

미소부 X선 회절분석기를 이용한 미립조암광물의 상동정 및 배향도 측정 - Al_2SiO_5 3상다형-

박찬수 · 김형식¹

기초과학지원연구소 서울분소, ¹고려대학교 지구환경과학과

요약: 암석중에 미립(직경 0.3 mm내외)으로 존재하는 조암광물의 동정 및 결정학적인 배향도를 미소부 X선 회절분석기를 이용하여 측정하였다. 실험에 사용된 표품들은 Al_2SiO_5 3상다형(규선석, 남정석, 홍주석)으로서 모든 표품들은 박편상의 것을 측정대상으로 하였다. 측정에 이용된 X선 회절분석기는 $3(\omega \chi \varphi)$ 축 회전 측각기 및 위치민감형 검출기로 구성되어 있으며 X선원으로는 $CuK\alpha$ 를 사용하였으며 직경 50 μm 의 시준기를 사용하였다. 광물 동정은 $3(\omega \chi \varphi)$ 축 회전 측정법에 의해 시행되었으며, 박편표면에 우세하게 나타나는 광물상의 격자면을 알아보기 위해 $2(\omega \varphi)$ 축 회전 측정을 실시하였고 2축 회전 측정법에 의해 우세하게 나타난 회절선에 대한 격자방향의 배향도와 극분포를 확인하기 위하여 X선 극점도 측정을 시행하였다. 3축 회전 측정결과 측정대상 광물상에 대해 동정이 가능하였으며 2축 회전 측정과 X선 극점도 측정결과 규선석(310), 남정석(200), 홍주석(122)극이 절단면, 즉 박편표면의 법선방향으로 잘 발달하고 있음을 확인할 수 있었다. 본 측정법은 편광현미경을 사용하여 식별이 용이하지 않은 미립조암광물의 동정과 배향도를 알아보는데 유용하게 사용될 수 있는 분석기법이다.

핵심어: 미립조암광물, 미소부 X선 회절분석기, Al_2SiO_5 3상다형, 동정, 배향도

서 언

Al_2SiO_5 3상다형(규선석, 남정석, 홍주석)은 변성 암석학 연구에 있어 광역변성도의 지시자로서 매우 중요한 광물들이다. 알루미늄 규산염 시스템의 경우, 온도-압력 공간에서 상전이점의 위치결정은 지난 40년간 많은 연구의 대상이었으며 최근까지의 연구로서 일반적으로 합의된 삼중점(Fig. 1)은 대략 $500 \pm 50^\circ C$, 4 ± 0.5 kbar에 위치한다(Deer *et al.*, 1992). 온도-압력 도표에 도시된 알루미늄 규산염 동질이상 안정영역은 남정석-고압/저온상, 홍주석-저압/저온상, 그리고 규선석-저압/고온상에 해당한다. Al_2SiO_5 3상다형과 이들의 온도-압력 영역에서의 안정도의 중요성은 삼중점이 광역변성작용에 영향을 미치는 일반적인 온도-압력 영역의 중간에 위치한다는 점이다. 따라서 암석내에서 Al_2SiO_5 동질이상 광물의 동정은 이들을 함유한 암석이 결정화된 환경에 대한 중요한 정보를 제공한다.

홍주석과 규선석은 사방정계, 남정석은 삼사정계의 결정계에 속하며 일반적으로 편광현미경을 사용하여 광학적 방법으로 식별한다. 남정석은 벽개면이 관찰될 경우 소광각(30°)에 의해 홍주석 및 규선석(소광각 0°)과 식별이 가능하나 경우에 따라(basal

section의 경우), 소광각이 0° 로서 홍주석이나 규선석과 식별이 곤란한 경우도 있으며 미립의 광물인 경우, 이런 광학적 방법에 의해 식별이 곤란한 경우도 있다. 벽개면이 관찰되더라도 변형작용에 의한 파동소광을 보이는 경우 정확한 소광각을 측정하는 것은 어렵다.

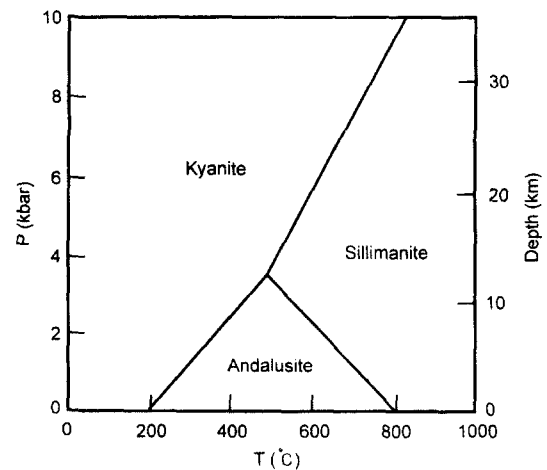


Fig. 1. Phase diagram for kyanite-andalusite-sillimanite equilibrium (after Holdaway, M. J., 1971).

편광현미경으로 감별이 곤란한 광물의 정확한 동정을 위해 박편상에 미립질(직경 0.5 mm 미만)로 존재하는 광물들 중 Al_2SiO_5 삼상다형을 대상으로 미소부 X선 회절분석기를 이용하여 동정을 시도하고 이들 광물의 배향도를 알아보려고 한다.

표품 및 측정방법

표품

측정에 사용된 모든 표품은 박편상의 것을 측정 대상으로 하였다. 규선석과 홍주석은 경기변성암복합체의 편마암에서 미립(직경 0.3~0.8 mm)으로 산출되는 표품으로서 규선석은 백운모-흑운모-석영과 광물조합을 이루며 침상으로 발달하고 있는 파이버로라이트(fibrolite)이고, 홍주석은 열변성작용의 산물로서 철과 마그네슘을 소량 함유하고 있으며(Lee *et al.*, 1990), 백운모-흑운모-석영과 광물조합으로 나타나며 (110)벽개면이 잘 발달하고 있다. 남정석은 임진강대의 규암 암맥에서 나타나는 표품을 사용하였다(Fig. 2).

측정장비

본 측정에 사용된 X선 회절분석기는 기초과학연구원 연구소 서울분소에 소재하는 일본 Rigaku사 제품(DMAX MDG-2000)으로서 3kW의 X선 발생장치를 사용하며 $3(\omega \chi \varphi)$ 축 회전 측각기와 위치민감형 검출기(position sensitive proportional counter)로 구성되어 있으며, 직경 10, 30, 50, 100 μm 의 4종류의 시준기(collimator)를 구비하고 있어 측정부위의 크기에 따라 선택하여 시편에 조사되는 X선의 크기를 조절할 수 있다. 특히 검출기로 사용되는 위치민감형 비례계수기는 측정하고자 하는 2θ 의 전범위에서 시편으로부터 회절되어 나오는 X선 신호를 동시에 검출하기 때문에 측정시간이 많이 단축되는 장점이 있으며 동시 측정 가능한 2θ 각도범위는 150° 이다(Fig. 3).

측정방법

X선원으로는 $CuK\alpha$ 를 사용하였으며 직경 50 μm 의 시준기를 사용하였다. 광물 동정은 3축($\omega \chi \varphi$) 회전 측정법에 의해 시행되었으며, 박편표면에 우세하게 나타나는 광물상의 격자면을 알아보기 위해 $2(\omega \varphi)$ 축 회전 측정법이 함께 사용되었다. 2축 회



Fig. 2. Optical micrographs of thin sections containing Al_2SiO_5 polymorphs. (a) granitic gneiss, (b) kyanite crystal in quartzite vein, (c) migmatitic gneiss. Open circles indicate the analyzed positions. Abbr: And; andalusite, Bt; biotite, Mu; muscovite, Qtz; quartz, Ky; kyanite, Sil; sillimanite. Scale bar = 0.5 mm

전 측정 결과로 우세하게 나타난 회절선에 대한 격자방향의 배향도와 극분포를 확인하기 위하여 X선 극점도 측정을 시행하였다.

3축 회전 측정법

3축 회전 측정법은 시편을 $\omega \chi \varphi$ 의 3축 방향으로 회전시키면서 측정하는 방법으로서 이 방법은 절단면, 즉 시편 표면에 우세하게 분포하는 측정대상광물의 결정 격자면뿐만 아니라 시편 표면과 각

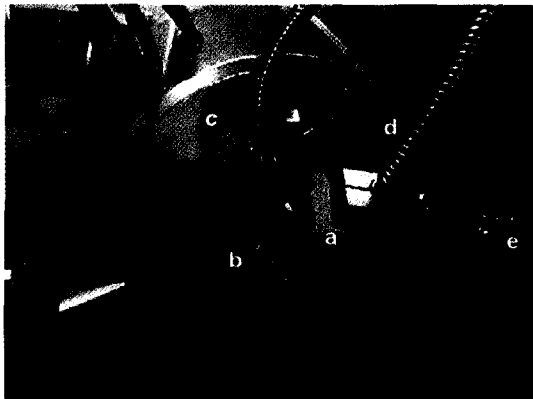


Fig. 3. Micro-area X-ray Diffractometer. (a) Collimator (b) Sample stage (c) Position Sensitive Proportional Counter (d) Microscope (e) X-ray tube

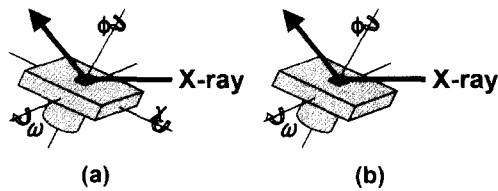


Fig. 4. Angular relations in the measurement method. (a) 3-circle oscillation measurement (b) 2-circle oscillation measurement

을 이루고 있는 결정 격자면의 회절선까지 검출할 수 있는 장점이 있어 이 측정법으로 광물상의 각 회절선에 대한 hkl 격자면지수를 알아보고 동정을 수행할 수 있다(Fig. 4(a)).

2축 회전 측정법

2축 회전 측정법은 χ 축을 90° 에 고정시키고 시편을 ω φ 의 2축 방향으로 회전시키면서 측정하는 방법으로서 광물의 절단면, 즉 시편 표면에 우세하게 분포하는 측정대상광물의 결정면의 hkl 격자면지수를 확인할 수 있다(Fig. 4(b)).

X-선 극점도 측정법

2축 회전 측정으로부터 시편 표면에 우세하게 분포하는 결정면의 hkl 회절선에 대해서, 회절조건을 만족하도록 ω 축을 고정시키고 시편이 φ 축 주위로 360° 회전하는 동안, χ 축 주위로 수 도($^\circ$)씩 회전하도록 설정하여 회절강도를 측정하여 극점도에 도시하는 측정법으로서(Wenk, 1985) 시편이 배향하고 있는 경우 회절면의 3차원적인 배향을 확인할 수 있는 방법이다. 특히 X-선 회절분석기를 이용한 광

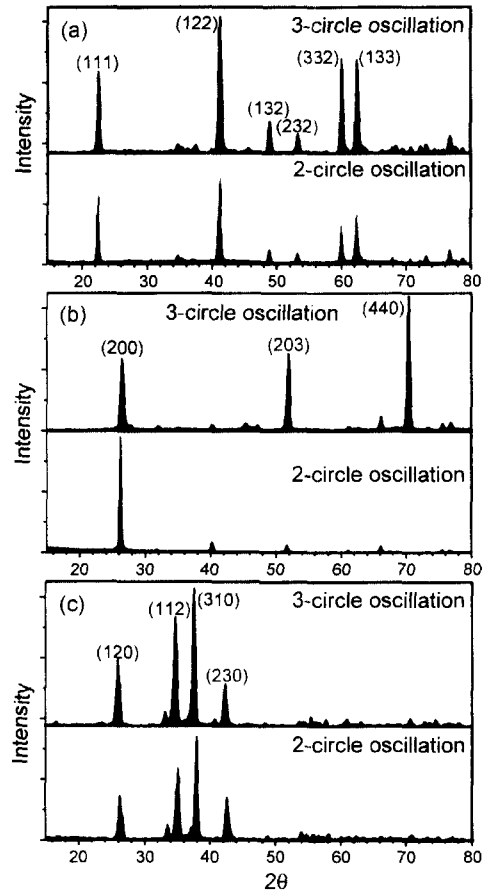


Fig. 5. Micro-area X-ray diffraction patterns of (a) andalusite (b) kyanite (c) sillimanite showing comparison between 3-circle oscillation and 2-circle oscillation measurements

물의 c -축 극점도 측정법은 변형암의 미구조연구에 있어 유용하게 적용될 수 있는 분석법이다(Erskine *et al.*, 1993). X-선 극점도 측정법에는 반사법과 투과법이 있으며 투과법으로 측정가능한 영역은 극점도의 외각부인 $\chi=0\sim 50^\circ$ 범위이며 반사법으로 측정가능한 영역은 대략 $\chi=40\sim 90^\circ$ 영역으로 극점도 전 범위($\chi: 0\sim 90^\circ$) 측정을 위해서는 이 두방법이 모두 사용되어야 한다(Cullity, 1978). 미소부 X-선 회절분석기로는 투과법을 이용한 극점도 측정은 곤란하고 반사법에 의한 극점도 측정이 가능하며 측정가능한 극점도 범위는 측정대상 회절선의 2θ 각도에 따라 차이가 있을 수 있지만 최대 $\chi=20\sim 90^\circ$ 범위이다.

측정결과

3축 회전 측정결과 측정대상 광물에 대한 각회절

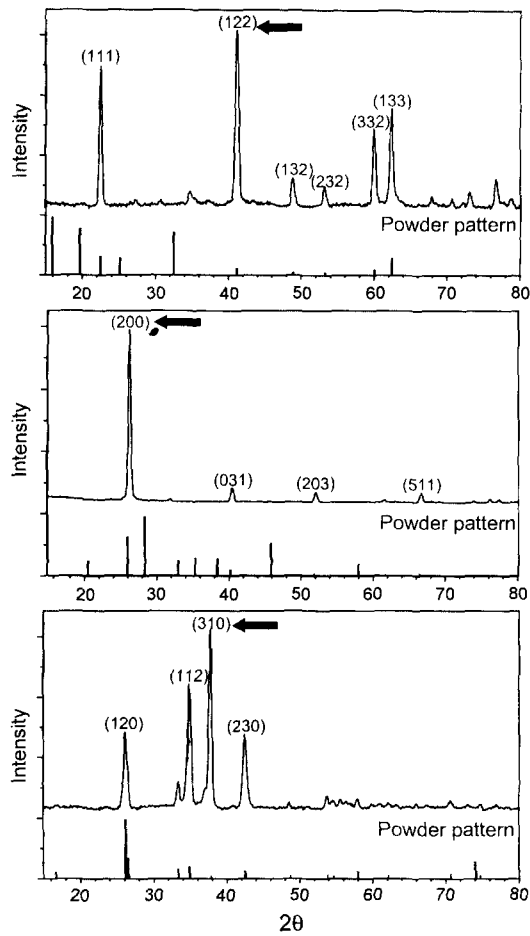


Fig. 6. Micro-area X-ray diffraction patterns of (a) andalusite (b) kyanite (c) sillimanite showing comparison between 2-circle oscillation measurement and JCPDS powder patterns. Arrows indicate selected peaks for pole figure measurements.

선의 격자면지수 부여와 동정이 가능하였으며, 2축 회전 측정결과와 비교하였을 때 3축 회전법에 의한 결과가 회절선들이 보다 뚜렷하게 나타나며 2축 회전법에 의해 나타나지 않은 회절선들이 검출되고 있음을 알 수 있다(Fig. 5). 이것은 χ -축 회전 여부에 기인하는 것으로서 동정에는 3축 회전 측정법이 장점을 갖고있음을 보여주는 결과이다. 2축 회전 측정결과 규선석은 (310)회절선이, 남정석은 (200)회절선이, 홍주석은 (122)회절선이 우세하게 관찰되었으며 JCPDS 표준 분말 회절 패턴과 비교하였을 때 박편표면에 우세하게 발달하는 격자면의 hkl 회절선의 강도가 제일 큰 것을 알 수 있다(Fig. 6). 각 광물상의 우세한 격자면의 회절선에 대해 극점도 측

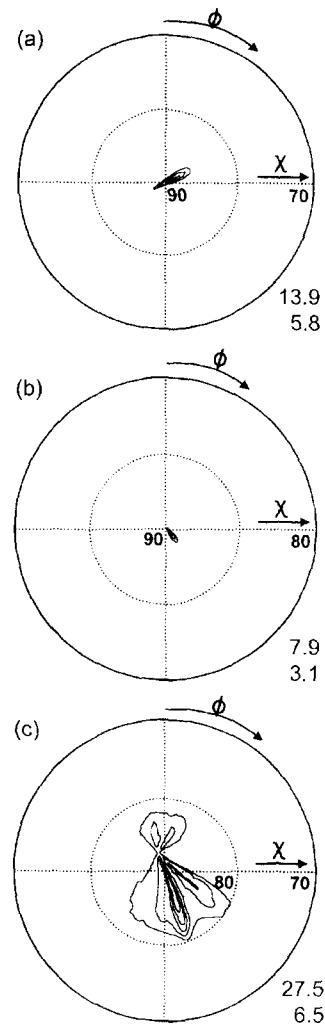


Fig. 7. Measured pole figure for (a) andalusite (122) (b) kyanite (200) (c) sillimanite (310). Maximum intensity and contour interval are shown the lower right of each pole figure.

정을 시행한 결과 규선석은 [310]방향, 남정석은 [200]방향, 홍주석은 [122]방향이 측정면의 법선방향으로 잘 발달하고 있음을 확인할 수 있었다(Fig. 7). 특히 규선석의 경우는 침상으로 발달한 파이브로라이트를 대상으로 하여 측정된 결과 남정석이나 홍주석과는 달리 배향도가 상당히 떨어지는 양상을 볼 수 있었다.

토 의

박편상에 존재하는 광물의 경우는 단결정의 임의

의 면이 절단된 상태로 볼 수 있다. 따라서 단결정법이 아닌 $\theta-2\theta$ X선 회절법에 의해 얻을 수 있는 회절선의 개수가 제한적이므로 일반적인 방법으로는 광물동정이 불가능하다. 여기서 시도한 3축 회전 측정법은 $\theta-2\theta$ 측정법을 보완한 것으로 3축 회전 측각기와 위치민감형 검출기(PSPC)를 이용하여 1회의 측정으로 임의의 방향으로 절단된 미립질 광물 표면의 격자면 뿐만 아니라 광물표면의 격자면과 특정한 각을 이루며 발달하고 있는 다른 격자면들의 회절선까지 동시에 검출할 수 있는 방법이다. 3축 회전 측정법에 의한 광물 동정의 단점은, 측정의 결과로 얻어진 광물상의 회절패턴이 분말회절패턴과 강도비가 일치하지 않으므로 강도비까지 고려한 표준분말회절패턴과 비교하여 동정하는 것은 곤란하고 측정된 각각의 회절선의 위치만을 동정에 이용해야 한다는 점이다. 따라서 동정상의 오류를 줄이기 위해서는 충분한 시간동안 박편을 가능한 넓은 범위의 3축 주위로 회전시키면서 많은 회절선을 검출해야 한다.

결 론

편광현미경을 이용하여 감정이 용이하지 않은 박편상의 직경 0.3 mm 이상으로 존재하는 광물상에 대한 동정 및 배향도 측정법 개발의 일환으로 Al_2SiO_5 3상다형에 대해 미소부 X선 회절 분석기를 이용하여 $3(\omega \chi \varphi)$ 축 회전 측정을 수행한 결과 광물상의 회절선을 검출할 수 있었으며 동정이 가능하였다. 임의로 절단된 박편 표면에 우세하게 발달하는 광물상의 격자면을 알아보기 위해 $2(\omega \varphi)$ 축 회전 측정을 수행하였으며 2축 회전 측정 결과로 우세하게 나타나는 각 3상다형의 회절선에 대해 X선 극점도 측정을 수행한 결과 규석은 [310]방향이, 남정석은 [200]방향이, 그리고 홍주석은 [122]방향이 박편 표면과 법선방향으로 우세하게 발달하고 있는 것으로 나타나 이들 광물의 배향성을 확인할 수 있었다. 여기서 소개된 측정법들은 편광현미경을 사용하여 식별이 용이하지 않은 미립조암광물의 동정과 배향도를 알아보는 데 유용하게 사용될 수 있는 분

석기법으로서 특히 X선 극점도 측정법은 임의의 방향으로 절단된 조암광물이나 단결정의 측방향을 결정하거나 변형암의 미구조연구에 있어 유용한 분석수단이 될 수 있다.

사 사

이 논문의 심사를 맡아주신 황진연 교수님과 이석훈 박사님께 심심한 감사를 드리는 바이다. 또한 남정석의 표품을 제공하여 주신 박영도 박사님께 사의를 표한다. 이 연구는 기초과학지원연구소의 「분소 첨단고가장비의 공동활용극대화를 위한 최신 분석기법 개발 및 부수장치 제작사업」의 일환으로 수행되었으며 1998년도 과학재단 특정기초연구자금(96-07-03-07-01-3)의 일부지원에 의해 수행되었다.

참고문헌

- Cullity, B. D., 1978, Elements of X-RAY DIFFRACTION (second edition), Addison-Wesley Publishing, 555p.
- Deer, W. A., Howie, R. A. and Zussman, J., 1992, An introduction to the rock forming minerals (second edition), Longman, London, 696p.
- Erskine, B. G., Heidelbach, F. and Wenk, H.-R., 1993, Lattice preferred orientations and microstructures of deformed Cordilleran marbles: correlation of shear indicators and determination of strain path, J. Struct. Geol., 15, 1189-1205.
- Holdaway, M. J., 1971, Stability of andalusite and the aluminum silicate phase diagrams, Am. J. Sci., 271, 97-131.
- Lee, S. M., Kim, H. S., Hong, S. T. and Park, C. S., 1990, Petrologic studies on the metamorphic rocks in Wonju-Pyeongchang area, J. Geol. Soc. Korea, 26, 32-52.
- Wenk, H.-R., 1985, Preferred Orientation in deformed Metals and Rocks; An Introduction to Modern Texture Analysis, Academic press, Orlando, 610p.

(책임편집: 황진연)

(2000년 10월 11일 접수, 2000년 11월 1일 수리)

**Phase identification and degree of orientation measurements for fine-grained rock forming minerals using micro-area X-ray diffractometer
-Al₂SiO₅ Polymorphs-**

Chan-Soo Park and Hyung Shik Kim¹

Seoul Branch, Korea Basic Science Institute, Seoul 136-701, Korea

¹Department of Earth & Environmental Sciences, Korea University, Seoul 136-701, Korea

Abstract : Measurements of phase identification and degree of orientation for fine-grained (about 0.3 mm in diameter) minerals in rock samples performed by micro-area X-ray diffractometer. Al₂SiO₅ polymorphs (andalusite, kyanite and sillimanite) were chosen for the measurements and target minerals were existed on thin sections. Micro-area X-ray diffractometer is composed of 3(ω χ ϕ)-circle oscillating goniometer and position sensitive proportional counter (PSPC). CuK α radiation was used as X-ray source and a pin hole (50 μ m in diameter) collimator was selected to focus radiation X-ray onto the target minerals. Phase identification and diffracted X-ray peak indexing were carried out by 3(ω χ ϕ)-circle oscillation measurement. Then, 2(ω ϕ)-circle oscillation measurement was made for the purpose of searching the prevailing lattice plane of the minerals on thin section surface. Finally, for a selected peak by 2-circle oscillation measurement, X-ray pole figure measurement was executed for the purpose of check the degree of orientation of the single lattice direction and examine its pole distribution. As a result of 3-circle oscillation measurement, it was possible that phase identification among Al₂SiO₅ polymorphs. And from the results of 2-circle oscillation measurement and X-ray pole figure measurement, we recognized that poles of andalusite (122), kyanite (200) and sillimanite (310) lattice planes were well developed with direction normal to each mineral surface plane respectively. Therefore, the measurements used with micro-area X-ray diffractometer in this study will be a useful tool of phase identification and degree of orientation measurement for fine-grained rock forming minerals.

Key words : fine-grained rock forming minerals, micro-area X-ray diffractometer, Al₂SiO₅ polymorphs, phase identification, degree of orientation