

Cement 工業의 螢光 X-ray 利用 (1)

~作動原理 및 裝置概要~

金 允 基

<星信化學丹陽工場試驗室長>

朴 炳 鎬

<星信化學丹陽工場試驗室代理>

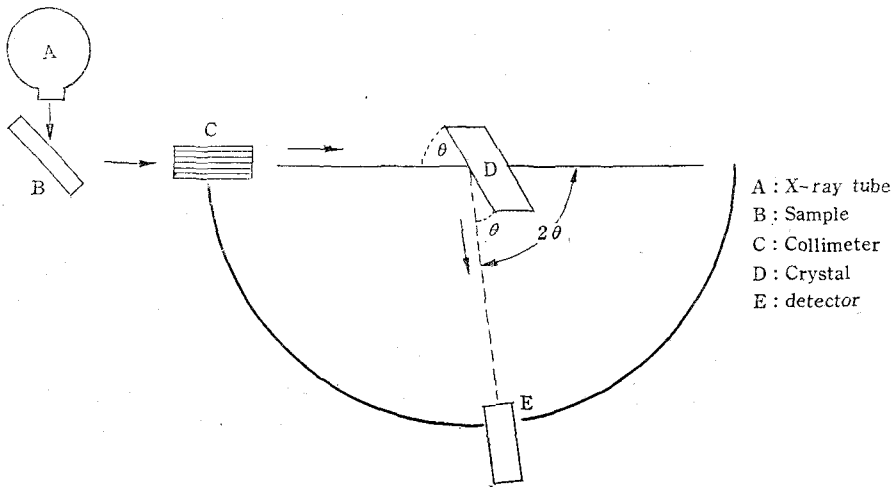
1. 序 言

X 線이 1895年 Roentogen 에 의하여 발견된 이후 그 利用度는 醫學分野를 비롯하여 定性·定量分析에 이르도록 매우 광범위하게 사용되고 있으며 최근에는 科學技術의 급속한 발전으로 產業界의 技術革新을 이룩함으로써 製造工程의 自動化에 따라 工程管理 및 品質管理에 신속 精確한 방법이 요구되었다. 이러한 目的達成의 한 수단으로 X-ray 螢光 X-ray 를 이용한 分析方法이 개척되었다.

지금까지는 研究分野에서 일부 應用되던 X-ray 가 迅速分析 및 分析精度的 향상과 무기, 유기물 및 金屬成分中 原子番號 11 Na~92 U 범위의 원

소를 定性·定量分析할 수 있게 되었다. 또한 미량 시료 및 粉·液·固狀 등 어느 형태이든 비파괴 분석이 가능하며 화학적으로 분리가 어려운 元素의 分析도 쉽게 할 수 있다는 점으로 그 效用度가 인정되어 產業分野中 특히 cement 工業에서는 品質管理, 工程管理 등 適性에 맞는 중요한 試驗器機가 되므로 앞으로 많은 보급이 되리라 예상된다.

그러므로 당공장은 1969年 X-ray 기기가 도입되어 國內技術陣에 의하여 setting 後 調合原料, 石灰石, 粘土, 鐵鑛石, 크링카 시멘트 등 分析時間이 많이 所要된 物質에 관하여 多目的으로 이용하였고 현재는 조합 원료 조정에 이용하고 있다. 故로 당공장 보유 獨逸 Siemens 製 SRS I



<그림-1> 평면형 crystal 을 사용한 X-ray 分析裝置

X-ray 기기를 중심으로, 기본 원리 및 장치 설명과 분석 오차를 誘發하는 因子 그리고 分析精度 등을 data 를 중심으로 고찰하였다.

2. 螢光 X-ray의 기본 원리

2-1 裝置의 構造

X-ray 發生管으로 발생시킨 1次 X-ray 를 試料(粉, 液, 固體)에 照射하면 試料成分元素에 의한 2次 X-ray 가 發生되는데 이때 發生된 2次 X-ray 는 여러 방향으로 산란하므로 collimeter 가 평행한 일정 방향으로 인도하여 분광 결정에 照射하게 되며 이때 分光結晶을 固定할 때마다 단 1 개의 Bragg 조건에 맞는 파장만이 회절하게 된다.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots \text{Bragg Law}$$

n : 회절의 차수 ($n=1$)

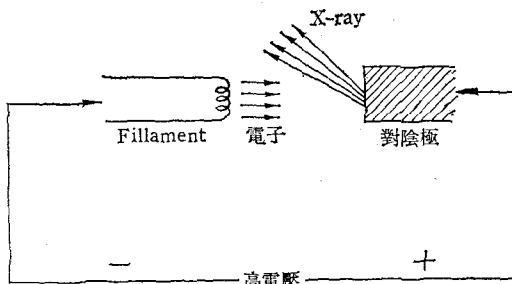
λ : 파장(A)

θ : 입사각

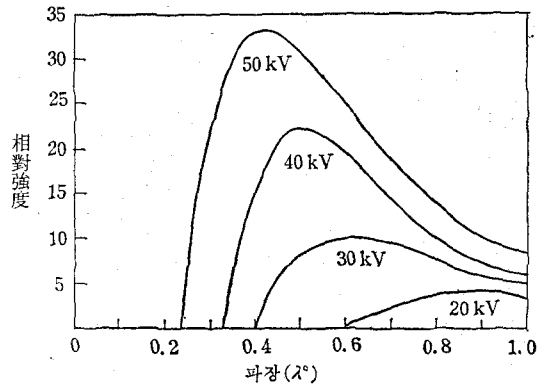
이때 2차 X-ray 의 회절각은 <그림-1>과 같이 입사선상에서 2θ 가 되므로 검출기는 입사각의 2 배되는 각도상에 놓여져야 한다. 이 입사선의 파장은 측정하여 성분 원소를 분석하고 이 파장의 세기를 측정하므로 그 원소의 함량을 정량하게 된다.

2-2 X-ray 發生

X-ray 는 高運動 energy 를 가진 荷電粒子가 급히 정지할 때 발생한다. 荷電粒子로서는 電子가 使用되고 X-ray 는 원자의 공급원과 2개의 금속 전극을 가진 X-ray tube 內에서 이루어진다. 數萬 volt 의 電壓을 加하면 filament 에서 발생되는 전자는 양극 또는 target 에 高速度로 충돌하고 X-ray 는 충돌된 점에서 발생하여 모든 방향으로 방사된다.



<그림-2> X-ray 發生原理



<그림-3> 連續 X線 spectrum

X-ray 발생관에는 기체관과 열음극관이 있는데 오늘날에는 열음극관이 주로 쓰이고 있으며 열음극관은 고진공하에서 filament 에 의하여 열전자를 발생시키고 이 열전자를 고전압에 의한 電場으로 加速시켜 target 에 충돌시키므로 X-ray 를 발생하며 연속 X線과 특성 X線이 있다.

2-2-1 연속 X線(continuous X-ray)

연속 X-ray 는 가속 전자가 서로 충돌할 때 자진이 갖고 있던 energy 를 잃고 생성되는 것이며 生成된 spectrum 의 강도는 原子番號에 영향을 받으나 최소 파장은 관전압에 의한다.

$$\lambda_{\min} = 12,350/V \dots \text{Hunt Law}$$

V : 加하여 준 전압

λ : 최단 파장

그리고 spectrum 의 全強度(N)는 원자 번호(Z)에 영향을 받고 다음과 같은 주파수 r 의 함수로 나타낸다.

$$N = AZ(r_0 - r) + BZ^2$$

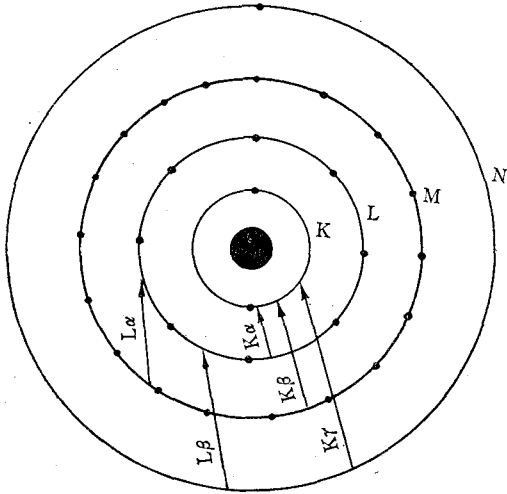
A, B : 상수

r_0 : λ_{\min} 에 대응하는 최대의 주파수

상기 식에 의하면 무거운 원소의 target 물질이 가벼운 원소의 target 보다 많은 X線을 발생함을 알 수 있다.

2-2-2 특성 X線(characteristic X-ray)

어느 한계 전압 이상으로 관電壓을 높여 주면 電場에 의하여 加速된 열전자는 target 물질의 원자중 내부 궤도에 충돌하여 勵起되어 나가고 energy 준위가 높은 외부 궤도 전자로써 메꾸어 지게 되는데 이때 energy 差에 상당하는 파장이 전자파로서 방출하게 되는데 이것이 특성 X선이다. 다시 말하면 K궤도의 전자가 勵起되어 나



<그림-4> 銅의 原子構造模型圖

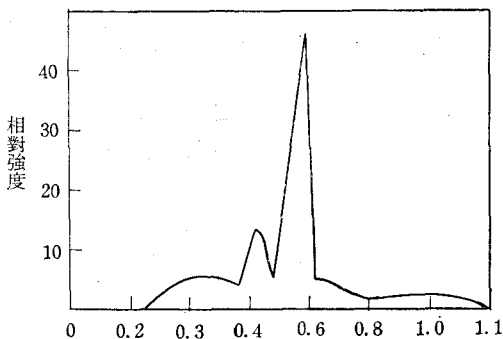
가면 그 공간을 L 궤도의 1개 전자가 대치되어 X선(K_{α})을 방출한다. 이와 같이 M 궤도의 전자로서 K 궤도를 메울 때는 K_{β} 선을 방출하며 형광 X선은 특성 X선이다.

특성 X선의 $K\alpha_1$ 과 $K\alpha_2$ 는 強度比 2:1이며 $K\alpha_1$ 과 $K\beta_1$ 의 強度比는 原子番號에 따라 다르나 약 5:1 정도이다. 또한 특성 X선은 파장의 범위가 매우 좁으며 強度는 극대치를 나타내어 peak를 이룬다.

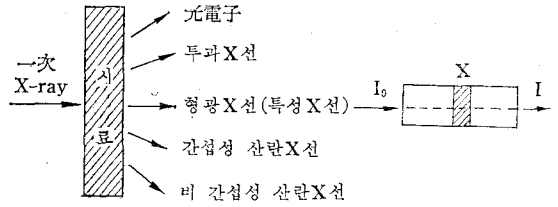
2-3 X선의 선질

2-3-1 X선의 強度

X선의 進行方向에서 수직인 면에서 그 면의 단위 면적을 단위 시간에 통과하는 X선 energy를 X선의 強度라고 말하며 물질을 통과할 때 강도는 그 물질의 두께에 따라 감소한다. 즉 $\frac{I}{I_0} = e^{-\mu x}$ 이다.



<그림-5> Molybdenum 特性 X線 (45keV)



<그림-6> X線 線質

I_0, I : 물질을 통과하기 전과 후의 강도

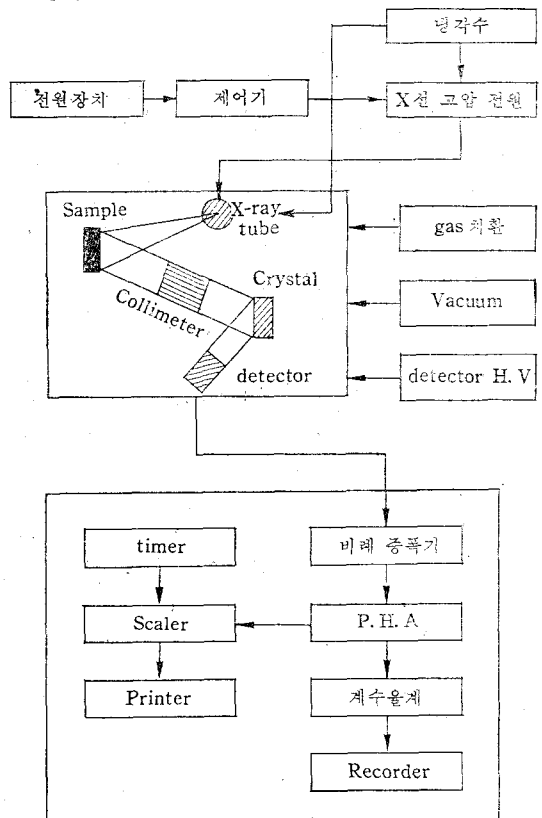
e : 自然對數

x : X선을 통과한 물질의 두께

그러므로 一定元素에 대하여 파장이 길어지면 흡수 계수는 증가한다.

3. 螢光 X線 分析裝置

형광 X선 분석 장치는 電源裝置, X線發生部,



<그림-7> 裝置의 構成

分光 및 檢出部, 計數記錄部 기타로 구성된다.

3-1 전원 장치

X선관에 高電壓 및 관전류를 공급하는 장치로서 일반적으로 60KV 80mA의 전원을 공급하도록 되어 있고 전원·전압을 조절할 수 있는 조절기 및 안전 장치와 냉각수를 control 하는 경보 bell 이 설치되어 있다.

3-2 X線 발생부

3-2-1 X線管(X-ray tube)

X線管은 X-ray 를 발생시키는 장치로서 전장에서 이미 설명하였으므로 생략하고 구조에 대하여 설명하면 X線管球는 음극과 대음극(양극)으로 구성되어 있으며 음극에는 filament 와 集束 장치로 되어 있다. filament 에 고압을 부하하여 열전자를 발생시키고 이 열전자는 고속으로 양극을 향하여 투사되도록 되어 있으며 이때 발생하는 이동 전자의 集束을 음극선이라 한다. 이 음극선을 저지시키는 양극면에 target 이 있으며 이 저지된 면에서 X-ray 가 발생한다. 음극선 중에서 X-ray energy 로 되는 것은 극소하고 대부분 열로 변하여 target 이 가열되므로 냉각수로 냉각시키게 되어 있다. 또한 X-ray energy 는 target 의 원자 번호에 비례하므로 target 에는 원자 번호가 크고 용점이 높으며 증기압이 낮고 열전도가 양호한 것이 좋으며 target 에는 W, Cr, Pt, Au, Mo 등이 있으나 저원자 번호(20번 이하) 측정에서는 Cr target, 고원자 번호에는 W target 이 적당하다. 그러므로 시멘트 공장에서 사용되는

target 는 Cr target 이어야 한다.

3-2-2 分光 및 검출부(crystal and detector)

X-ray tube 에서 나온 1차 X-ray 를 시료에 조사하여 발생하는 형광 X-ray(2차 X-ray)를 분광하여 검출하는 장치로 시료실(specimen chamber), collimeter, crystal detector 등으로 구성된다.

1) specimen chamber : 시료를 넣고 X선을 조사하는 곳으로 자동 교환 장치, 기밀 장치가 되어 있고 X선과 조사면과 일정한 거리가 되도록 되어 있다.

2) collimeter : 시료에서 방출되는 형광 X선을 평행으로 인도하기 위하여 사용되며 X선 강도가 약한 것은 분산각이 넓은 0.4°의 것이 사용되고 일반적으로는 0.15°의 것이 사용된다.

3) 분광기 : 분광 결정과 검출기 및 collimeter 를 Bragg 식을 만족시키도록 기하학적 조건을 설정하여 형광 X선을 분광하는 것으로 주사회각 고정형이 있다.

일반적으로 무거운 원소에는 LiF 가 적당하고 경원소에는 PET, EDDT, ADP, KAP 가 적당하다. LiF 는 조해성이 없으나 EDDT, NaCl, PET, KAP, ADP 등은 조해성이 대단히 커서 습기가 많으면 분해하므로 주의를 요한다. 또한 유기물의 분광 결정을 사용하는 온도 안정이 절대적으로 필요하다. 온도 변동이 있으면 열에 의한 crystal 의 팽창·수축으로 crystal line 이 변동되므로 측정의 오차를 가져 온다. 예를 들면 PET

<表-1>

분광 결정(crystal) 적용 범위

No	분 광 결 정	分 子 式	2d(A°)	적 용 범 위
1	Topas	Al ₂ (SiO ₂)(OHF) ₂	2.712	atomic No 22Ti~70Yb
2	Lithium floride(LiF)	LiF	4.027	19K~56Ce
3	Sodium chloride	NaCl	5.6394	16S~50Sn
4	Quartz	SiO ₂	6.6863	15P~47Ag
5	Pentaerythrite (P.E.T)	C[CH ₂ OH] ₄	8.742	13Al~41Nb
6	Ethylendiamine ditartrate (E.D.D.T)	C ₆ H ₁₄ N ₂ O ₆	8.808	13Al~41Nb
7	Ammonium dihydrogen phosphate (A.D.P)	NH ₄ H ₂ PO ₄	10.648	12Mg~37Rb
8	Gypsum	CaSO ₄ ·2H ₂ O	15.185	11Na~31Ga
9	Kalium hydrogen phthalat (K.A.P)	KHC ₈ H ₄ O ₄	26.62	80~24Cr

crystal 에 $AlK\alpha$ 를 측정하면 온도가 $1^{\circ}C$ 변화되므로 0.7%의 pulse 변화를 가져 온다. 시멘트 공업에서의 crystal 선택은 Fe_2O_3 분석에는 LiF, $K_2O \cdot SiO_2 \cdot SO_3$ 에는 PET, CaO 는 LiF·EDDT, Al_2O_3 는 KAP·PET·ADP, MgO 측정에는 ADP crystal 이 적당하다.

4) 검출기(detector) : 검출기에는 가이거 계수관(G.M.C), 비례 계수관(P.C), Scintillation 계수관(S.C) 등을 사용하고 있으며 당공장은 P.C 를 사용하고 있다.

5) X線 통로 : 가벼운 원소의 X선은 X선 통로의 공기에 의한 흡수가 많으므로 진공으로 하든지 gas(H, He)로 치환하여야 한다. X선이 공기 중에서 10 cm 이동하면 그 강도는 반감하며 일반적으로 X-ray 통로는 진공으로 하도록 장치되어 있다.

3-3 계수 기록부

계수 기록부는 검출기의 출력을 추정하여 지시·기록하는 장치이다. pulse 계수 방식의 경우에는 비례 증폭이 PHA, scater, timer 계수율계 등으로 구성되며 적분 전압 측정 방식에는 적분기, 증폭기, 기록계로 구성된다.

1) 비례 증폭기 : 검출기로의 신호를 증폭하기 위한 회로이다.

2) pulse 높이 분석기 : 비례증폭기의 출력 pulse의 파고치는 검출된 X선의 energy 에 비례한다. 이 파고치의 차이를 이용하여 여러 가지 energy의 X선을 동시에 검출하였을 때는 이들을 구별

하여 분석선만을 선택하도록 할 수 있다.

3) scaler 및 printer : pulse 를 計數, 기록하는 장치이며 timer 는 계수를 측정하기 위하여 시간을 고정하여 일정 시간에 나오는 pulse 를 조사하는(定時法) 방법과 pulse 를 규정하여 시간을 측정하는(定數法) 방법이 있다.

4) 계수율계 : X선의 강도 변화를 연속적으로 나타내는 것으로서 정성 분석, 방해 이온의 영향, P.H.A 조건 검토, 장치의 이상 유무 검토 등에 사용된다.

4. 試料調製方法

4-1 塊狀·板狀試料

괴상 및 판상 시료는 조사면을 평坦하고 平滑하게 하는 것이 중요하며 내부 결함이나 성분의 편석이 없도록 하여야 한다.

4-2 粉末試料

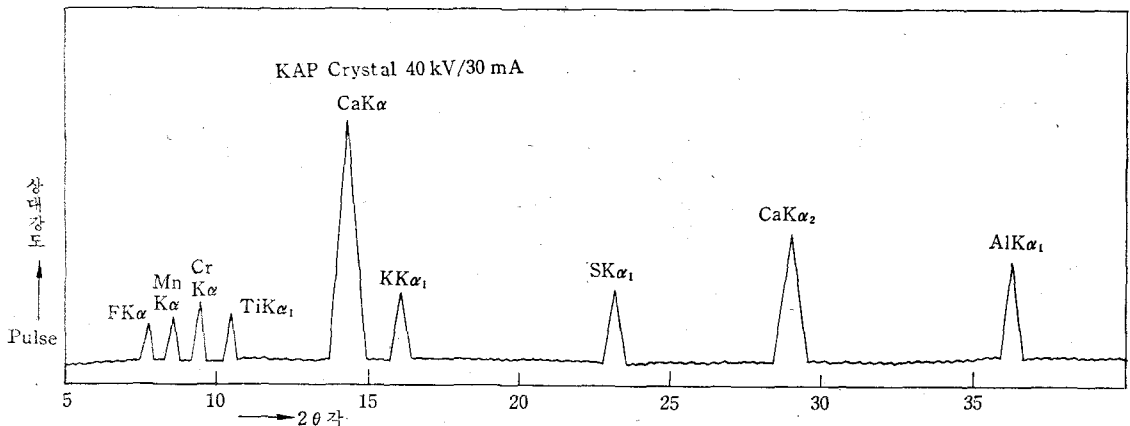
분쇄, 혼합을 충분히 하여 분말도를 같도록 하므로 시험 오차를 적게 할 수 있으며 분말 시료 그대로 사용하거나 binder 를 사용하여 가압 형성한 시편을 사용한다.

4-3 액상 시료

vacuum 사용은 되도록 피하여야 하며 균일 혼합과 석출물 등이 없도록 하며 휘발성 및 산 등은 장치의 보호상 금하여야 한다.

4-4 표준 시료

분석치 결정의 표준으로 사용하는 시료로서 분석 목적에 적합하도록 준비하여야 하며 분석 시료



<그림-8> slag 定性分析

와 동일한 처리로서 유사한 화학 조성을 가져야 한다.

5. 定性分析

정성 분석은 시료로부터 발생하는 형광 X선을 분광기로 분광시킴과 동시에 연속적으로 조사하여 분광시킨 X선을 검출기에서 전기 신호로 교환하여 강도 변화를 기록계에 기록한다. 기록계에는 회절각에 대한 peak가 나타나므로 그것을 conversion table과 비교하여 분석을 행하며 원자 번호 11(Na) 이상의 원소는 가능하다.

<表-2> 2θ 각에 대한 고유 spectrum

원소	crystal	2θ 각에 대한 고유 spectrum						비고
		LiF	EDDT	PET	ADP	KAP		
Fe	Kα ₁	57.50	25.39	25.59	20.95	8.337		
Mn	"	62.91	27.61	27.80	22.77	9.054		
Cr	"	69.29	30.14	30.34	24.84	9.865		
Ti	"	86.07	35.36	36.61	29.92	11.849		
Ca	"	113.01	44.82	45.13	36.78	14.487		
Ca	Kα ₂	113.16	99.37	100.27	78.24	29.25		
K	Kα ₁	136.56	50.27	50.62	41.15	16.150		
K	Kα ₂	136.79	116.31	117.54	89.31	32.67		
S	Kα ₁	—	75.16	75.75	60.60	23.773		
Si	"	—	107.98	109.03	84.00	31.034		
Al	"	—	142.39	144.69	103.08	36.489		
Mg	"	—	—	—	136.47	43.593		
Na	"	—	—	—	—	83.023		

즉 chart의 peak 해석을 설명하면

1) chart 상에 나타난 peak의 순으로 해당 각도(2θ)를 찾는다.

2) 2θ의 값으로부터 conversion table과 비교하여 spectrum 이름을 찾는다.

3) 그 元素로부터 spectrum을 전부(K_α, K_β 또는 L_α, L_β 등) 찾아 spectrum 이름을 기입한다.

상기의 2θ 각을 확인함으로써 고유 파장에 대한 성분을 알 수 있다.

6. 定量分析方法

측정 원소에 적합한 crystal 및 각종 조건을 조정하여 설정하고 그때 측정된 표준 시료와 미지 시료와의 X선 강도 변화를 구하여 정량 분석을 행하며 표준 시료 비교법에는 다음의 방법이 있다.

6-1 검량선법

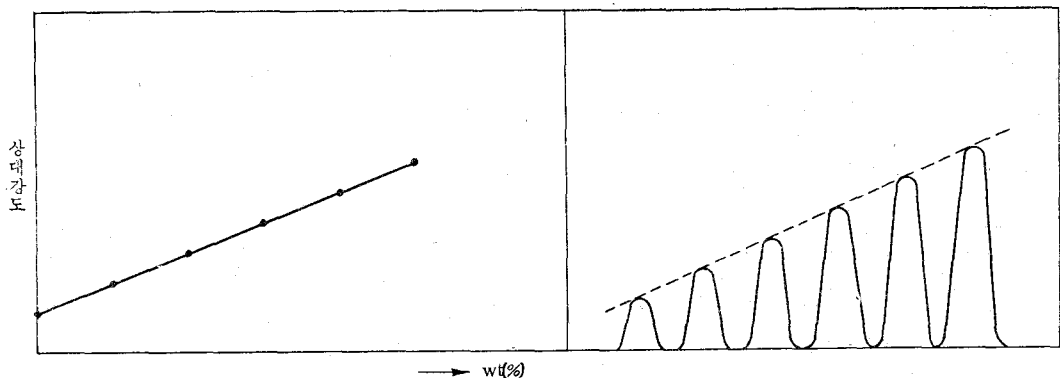
분석 시료와 유사한 표준 시료를 사용하여 함유량과 형광 X선 강도의 관계를 구하여 검량선을 작성하고 미지 시료의 형광 X선 강도를 측정하여 검량선에 의하여 분석을 행한다.

6-2 内部 표준법

일정량의 내부 표준 원소를 포함한 함유량을 알고 있는 시료군을 표준 시료군으로 하여 함유량과 분석 원소의 X선 강도와 내부 표준 원소의 X선 강도와의 비를 구하여 검량선을 작성한다. 분석 시료의 경우도 표준 시료군과 같이 내부 표준 물질을 가하여 이것들의 형광 X선 강도의 비를 구하여 검량선에 의하여 정량한다.

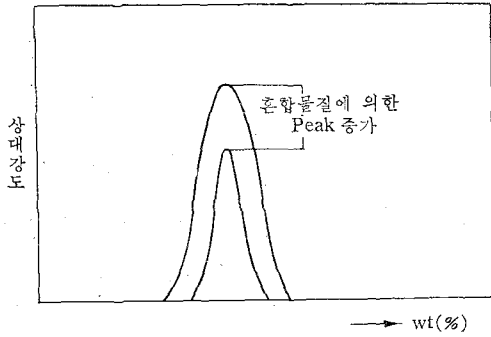
6-3 첨가법

분석 시료에 분석 원소를 함유한 물질을 일정량

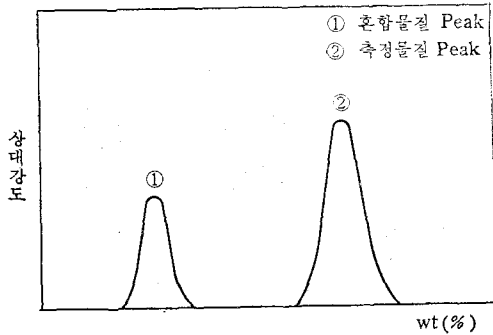


<그림-9> 標準試料 검량선

가하여 X선 강도의 변화를 구하여 정량하는 방법이다. 이 방법은 X선 강도와 함유량의 회귀선이 직선으로 원점을 통과하는 경우에 적용되며 첨가 물질은 측정 물질과 화학 조성이 유사하여야 한다.



<그림-10> 添加法에 의한 X線 pulse



<그림-11> 混入物質에 의한 peak 變化

<表-3>

분말도에 의한 cement SiO₂ X선 강도 비교

No	분말도 88μ 잔사(%)	blaine (cm ² /g)	pulse (C. P. S)										aver	R	δ
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10			
1	18.3	2056	3579	3533	3557	3536	3571	3577	3539	3562	3516	3533	3552	18.4	11.3
2	7.4	2590	3557	3559	3578	3539	3558	3569	3530	3561	3587	3562	3560	15.8	11.2
3	4.1	2856	3562	3599	3591	3625	3590	3585	3604	3589	3626	3568	3594	19.8	15.7
4	3.0	3023	3615	3632	3609	3586	3580	3616	3593	3602	3603	3618	3605	15.1	12.8
5	1.0	3338	3615	3590	3634	3601	3615	3620	3599	3595	3600	3620	3609	13.2	11.9
6	0.2	3518	3614	3609	3619	3601	3621	3600	3609	3629	3617	3599	3612	9.5	8.2
7	0.1	3746	3628	3621	3605	3599	3625	3605	3599	3604	3618	3621	3613	10.6	10.1
8	0.05	3968	3613	3618	3617	3616	3612	3600	3598	3599	3627	3620	3613	7.3	7.6
9	—	4357	3622	3623	3607	3617	3617	3613	3623	3616	3610	3607	3614	7.3	5.3

6-4 檢量線의 補正

표준 시료에 의한 검량선 작성시 여러 가지 원인에 의하여 直線이 나오지 않으므로 다음 식에 의하여 calibration curve 를 작성하여야 한다.

$$y = ax + b$$

$$a = \frac{n(xy) - (x)(y)}{n(x^2) - (x)(x)}$$

y = 化學分析值

x = X-ray

$$b = \frac{(x^2)(y) - (x)(xy)}{n(x^2) - (x)(x)}$$

intensity $\sum_{i=1}^n x_i$

6-5 오차

분석 오차는 여러 가지 원인에 의하여 나타나지만 다음의 원인이 오차에 큰 영향을 미친다.

1) 검량선에 의한 오차: 통계 오차, back-ground에 의한 오차, 공존 원소에 의한 오차

2) 시료에 의한 오차: 시료의 표면 상태, 함유 성분의 편재, 표준 시료의 분석 오차

3) 장치에 의한 오차: 안정치, 계수치, 분해 능력, 온도, 습도 등이 있다.

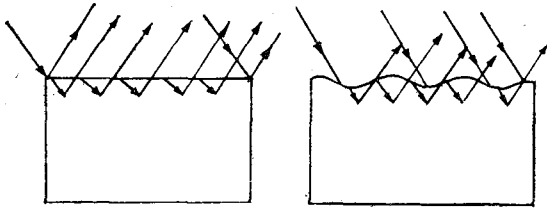
7. 오차 원인 검토

7-1 시료의 粒도가 X線強度에 미치는 영향

입도 분포에 의한 X선 강도를 조사하기 위하여 시멘트 시료 (blaine : 2,056 sieve : 88μ 잔사 18.3%)를 채취하여 골일 혼합 후 분쇄 시간을 5분간격으로 미분쇄하여 실험 시료로 하였으며 입자 분포에 따른 pulse의 강도는 다음과 같다.

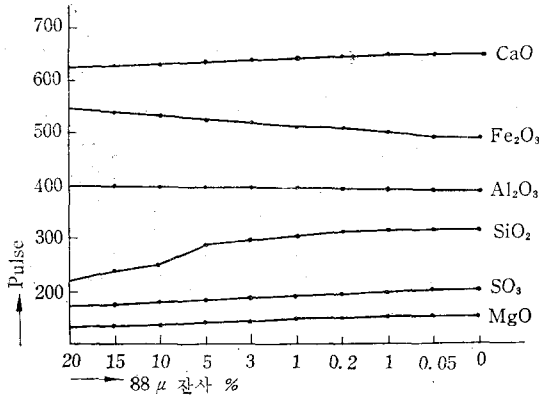
시료의 입자 분포에 따른 X선 pulse 시험 결

과 굵은 입자일수록 pulse 의 강도가 약하고 \bar{r} 및 δ 도 크다.



<그림-12> 試料面에 의한 X-ray 산란

이 원인은 X선의 조사면이 균일하지 못하므로 X선의 방향이 일정하게 진행되지 못하고 粗粒子面에 따라 2차 X선이 산란하므로 pulse 의 오차가 크다. SiO₂, SO₃는 입자가 고을수록 pulse 는 현저히 상승하며 CaO, MgO는 완만하게 상승하고 Fe₂O₃, Al₂O₃는 입자가 고을수록 pulse 의 하락을 나타내나 一般的으로 88 μ 잔사량 0.2% 이하부터는 pulse 가 安定化되고 있다.



<그림-13> 粒度分布에 따른 pulse 變化

7-2 試料의 量이 X線強度에 미치는 영향

試料의 量이 X線強度에 미치는 영향을 계수적

<表-5>

加壓 Ton 에 의한 成分間의 pulse 比較(C.P.S)

ton	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	비 고
10	3558	1554	1805	7740	777	521	cement
15	3600	1584	1819	7742	796	555	
30	3596	1594	1823	7825	815	557	
25	3602	1595	1824	7856	810	558	
30	3598	1590	1827	7880	812	560	

으로 고찰하여 보았으며 그 결과는 다음과 같다.

<表-4> 試料량에 의한 raw mix 各成分의 pulse 比較(C.P.S)

No	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	Mgo	비 고
1 g	2505	1210	1645	4882	612	10회 pulse
2 "	2507	1218	1634	4865	618	의 평균치임
3 "	2512	1230	1640	4872	610	
4 "	2503	1225	1630	4850	623	
5 "	2508	1218	1635	4868	620	

試料량에 의한 pulse 를 고찰하여 보면 量의 변화에 의한 pulse 차는 있다고 말할 수 없다. 그러나 시편 제작상 1g의 시료는 量이 너무 적어 試料의 균일한 分布가 되지 않아 pulse 의 오차를 나타내며 2g에서 5g까지는 差가 없으므로 量의 선택은 sample의 크기 및 binder 使用 여부 등을 고려하여 표준 시편과 동일하도록 제작하므로 분석 오차 요인을 제거할 수 있으며 당공장은 binder 使用으로 2g의 시료가 적정하다.

7-3 시편 제작시 加壓 Ton 이 X선 강도에 미치는 영향

加壓 Ton의 변화에 따라 pulse 의 오차가 크지는 않으나 일반적으로 10톤 이하에서는 pulse 가 弱하며 15톤 이상에서는 pulse 가 安定되고 있다. 10톤 이하에서는 vacuum 使用時 binder와 試料의 탈락 위험이 있으므로 加壓 톤은 최소한 20톤 이상이 적당하다.

7-4 加壓後 정지 시간이 X선 강도에 미치는 영향

가압후 정지 시간에 따른 pulse 의 변화는 1분 이상에서는 동일한 pulse 가 나오고 있으나 10톤에서는 정지 시간을 증가시켜도 시편이 단단

<表-6>

가압 정치 시간에 따른 pulse 변화(C. P. S)

Tons	min	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	비	고
10	1	3576	1566	1822	7768	780	522	10회의 평균치임 시료는 cement	
	2	3588	1579	1832	7760	782	524		
	3	3565	1569	1826	7702	785	529		
20	1	3574	1592	1847	7868	799	557		
	2	3572	1588	1857	7866	803	556		
	3	3576	1586	1862	7893	793	558		
30	1	3572	1590	1854	7888	805	559		
	2	3588	1586	1849	7895	810	558		
	3	3580	1593	1849	7912	811	560		

하지 못하고 pulse가 약하며 20톤 이상은 정치 시간 1분, 2분, 3분 모두 pulse는 동일하다. 그러므로 시편 제작시 정치 시간은 1분 이상이 적정하다.

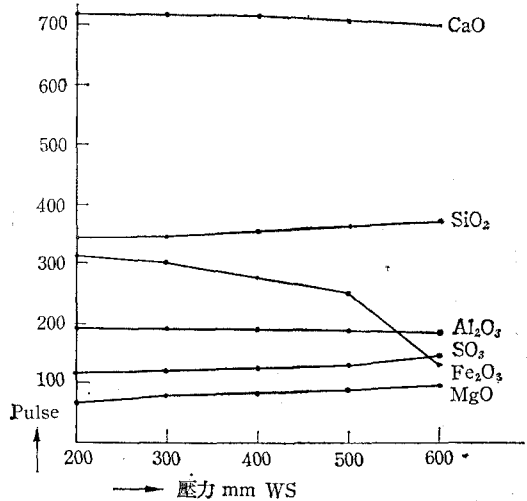
7-5 압력 변동이 X선 강도 변화에 미치는 영향

壓력은 압축 공기를 使用하며 flow counter gas가 4l/h 용량으로 均一하게 유동하도록 壓力을 조절할 수 있게 장치되어 있으며 壓力의 변동에 따른 각 성분간의 pulse 변화는 다음 <그림-14>와 같다.

CaO, Al₂O₃는 완만하게 하락하며 Fe₂O₃는 300 mmWS 이상에서는 급격한 pulse의 하락을 나타내고 있다. SiO₂, MgO, SO₃는 압력 증가에 따라 완만하게 pulse는 상승하고 있으나 일반적으로 200~300 mmWS에서는 pulse의 변화가 크지 않다.

이상으로 시료 조제상의 문제점을 고찰하여 보면

1. 시료의 입도가 pulse에 미치는 영향은 대단히 크다. cement의 경우 최소한 0.2% (88μ잔사량) 이하 blaine 3,500 이상으로 분쇄하므로 pata의 산포를 줄일 수 있다.
2. 試料量에 의한 pulse의 차는 없다. 그러나 분석상의 편의와 시료간의 오차를 줄이기 위하여 standard sample과 동일량으로 시편을 제작하



<그림-14> 壓力變動에 의한 pulse 변화

여야 하며 binder 使用時 2g의 시료가 적당하다.

3. 加壓 Ton이 X-ray pulse에 미치는 영향은 크므로 20톤 이상의 加壓이 요구된다.
4. 加壓 후 정치시간은 1분 이상이 적당하다.
5. 壓力변동에 의한 X-ray pulse 변화는 各成分에 따라 차이가 있으나 分析誤差를 나타내므로 壓力은 300 mmWS가 적당하며 X-ray 室內溫度·습도 등은 일정하게 유지함이 필요하다.