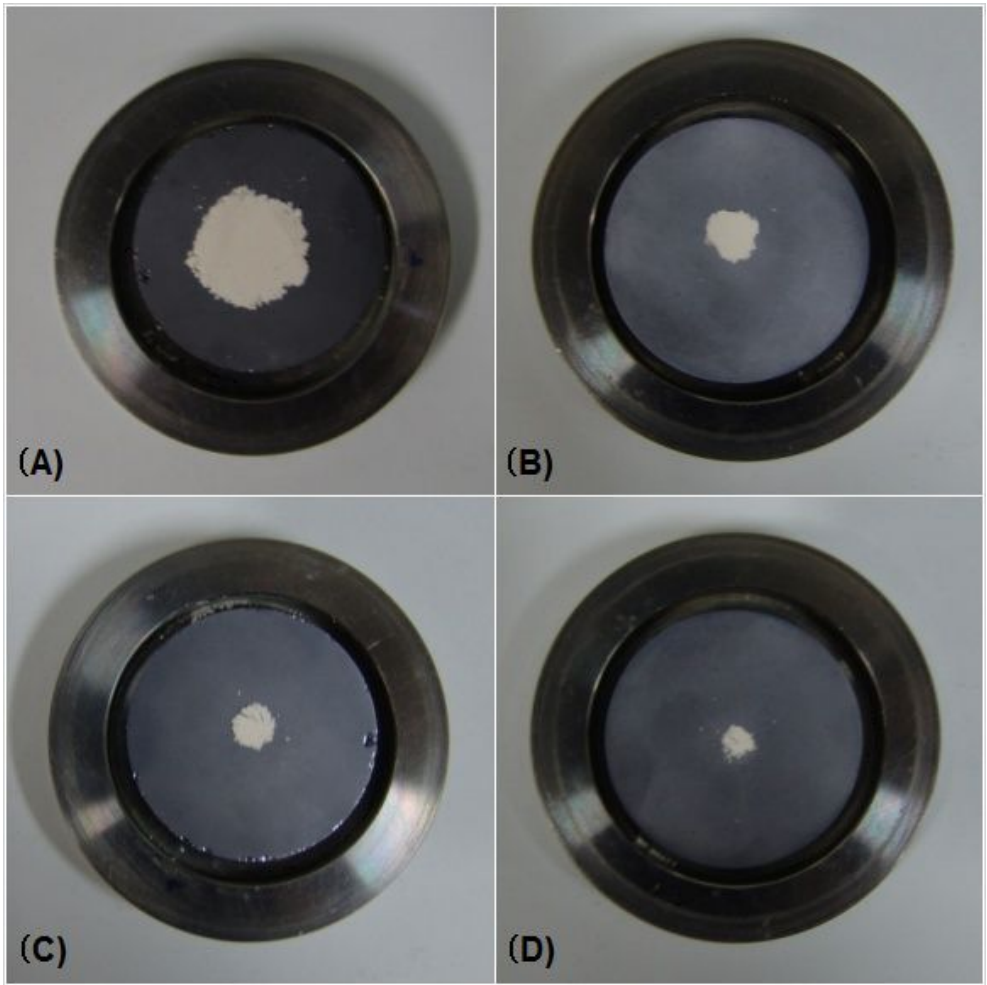


Fig. 12. The photo of the Calcite samples on the ZBH.

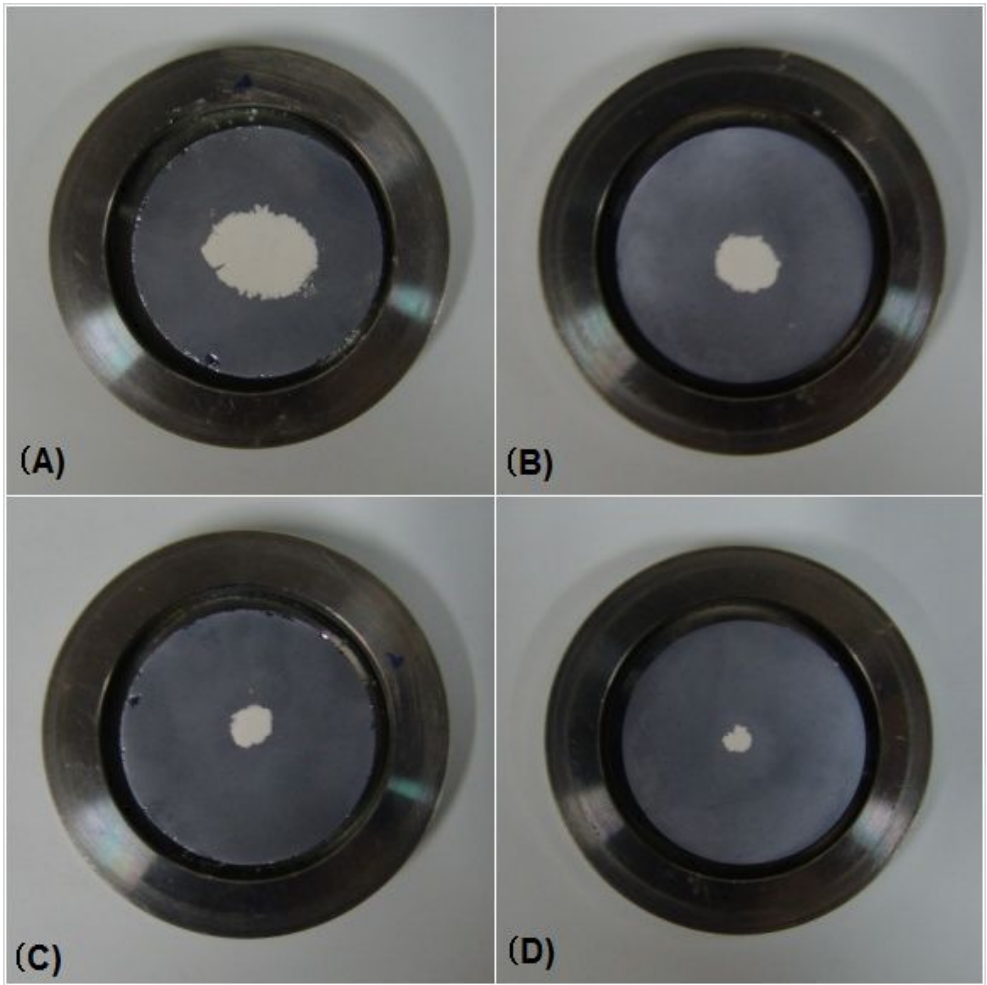


Fig. 13. The photo of the part of Quartz vein samples on the ZBH.

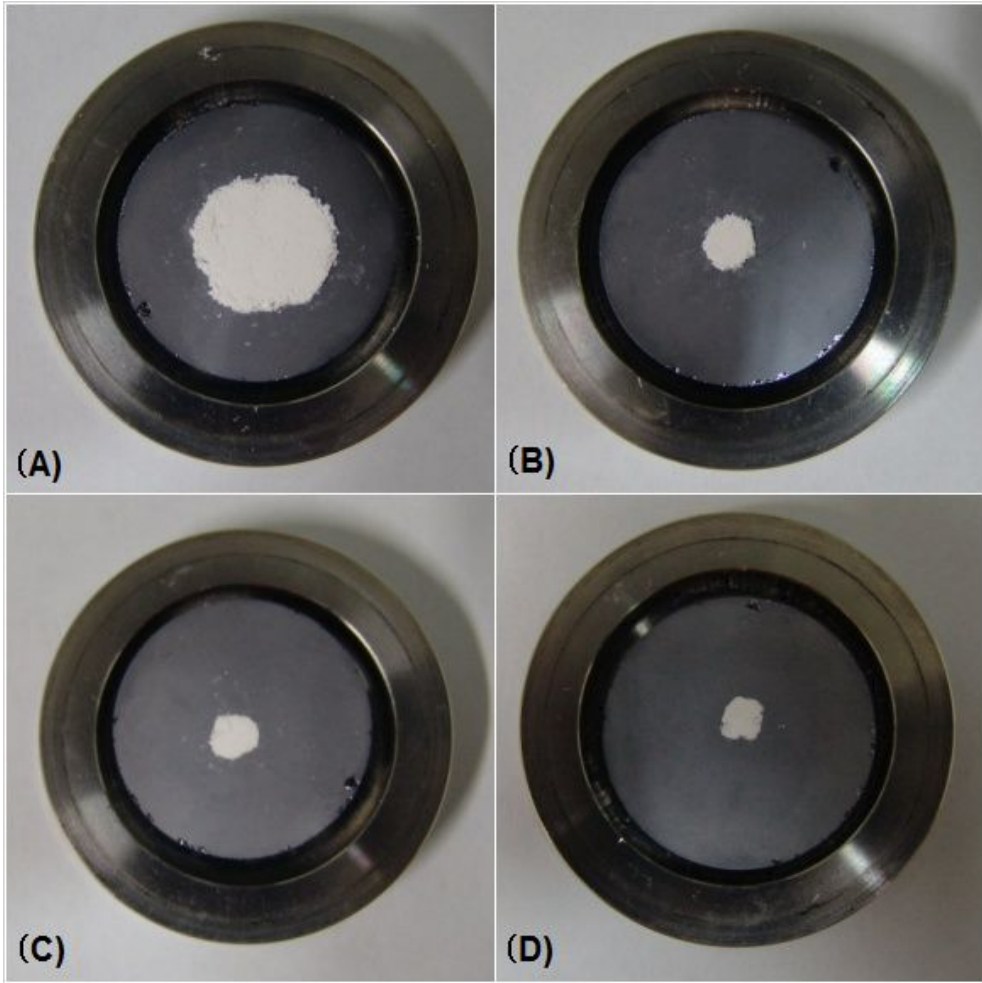


Fig. 14. The photo of the Pyrophyllite samples on the ZBH.

제5장 결과

5.1. Search - Match 방법

X-ray tube는 Cu target을 이용하여 5~70°의 구간에서 분석을 실시하였으며, 하나의 시료당 시료의 양과 면적을 달리하여 5개의 데이터 값을 얻었다. 측정된 X-선회절 분석을 위하여 PANalytical사의 X'Pert HighScore Plus 프로그램을 사용하였다(김우경, 2011).

5.2. X-선회절 분석 결과

5.2.1. Andesite

Fig. 15. 에서 시료명 안산암 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder(ZBH)에서 석영, 알바이트, 칼리장석이 동정되었다. 0.001g의 (B)시료와 0.005g의 (C)시료, 0.001g의 (D)시료의 경우에도 0.1g의 (A)시료보다 Peak의 강도가 약하였지만 석영, 알바이트, 칼리장석의 해석이 가능하였다. 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정한 결과 0.001g의 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정한 결과보다 Peak의 강도가 강해졌고 석영, 알바이트, 칼리장석의 동정이 가능하였다.

5.2.2. Granite

Fig. 16. 에서 시료명 화강암 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder(ZBH)에서 석영, 알바이트, 미사장석, 흑운모가 동정되었으나, 0.01g의 (B)시료, 0.005g의 (C)시료, 0.001g의 (D)시료의 경우 흑운모는 해석이 되지 않았고, 석영, 알바이트, 미사장석은 해석이 가능하였다. 같은 양의 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의

증가에 따른 강도를 측정 한 결과 0.001g의 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정 한 결과 보다 Peak의 강도가 강해졌고 석영, 알바이트, 미사장석이 해석되었다.

5.2.3. Dolomite

Fig. 17. 에서 시료명 돌로마이트 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder(ZBH)에서 돌로마이트와 방해석이 동정되었다. 0.01g의 (B)시료의 경우 일반적인 X-선 회절 분석을 실시하였을 경우 회절패턴을 해석이 가능하였지만 상대적으로 시료의 양이 줄어든 0.005g의 시료(C)와 0.001g의 시료(D)의 경우에 방해석을 해석하지 못하였고, 특정 Peak값 이외에 해석에 충분한 강도는 나오지 않았다. 같은 양의 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정 한 결과 (D) 시료의 40kV, 30mA로 측정 한 결과보다 Peak의 강도는 강해졌으나 방해석은 해석이 되지 않았다.

5.2.4. Shale

Fig. 18. 에서 시료명 셰일 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder(ZBH)에서 석영, 알바이트, 방해석, 정장석, 백운모가 동정되었다. 0.01g의 (B)시료에서도 석영, 알바이트, 방해석, 정장석, 백운모가 해석되었으나 상대적으로 양이 줄어든 0.005g의 (C)시료의 경우 석영, 알바이트, 방해석, 정장석만 해석되고 백운모가 해석이 되지 않았다. 0.001g의 (D)시료의 경우 석영, 정장석이 동정되었다. 같은 양의 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정 한 결과 0.001g의(D)시료의 40kV, 30mA로 측정 한 결과보다 Peak의 강도가 강해졌고, 석영, 알바이트, 정장석, 백운모의 해석이 가능하였다.

5.2.5. Kaolinite

Fig. 19. 에서 시료명 카올리나이트 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder

(ZBH)에서 석영과 디카이트가 동정되었다. 0.001g의 (B)시료와 0.005g의 (C)시료, 0.001g의 (D)시료의 경우에도 0.1g의 (A)시료보다 Peak의 강도가 약하였지만 석영과 디카이트의 해석이 가능하였다. 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정된 결과 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정된 결과보다 Peak의 강도가 강한 석영과 디카이트가 해석되었다.

5.2.6. Limestone

Fig. 20. 에서 시료명 카올리나이트 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder (ZBH)에서 방해석과 석영이 동정되었다. 0.001g의 (B)시료와 0.005g의 (C)시료, 0.001g의 (D)시료의 경우에도 0.1g의 (A)시료보다 Peak의 강도가 약하였지만 방해석과 석영이 해석되었다. 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정된 결과 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정된 결과보다 Peak의 강도가 강한 방해석과 석영이 해석되었다.

5.2.7. Sandstone

Fig. 21. 에서 시료명 카올리나이트 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder (ZBH)에서 석영, 홍주석, 적철석, 카올리나이트, 미사장석이 동정되었다. 0.001g의 (B)시료와 0.005g의 (C)시료, 0.001g의 (D)시료에서는 석영, 홍주석, 적철석만 해석이 되었고, 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정된 결과 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정된 결과보다 Peak의 강도가 강해졌지만 석영, 홍주석, 적철석 이외는 해석되지 않았다.

5.2.8. Calcite

Fig. 22. 에서 시료명 카올리나이트 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder (ZBH)에서 방해석 단일 광물만 동정되었다. 0.001g의 (B)시료와 0.005g의 (C)시료,

0.001g의 (D)시료의 경우 일반적인 X-선회절 분석을 실시하였을 경우 Peak의 강도는 약해졌지만 방해석의 해석이 가능하였다. 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정한 결과 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정한 결과보다 Peak의 강도가 강해지는 것을 확인하였다.

5.2.9. Quartz vein

Fig. 23. 에서 시료명 카올리나이트 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder (ZBH)에서 석영 단일 광물만이 동정되었다. 0.001g의 (B)시료와 0.005g의 (C)시료, 0.001g의 (D)시료의 경우 일반적인 X-선회절 분석을 실시하였을 경우 Peak의 강도는 약해졌지만 석영의 해석이 가능하였다. 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정한 결과 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정한 결과보다 Peak의 강도가 강해지는 것을 확인하였다.

5.2.10. Pyrophyllite

Fig. 24. 에서 시료명 카올리나이트 0.1g의 (A)시료 Zero Background Holder (ZBH)에서 덩카이트 단일 광물만이 동정되었다. 0.001g의 (B)시료와 0.005g의 (C)시료, 0.001g의 (D)시료의 경우 일반적인 X-선회절 분석을 실시하였을 경우 Peak의 강도는 약해졌지만 석영의 해석이 가능하였다. 0.001g의 (DD)시료를 40kV, 40mA로 전류의 증가에 따른 강도를 측정한 결과 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정한 결과보다 Peak의 강도가 강해지는 것을 확인하였다.

Andesite

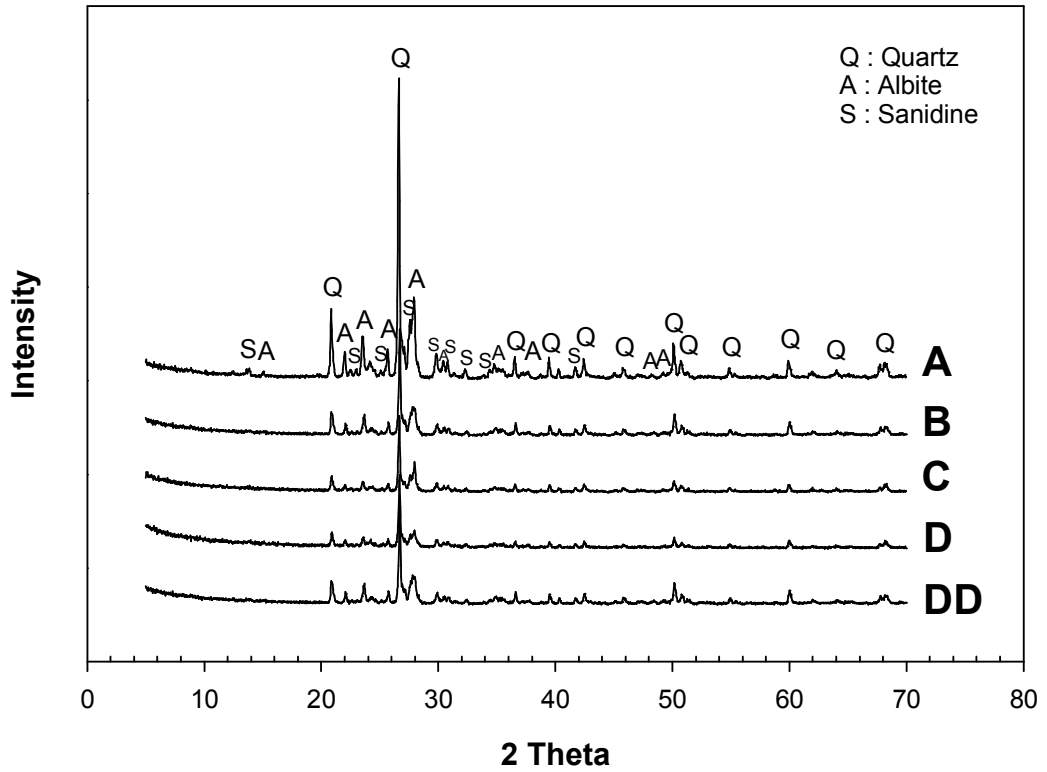


Fig. 15. X-ray diffraction patterns of Andesite samples.

Granite

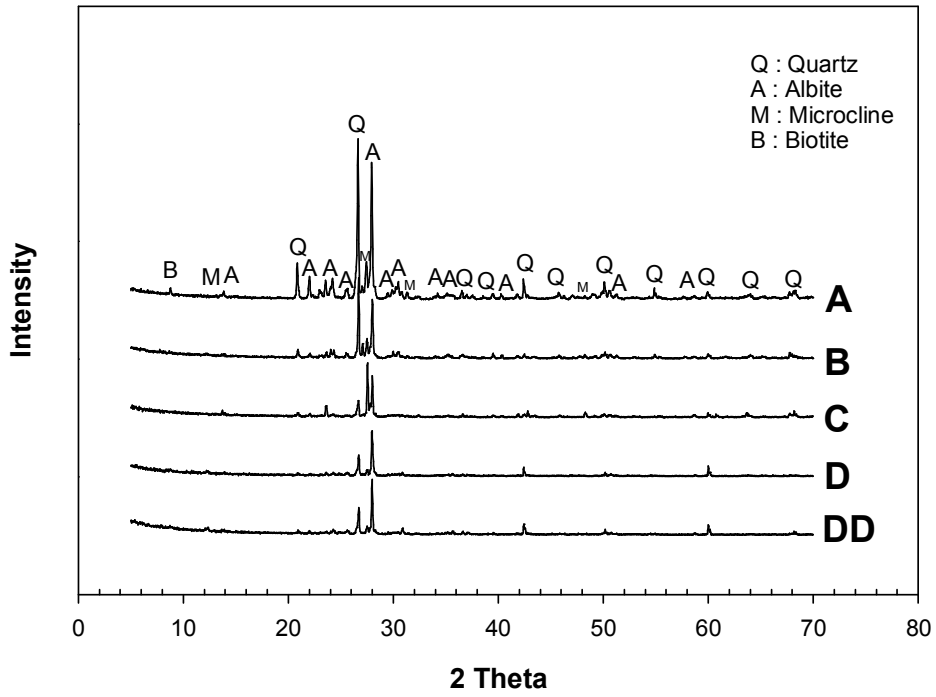


Fig. 16. X-ray diffraction patterns of Granite samples.

Dolomite

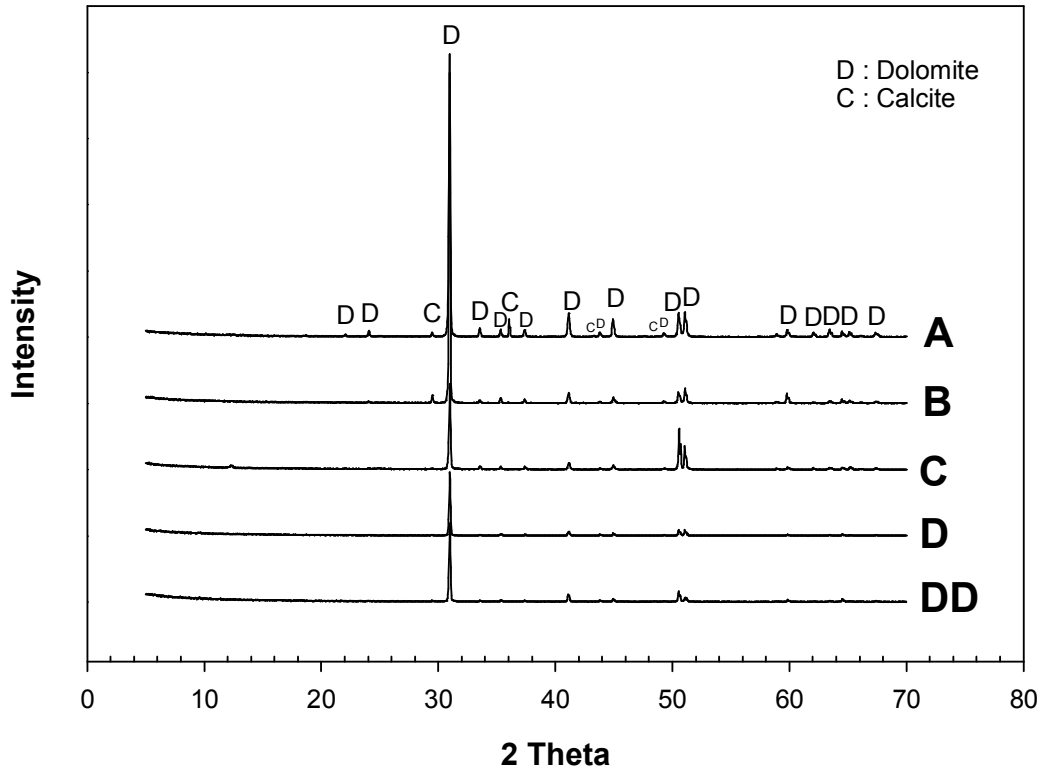


Fig. 17. X-ray diffraction patterns of Dolomite samples.

Shale

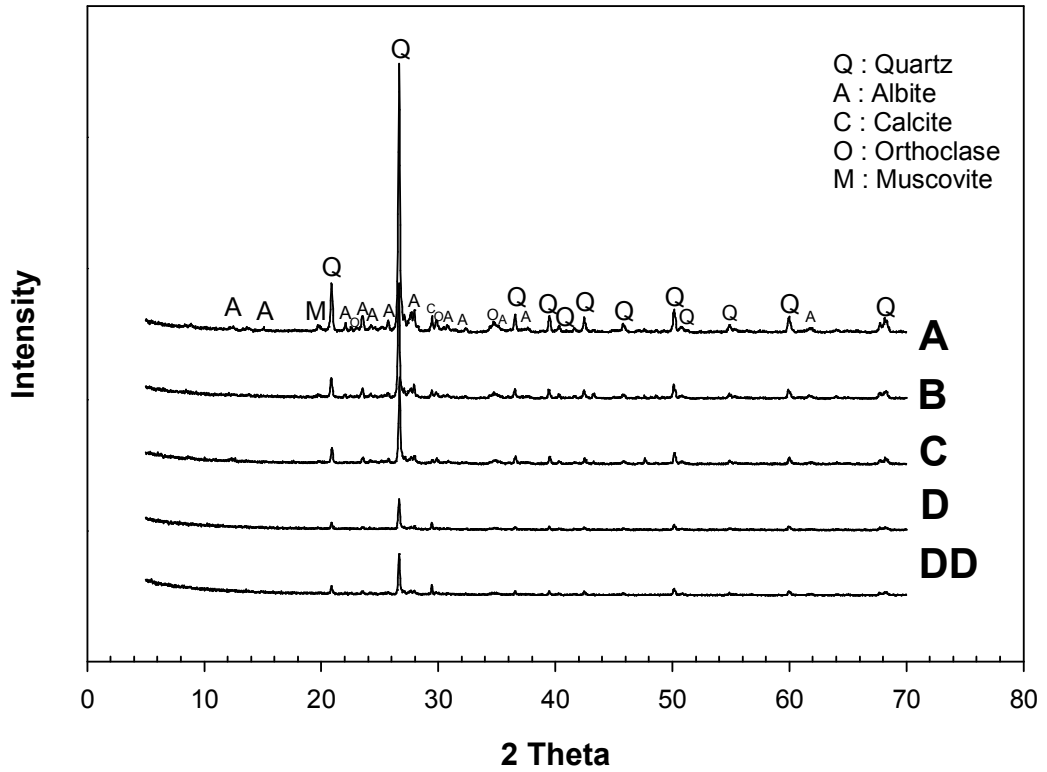


Fig. 18. X-ray diffraction patterns of Shale samples.

Kaolinite

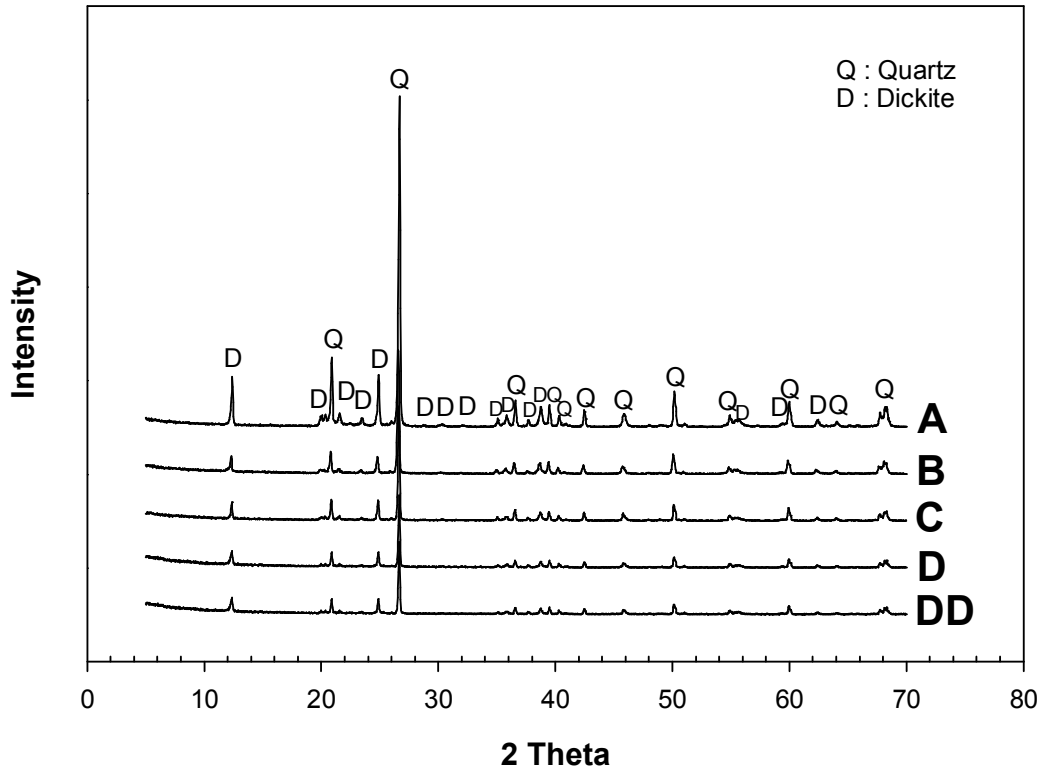


Fig. 19. X-ray diffraction patterns of Kaolinite samples.

Limestone

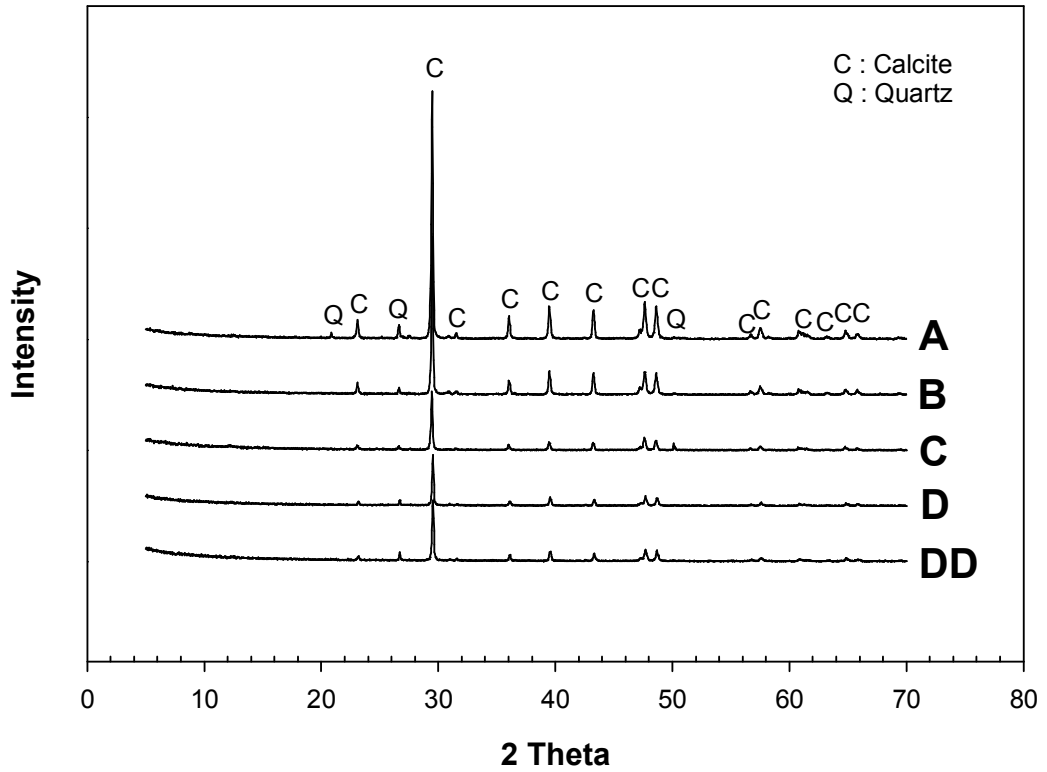


Fig. 20. X-ray diffraction patterns of Limestone samples.

Sandstone

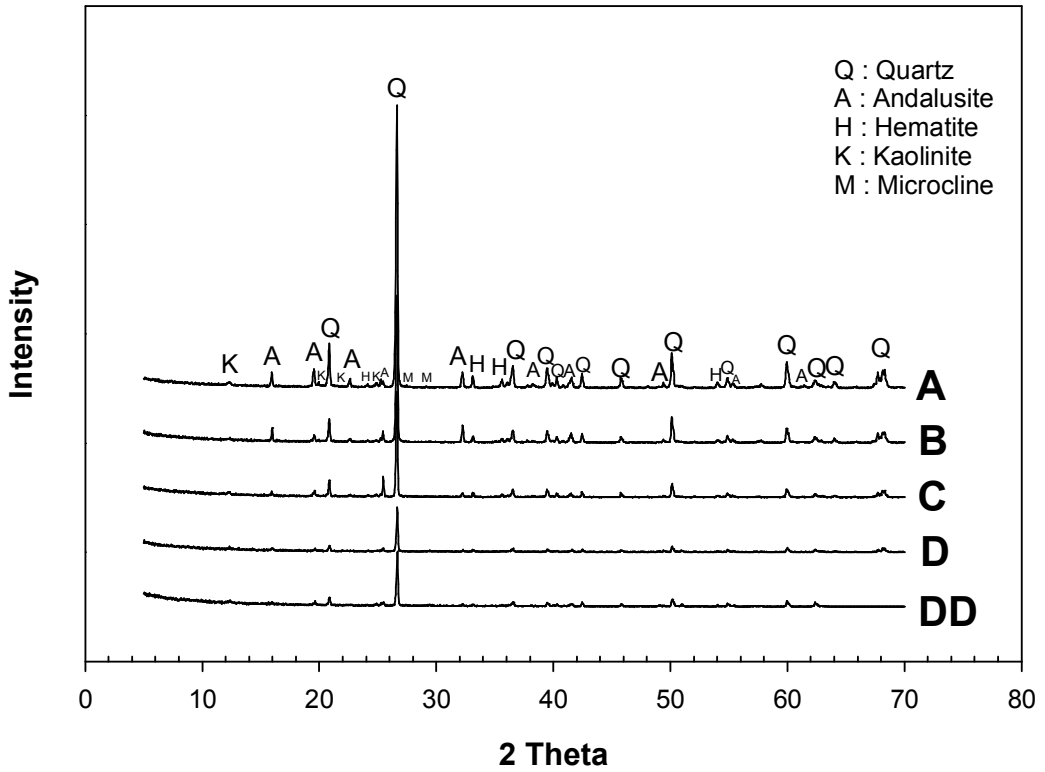


Fig. 21. X-ray diffraction patterns of Sandstone samples.

Calcite

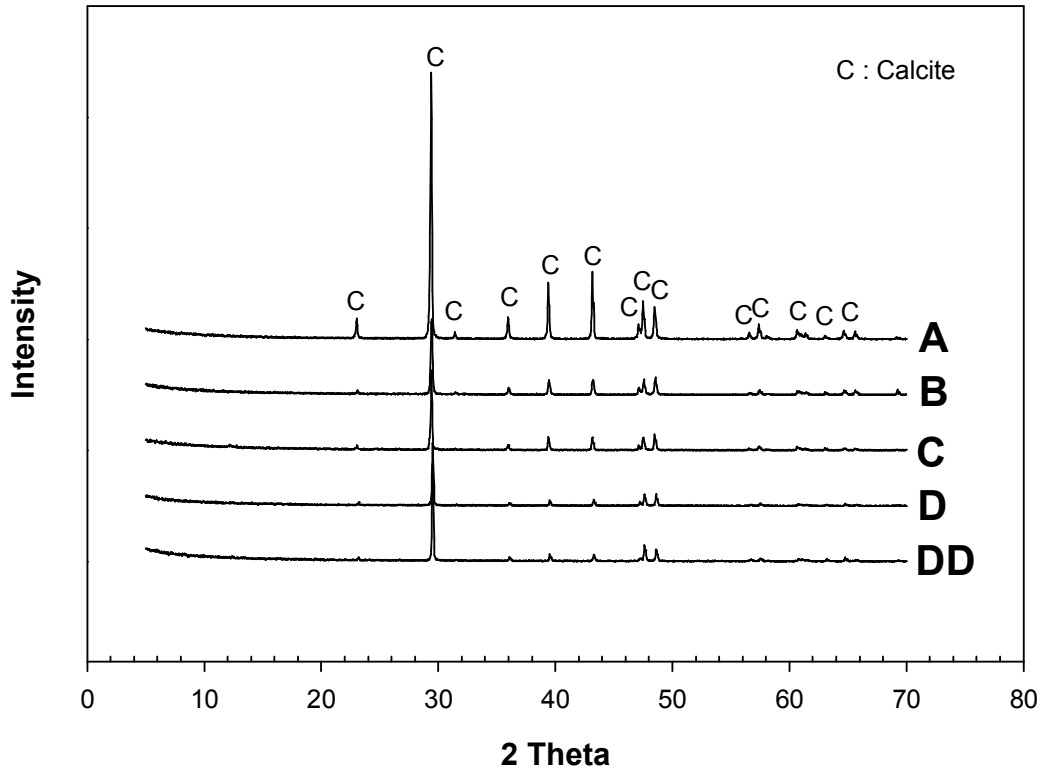


Fig. 22. X-ray diffraction patterns of Calcite samples.

Quartz vein

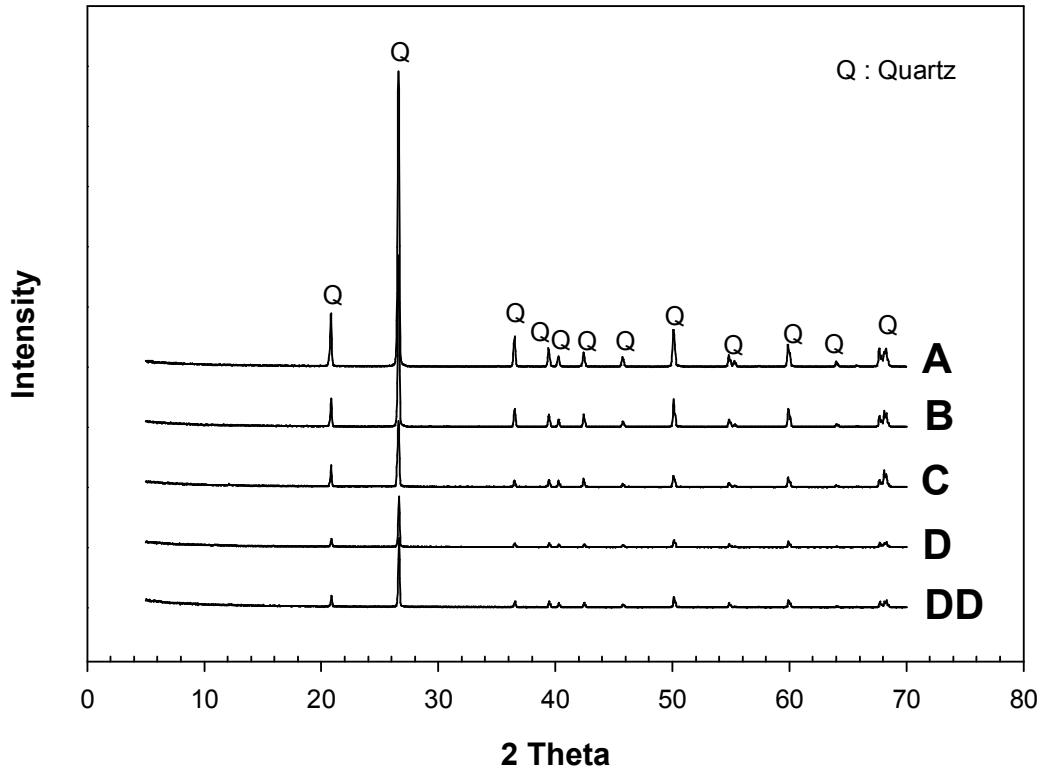


Fig. 23. X-ray diffraction patterns of Quartz vein samples.

Pyrophyllite

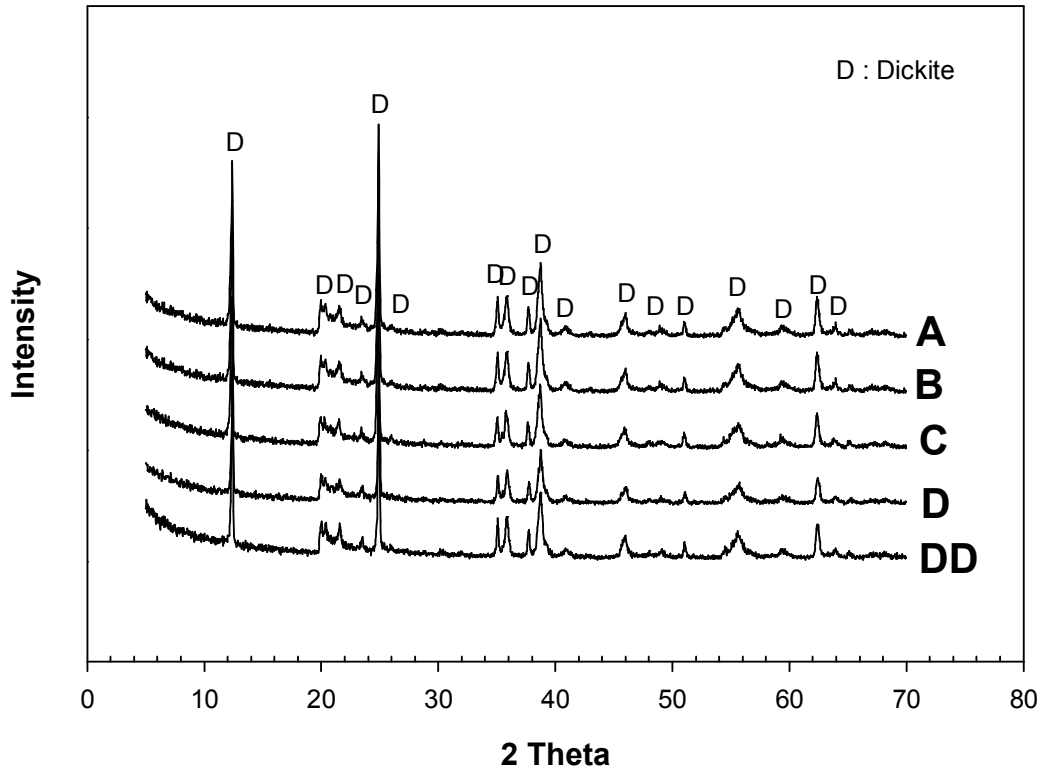


Fig. 24. X-ray diffraction patterns of Pyrophyllite samples.

제6장 논의

1. X-선 회절분석결과 혼합물의 조성과 상태분석이 가능하였다.
2. 단일물질이 아닌 경우에도 분석이 가능하였다.
3. 시료는 미량이어도 분석이 가능했으며, 분석에 의해 양이 소모되진 않는다.
4. 미량인 경우 분석이 안되는 걸로 알려져 있으나, ZBH를 이용하여 0.005g이상인 경우 분석이 가능하였다.
5. X-선 회절분석에 숙련된 전문가라면 0.005g보다 더 적은 0.001g으로도 해석이 가능할 것으로 사료된다.

제7장 결론

극미량 암석 시료에 대한 X-선회절 분석을 총 10가지의 암석시료를 사용하여 분석을 하였다. 비교적 쉽게 X-선 회절패턴을 얻을 수 있었으며, Zero Background Holder(ZBH)위에 암석시료의 양과 면적을 줄여가며 X-선회절 분석을 실시한 결과는 다음과 같다.

1. 일반적인 X-선회절 분석에 필요한 시료의 양은 1~2g정도로 알려져 있지만 이번 연구를 통하여 Zero Background Holder(ZBH)위에 적은양의 암석시료의 양을 줄여가며 분석한 결과 단일광물로 구성된 Calcite, Quartz vein, Pyrophyllite은 0.001g의 시료면적이 대략 11mm²인 경우에 (D), (DD)시료 X-선회절 분석을 통하여 정성분석이 가능하였다.

2. 0.001g의 (DD)시료는 40kV, 40mA로 전류를 증가시켜 강도를 측정된 결과 (D)시료의 40kV, 30mA로 측정된 결과보다 Peak의 강도가 강해지는 것을 확인하였다. 혼합물로 구성된 Shale 0.001g의 (D), (DD)시료의 경우 같은 양 일지라도 강도의 차이에 따라, 0.001g의 (D)의 시료보다 (DD)시료에서 Peak의 강도가 강해졌고, 석영, 알바이트, 정장석, 백운모의 해석이 가능하였다.

3. 시료(A)의 경우는 Zero Background Holder(ZBH)위에 시료를 올려 기존의 일반적인 X-선회절 분석 방법과 가장 유사한 방법으로 분석을 하였다. 결과는 기존의 일반적인 X-선회절 분석의 결과에 매우 유사하여 X-선회절 패턴을 비교 하였을 때 다른 결과를 찾을 수 없었으나 극미량에도 해석이 가능함을 입증했다.

참 고 문 헌

1. 김우경, 극미량 토양 시료에 대한 X-선회절 분석 연구, 조선대학교석사학위논문, 1-39p, 2011.
2. 한봉희, X線回折의 基礎, 東明社, 1995.
3. B.D. Cullity, S.R. Stock, X-선회절, 진샘미디어, 2006.
4. Joseph R.Swider., Micro Powder X-ray Diffraction in the Laboratory, (<http://www.modernmicroscopy.com/main.asp?article=94>), 2009.
5. Suryanarayana, C., Norton, M. Grant Norton 저 ; 김유탉 역, X-선회절 : 실질적인 접근, 흥릉과학출판사, 1998.
6. Švarcová S, Kočí E, Bezdička P, Hradil D and Hradilová J, Evaluation of laboratory powder X-ray micro-diffraction for applications in the field of cultural heritage and forensic science, Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2010, Volume 398, Number 2, Pages 1061-1076.
7. X'pertPRO X-ray diffraction system user's Guide, Philips, 2002.
8. 加藤誠軌, X-線回折分析, 半島出版社, 1993.