

## X선회절분석법에 의한 몇가지 명주섬유의 결정화도분석

허 철 학

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《모든 과학자, 기술자들이 과학기술발전의 추세에 맞게 첨단과학과 기초과학발전에 힘을 넣어 나라의 과학기술을 세계적수준에 올려세우도록 하여야 합니다.》(《김정일선집》 증보판 제20권 62페이지)

최근 고성능재료제조에서 탄소나노관(CNT)과 그래펜을 보강재료로 리용하기 위한 연구가 널리 진행되고있다. 특히 명주실에 탄소나노관이나 그래펜을 복합시켜 명주실의 기계적성질을 보다 높이려는 여러가지 시도[2]가 있었다.

섬유의 가장 중요한 기계적성질인 섬유세기를 높이는데서 관건적의의를 가지는 섬유의 결정화도를 분석하기 위한 여러가지 방법[1, 3-7]이 제기되었으나 결정화도분석의 재현성보장과 관련한 연구결과는 제기된것이 없다.

우리는 여러가지 결정화도분석방법들가운데서 다른 방법들보다 쉽고 시간이 짧으며 믿음성도 높은 X선회절분석법으로 명주섬유의 결정화도를 정확히 분석하기 위한 한가지 방도를 제기하였다.

### 실험 방법

시험감으로는 표 1에 지적된 11개의 매 시험구에서 임의로 3개씩 취한 누에고치들을 1% 탄산소다수용액에서 30min동안 끓이고 증류수로 세척하여 세리신을 제거한 후 건조시켜 얻은 명주섬유를 시료판에 평탄하게 빈틈없이 감는 방법으로 준비하였다.

표 1. 매 시험구에 따르는 누에품종과 첨가먹이의 종류

No.	시험구명	누에품종	뿔잎에 첨가한 먹이
1	KP-201(0대조)	새 품종 201	없음
2	KP-201(물대조)	"	물
3	KP-201(첨식구)	"	누에영양제
4	KP-G1	"	0.2% 산화그래펜
5	KP-G2	"	0.2% 환원그래펜
6	KP-G3	"	0.2% COOH수식그래펜
7	KP-SWCNT	"	0.2% SWCNT(단층탄소나노관)
8	KP-MWCNT	"	0.6% MWCNT(다층탄소나노관)
9	KP-156	원종 156	없음
10	KP-170	새 품종 170	없음
11	KP-170×155	새 품종 170×155	없음

표 1에서 보는바와 같이 11개의 시험구들은 누에품종과 뿔잎에 첨가한 먹이의 종류와 함량이 서로 각이하다. No. 1-8은 누에품종을 새 품종 201호로 고정 한 시험구들이며

No. 9-11은 먹이는 다같이 뽕잎만 먹이고 거미유전자를 리용하여 누에품종만 달리한 시험구들이다. 그리고 No. 1은 2-8과, No. 9는 10, 11과의 대조를 위한 시험구이다. No. 2는 뽕잎에 물만 뿌려서 먹인 시험구이며 No. 3-8은 뽕잎에 각이한 첨가제분산액을 뿌려서 먹인 시험구들이다. 첨가제로는 누에영양제와 각종 그라펜 및 CNT들을 리용하였다.

우에서 준비한 11개의 명주섬유들의 결정화도분석을 위하여  $K_{\alpha}$ 특성X선의 파장이  $\lambda = 0.154\text{nm}$ 인 Cu관과 흑연단색기를 갖춘 X선회절분석기 《Rigaku SmartLab》를 리용하여 전압 30kV, 전류 60mA,  $2\theta$ 주사범위  $3\sim 55^{\circ}$ , 주사속도  $2^{\circ}/\text{min}$ 의 측정조건에서 매 명주섬유들의 X선회절도형을 얻었다.

## 실험결과 및 고찰

KP-201(0대조)시험구에서 취한 누에고치로부터 얻은 명주섬유시료의 X선회절도형은 그림 1과 같다.

다른 명주섬유들의 X선회절도형들도 봉우리들의 위치와 높이, 너비, 배경높이가 좀 다를뿐 일반적으로 그림 1과 유사한 형태를 가진다.

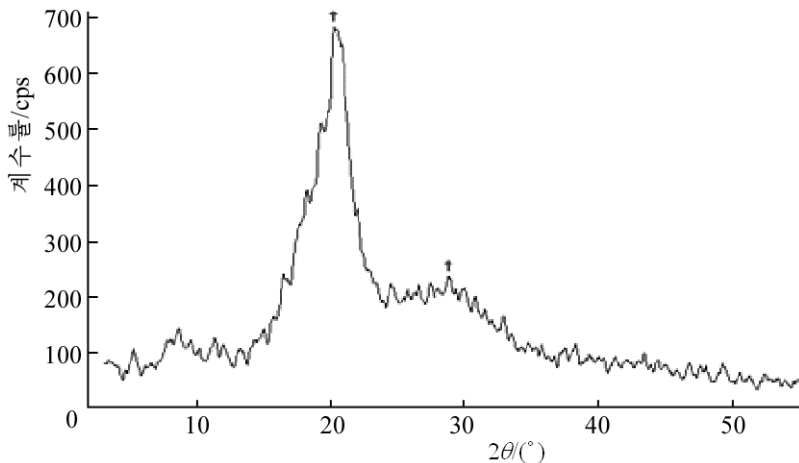


그림 1. KP-201(0대조)시험구에서 취한 누에고치시료의 X선회절도형

그림 1에서 보는바와 같이 명주섬유의 X선회절도형에서 특징적인 봉우리들로는 화살표로 표식한  $20^{\circ}$ 근방의 뚜렷한 봉우리와  $28^{\circ}$ 근방의 약한 봉우리이며 그외 다른 주목할 만 한 봉우리들은 없다. 명주섬유의 X선회절도형에서 배경선의 선형성이 보장되지 않는 것은 바로 명주섬유에 무정형성분이 적지 않게 포함되어있기때문이다.

매 물질(특히 고분자)은 일정한 정도의 무정형성분을 가지고있는데 이 성분과 결정형성분의 량적비율에 의하여 그 물질의 결정화도가 결정되고 결정화도에 따라 그 물질의 중요성질들이 달라지게 된다.

따라서 X선회절법에 의한 결정화도분석에서는 X선회절도형에서 무정형성분과 결정형성분의 기여몹분리의 정확성과 재현성을 다 보장하는것이 중요하다.

이를 위하여 우에서 지적한 두 봉우리들의 좌우경계점들을 련결하는 선을 무정형성분과 결정형성분을 분리하는 경계선으로 취하고 총면적과 결정면적을 구하여 결정화도를 계산하면 결정화도분석의 재현성을 보장할수 있다. 우에서 얻은 11개의 회절도형에 대하여 이 방법으로 계산한 결정화도분석결과는 표 2와 같다. 결정화도계산결과를 도표형식

으로 표시하면 그림 2와 같다

표 2. 매 시험구에 따르는 결정화도분석결과

No.	시험구명	최대회절세기	배경세기	총면적	결정면적	결정화도
		/cps	/cps	/pixel	/pixel	/%
1	KP-201(0대 조)	683	32	42 059	27 706	66
2	KP-201(물대 조)	765	31	42 123	30 234	72
3	KP-201(침식구)	921	46	52 959	37 840	71
4	KP-G1	678	43	37 526	28 565	76
5	KP-G2	812	38	48 760	30 426	62
6	KP-G3	781	30	44 401	31 314	71
7	KP-SWCNT	834	38	42 988	33 140	79
8	KP-MWCNT	836	44	52 361	32 434	62
9	KP-156	572	27	72 277	49 580	69
10	KP-170	718	33	43 413	30 192	70
11	KP-170×155	615	41	72 803	44 562	63

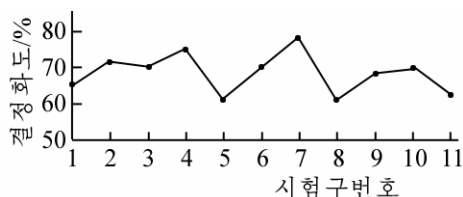


그림 2. 매 시험구에 따르는 결정화도를 대비한 도표

표 2와 그림 2에서 보는바와 같이 SWCNT(No. 7)를 먹인 누에고치의 결정화도가 제일 높고 MWCNT(No. 8)나 환원그라펜(No. 5)을 먹인 누에고치의 결정화도가 제일 낮다. 이것은 누에고치의 결정화도를 높이는데서 MWCNT나 그라펜보다 SWCNT를 먹이는것이 더 효과적이라는것을 보여준다.

대조구들인 No. 1과 9의 결정화도에서는 큰 차이가 없었다. 누에영양제를 먹인 경우(No. 3)에도 물만 뿌려주었을 때(No. 2)와 결정화도는 거의 같았다. 그라펜에서는 산화그라펜(No. 4)을 먹인 누에고치의 결정화도가 제일 높고 거미유전자를 리용한 시험구(No. 10)의 결정화도는 대조구(No. 9)와 큰 차이가 없으며 섞붙임을 할수록 결정화도가 낮아진다는것을 보여주었다.

## 맺는 말

X선회절분석법으로 결정화도분석의 정확성과 재현성을 보장하기 위한 한가지 방도를 제기하고 누에품종과 첨가먹이가 서로 다른 11가지 명주섬유들의 결정화도분석을 진행하였다.

분석결과는 SWCNT를 먹인 누에고치의 결정화도가 MWCNT나 그라펜을 먹인 누에고치의 결정화도보다 더 높다는것을 보여주었다.

## 참 고 문 헌

- [1] 한상설; 결정구조분석학, 김일성종합대학출판사, 285~325, 주체89(2000).
- [2] Qi Wang et al.; Nano Letters, **16**, 6695, 2016.
- [3] Nadya Denchevaa et al.; Polymer, **46**, 887, 2005.
- [4] 王金华; 理学X射线衍射仪用户协会论文选集, **7**, 1, 95, 1994.
- [5] 朱诚身 等; 理学X射线衍射仪用户协会论文选集, **8**, 2, 70, 1995.
- [6] 刘文华 等; 理学X射线衍射仪用户协会论文选集, **8**, 2, 139, 1995.
- [7] 莫志深 等; 理学X射线衍射仪用户协会论文选集, **9**, 1, 67, 1996.

주체108(2019)년 10월 5일 원고접수

## Analysis of Crystallinity of Some Silk Fibers by X-ray Diffractometry

*Ho Chol Hak*

Using X-ray diffractometry, we explained that crystallinity of the silk fibers was higher when we fed SWCNTs to silkworms than feeding MWCNTs or graphene.

Keywords: X-ray diffractometry, silkworm, silk, graphene, crystallinity