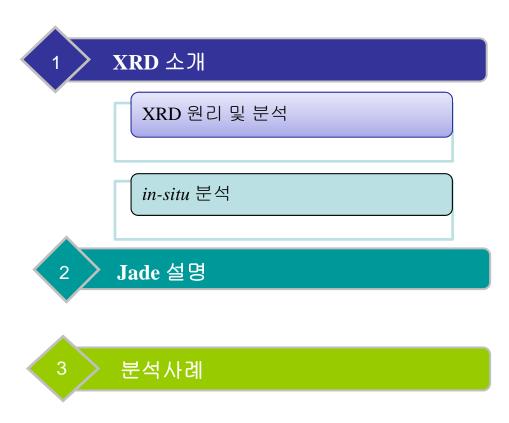


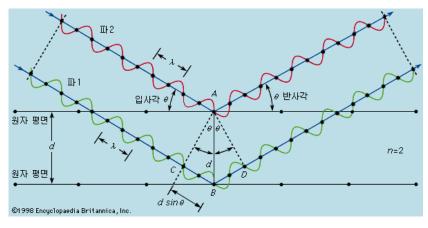
2011. 3. 5 이진구

목차



X선회절

결정이 일정한 간격으로 규칙적인 배열을 한 원자로 되어 있고, 또 X 선이 결정내의 원자 사이의 거리와 거의 비슷한 파장을 가진 전자파라면, X 선이 결정에 의해서 회절 된다. 두 개 이상의 파동 사이에 서로 위상차이가 그 파동의 반파장만큼 있을 때는 서로 상쇄되어 파동이 사라지나, 위상차이가 파장의 정수 배 만큼 있을 때는 진폭이 두 배로 되어서 세기가 더 크게 된다.





$$2d\sin\theta = n\lambda$$
,

Bragg angle

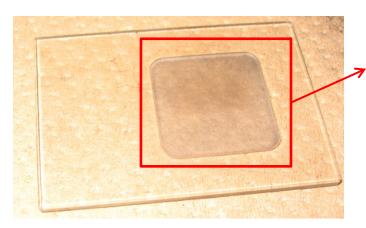
X 선회절 (X-ray diffraction, XRD)은 물질의 결정구조를 밝히는데 매우 유용한 수단이다.

$$\tau = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}$$

Scherrer equation

한편, Scherrer 식을 통하여 입자크기를 구할 수 있다.

XRD 분석



Sample material should be finely grinded under 200 mesh and placed on the red lined area for the proper measurement.





Check lights whether the machine is working right.

Sample holder

- Now time to install the sample holder inside the machine.





Be sure to press the door button, before manually opening the door.

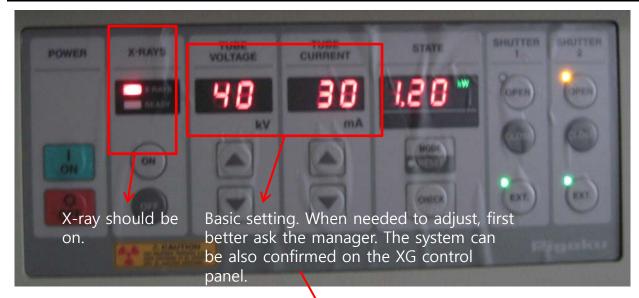
(upon pushing the button, alarm will be on. The alarm will stop when door is shut again.)

→ Sample holder inserting direction



Take the cap out and insert the sample as on the right side.

XRD 분석



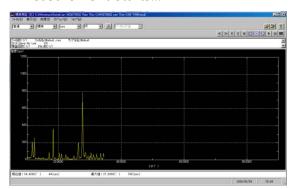


Firstly, turn on the XG control.

Take the cap out and insert the sample as on the right side.

XRD 분석

Measurement starts...







Check whether the machine is on. Red light should be on.

- From the raw file, convert it to ASCII format (txt enabled) so that you could use other excel or origin s/w to use the data.

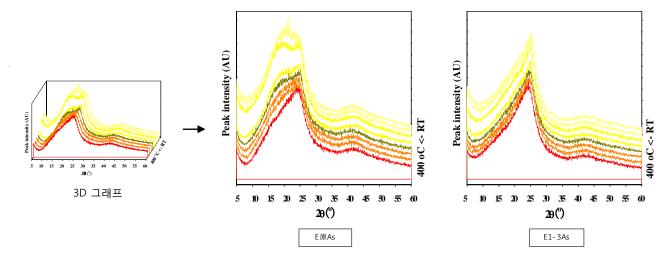




Check all the necessities

in-situ XRD 분석

- 1. in-situ XRD 분석
 - (1) 온도에 따른 결정구조의 변화 파악
 - (2) 특정가스를 흘려서 반응에 따른 결정구조의 변화 파악
- 2. 분석사례*
 - (1) 시료: Idemitsu Kosan의 원료유 및 수소처리유
 - (2) 분석목적: 고온 XRD를 통한 분자응집정도분석
 - (3) 분석조건 : N₂ 10 cm³/min, RT -> 400 °C, 50 °C 마다 분석
 - (4) 분석결과 및 고찰



E原-As (원료유 중 아스팔텐분)와 E1-3As (수소처리유 중 아스팔텐분)의 C(002) XRD 프로필을 보여주었다. 원료유는 2~6개까지 적층집합구조가 상온에서 확인되지만 온도가 높아지면서 적층구조가 줄어든 것으로 확인된다. 350 ℃에서 약 8개 이상의 안정적인 집합체가 관찰된다. E1-3As은 상온에서 2~6개까지 적층집합구조가 확인되지 않으며, 온도가 높아짐에 따라 8개 이상의 집합체가 점차 적어진다.

Jade 설명

1. Jade

- (1) XRD 피크검색 프로그램 (Materials Data, Inc., http://www.materialsdata.com/)
 Rigaku의 XRD 장비에 설치되어 널리 사용됨
- (2) ASCII 및 raw 데이터 열기 가능
- (3) 그룹 (무기물, 유기물 등)에 한정하여 검색가능
- (4) 검색변수 (원소, 양론) 선정가능
- (5) ICDD* (http://www.icdd.com/) 데이터베이스 (PDF-2, PDF-4) 등 지원

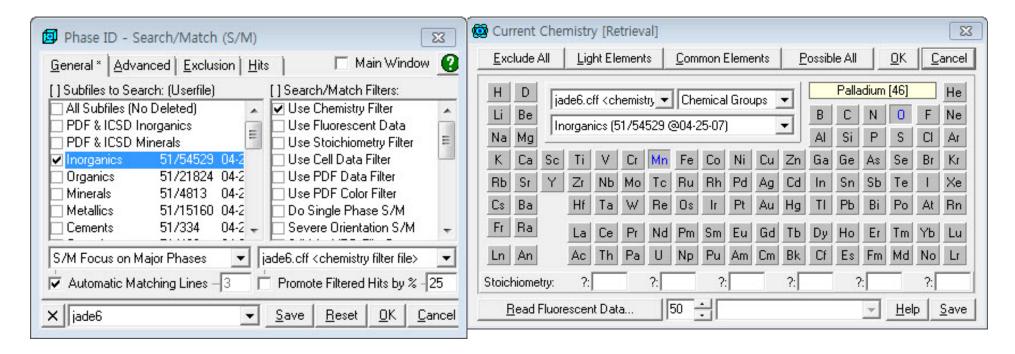
PDF** 1-208 Ce₂(SO₄)₃ 카드

Ce2(SO4)3	dA	Int	hkl	dA	Int	hkl
Ce ₂ (SO ₄) ₃ Cerium Sulfate Rad. MoKα ₁ λ 0.709 Filter Beta d-sp Cut off Int. UI _{csc} Ref. Hanawalt, J., Rinn, H., Frevel, L., Anal. Chem., 10 457 (1938) Sys. S.G. A C α β γ Z mp Ref. D _x D _m 3.912 SS/FOM	9.5 8.0 6.7 6.1 5.5 4.85 4.33 3.50 3.03 2.85 2.71 2.60 2.47 2.37	6 2 4 50 100 4 16 50 80 100 4 2 14 14	пкс	1.56 1.50 1.46 1.43 1.37 1.32 1.28 1.26 1.22 1.19 1.17 1.14 1.11	14 4 4 4 4 20 8 8 6 2 4 2 2	ХЯЙ
Color Colorless, green CAS#: 13454-94-9. Color and measured density from Data on Chemicals for Ceramic Use, National Research Council Bulletin 107. Decomposition temperature is 920 C at 746 mm.	2.27 2.15 2.08 2.01 1.93 1.87 1.82 1.76 1.71 1.68 1.63	14 35 4 8 6 60 2 12 20 12 4		1.05	4	

Jade 설명

(3) 그룹에서 무기물에 한정하여 검색

(4) 검색변수로 원소 선정



분석사례

일치하는 피크패턴 선정

화합물 및 (hkl) 표기

