

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2010년 4월 22일 (22.04.2010)



(10) 국제공개번호
WO 2010/044544 A2

- (51) 국제특허분류:
G01N 23/20 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2009/004991
- (22) 국제출원일: 2009년 9월 4일 (04.09.2009)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보:
10-2008-0100734 2008년 10월 14일 (14.10.2008) KR
- (71) 출원인 (US 을(를) 제외한 모든 지정국에 대하여): 한국표준과학연구원 (KOREA RESEARCH INSTITUTE OF STANDARDS AND SCIENCE) [KR/KR]; 대전광역시 유성구 도룡동 1, 305-340 Daejeon (KR). 중앙대학교 산학협력단 (CHUNG-ANG UNIVERSITY INDUSTRY-ACADEMY COOPERATION FOUNDATION) [KR/KR]; 서울특별시 동작구 흑석동 221, 156-070 Seoul (KR).
- (72) 발명자: 김
- (75) 발명자/출원인 (US 에 한하여): 김용일 (KIM, Yong Il) [KR/KR]; 대전광역시 서구 만년동 강변아파트 101 동 502 호, 302-741 Daejeon (KR). 이윤희 (LEE, Yun-Hee)

[KR/KR]; 대전광역시 서구 월평 1 동 월평타운아파트 107 동 1006 호, 302-280 Daejeon (KR). 윤동진 (YOON, Dong Jin) [KR/KR]; 대전광역시 유성구 어은동 99 번지 한빛아파트 106 동 1406 호, 305-755 Daejeon (KR). 유권상 (RYU, Kwon Sang) [KR/KR]; 대전광역시 유성구 용산동 경남아너스빌 106 동 305 호, 305-500 Daejeon (KR). 정인현 (CHEONG, In Hyun) [KR/KR]; 대전광역시 서구 둔산동 크로바아파트 111 동 701 호, 302-120 Daejeon (KR). 윤기봉 (YOON, Kee-Bong) [KR/KR]; 경기도 용인시 수지구 상현동 861 만현마을 두산위브 802 동 504 호, 448-516 Gyeonggi-do (KR).

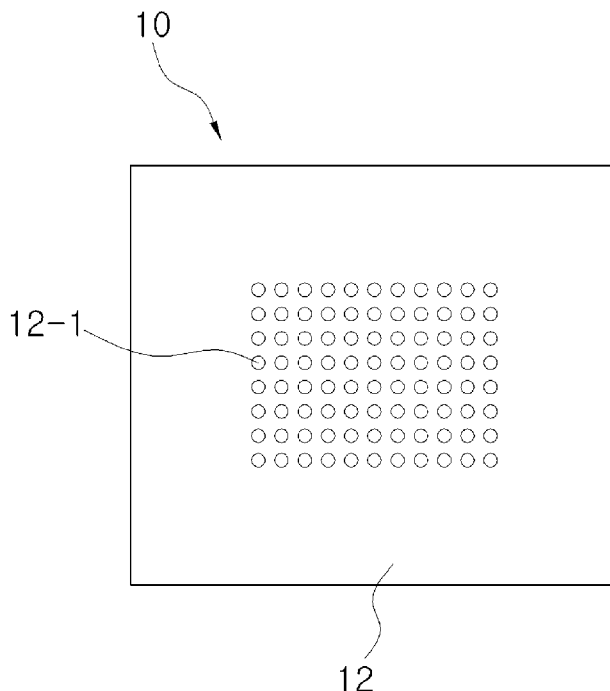
- (74) 대리인: 권오식 (KWON, Oh-Sig) 등; 대전광역시 서구 둔산동 921 주은리더스텔 4F, 302-120 Daejeon (KR).
- (81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ,

[다음 쪽 계속]

(54) Title: SAMPLE HOLDER FOR MEASURING RESIDUAL STRESS AND METHOD FOR QUANTITATIVELY ANALYZING CRYSTAL PHASE USING THE SAME

(54) 발명의 명칭: 잔류응력 측정을 위한 시료 홀더 및 이를 이용한 결정상 정량분석 방법

[Fig. 1]



(57) Abstract: The present invention relates to a sample holder used in an X-ray diffraction analysis device, more specifically to a standard sample holder for measuring the lattice constant of unknown powder samples. The sample holder is used to determine the lattice constant of unknown powder samples by comprising the steps of: forming a plate-shaped holder body with standard materials of which the lattice constants are known; filling the powder samples into installation grooves formed on the upper surface of the holder body and obtaining a diffraction pattern from mixed samples in which the standard materials are mixed with the unknown samples; and correcting the interplanar spacing of the unknown samples based on the interplanar spacing of the standard materials which show the accurate lattice constant thereof.

(57) 요약서: 본 발명은 엑스선 회절 분석 장치에 사용되는 시료 홀더에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 분말형태의 미지(未知)시료의 격자상수를 결정하기 위하여 격자상수가 알려진 표준물질로 판상의 홀더 본체를 형성하고 홀더 본체의 상면에 형성된 안치홈에 분말형태의 미지(未知)시료를 채워 표준물질과 미지(未知)시료가 혼합된 혼합시료로 부터 회절 패턴을 얻은 후 격자상수를 정확하게 알고 있는 표준물질의 면간거리를 기준으로 미지(未知)시료의 면간 거리를 교정하여 미지시료의 격자상수를 결정하는데 사용하는 격자상수 측정용 표준시료 홀더에 관한 것이다.



OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) **지정국** (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), 유럽 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR,

GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

- 국제조사보고서 없이 공개하며 보고서 접수 후 이를 별도 공개함 (규칙 48.2(g))

명세서

발명의 명칭: 잔류응력 측정을 위한 시료 홀더 및 이를 이용한 결정상 정량분석 방법

기술분야

- [1] 본 발명은 엑스선 회절 분석 장치에 사용되는 시료 홀더에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 분말형태의 미지(未知)시료의 격자상수를 결정하기 위하여 격자상수가 알려진 표준물질로 판상의 홀더 본체를 형성하고 홀더 본체의 상면에 형성된 안치홈에 분말형태의 미지(未知)시료를 채워 표준물질과 미지(未知)시료가 혼합된 혼합시료로 부터 회절 패턴을 얻은 후 격자상수를 정확하게 알고 있는 표준물질의 면간거리를 기준으로 미지(未知)시료의 면간거리를 교정하여 미지시료의 격자상수를 결정하는데 사용하는 격자상수 측정용 표준시료 홀더에 관한 것이다.

배경기술

- [2] X-선 회절은 물질의 내부 미세구조를 밝히는데 매우 유용한 수단 가운데 하나로 1895년 독일의 물리학자 Roentgen에 의해서 발견되었다.
- [3] 그 후 1912년 독일의 라우에(Laue)에 의한 X-선 회절실험을 통하여 결정(crystal)내에서 면간 거리(interplanar spacing) 정도의 파장을 가진 X-선을 조사하면 회절(diffraction)을 일으킨다는 것을 확인하고, X-선 회절법을 확립하였다.
- [4] 또한 영국의 브래그(Bragg)는 이를 다른 각도로 해석하여 라우에(Laue)가 사용했던 수식보다 더욱 간단한 수식을 사용하여 회절에 필요한 조건을 밝혀내고, 이를 브래그 법칙(Bragg's law)으로 확립한 뒤 X-선 회절을 이용하여 각종물질의 결정구조를 밝히는데 성공하였다.
- [5] X-선 회절법은 초기에 비교적 단순한 형태의 결정 내에 원자들의 배열상태와 상호거리에 관한 정보와 금속, 중합물질 그리고 다른 고체들의 물리적 성질을 이해하는데 많은 사용되고 있으며, 최근에는 단백질, 비타민, 향생물질과 같은 복잡한 물질의 결정구조를 밝히는데도 사용되고 있다.
- [6] X-선 회절법은 X-선 회절패턴(diffraction pattern)이 물질을 구성하고 있는 원자들의 배열상태나 단위격자(unit cell)의 형태나 크기에 따라 특유하게 다르게 나타나기 때문에, 이런 특징을 이용하여 어떤 물질인지를 알고자 하는 물질 동정(identification)과 같은 정성분석과 잔류응력의 정도, 결정자의 크기, 다상시료의 양 및 단위격자(unit cell)의 크기 결정과 같은 정량분석을 하는데 사용된다.
- [7] 회절 패턴으로 구할 수 있는 격자상수(lattice constant)의 크기는 재료의 이론밀도(theoretical density), 공간군(space group) 결정, 다상의 정량분석, 고용원자나 치환원자에 의한 격자상수의 변화로부터 고용(치환)원자의 양, 온도

변화에 따른 격자상수의 변화에 따른 열팽창계수 결정, 압력에 따른 물성 예측 및 X-선 장비의 교정(calibration)하는데 절대적으로 필요한 정보이다. 또한 격자상수의 결정은 미지시료의 결정구조를 해석하는데 가장 첫 번째 결정해야 하는 파라미터이다.

- [8] 따라서, 미지시료의 격자상수를 결정하기 위한 시도가 있어 왔다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [9] 본 발명은 표준물질과 미지(未知)시료가 혼합된 혼합시료로부터 회절 패턴을 얻은 후 격자상수를 정확하게 알고 있는 표준물질의 면간거리를 기준으로 미지(未知)시료의 면간 거리를 교정하여 미지시료의 격자상수를 결정하는데 사용하는 격자상수 측정용 표준시료 홀더를 제공하고자 한다.

- [10] 본 발명은 표준물질과 미지(未知)시료가 혼합된 혼합시료로부터 회절 패턴을 얻기 위한 시험을 행하는 경우 표준물질을 반영구적으로 사용하고, 미지(未知)시료를 재차 사용할 수 있는 격자상수 측정용 표준시료 홀더를 제공하고자 한다.

과제 해결 수단

- [11] 본 발명은 엑스선 회절분석 시험을 위한 시료 홀더에 있어서, 상기 시료 홀더는, 미지시료의 격자상수 측정을 위하여 격자상수가 정의된 물질로 형성되되, 분말형태의 상기 미지시료가 채워질 수 있는 다수개의 안치홈이 표면에 형성된 판형상으로 이루어진 것을 특징으로 하는 격자상수 측정용 표준시료 홀더에 관한 것이다.

- [12] 본 발명에 있어서, 상기 격자상수 측정용 표준시료는 Si, LaB₆, Cr₂O₃, CeO₂, Al₂O₃, TiO₂, ZnO, Mica, Silicon nitride 및 Quartz 중 어느 하나의 물질로 형성될 수 있는데, 상기 다수개의 안치홈은 반구형, 원통 또는 다각통형 중 어느 하나의 형상으로 형성될 수 있다.

- [13] 한편, 본 발명은 엑스선 회절분석 시험을 위한 시료 홀더에 있어서, 상기 시료 홀더는, 미지시료의 격자상수 측정을 위하여 격자상수가 정의된 물질로 형성되되, 분말형태의 상기 미지시료가 채워질 수 있는 다수개의 안치공이 상하면을 관통하며 형성된 판형상으로 이루어진 것을 특징으로 하는 격자상수 측정용 표준시료 홀더에 관한 것이다.

- [14] 한편, 본 발명은 상기 안치공에 채워지는 상기 미지시료의 양을 조절하여 내부표준(internal standard)용 교정선(calibration curve)을 작성함으로써 상기 미지시료 성분의 정량 분석을 행하는 것을 특징으로 하는 격자상수 측정용 표준시료 홀더를 이용한 정량 분석 방법에 관한 것이다.

발명의 효과

- [15] 본 발명에 따르면 격자상수를 정확히 알고 있는 표준물질과 격자상수를 결정하고자 하는 미지(未知)시료가 혼합된 혼합시료에 대한 엑스선 회절시험을

행하여 회절 패턴을 얻은 후 격자상수를 정확하게 알고 있는 표준물질의
면간거리를 기준으로 미지(未知)시료의 면간 거리를 교정하여 미지시료의
격자상수를 결정할 수 있는 장점이 있다.

- [16] 본 발명은 표준물질과 미지(未知)시료가 혼합된 혼합시료로부터 회절 패턴을
얻기 위한 시험을 행하는 경우 표준물질이 높은 압력으로 성형 압축되거나
소성된 형태로 시료 홀더를 이루고, 시료 홀더에 형성된 안치홈에
미지(未知)시료를 채워 회절 시험을 수행하므로 표준물질을 반영구적으로
사용하고, 또한 미지(未知)시료를 재차 사용할 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [17] 도1은 본 발명의 일실시예의 평면도.
[18] 도2는 도1의 안치홈에 미지시료가 채워진 상태의 평면도.
[19] 도3은 일반적인 엑스선 회절분석장치의 개략도
[20] 도4 본 발명에 따른 일실시예를 이용한 X-선 회절 패턴 시험의 결과 그래프.
[21] <도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>
[22] 10:격자상수 측정용 표준시료 홀더
[23] 12:홀더 본체 12-1:안치홈

발명의 실시를 위한 형태

- [24] 배경기술에서 설명한 바와 같이 미지시료의 결정구조를 파악하는데 필요한
격자상수는 X-선 회절 패턴으로부터 직접 얻어지는 것이 아니다.
- [25] 브래그의 법칙(Bragg's law)에 따르면 대상 물질의 X-선 회절 패턴을 얻는데
사용되는 X-선의 파장(wavelength: λ)과 면간거리(interplanar spacing: d)와의
상호 관계로부터 특정한 위치에서 회절 피크(θ 또는 2θ)가 나타나게 되는데,
이런 회절 피크는 결정의 면간거리에 해당된다.
- [26] 브래그 법칙(Bragg's law: $\lambda = 2d \sin \theta$)을 이용하면 특정한 면의 면간 거리(d)를
알 수 있으며, 이 값과 7개의 결정계(crystal system)의 격자상수와 면간거리의
아래에 기술된 관계식으로부터 격자상수(예, 입방체(cubic)의 경우 $a=b=c$)를
구할 수 있다.
- [27] 예를 들면, 면심 입방체 구조를 가지고 있는 NaCl 의 경우 Cu K α 선($\lambda =$
 $1.54056\text{\AA}$)을 이용하여 X-선 회절 패턴을 측정하면 대략 2θ 가 31.692° 부근에서
(200)면에 해당하는 100 피크가 나타난다. 브래그 법칙(Bragg's law: $\lambda = 2d \sin$
 θ)을 이용하면 (200)면의 면간 거리(d)를 알 수 있으며($2.821\text{\AA}$), 이 값과 다음
공식을 이용하여 입방체($a=b=c$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$)의 격자상수를 알 수 있다.
- [28] $1 / d_{hkl}^2 = (h^2 + k^2 + l^2) / a^2$
[29] $a = d_{hkl} \{ (h^2 + k^2 + l^2) \}^{1/2} = 2.821 \times (4)^{1/2} = 5.642\text{\AA}$
[30] 여기서 a 는 격자상수, d 는 면간거리, hkl 은 면지수를 나타낸다.
[31]
[32] X-선 회절 패턴으로부터 격자상수를 구할 때에는 상기한 예에서처럼 하나의

피크만을 이용하는 것이 아니라 여러 개의 피크를 최소자승법 등 수치해석적인 방법으로 결정하게 된다. 격자상수를 정밀하게 결정하기 위해서는 X-선 회절기의 기기오차를 최소화하기 위해 보통 분말 형태로 시판되고 있는 Si, LaB₆, Cr₂O₃, CeO₂, Al₂O₃, TiO₂, ZnO, Mica, Silicon nitride 및 Quartz 등 의 격자상수가 정확하게 정의되어 있는 물질을 X-선 회절분석용 표준물질로 사용한다. X-선 회절분석용 표준물질을 측정대상 시료인 미지(未知)시료에 적당량을 균일하게 혼합하여 혼합시료(표준물질+미지시료)를 만든 후, 혼합시료로부터 회절 패턴을 얻은 후 격자상수가 정확하게 정의된 표준물질의 면간거리를 기준으로 미지시료의 면간거리를 교정하여 미지시료의 격자상수를 결정한다.

- [33] 이러한 과정에서 분말형태로 되어있는 표준물질을 미지시료와 혼합하여 측정을 하게 되므로 미지시료의 재사용이 불가능하여 다른 물성을 얻는 것이 힘들다. 특히 미지시료가 소량으로 얻어지는 분말(특히 나노분말)인 경우에 어려움이 따른다. 마찬가지로 미지시료와 혼합하여 사용되는 표준시료도 재사용이 불가능하다.
- [34] 그리고 X-선 회절 패턴을 얻는데 사용되는 X-선의 광학계는 일반적으로 반사타입(reflection type or Bragg-Brentano or para-focusing geometry)의 광학계가 주로 사용되며, 이런 광학계에서 X-선 회절 현상은 시료의 표면에서만 일어난다는 가정하에서 사용한다. 그러나 분말형태의 시료의 경우, X-선 회절현상은 시료의 표면뿐만 아니라 X-선이 시료 내부까지 침투하여 회절을 일으키므로 회절선의 위치변화를 가져오게 된다. 미지시료와 표준시료를 분말형태로 혼합하여 사용할 경우 침투효과에 의한 회절선의 위치가 변화되는 효과를 표준시료도 피할 수 없게 된다.
- [35] 따라서 상기 X-선 회절분석용 혼합시료(표준시료와 미지시료 혼합)를 소성(sintering)하거나 높은 압력으로 성형 압축(compact)하여 시료를 제작하면 X-선의 침투에 의한 회절피크의 이동을 막을 수 있다. 그러나 미지시료도 소성이나 높은 압력으로 성형 압축과정을 같이 거치게 됨으로써 이러한 과정에서 미지시료의 상태 변화를 가져 올 수 있는 위험이 있을 수 있다. 그러므로 상기 X-선 회절분석용 표준물질의 분말만을 소성(sintering)하거나 높은 압력으로 성형 압축(compact)하여 제작한 표준시료의 표면에 미지시료가 채워질 수 다양한 형태의 안치홈을 형성하게 되면, 위에서 언급한 단점(X-선 침투효과에 의한 표준시료의 회절선 이동과 소성이나 높은 압력으로 성형 압축에 의한 미지시료의 변화 위험)들을 제거할 수 있을 뿐만 아니라 반 연구적으로 표준시료를 사용할 수 있고, 또한 미지시료도 다시 사용할 수 있는 장점이 있다. 이때, 상기 안치홈의 형상 및 상기 안치홈간의 간격은 다양하게 형성할 수 있다.
- [36] 또한 일정량의 미지시료에 일정량의 표준시료를 혼합하여 미지시료의 X-선의 강도(피크의 높이나 면적)와 표준시료의 X-선 강도를 측정한다. 횡축은 미지시료와 표준시료의 강도비를 취하고, 종축은 미지시료의 양으로 표시된

선을 교정선이라고 하는데, 안치홈에 채워지는 미지시료의 양을 조절하여 내부표준(internal standard)용 교정선(calibration curve)을 작성 할 수 있으므로 X-선을 이용한 정량분석에도 적용할 수 있다.

- [37] 이 방법은 무기재료(inorganic materials), 고분자(polymer)를 포함한 유기재료(organic materials), 준결정(quasi-crystal), 결정화유리(crystalline glass), 결정화가 떨어진 유리(glass)에 적용할 수 있으며, 특히 X-선을 잘 투과시키는 고분자나, 유기물질 즉 가벼운 원소(C, H, O, N, Li 등)으로 포함 하는 물질의 경우에 격자상수를 정밀하게 측정할 수 있다. 그리고 이 방법은 미지시료의 격자상수 결정뿐만 아니라 사용하는 X-선 회절 장비의 교정하는데도 사용할 수 있다.
- [38]
- [39] 이하, 도면을 첨부하여 본 발명에 따른 격자상수 측정용 표준시료 홀더에 대하여 설명한다.
- [40] 도1은 본 발명의 일실시예의 평면도를, 도2는 도1의 안치홈에 미지시료가 채워진 상태의 평면도를 나타낸다.
- [41] 도1을 참조하면 본 발명에 따른 일실시예인 격자상수 측정용 표준시료 홀더(10)는 홀더 본체(12)를 가진다. 홀더 본체(12)는 미지시료의 격자상수 측정을 위하여 격자상수가 정의된 물질로 형성된다. Si, LaB₆, Cr₂O₃, CeO₂, Al₂O₃, TiO₂, ZnO, Mica, Silicon nitride 및 Quartz 등은 격자상수가 정확하게 정의되어 있으므로, 이들 중의 어느 하나를 이용하여 홀더 본체(12)를 제조한다. 물론 격자상수가 정확하게 정의된 기타의 재질을 사용할 수 있다. 홀더 본체(12)는 상기한 재질의 분말을 소성(sintering)하거나 높은 압력으로 성형 압축(compact)함으로써 형성될 수 있다. 홀더 본체(12)는 상면이 평평한 판상으로 형성된다.
- [42] 도1을 참조하면 홀더 본체(12)의 상면에는 다수개의 안치홈(12-1)이 형성된다. 안치홈(12-1)은 격자상수를 결정하기 위한 분말형태의 미지(未知)시료를 채우기 위한 것이다. 안치홈(12-1)은 반구형, 원통 또는 다각통형 중 어느 하나의 형상으로 형성될 수 있다.
- [43] 도2를 참조하면 안치홈(12-1)에는 격자상수를 결정하기 위한 미지(未知)시료가 채워진다.
- [44] 이하, 상기한 일실시예의 작동에 대하여 설명한다.
- [45] 도3은 일반적인 엑스선 회절분석장치를 개략적으로 도시한 도면으로 엑스선 회절분석장치의 작동에 대해 설명하면, 엑스선이 발생하는 엑스선 발생부(X-Ray source)(110); 상기 엑스선 발생부(110)에서 발생된 엑스선중 패러렐빔(parallel beam)만을 통과시키는 수광슬릿(soller slit)(121); 상기 수광슬릿(121)에 의해 통과된 패러렐빔을 시료의 면적에 맞게 발산시키는 발산슬릿(divergence slit)(122); 상기 발산슬릿(122)에 의해 통과된 엑스선이 조사되도록 시료가 안착되는 시료홀더(sample holder)(123); 상기 시료홀더(123)

측으로 조사된 엑스선에 의해 회절된 엑스선 중 시료에 의해 회절된 엑스선만 통과시키는 산란슬릿(scattering slit)(124); 상기 산란슬릿(124)을 통해 시료에 의해 회절된 엑스선을 통과시키는 수광슬릿(receiving slit)(125); 상기 수광슬릿(125)을 통해 들어오는 회절된 엑스선 중 페러렐빔만을 통과시키는 수광슬릿(soller slit)(126); 상기 수광슬릿(126)에 의해 통과된 엑스선을 단색화시키는 모노크로메터(monochromator)(130); 및 상기 모노크로메터(130)를 통과한 단색 엑스선을 검출하는 검출부(140); 로 이루어진다.

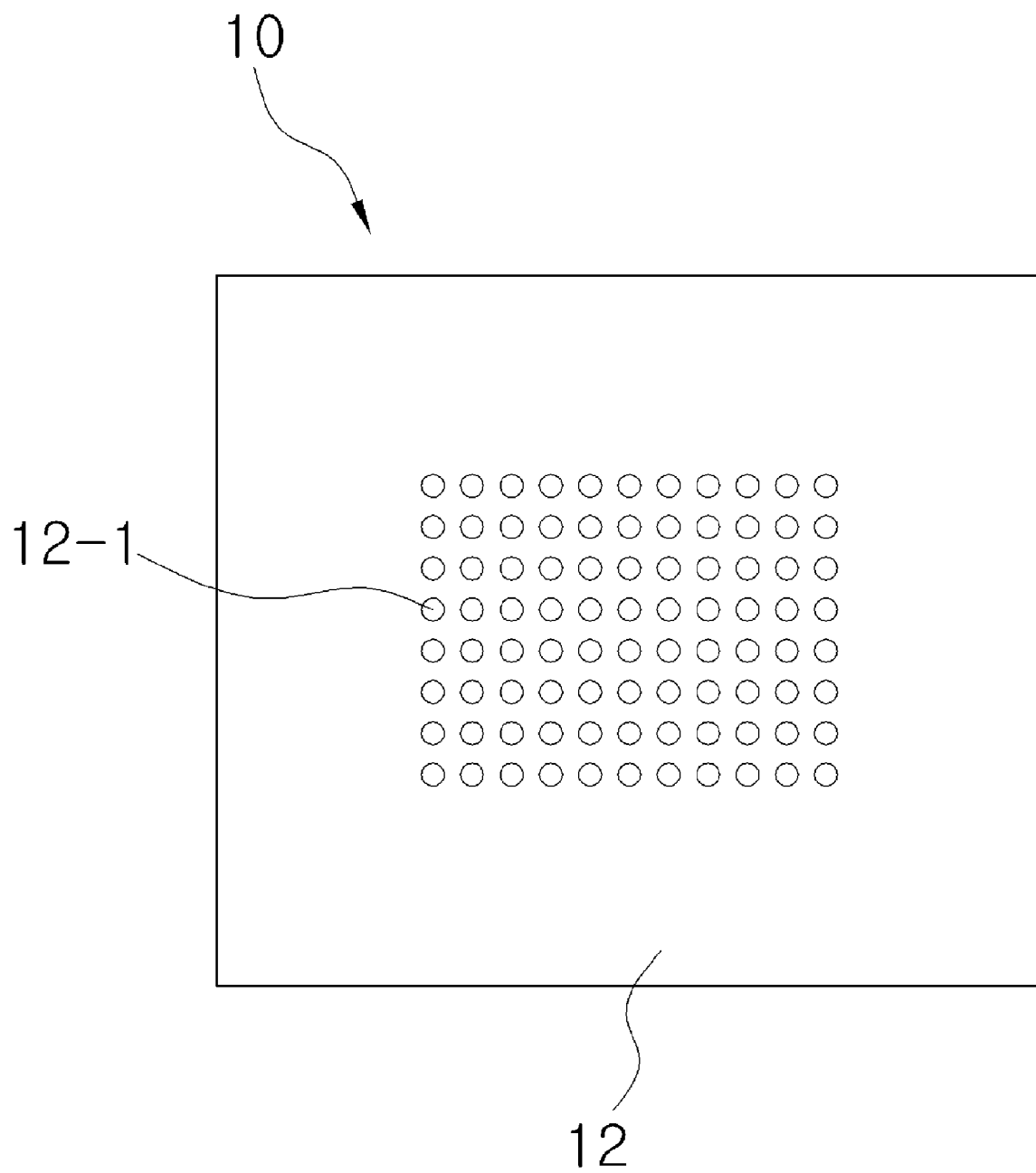
- [46] 상기 시료가 안착되는 시료홀더(123)는 금속제의 내부가 빈 원통형으로 된 엑스선 회절분석장치의 베이스부(도면 미도시)에 안착된다.
- [47] 한편, 본 발명의 일실시예를 이용하는 경우 도3에 도시된 시료홀더(123)는 본 발명의 일시예인 격자상수 측정용 표준시료 홀더(10)로 대체된다. 격자상수 측정용 표준시료 홀더(10)의 안치홈(12-1)에 미지(未知)시료가 채워져 상기 엑스선 회절분석장치의 베이스부(도면 미도시)에 안착됨으로써 엑스선 회절시험을 시행하여 미지(未知)시료의 격자상수를 결정할 수 있다.
- [48] 본 발명에 따른 일실시예는 미지시료가 안착되는 시료홀더가 표준시료로 형성되어 있고, 또한 표준시료가 격자상수가 결정된 표준물질의 분말을 소성(sintering)하거나 높은 압력으로 성형 압축(compact)함으로써 형성되어 있다. 따라서, 분말형태의 미지시료를 다시 사용할 수 있고, 또한 표준시료를 시료홀더로서 반 영구적으로 사용할 수 있다.
- [49] 도4에 본 발명에 따른 일실시예를 이용한 X-선 회절 패턴 시험의 결과 그래프이다. 홀더 본체의 재질은 표준시료인 Al_2O_3 이고, 안치홈에 미지시료가 채워지지 않은 경우의 X-선 회절 그래프가 도4의 (a)에 도시되어 있다. 이 경우는 나타나는 모든 회절 피크들은 Al_2O_3 에 해당된다. 표준시료인 Al_2O_3 을 소결하여 만든 격자상수 측정용 표준시료 홀더에 안치홈을 제작하여 안치홈에 격자상수를 측정하고자 하는 미지시료 TiO_2 가 채워진 경우의 그래프는 도4(b)에 나타내었다. 도4의 (b)의 X-선 회절 그래프는 안치홈의 재료로 사용된 Al_2O_3 의 회절피크와 미지시료인 TiO_2 의 회절피크들이 함께 나타나 있다.
- [50] 한편, 본 발명의 다른 일실시예의 경우 홀더 본체(12)에는 다수개의 안치홈(12-1) 대신 다수개의 안치공(도면 미도시) 형성될 수 있다. 상기 안치공(도면 미도시)은 안치홈(12-1)과 마찬가지로 격자상수를 결정하기 위한 분말형태의 미지(未知)시료를 채우기 위한 것이다. 상기 안치공(도면 미도시)은 반구형, 원통 또는 다각통형 중 어느 하나의 형상으로 형성될 수 있다.
- [51]
- [52] 한편, 본 발명은 상기한 격자상수 측정용 표준시료 홀더를 이용한 미지시료의 정량 분석 방법에 관한 것이기도 하다.
- [53] 상기한 바와 같이 일정량의 미지시료에 일정량의 표준시료를 혼합하여 미지시료의 X-선의 강도(피크의 높이나 면적)와 표준시료의 X-선 강도를 측정할 수 있다. 횡축은 미지시료와 표준시료의 강도비를 취하고, 종축은 미지시료의

양으로 표시된 선을 교정선이라고 하는데, 안치홈(12-1) 또는 상기 안치공(도면 미도시)에 채워지는 미지시료의 양을 조절하여 내부표준(internal standard)용 교정선(calibration curve)을 작성함으로써 X-선을 이용한 미지시료의 정량 분석을 수행할 수 있다.

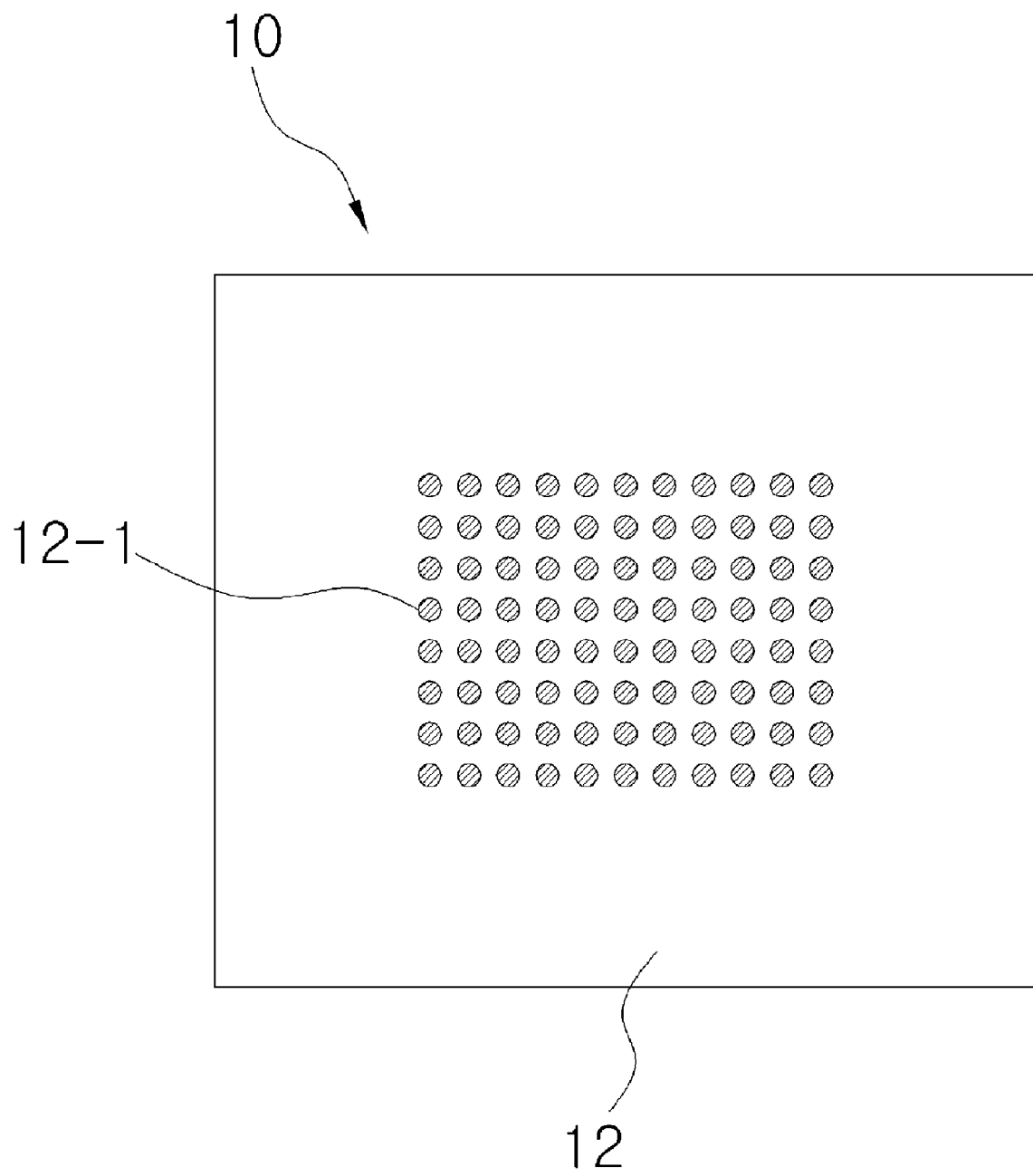
청구범위

- [청구항 1] 엑스선 회절분석 시험을 위한 시료 홀더에 있어서,
상기 시료 홀더는,
미지시료의 격자상수 측정을 위하여 격자상수가 정의된 물질로
형성되되, 분말형태의 상기 미지시료가 채워질 수 있는 다수개의
안치홈이 표면에 형성된 판형상으로 이루어진 것을 특징으로 하는
격자상수 측정용 표준시료 홀더.
- [청구항 2] 제1항에 있어서,
상기 격자상수 측정용 표준시료는 Si, LaB₆, Cr₂O₃, CeO₂, Al₂O₃, TiO₂, ZnO, Mica, Silicon nitride 및 Quartz 중 어느 하나의 물질로
형성되는 것을 특징으로 하는 격자상수 측정용 표준시료 홀더.
- [청구항 3] 제1항에 있어서,
상기 다수개의 안치홈은 반구형, 원통 또는 다각통형 중 어느
하나의 형상으로 형성되는 것을 시료를 특징으로 하는 격자상수
측정용 표준시료 홀더.
- [청구항 4] 엑스선 회절분석 시험을 위한 시료 홀더에 있어서,
상기 시료 홀더는,
미지시료의 격자상수 측정을 위하여 격자상수가 정의된 물질로
형성되되, 분말형태의 상기 미지시료가 채워질 수 있는 다수개의
안치공이 상하면을 관통하며 형성된 판형상으로 이루어진 것을
특징으로 하는 격자상수 측정용 표준시료 홀더.
- [청구항 5] 제1항 내지 제3항 중 어느 한 항의 안치홈 또는 제4항의 안치공에
채워지는 상기 미지시료의 양을 조절하여 내부표준(internal
standard)용 교정선(calibration curve)을 작성함으로써 상기
미지시료 성분의 정량 분석을 행하는 것을 특징으로 하는
격자상수 측정용 표준시료 홀더를 이용한 정량 분석 방법.

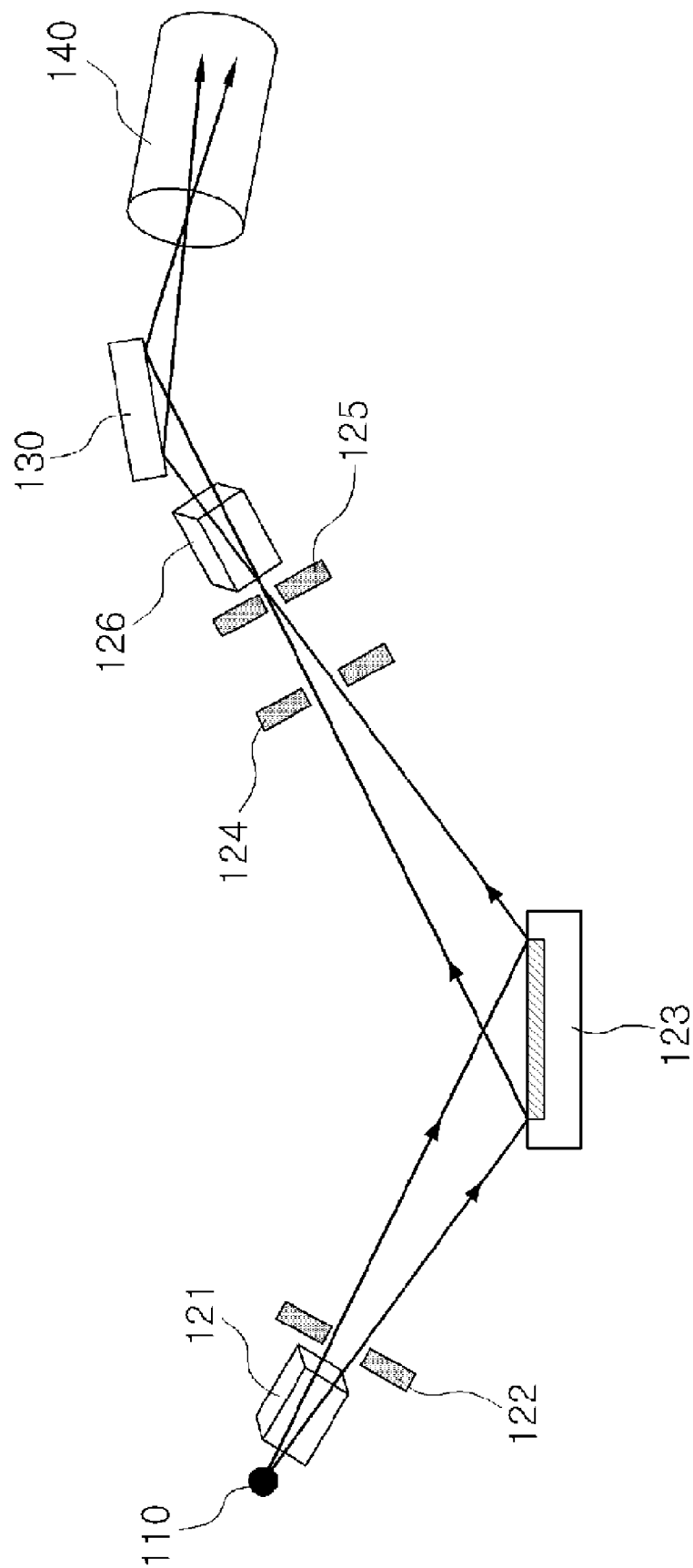
[Fig. 1]



[Fig. 2]



[Fig. 3]



[Fig. 4]

