

B10

XRD법에 의한 Glass-Ceramics에서의 결정화도 측정 (Determination of Percent Crystallinity in Glass-Ceramics by XRD method)

부산대학교 무기재료공학과 한호현, 박희찬, 류봉기

서론:

결정화유리에서 소정의 결정질의 양을 측정하거나, 소결체 내에서 잔류 유리의 양을 측정하는 것은 그 물성을 이해하는데 매우 중요하므로 다양한 측정방법이 연구되고 있다. 특히, XRD에 의한 정량분석법은 시간과 비용의 절감 및 미세한 조성 변화까지 측정가능하다는 이점 때문에 많은 주목을 받고 있다. 그러나 기존 방법들^[4]에 있어 정확히 고려되지 않은 FACTOR들로 인해 그 적용에 한계가 있었다.

따라서, 본 연구에서는 기존의 XRD를 이용한 분석법을 개량, 재검토하였다.

실험방법:

30Li₂O · 70SiO₂의 유리조성을 1300°C에서 용융시켜 제조하였다. 이 유리상을 550°C의 결정화 온도에서 Holding 시간(3hrs-18hrs)을 달리하여 결정화도가 다른 시료를 얻었다. 이 시료들을 42 μm 이하의 분말 상태로 분쇄하여 XRD를 측정하였다. 이 결과를 SEM에 의한 Image Analysis Method에 의한 결과와 비교하여 유리상과 결정상의 흡수계수차가 XRD 측정결과에 미치는 영향에 대해 고찰하였으며, 흡수계수를 고려하여 더욱 정확한 측정값을 얻을 수 있는 방법을 구하였다.

실험결과:

기존의 XRD에 의해 측정된 결과는 Image Analysis Method의 결과에 비해 작은 값을 나타내었다. 이에 흡수계수를 고려하여 Image Analysis Method에 의한 결과에 더욱 접근한 값을 구하였다. 이러한 흡수계수의 영향은 결정상의 양이 증가할 수록, 결정상과 유리상의 흡수계수차가 심할 수록 더욱 커짐을 알 수 있었다.

참고문헌:

1. OHLBERG, S. M. and STRICKLER, D. W., J. Am. Ceram. Soc, 45, 170-, 1962.
2. WAJELIN, J. H., VIRGIN, H. S. and CRYSTAL, E., J. Appl. Phys., 30, 1654, 1959.
3. CHUNG, F. H., J. Appl. Cryst., 7, 519, 1974.
4. H. S. KIM, R. D. RAWLIMGS and P. S. ROGERS, Br. Ceram. Trans. J., 88, 21- 25, 1989.