

남극 점토광물 분석을 위한 X선 회절
분석기의 활용 체계 설정에 관한 연구

A Study on Establishment of Application System
of XRD for Analysis of Antarctic Clay Minerals

1994. 3

한국해양연구소

제 출 문

한국해양연구소 소장 귀하

본 보고서를 '남극 점토광물 분석을 위한 X선 회절분석기의 활용 체계 설정에 관한 연구' 사업의 최종보고서로 제출합니다.

1994년 3월

연구책임자 : 최문영

연구 조원 : 강천윤

양영선

요 약 문

I. 제 목

남극 점토광물 분석을 위한 X선 회절분석기의 활용 체계
설정에 관한 연구

II. 연구 목적 및 중요성

해양 환경에 분포하는 점토광물은 주변 육지로 부터 물이나 바람에 의해 바다로 공급되며, 이는 다시 해류에 의해 운반 및 이동되어 퇴적되거나, 퇴적 후 재동되어 현 위치에 이르게 된다. 일반적으로 해양 환경에 분포하는 점토광물은 크게 일라이트, 캐올리나이트, 클로라이트, 스멕타이트 등의 4종류로 구성되며, 그 구성 비율은 퇴적 분지의 발달 및 진화에 따라 발생한 주변 육지 및 해양에서 일어난 여러 지질학 및 해양학적 현상의 결과로 결정된다. 따라서 점토광물은 근원지의 지질 조성 및 기후 변화, 해양의 수리 특성, 퇴적 환경 변화 등은 물론 퇴적 분지 형성과 발달 과정을 규명하는데 유용한 지시자로서 사용될 수 있다.

일반적으로 점토광물의 확인과 구성 비율을 측정하기 위해서는 X선 회절 분석기를 이용한 방법을 사용하여 왔으나, 분석 및 자료 처리에 내

제된 오류의 항상성으로, 결과의 신뢰성에 의문이 제기되고, 활용성이 대단히 제한적이다. 이는 자료 처리 과정이 주관적으로 보다 객관적이고 일관성있는 분석 체계의 설정이 필수적이다. 본 연구는 이러한 문제에 접근하기 위한 기초적인 조사로서 X선 회절 분석기를 이용한 점토광물의 분석을 보다 효율적으로 하기 위한 목적으로 수행되었다.

III. 연구 내용 및 범위

- X선 회절 분석의 원리 파악
- X선 회절 분석기의 구성 및 특성 기술
- 컴퓨터 분석 체계의 수립과 활용을 통한 수정 보완
- 객관적인 분석 체계 정립

IV. 연구 결과 및 제언

점토광물의 정량적이고도 객관적인 분석 체계를 제시하였다. 제시된 분석 체계는 종래의 수작업에 의해 야기되는 주관적인 요소를 배제하기 위하여 컴퓨터 프로그램 상에서 일정한 기준에 의해 객관적으로 자료를 분석하는 시스템에 기초를 두고 있다. 더우기 분석 결과를 자료로서 저장할 수 있어 여러 후처리 과정을 통하여 특정한 목적에 맞게 사용될 수 있다.

- 기대효과 및 활용방안
 - 점토광물 분석 시에 기준 체계로 이용
 - 비교 기준 설정으로 상호 비교 연구 가능

- 간단한 체계로서 연구의 효율성 향상
- X선 회절 분석기의 효과적인 활용 가능

SUMMARY

I Title

A Study on Establishment of Application System of XRD
for Analysis of Antarctic Clay Minerals

II. Purpose and Importance of the Study

Clay minerals in ocean environment are generally supplied by water and wind flows from continent to sea, which are in turn transported by ocean current and are finally deposited. The clay minerals in fine-grained recent sediments of ocean comprise illite, kaolinite, chlorite and smectite. The distribution and composition of clay minerals are generally controlled by various geological and oceanographical processes occurred in adjacent continent and ocean during developmental and evolutionary stages of sedimentary basin. The clay minerals, therefore, can be used as important indicators representing source rock geology, hydrodynamic characteristics of ocean, evolution of sedimentary basin. In addition, by studying clay minerals, formation and evolution of sedimentary basin can be verified.

To study clay minerals, X-ray diffractometer is widely used. However, the analytical experiment and interpretation were carried out subjectively causing to limitation of application. To solve these problems, objective and consistent analytical system is needed. In this study, XRD is described

based on theoretical background and preliminary analytical system is established.

III. Contents and Scope of the Study

- Description of X-ray diffraction theory
- Characteristics and Description of X-ray Diffractometer
- Collection of Experimental and Analytical Data
- Correction of Preliminary Analytical System by numerous Applications
- Establishment of Analytical System

IV. Results and Suggestions

- Quantitative and objective operational system of clay minerals' analysis is established, which is based on computer program for consistent and objective data processing. This system should be complemented through a number of data processing and their applications.

CONTENTS

1. INTRODUCTION -----	12
1.1 Formation and Distribution of Clay Minerals -----	15
2. X-RAY DIFFRACTION -----	17
2.1 Production of X-rays -----	17
2.2 Diffraction of X-rays by a sample -----	24
2.3 Output devices -----	24
3. SPECIFICATION OF X-RAY DIFFRACTOMETER -----	29
4. OPERATIONAL SYSTEM FOR X-RAY DIFFRACTION -----	30
4.1 Main Structure -----	31
4.2 System Setting and Input of Initial Parameters -----	33
4.3 Establishment of Analytical Program -----	36
4.4 Analysis and Data Collection -----	40
5. CONCLUSION -----	43
REFERENCES -----	44

LIST OF TABLES

Table 1-1. Overview of X-ray diffractometer in Polar Research Center, KORDI -----	14
Table 2-1. X-ray tube targets and suitable filters -----	22

LIST OF FIGURES

Fig. 2-1. A section of a Rontgen X-ray tube -----	18
Fig. 2-2. The spectrum from a copper anode X-ray tube -----	19
Fig. 2-3. The generation of X-rays -----	20
Fig. 2-4. The copper X-ray spectrum after passing through a nickel filter -----	19
Fig. 2-5. The variation of mass absorption coefficient of nickel at different X-ray wavelengths -----	21
Fig. 2-6. The copper X-ray spectrum after passing through a nickel filter and subjected to pulse height analysis -----	21
Fig. 2-7. Schematic representation of the geometry of a cured crystal monochromator -----	23
Fig. 2-8. Schematic representation of the geometry of a typical diffractometer -----	25

Fig. 2-9. An illustration of Bargg's Law -----	26
Fig. 2-10. A strip chart of diffractometer trace of the X-ray diffraction pattern -----	27
Fig. 3-1. Overview of X-ray diffractometer system -----	29
Fig. 4-1. Overview of PC-APD structure -----	32
Fig. 4-2. The PC-APD start-up screen -----	34
Fig. 4-3. System preparation high-lighted on main selection menu -----	34
Fig. 4-4. Diffractometer type selection menu -----	35
Fig. 4-5. Parameter input form -----	35
Fig. 4-6. System parameters input form -----	37
Fig. 4-7. EDIT menu showing the Identify program name input prompt -----	37
Fig. 4-8. The Identify: Scan parameters input form -----	39
Fig. 4-9. The data collection selection menu -----	39
Fig. 4-10. The identify program input form -----	41

목 차

1. 서론 -----	12
1.1 점토광물의 생성과 분포 -----	15
2. X선 회절 분석 -----	17
2.1 X선의 발생 -----	17
2.2 표품의 X선 회절 분석 -----	24
2.3 출력 장치 -----	24
3. X선 회절 분석기의 구성 -----	29
4. X선 회절 분석을 위한 운영 체제 -----	30
4.1 주요 구성 -----	31
4.2 분석 체계 설정과 초기 변수 지정 -----	33
4.3 분석 Program 설정 -----	36
4.4 분석 실행 및 자료 획득 -----	40
5. 결론 -----	43
참고문헌 -----	44

1. 서론

해양 환경에 분포하는 점토광물은 주변 육지에서 생성되어 유수 또는 바람에 의해 바다로 공급되며, 이는 다시 해류에 운반 및 이동되어 퇴적된다. 일반적으로 해양 환경에 분포하는 점토광물은 크게 일라이트, 고흥토(kaolinite), 녹니석(chlorite), 스�멕타이트 등의 4종류로 구성되며, 그 구성 비율은 퇴적 분지의 발달 및 진화에 따라 발생한 주변 육지 및 해양에서 일어난 여러 지질학 및 해양학적 현상의 결과로 결정된다. 따라서 점토광물의 수평적 수직적 변화 양상은 근원지의 기후 변화 및 지질 조성, 해양의 수리 특성, 퇴적 환경 변화 등은 물론 퇴적 분지 형성과 발달 과정을 규명하는데 유용한 지시자로서 사용될 수 있다.

일반적으로 점토광물의 확인과 구성을 규명하기 위해서는 X선 회절 분석기를 이용한 방법이 사용된다. 해양연구소 극지연구센터에서는 남극 점토광물 연구를 위해 네덜란드 Philips사 제품의 X선 회절 분석기를 설치하여 운영하여 왔다. 그러나 운영을 위한 전문가의 미확보와 운영 체제의 미실정으로 기기의 활용이 충분하게 이루어지지 못한 실정이다. 예를 들어, 회절 분석기의 운영을 위해 설치된 전용 컴퓨터는 기기의 초기 조건 설정 및 시료 분석, 자료 획득 및 처리 등을 통제할 수 있는 첨단 장비이나 운영 체제의 미비로 효율적인 활용이 이루어지지 못하였다. 더우기 컴퓨터를 운영하는 언어가 널리 사용되고 있는 DOS에 기초한 것이 아니고, Philips사에서 회절 분석기를 위해 특별히 고안한 것으로 비전문가에게는 회절 분석기의 원활한 이용에 또 하나의 장벽을 구축하였다.

이러한 여러 문제점을 해결하기 위해서는 우선 회절 분석기의 모든 작동을 통제하는 컴퓨터 시스템을 비전문가에게 친숙한 기종으로 교체하여야 한다. 그 다음 회절 분석기의 운영을 위한 체제로서 DOS에 기초한 Program이 설치되어야 할 것이다. 이에 본 연구에서는 X선 회절 분석기의 객관적이고 효율적으로 운영하기 위하여 종래에 사용되던 컴퓨터 System을 전면적으로 개량하였다. Hardware로는 가장 널리 사용되고 있는 IBM-PC(80486급)를 선택하였고, 운영 Software로는 DOS에 바탕을 둔 PC-APD를 채용하였다 (Table 1-1). 이러한 System은 종래의 X선 회절 분석을 위해 특별히 고안된 System과 달리 모든 연구자에게 친숙한 체제로 광범위한 응용이 가능함은 물론 누구나 어려움 없이 접근할 수 있을 것이다. 특히, 시료를 분석한 후 획득된 자료를 컴퓨터를 이용하여 저장한 후 추후 필요에 따라 언제든지 재사용할 수 있게 되었다. 이는 종래의 분석 방법, 즉 1회 분석에 의해서는 1장의 기록지만을 얻는 것과는 비교할 수 없을 정도로 개선된 점이다. 더우기 여러 방법으로 자료 처리를 하여 원하는 부분만을 강조한 기록을 출력할 수 있게 된 점은 시간적 또는 금전적인 손실 방지의 차원 외에도 연구의 질을 향상시킨다는 점에서 그 가치가 높다고 할 수 있다.

새로운 운영 체제를 설정하기 위한 본 연구를 통하여 X선 회절 분석기를 이용한 점토 광물 연구에 필요한 기초 자료의 획득, 분석기의 운용 및 자료 획득 방법, 획득된 자료에 대한 후처리 방법 등을 체계화하고자 한다. 이에 따라 효율적인 운영 체계를 제시함으로써 차후의 본 체계를 이용한 점토광물의 X선 회절 분석시 통일된 자료의 축적과 효과적인 자료 처리가 이루어지도록 한다.

Table 1-1. Overview of X-ray diffractometer in Polar Research Center, KORDI

Description	Model/Serial No	Content
HT Generator	PW 1830	X-ray production & diffraction on sample
Cooling System		Cooling of X-ray tube
Diffractometer	PW 1710	Recording of diffracted X-ray
Strip Chart Recorder		Output as recording paper
Computer System		
Hardware	IBM 80486	Control on XRD operation
Software	PC-APD 1837	& Data processing
Output Devices	Plotter & Color Printer(HPDJ-500C)	Output as graphics

1.1 점토광물의 생성과 분포

점토 광물은 주로 육상에 노출된 기반암 위에 놓여있는 토양과 미고결 퇴적층에서 생성된다. 실제로 대부분의 점토광물은 토양 형성 작용을 통해 만들어진 토양층과 풍화되는 암석층 내에서 형성된다.

온대 지역에서와 같이 용탈(leaching)의 정도가 크지 않은 곳에서는 일라이트가 전형적인 점토광물로 산출된다. 녹니석(chlorite)은 화학적 풍화 작용이 활발치 않은 고위도와 저위도의 건조 지역에서 형성된다. 몬트모릴로나이트는 중간 정도의 용탈과 풍화 강도하에서 생성되는 점토광물로서, 배수가 양호하고 pH가 중성인 온대 토양, 배수가 불량한 토양, 그리고 알칼리도가 높은 건조 지역의 토양 내에서 흔히 나타난다. 고령토(kaolinite)는 용탈이 심한 열대의 산성토에서 특징적으로 나타난다.

일단 형성되고 나면 점토광물은 침식 운반, 퇴적 작용을 쉽게 받는데, 현생 퇴적층과 과거의 점토질 퇴적층 내에 있는 점토광물은 대부분 이와 같이 유래된 쇄설성 기원이다.

현생 퇴적층 내의 점토광물의 분포는 대부분 근원지의 기후와 풍화 양상을 반영한다. 고령토는 저위도 지역에 우세하게 나타나는데, 특히 열대 풍화 지역의 주 하천 부근 근해에 많이 나타난다. 일라이트는 고위도의 대양저 세립 퇴적물에 흔하다. 대부분 화산 분출물의 변질로부터 유래된 스펙타이트의 분포는 해양 지각이 형성되고 있는 중앙해령과 화산섬에 연관되어 나타난다.

점토광물의 분포는 근원지와 관계가 있기 때문에 점토광물을 이용하면 하구 내에서 그리고 대륙붕을 따라서 퇴적물이 분산 이동된 경로를 추

정할 수 있다. Yoon(1992)에 따르면 남극 브랜스필드 해협에 분포하는 현생 퇴적물 중의 점토 광물은 남쉐틀랜드 군도와 남극 반도로 부터 서로 달리 공급되어 해류에 의해 이동되어 현재와 같은 분포를 이루게 되었다고 한다. 특히 특정 지역에 높게 나타나는 스멕타이트는 화산섬의 발달과 연관된다.

또한 수직층에서 단계적인 점토의 속성 변화에 의한 특성을 분석하면 해양 퇴적층 내의 점토광물 성분 변화를 파악할 수 있으며, 이를 이용하여 인접한 대륙의 기후 변화를 추측할 수 있다. 예를 들어 Jacobs(1974)는 남극해의 신생대 대양저 이암의 점토광물 성분 변화를 남극 대륙의 플라이스토세 빙하기와 연관시켜 연구하여 빙하기 풍화작용과 침식율에 미치는 영향을 분석하였다.

2. X선 회절 분석

여기에서는 X선 회절 분석기 운영에 필요한 기초 이론을 살펴보고 분석기의 구성에 대해 알아보려고 한다. 이는 점토광물의 분석 체계 설정을 위한 첫 단계로, 우선 X선의 발생, 회절 분석의 이론적인 배경 및 자료의 저장과 기록 장치 등을 간략하게 기술하고자 한다.

2.1 X선의 발생

일반적으로 많이 사용되는 XRD에서는 텅스트겐 X선 튜브(Fig. 2-1) 내에 장치된 고열의 필라멘트로 부터 나온 고에너지의 전자가 금속의 anode(target)와 충돌하여 X선이 발생한다. 발생된 X선은 다양한 파장 영역을 갖으며(Figs. 2-2 & 2-3), 튜브의 텀(베릴륨 창)을 통해 방출된다.

X선 튜브 내에 설치된 anode는 Cu, Cr, Fe, Co, Mo 또는 Ag 등으로 제작되며, 각각의 특성에 따라 장점 및 단점을 공유한다. 회절 분석에 사용되는 X선은 다양한 파장으로 이루어지는 것보다는 비교적 단파장으로 구성되는 것이 분석의 질을 상승시키는데 유리하다. 이를 위해 베타 필터 또는 crystal monochromator 등을 사용한다.

얇은 금속판으로 이루어진 베타 필터는 X선 튜브의 베릴륨 창 근처의 X선이 방출되는 곳에 설치되어 특정 파장의 X선(K베타)의 방출을 효과적으로 제어한다(Fig. 2-4). 필터는 그 특성상 파장에 따라 질량 흡수 정도가 달라 선택적으로 특정 파장을 감소시켜 원하는 파장의 X선을 얻도록 한다(Fig. 2-5). Table 2-1은 흔히 사용하는 anode와 그에 따른 필

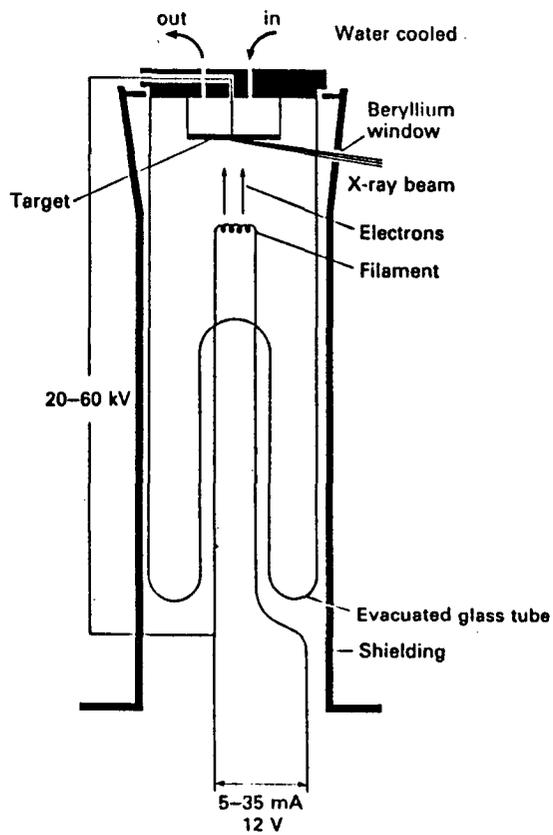


Fig. 2-1. A section of a Röntgen X-ray tube (based on Phillips & Phillips, 1980).

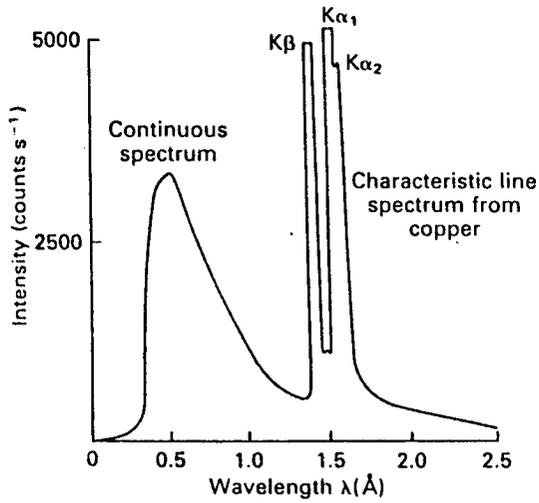


Fig. 2-2. The spectrum from a copper anode X-ray tube.

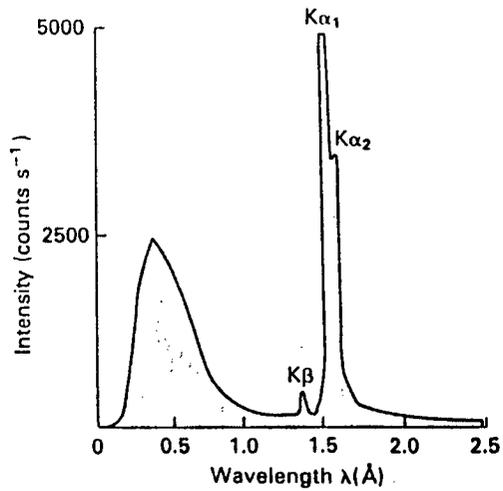


Fig. 2-4. The copper X-ray spectrum after passing through a nickel filter.

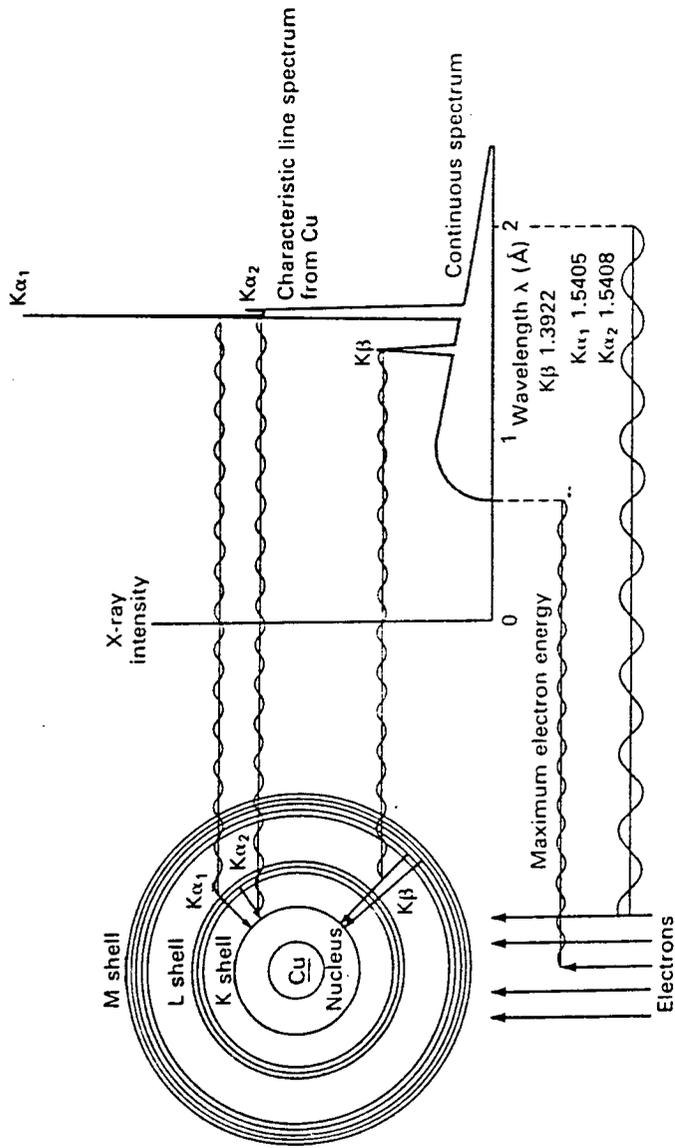


Fig. 2-3. The generation of X-rays of the line spectrum of copper due to the transfer of electrons into the K shell and the generation of the continuous spectrum due to complete or partial electron collisions (from Phillips & Phillips, 1980).

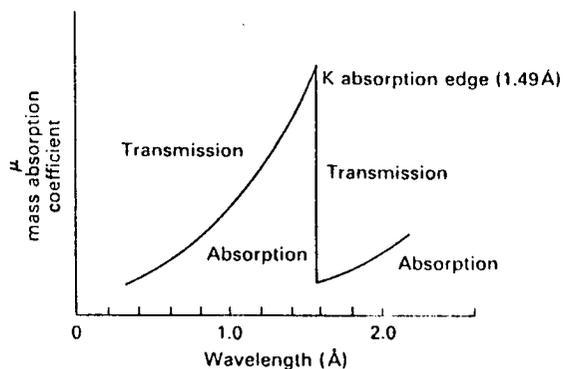


Fig. 2-5. The variation of mass absorption coefficient of nickel at different X-ray wavelengths.

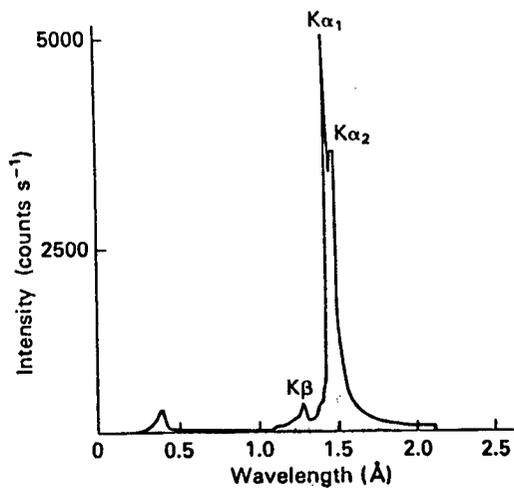


Fig. 2-6. The copper X-ray spectrum after passing through a nickel filter and subjected to pulse height analysis.

Table 2-1. X-ray tube targets and suitable filters

Target element	K α (A)	K β (A)	Filter	K Absorption Edge (A)	Thickness (um)*
Cr	2.291	2.085	V	2.269	16
Fe	1.937	1.757	Mn	1.897	16
Co	1.791	1.621	Fe	1.744	18
Cu	1.542	1.392	Ni	1.488	21
Mo	0.710	0.632	Zr	0.688	108

* This thickness reduces K /K to 1/600.

터의 조합을 나타낸다. 베타 필터는 K베타 선의 방출을 줄이는 동시에 그 이외 X선의 방출도 감소시키기 때문에 분석에 적합한 X선을 얻기 위해서는 새로운 시도가 수행되어야 한다. 이를 위해 회절기의 기록계와 감지계에 전기 필터(pulse height analysis)를 장착하여 단파장의 X선만을 이용할 수 있도록 한다(Fig. 2-6).

Fig. 2-7에 보이는 것과 같이 graphite curved crystal monochromator를 이용한 경우에는 베타 필터와 pulse height analysis가 없이도 분석에 필요한 단파장의 X선을 얻을 수 있다.

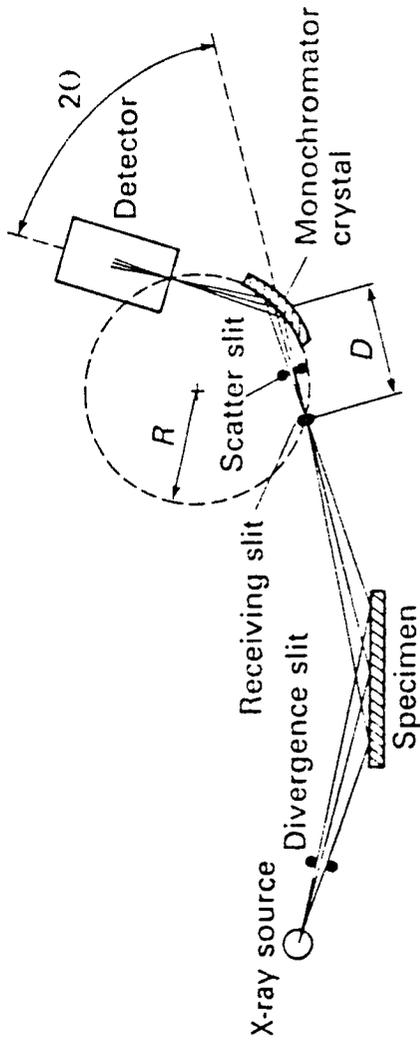


Fig. 2-7. Schematic representation of the geometry of a cured crystal monochromator (from Philips UK information sheet).

2.2 표품의 X선 회절 분석

X선 회절 분석기의 구성은 그림 2-8에 표현된 바와 같다. 발생된 X선은 평행을 이루며 방출된 후 Divergence Slit을 통과하며 그 양이 조절된다. 표품에 도달된 X선은 적절한 위치에 이르면 아래의 Bragg's Law에 따라 회절 현상을 일으킨다(Fig. 2-9).

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

n 은 정수, λ 는 X선의 파장, d 는 격자 간격(A), θ 는 회절각

회절된 X선은 receiving slit와 colliator를 지난 후 scatter slit를 통과하며 분석에 필요한 X선 이외는 모두 제거된다. 최종적으로 감지계(detertor)에 도달된 X선에 의해 야기된 신호가 우선적으로 증폭되고 전기 기록 장치에 보내져 추후 처리에 이용되게 된다.

2.3 출력 장치

일반적으로 출력 장치로는 strip chart recorder가 흔히 사용된다. 이는 감지계의 속도 즉, 분당 2 θ 의 회전 각도와 같은 속도인 분당 mm로 기록한다. 그 결과 X축의 단위는 2 θ 이며, Y축은 intensity를 나타낸다(Fig. 2-10). 기록지에서 intensity가 강한 지점의 2 θ 값을 구하여 Bragg's Law를 이용하여 격자의 간격(d)을 계산할 수 있다. 이를 정리되어 있는 자료와 비교하면 시료에 포함된 물질을 규명할 수 있다. 지구상의 대부분의 화합물에 대한 격자의 간격은 많은 연구를 통해 규명되어 표로 정리되어 있으며 상업적으로도 고가의 자료 file로도 매매되고 있다.

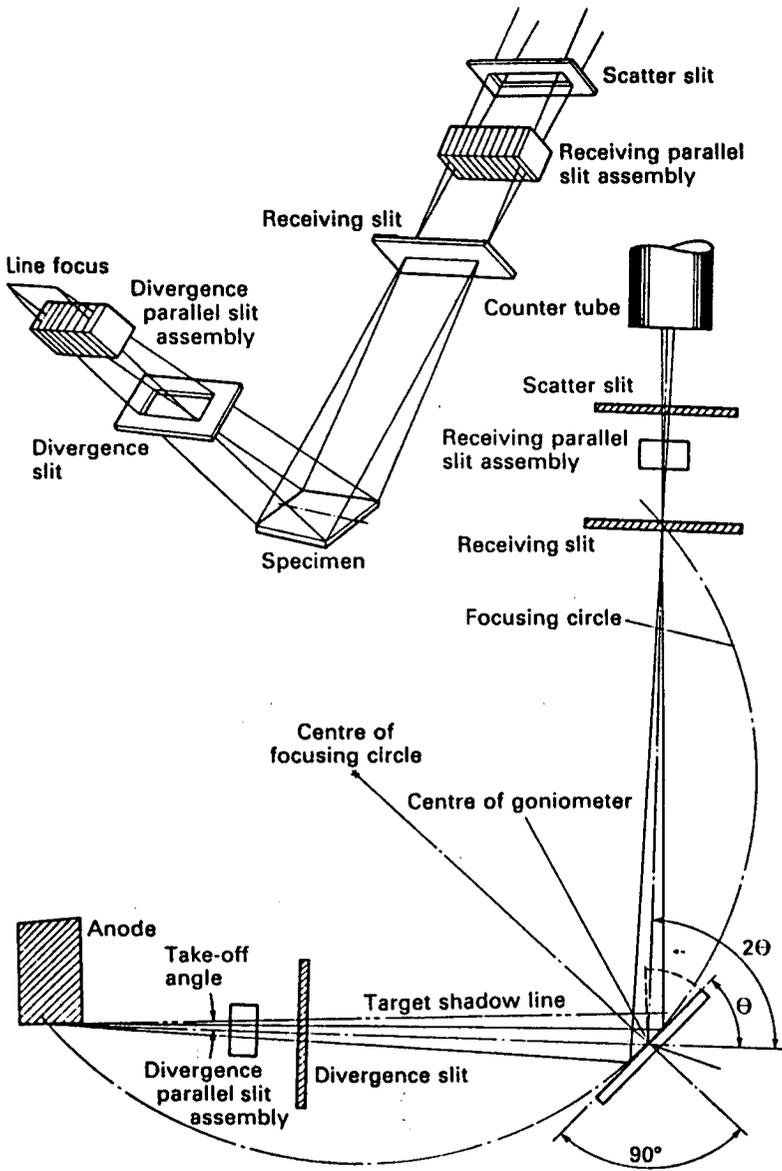


Fig. 2-8. Schematic representation of the geometry of a typical diffractometer (from Philips UK Goniometer manual).

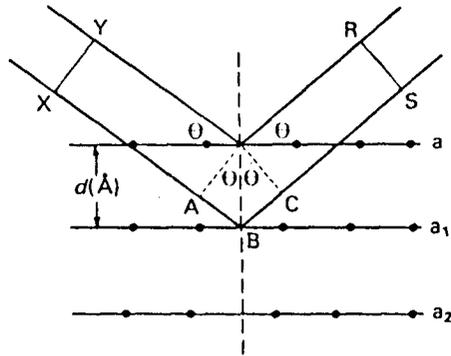


Fig. 2-9. An illustration of Bragg's Law: a, a1 and a2 are lattice arrays of atoms that can be regarded as an infinite stack of parallel, equally spaced planes. If a wavefront X-Y is incident on a-a1 the reflection path from the lower plane(a1) is longer, i.e. $AB + BC = \Delta =$ difference in paths of wavelengths

$$d \sin\theta + d \sin\theta = 2d \sin\theta = \Delta$$

For diffraction to occur Δ must equal a whole number of wavelengths: $2d \sin\theta = n\lambda$ (Bragg's Law).

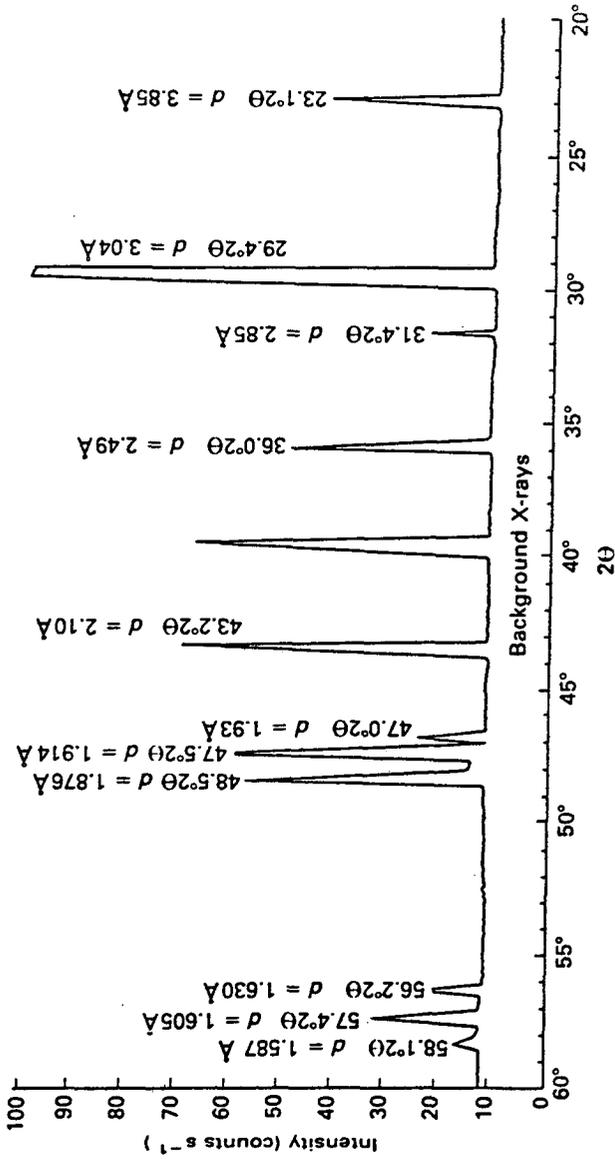


Fig. 2-10. A strip chart of diffractometer trace of the X-ray diffraction pattern of the mineral calcite. The 2θ angle increases from right to left on the horizontal scale and the intensity of the diffracted peak above background is given by the vertical scale. The X-ray tube target was copper.

대부분의 회절 분석기에는 counter가 부착되어 X선의 강도를 측정하여 기록할 수 있으며, 최신의 회절 분석기에는 microprocessor control, microcomputer, automatic sample loader 등이 구비되어 전자동으로 시료 분석과 자료 처리를 수행한다.

3. X선 회절 분석기의 구성

해양연구소 극지연구소에 설치되어 운영되어온 X선 회절 분석기는 전세계적으로 널리 사용되고 있는 네덜란드 Philips사 제품으로, X선을 발생 시켜(X-ray 튜브) 시료에 주사한 후 회절된 X선을 감지하는(Goniometer) 장치들로 이루어진 HT Generator와 회절된 X선을 1차 처리 후 원하는 신호로 바꾸는 Diffractometer, 이를 출력하는 Strip Chart Recorder, 이 모든 것을 통제하는 컴퓨터 System, 출력용 Plotter 및 Color Printer, X선 발생기를 식히는 Cooler 등으로 구성된다(Fig. 3-1).

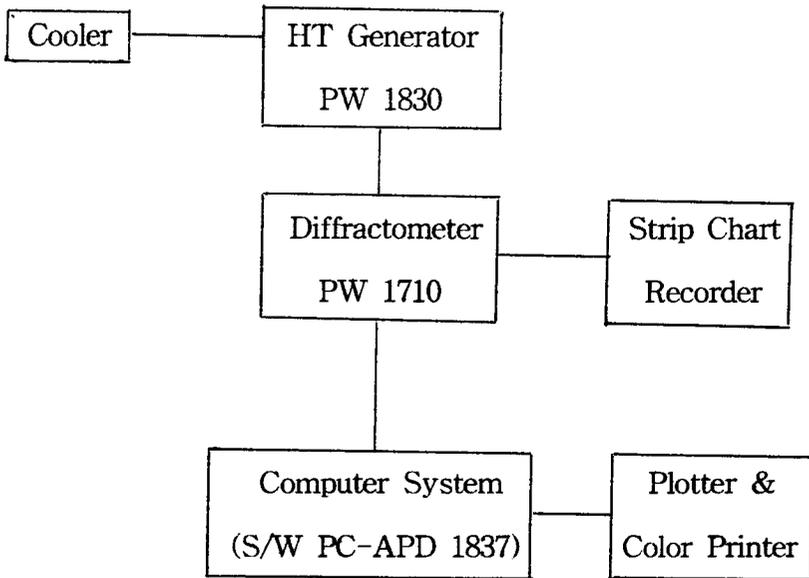


Fig. 3-1. Overview of X-ray diffractometer system

4. X선 회절 분석을 위한 운영 체제

해양연구소 극지연구센터에 설치되어 운영되어온 X선 회절 분석기는 지금까지 기계가 갖고 있는 용량의 대부분을 이용치 못하고 극히 일부분만이 연구에 이용되어 왔다. 이는 x선 기기 전문가가 확보되지 못한 것에 기인했던 면도 없지 않으나 그 보다는 운영 체제가 적합하게 설정되지 못한 점에 주로 기인한다. X선 회절 분석을 효율적으로 수행하기 위해서는 기계 장치의 작동은 물론 이를 종합적으로 운영토록 하는 운영 체제의 설정이 필수적이다.

분석기의 구매시 설치된 운영 체제는 일반인들에게는 그리 익숙하지 않은 XRD만을 위해 특별히 고안된 것으로 사용에 대단히 제한적이었다. 이러한 문제를 해결하기 위해 컴퓨터 사용자들에게 대단히 친숙한 DOS에 기초한 운영 체제를 새로이 설치하여 분석기의 활용을 증대시키고자 하였다. 이는 개인용 컴퓨터(IBM PC 80486)에 설치되어 집토광물 시료 분석은 물론 자료 처리 및 비교 등을 손쉽게 할 수 있도록 한다. 이 보고서에서는 운영 체제의 효율적인 활용을 위해 새로이 설치된 Computer Program 자체의 원리 및 내용 보다는 모든 사람들이 기기의 사용을 원활히 하기 위해 실제 사용법에 대하여 알아보하고자 한다. 이는 Program 자체에 대한 지식이 전혀 없더라도 시료를 분석하고 이를 이용해 중요한 과학적 사실을 규명하는데 지장이 없으며, Program을 연구하는데 드는 시간적 금전적인 손실을 연구에 동일 수 있어 더욱 바람직하다고 할 수 있을 것이다.

4.1 주요 구성

회절 분석기 운영 체제의 주요 구성은 Fig. 4-1에 도시된 바와 같다. 체제는 크게 일정한 역할을 갖는 9가지 항목으로 구성되며, 각각은 다시 세부 기능에 따라 여러 세부 항목으로 나뉜다.

System Preparation 항목은 회절 분석기의 Setting에 관계되는 것으로, 분석기의 기종 또는 부속 장치의 형태를 선정하고, 분석을 위한 기본적인 조건을 선택하여 분석기가 정상적으로 작동되도록 하는 역할을 한다.

EDIT 항목에서는 실제 분석을 수행하는데 필요한 여러 조건을 결정하고 이를 시료 분석 시에 사용될 수 있도록 하나의 Program으로 설정하도록 한다. 이를 이용해서 Data Collection 항목에서는 분석을 수행하도록 하며, 그 결과 산출된 자료를 자동으로 지정된 Raw Data File로 저장한다.

일단 기본 자료가 저장되면 Pattern Treatment, Match Pattern, Quantitative Analysis 항목 등에서 필요에 따른 추후 자료 처리를 수행할 수 있다. 이는 원 자료를 표준 자료와 비교하여 해석이 가능토록 하거나 정량적인 조성 파악도 가능토록 한다. Graphics 항목은 여러 결과를 그림으로 출력시켜 발표 또는 제시에 유용하게 사용할 수 있도록 한다. Utilities 항목은 DOS상에서와 같이 유용한 컴퓨터 작업이 가능하도록 하는 기능을 제공하며 자료 file의 관리 등을 할 수 있게 한다. 마지막 항목인 Exit to DOS는 운영 체제 Program을 벗어나 DOS상으로 갈 수 있게 하여 준다.

다음에는 각 항목에 대한 상세한 설명과 분석 시의 사용법에 대한 내

MAIN SELECTION MENU

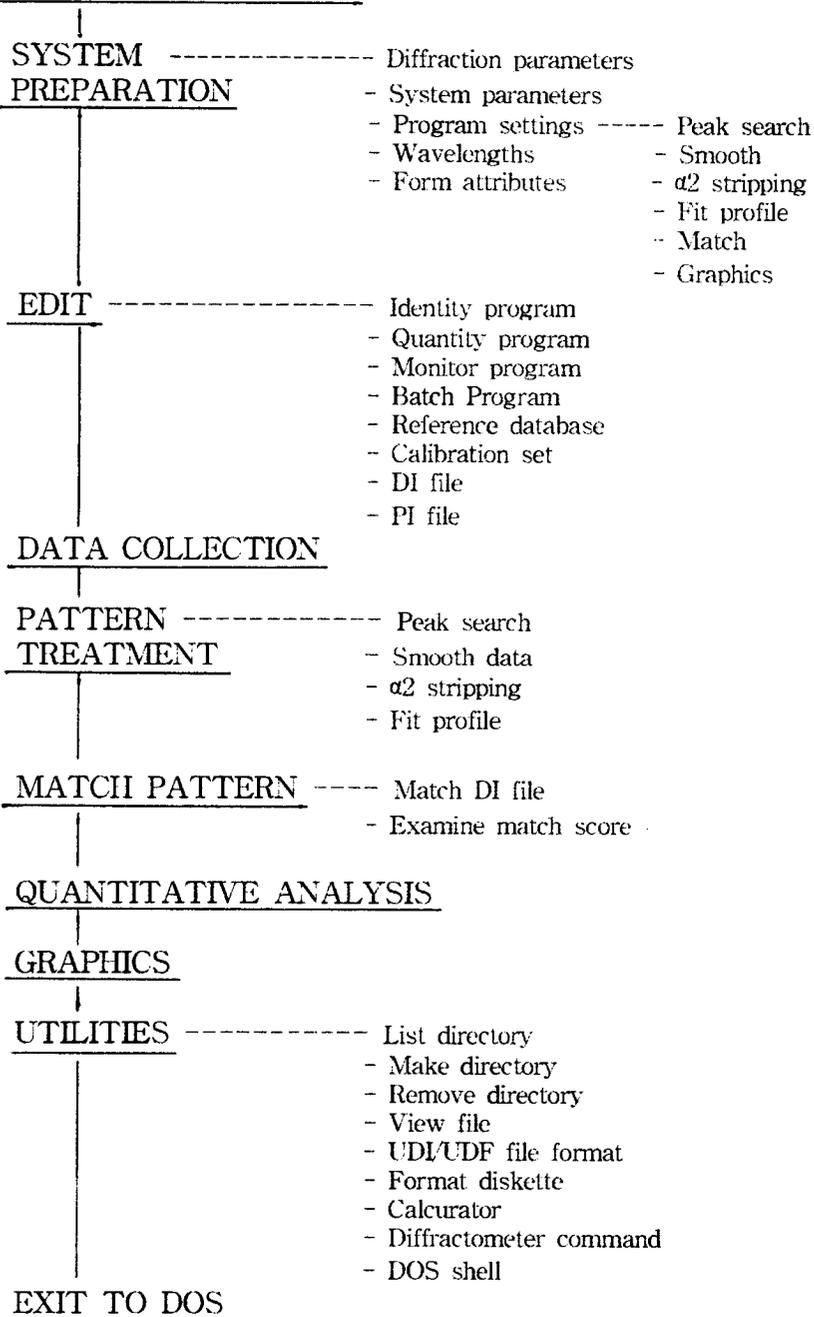


Fig. 4-1. Overview of operational system for x-ray diffraction

용을 중심으로 기술하였다.

4.2 분석기의 setting과 초기 변수 지정

회절 분석기를 이용하기 위해서는 컴퓨터 System이 분석에 사용되는 기기의 특성을 인식하여야 함이 가장 기초적인 작업으로 이를 수행하기 위해서는 운영 체제 내의 여러 항목 중 System Preparation 항목을 이용하여야 한다. 이는 회절 분석기와 컴퓨터 내의 운영 체제를 연결시켜 분석기가 살아있는 생명체와 같이 활동이 가능하도록 하는 역할을 한다.

* 분석기와 컴퓨터와의 연결법

- 1) 컴퓨터에 전원을 넣고 ON시켜 가동한 후 운영 Program에 들어감.
- 2) Fig. 4-2와 같은 시작 화면이 나타나면 성공적으로 운영 체제로 들어왔음을 의미함. 운영 체제의 시작은 이 상태에서 아무런 키를 누름으로서 이루어짐.
- 3) “주요 선택 화면”(Fig. 4-3)이 나타나면 화살표와 “ENTER” 키를 이용하거나, 항목의 첫글자를 type하여 System Preparation 항목 선택.
- 4) Fig. 4-4같은 화면이 나타나면 Diffractometer의 기종을 선택 : “+”키를 사용하여 화면 우하귀에 PW1710 BASED가 나타나도록 함.
- 5) Diffractometer parameters 선택
- 6) Fig. 4-5이 나타나면 설치된 회절 분석기에 맞도록 각 항목에 화면과 동일한 변수 입력 : 단, Recorder 항목은 YES 선택

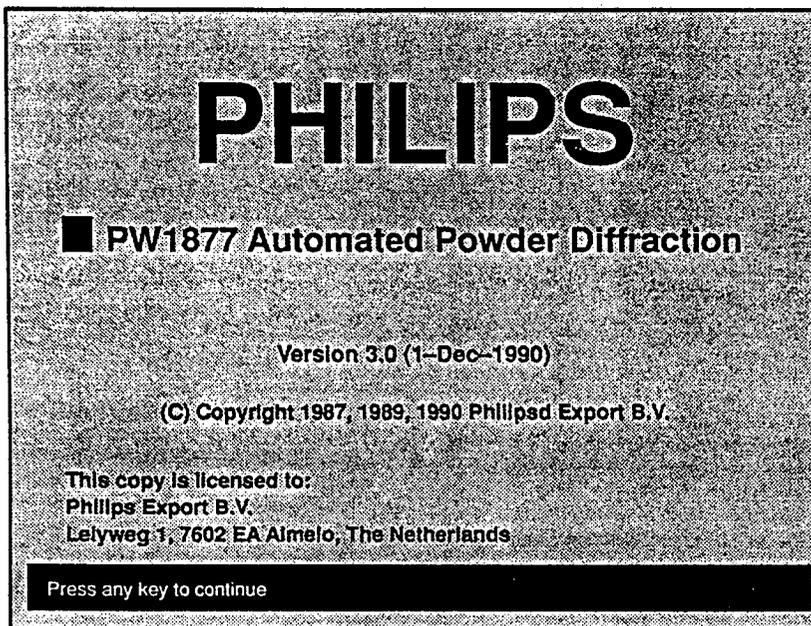


Fig. 4-2. The PC-APD start-up screen

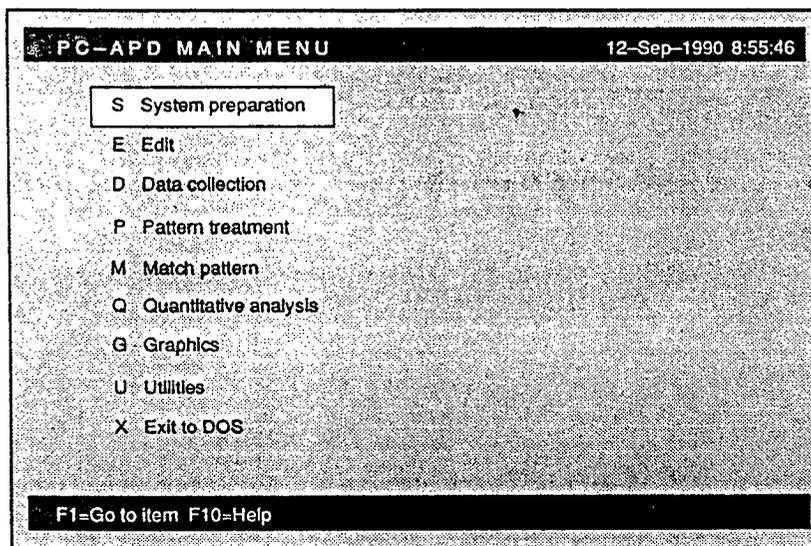


Fig. 4-3. System preparation high-lighted on main selection menu

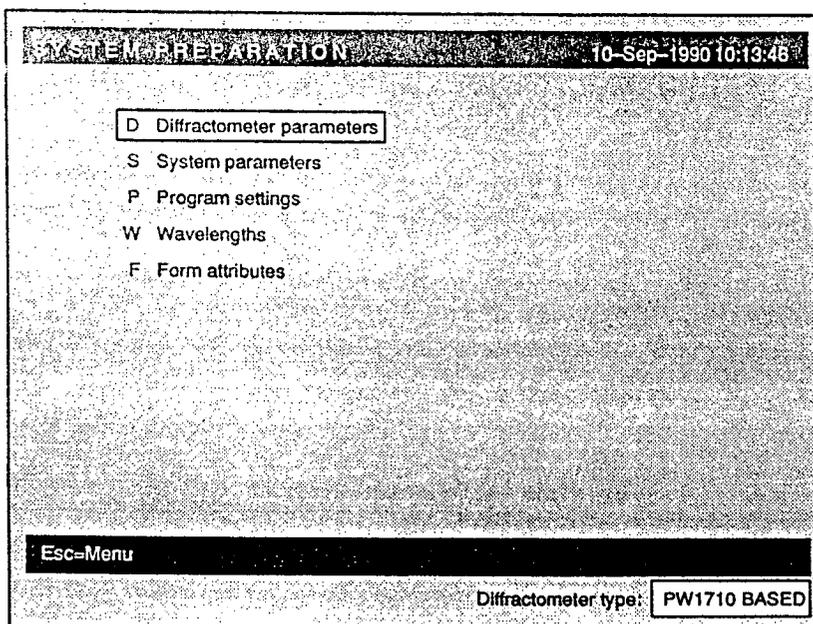


Fig. 4-4. Difractometer type selection menu

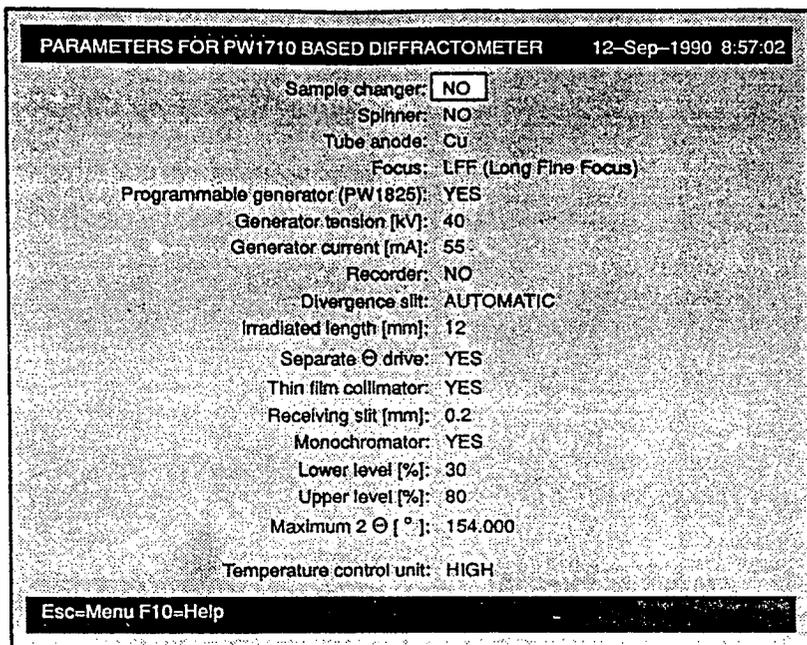


Fig. 4-5. Parameter input form

(이상과 같은 작업은 컴퓨터에 사용하려는 회절분석기에 대한 정보를 제공한 것임)

7) “ESC” 키를 눌러 Fig. 4-4로 돌아감.

8) 두번째 항목인 System parameters 선택

9) Fig. 4-6가 나타나면 다음과 같이 변수 입력

Identification : Polar Research Center, KORDI

Data Directory : C:\USER\DATA

C:\APD\TMP

Graphics adapter : VGA

Monitor : COLOUR

Graphics hard copy device : PLOTTER or PRINTER

Numbers of pens : 8 (for PLOTTER)

Serial port 1: DIFFRACTOMETER Baudrate 4800

10) 모든 변수의 입력이 끝나면 회절 분석기와 컴퓨터가 연결됨.

11) Fig. 4-4의 Program settings, Wavelengths, Form attributes 등의 항목은 Program에 기 입력된 값을 그대로 사용

4.3 분석 Program의 설정

실제적인 X선 회절 분석 작업을 수행하기 위해서는 분석기와 컴퓨터를 연결하는 것 이외에도 분석의 세부 내용을 결정하여야 한다. 이러한 여러 조건을 결정하여 Program화하여 덤으로서 동일한 작업을 반복하여 수행할 수 있으며 추후의 자료 처리에 이용할 수 있다. 이러한 작업은 Fig. 4-3 “주요 선택 화면”에서 EDIT 항목을 선택하여 그 내에서 수행하

SYSTEM PARAMETERS 12-Sep-1990 10:54:32

Licensee: Philips Export B.V.
Lelyweg 1, 7602 EA Almelo, The Netherlands

Identification: Philips Analytical
PC-APD, Diffraction software

Data directory: C:\USER\DATA\

Temporary files: C:\APD\TMP\

Graphics adapter: EGA Graphics hard copy device: PLOTTER
Monitor: COLOUR Number of pens: 8

Serial port	Used for	Baudrate	Databits	Stopbits	Parity	Addr. check
1:	DIFFRACTOMETER	4800	8	1	NONE	
2:	PLOTTER	4800	8	1	NONE	
3:	TEMPERATURE CONTROL	4800	8	1	NONE	03E8
4:	NOT USED					

Esc=Menu F5=Show names F10=Help

Fig. 4-6. System parameters input form

EDIT 12-Sep-1990 8:58:37

I Identify program

Q Quantify program

M Monitor program

B Batch program

R Reference database

C Calibration set

D DI file

P PI file

Esc=Menu F5=Show names

Identify program name: test

Fig. 4-7. EDIT menu showing the Identify program name input prompt

며 그 방법은 다음과 같다. 여기에서는 시료를 일차적으로 분석하기 위한 Program을 설정하는 방법을 살펴보고자 한다.

* 분석 Program 설정

- 1) EDIT 항목을 설정하면 Fig. 4-7 화면이 나타남
- 2) Identify program 설정
- 3) 우하귀에 program 명을 입력 (예: TEST)
- 4) Fig. 4-8이 나타나면 다음과 같이 변수 입력

New program : test Type of scan : continuous

Scan mode : normal

Step size : 0.005 - 10 중 선택(반드시 0.005의 배수이어야 함)

Start angle: 시료에 따라 결정 Maximum d-value : 자동 결정

End angle: 시료에 따라 결정 Minimum d-value : 자동 결정

Scan time : 시, 분, 초

Number of step :

Time per step : 0.05의 배수값

Scan speed : 0.001 - 1.270 사이의 값

Spinner : off

Revolution time : 0.5, 1, 2, 4, 8, 16 중의 한 값

Recorder : on

Full scale of counter : 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20,50,

100, 200, 500 중의 한 값

Time constant of counter : 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5 중의 한 값

Paper speed : 1, 2, 5, 10, 20, 50 중의 한 값

IDENTIFY: SCAN PARAMETERS		12-Sep-1990 8:58:51
New program:	test	
Type of scan:	STEP	
Scan mode:	NORMAL	
Step size [$^{\circ}2\theta$]:	0.020	
Start angle [$^{\circ}2\theta$]:	10.000	Maximum d-value [A]: 8.63820
End angle [$^{\circ}2\theta$]:	70.000	Minimum d-value [A]: 1.34298
Scan time [h:m:s]:	0:41:40	
Number of steps:	2500	
Time per step [s]:	1.000	
Scan speed [$^{\circ}2\theta$ /s]:	0.020	
Spinner:	ON	
Revolution time:	1	
Receiving slit:	0.2	
Recorder:	OFF	
Full scale of counter [kCounts/s]:	10	
Time constant of counter [s]:	0.5	
Use temperature control unit:	YES	
Automatic analysis:	YES	

Esc=Menu F1=Pattern parameters F2=Temperature F9=Print program

Fig. 4-8. The Identify: Scan parameters input form

DATA COLLECTION		12-Sep-1990 9:04:53
I	Identify measurement	
Q	Quantify measurement	
M	Monitor measurement	
B	Batch measurement	
L	List messages	

Esc=Main menu F1=Go to item F10=Help

Fig. 4-9. The data collection selection menu

Use temperature control unit : NO

Automatic analysis : YES

5) 이상으로 분석 조건 모두 입력

“ESC” 키를 눌러 Fig. 4-3의 “주 선택 화면”으로 감

4.4 분석 실행 및 자료 획득

운영 Program은 시료를 한개씩 분석하거나, 연속적으로 여러 개의 시료를 분석하거나 하는 두가지 운영 체계가 가능하나 여기에서는 우선 한개의 시료를 분석하는 방법을 살펴보고자 한다. 이를 바탕으로 Sample Holder가 추가 설치된다면 일시에 여러 개의 시료를 처리할 수 있게 될 것이다.

* 분석 방법

1) Fig. 4-3의 “주요 선택 화면” 상에서 Data collection 항목 선택

2) Fig. 4-9 화면이 나오면 Identify measurement 항목 선택

3) Fig. 4-10 화면이 나옴.

4) 변수 입력 : program name : 기 설정된 “test” 입력

Program type : IDENTIFY

Sample identification : 시료명을 입력

Data file name : 자동적으로 시료명이

“시료명.RD”로 결정됨.

5) 이상을 마치면 화면 하단에 “Load sample and open shutter before you start the measurement” 문구가 보임

6) 회절 분석기를 점검한 후 모든 준비가 마쳤으면 F1 키를

DATA COLLECTION		12-Sep-1990 9:05:08
Program name:	test	
Program type:	IDENTIFY	
Sample identification:	Sample 3	
Data file name:	SAMPLE3.RD	
Load sample and open shutter before you start the measurement		
Esc=Menu F1=Start F5=Show names F10=Help		

Fig. 4-10. The identify program input form

선택하여 분석 시작

7) 분석에 따른 자료는 자동으로 이미 주어진 이름(시료명.RD)으로 저장됨.

분석 상황을 보기 위해서는 화면 상에서 Display scan 항목을 선택함.

이와 동시에 Strip Chart Recorder는 분석 결과를 출력함.

5. 결 론

X선 회절 분석기의 활용을 보다 쉽고 효율적으로 이루어지게 하기 위하여 DOS에 기초한 운영 Program을 IBM PC에 설치하였고 이의 사용법을 알아보았다. 운영 체제의 분석 수행과정을 정리해 보면 다음과 같다.

1) 회절 분석기와 컴퓨터를 연결시키는 작업

System 과 Diffractometer parameters의 결정 및 입력

2) 분석 Program의 설정

시료에 적합한 분석 조건 등을 입력하여 원하는 분석 Program을 결정

3) 분석 실행 및 자료 획득

설정된 Program을 이용하여 분석 실행 후 이미 결정한 이름으로 획득된 자료를 저장

4) 추후 자료 처리하여 연구에 이용

이 체제는 앞으로 많은 시료에 대하여 적용하여 발생하는 미비점이 수정 보완되어야 할 것이다. 이외에도 Sample Holder와 CD-ROM Reference Data File이 추가 설치된다면 여러 개의 시료를 연속적으로 분석할 수 있는 물론 분석 자료의 해석이 컴퓨터 상에서 수행되어 연구에 많은 도움이 될 것이다.

참 고 문 헌

- Jacobs, M.B., 1974 Clay mineral change in Antarctic deep-sea sediments and Cenozoic climatic events. *J. Sed. Petrol.*, v. 44, p. 1079-1056.
- Phillips, W.J. and Phillips, N., 1980. *Introduction to Mineralogy for Geologists*. Wiley, London.
- Phillips, 1990. *PC-APD Software for Automated Power Diffraction: Operation Manual*.
- Tucker, M., 1988. *Techniques in Sedimentology*. Blackwell Scientific Publications. 394 pp.
- Yoon, H.I., Han, M.W., Park, B.K., Han, S.J. and Oh, J.K., 1992. Distribution, provenance, and dispersal pattern of clay minerals in surface sediments, Bransfield Strait, Antarctica. *Geo-Mar Lett.*, v. 12, p. 223-227.