

## 덕천지구에서 새로 찾은 방해석의 립도결정

김 흥 명

결정립자의 크기를 결정하는 방법에는 작은각X선산란법, 침강법, X선회절선반폭법, 레이자산란법, 비표면적법 등이 있다.[3]

논문에서는 X선회절선반폭법을 리용하여 덕천(평화리)지구에서 새로 찾은 초미립질 방해석의 립도를 결정하였다.

### 1. 연구지역의 간단한 지질과 방해석의 산출상태

연구지역은 평남요곡지 평양룡기대 북쪽변두리인 덕천—맹산요합대의 북쪽부분에 해당되는데 하부고생대 법동군층 신곡주층과 만달주층, 상부고생대 강동군층 홍점주층과 립석주층이 분포되어있다.

초미립질방해석은 평화리 카르스트동굴에서 나오는데 점토층사이에 약 30~50cm의 두께로 끼여있을뿐아니라 동굴천정에 백색의 순수한 상태로 약 20cm 두께로 붙어있다. 초미립질방해석은 물렁물렁한 겔상태로서 물이 30%정도 포함되어있으므로 약간만 압축하여도 물이 빠져나오며 손으로 비비면 쉽게 현탁질로 된다.

### 2. X선회절선반폭법의 원리

X선회절선반폭법은 결정립자의 크기가 작은 경우에 매 광물립자안에 들어있는 결정의 수가 줄어드는것으로 하여 데바이—쉴레고리폭의 확대와 확산이 생긴다는 원리에 기초하고있다.[1, 3]

X선회절도형에서 회절선의 너비와 결정립자크기사이의 관계는 다음과 같이 표시된다.

$$D = 2\sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} \cdot \frac{\lambda}{B \cos \theta}$$

여기서  $D$ 는 결정립자의 직경,  $B$ 는 X선회절봉우리의 반폭,  $\lambda$ 는 X선의 파장,  $\theta$ 는 결정에 의한 X선의 예돌이각이다.

실제 측정한 X선회절봉우리의 반폭을  $B_M$ , 기구에 의한 오차를  $B_S$  라고 하면 다음식이 성립한다.

$$B^2 = B_M^2 - B_S^2$$

일반적으로  $B_S$  는 표준물질( $1 \leq D \leq 10 \mu m$ )의 X선회절도형에서 반폭을 측정하는 방법으로 결정한다.

### 3. 평화리지구 초미립질방해석의 립도

우리는 X선회절분석기(《TRU-M61》)를 리용하여 평화리지구에 분포된 초미립질방해석의 립도를 결정하였다.( $\text{CuK}\alpha = 15.417 \text{ nm}$ )

먼저 기구에 의한 오차를 고려하기 위하여  $10\mu\text{m}$ 정도로 분쇄한 방해석시료를 측정 한 다음 초미립질방해석의 X선회절도형을 얻었다.(그림 1)

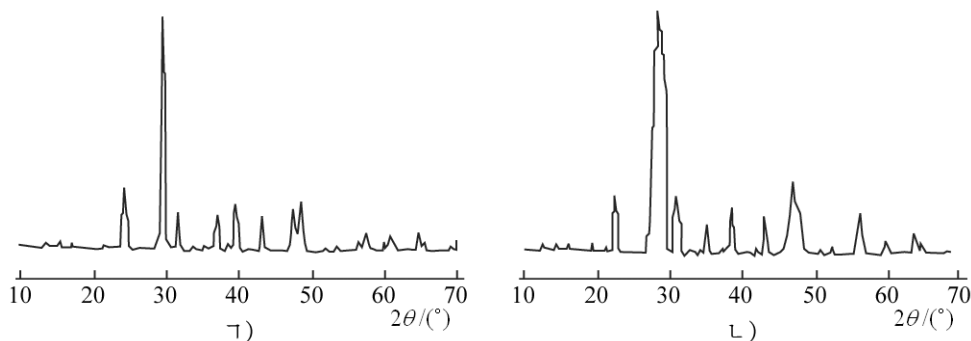


그림 1. 방해석의 X선회절도형

ㄱ) 표준물질, ㄴ) 초미립질방해석

그림 1에서 보는바와 같이 화학조성이 같은 광물이지만 회절선들의 위치가 약간 차이 난다. 왜냐하면 보통방해석과 초미립질방해석이 모두 삼방정계에 속하지만 결정립자의 형태와 크기가 서로 다르기때문이다. 초미립질방해석은 나노크기의 사슬형립자들로 이루어져 있다.[2]

X선회절도형에서 방해석(표준물질)의 회절세기가 가장 큰 회절선( $2\theta = 31.36^\circ$ )의 반폭은  $B_S = 5.67$  이고 평화리지구 초미립질방해석의 회절세기가 가장 큰 회절선( $2\theta = 29.36^\circ$ )의 반폭은  $B_M = 6.09$  이다. 따라서 식 (1)을 리용하여 계산하면  $D \approx 64 \text{ nm}$  이다. 이 값은 초미립질방해석립자들의 평균값이다.

이 값을 립도분석기(《LASER PARTICLE SIZE ANALYER BT-9300H》)에 의한 측정결과 (표), SEM분석결과(그림 2)와 비교하였다.

표. 연구지역 초미립질방해석의 립도분석결과

립도/ $\mu\text{m}$	함량/%
0.10~0.50	58.62
0.50~1.05	25.23
1.05~1.62	10.12
1.62~2.00	4.15
2.00~2.48	1.36
2.48~2.76	0.34
2.76~3.08	0.18
3.08~3.42	0.00

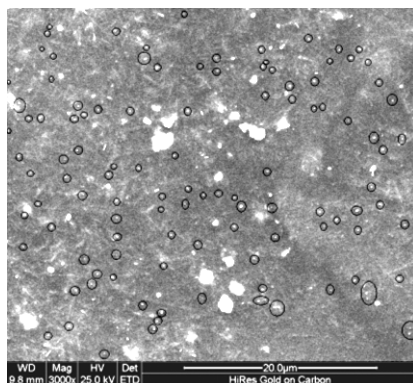


그림 2. SEM사진(50nm이하의 동그라미로 표시)

표에서 보는바와 같이 립도가  $1\mu\text{m}$ 이하인것이 약 84%이며 그가운데서 립도가  $0.1\sim 0.5\mu\text{m}$ 인것은 58%이상이다. 그런데 분석기의 측정한계가  $0.1\sim 5\mu\text{m}$ 인것으로 하여  $0.1\mu\text{m}$  보다 작은 립자들에 한해서는 정확한 함량을 얻을수 없다. 그러나 그림 2에서 보는바와 같이 시료에는  $50\sim 80\text{nm}$ 정도인 작은 립자들이 많은 몃을 차지한다. 그리고 크기가  $1\sim 2\mu\text{m}$ 인 립자들은 서로 응집되어 나타난다.

### 맺 는 말

X선회절선반쪽법을 리용하여 덕천지구에서 새로 찾은 초미립질방해석의 립도를 측정한데 의하면 초미립질방해석의 립도는 약  $64\text{nm}$ 이다.

### 참 고 문 헌

- [1] 한상설 등; 제1차 전국나노과학기술발표회논문집, 중앙과학기술통보사, 65~67, 주체92(2003).
- [2] 李悦 等, 吉林大学自然科学学报, 2, 83, 1997.
- [3] 张立德 等, 纳米材料和纳米结构, 科学出版社, 132, 2001.

주체103(2014)년 9월 5일 원고접수

### **Sizing Analysis of Ultra-Small-Grain Calcite Newly Discovered in Tokchon Region**

*Kim Hong Myong*

We have measured grain size of ultra-small-grain calcite newly discovered in Tokchon region using XRD half width analytical method. As a result, the grain size is about  $64\text{nm}$ .

Key word: calcite