

최종보고서(일반과제용)										보안등급	
										일반[✓], 보안[]	
중앙행정기관명	국토교통부				사업명	사업명		국토교통기술촉진연구사업			
전문기관명	국토교통과학기술진흥원				사업명	내역사업명		국토교통기술혁신연구 (기반연구 유형)			
공고번호	공고-제05호				연구개발과제번호		20CTAP-C157213-02				
국가과학기술 표준분류	EB0701		50%	EI1101		25%	EH1302		25%		
연구주제	(대분류)융합기술을 통한 건설지능화 실현				(중분류)건설자동화		(소분류)시설물 무인진단 시스템				
연구개발과제명	국문	레이저 유도 플라즈마 분광법(LIBS)기반 멀티스케일 진단기술 개발									
	영문	Multi-scale Monitoring Technology using Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)									
주관연구개발기관	기관명	강원대학교 삼척산학협력단				사업자등록번호	222-82-05275				
	주소	(25913)강원 삼척시 중앙로 346				법인등록번호	140171-0003228				
연구책임자	성명	박원준				직위	부교수				
	연락처	직장전화	033-570-6529				휴대전화	010-40-2-2389			
		전자우편	wjpark@kangwon.ac.kr				국가연구자번호	1100 3518			
연구개발기간	전체	2020.04.13 - 2021.12.31. (1년 9개월)									
	1년차	2020.04.13 - 2020.12.31. (1년 9개월)									
	2년차	2021.01.01 - 2021.12.31. (1년 1개월)									
연구개발비 (단위 : 천원)	정부지원 연구개발비	기관부담 연구개발비		그 외 기관 등의 지원금				합계			연구개발비 외 지원금
	현금	현금	현물	현금	현물	현금	현물	현금	현물	합계	
총계	370,000	16,720	147,350	-	-	-	-	386,720	147,350	534,070	-
1년차	160,000	6,920	61,150	-	-	-	-	166,920	61,150	228,070	-
2년차	210,000	9,800	86,200	-	-	-	-	219,800	86,200	306,000	-
공동연구개발기관 등	기관명	책임자	직위	휴대전화		전자우편				비고	
										역할	기관유형
공동연구개발기관	스펙클립스(주)	변성현	대표	031)698-2269		ceo@specclipse.com				공동	중소기업
	한양이엔씨	류화성	연구소장	031)400-3752		rhsung73@hanyang.ac.kr				공동	중소기업
위탁연구개발기관											
연구개발기관 외 기관											
연구개발담당자 실무담당자	성명	박원준				직위	부교수				
	연락처	직장전화	033-570-6529				휴대전화	010-492-2389			
		전자우편	wjpark@kangwon.ac.kr				국가연구자번호	1100 3518			

이 최종보고서에 기재된 내용이 사실임을 확인하며, 만약 사실이 아닌 경우 관련 법령 및 규정에 따라 제재 처분 등의 불이익도 감수하겠습니다.

2022년 03 월 15일

연구책임자 :

박원준

주관연구개발기관의 장 :

강원대학교
삼척산학협력단

김병식 (직인)

공동연구개발기관의 장 :

스펙클립스

변성현 (직인)

공동연구개발기관의 장 :

한양이엔씨

류화성

국토교통과학기술진흥원장 귀하

< 요약 문 >

※ 요약문은 5쪽 이내로 작성

사업명		국토교통기술촉진연구사업		연구개발과제번호		20CTAP-C157213-02	
내역사업명		국토교통기술혁신연구					
국가과학기술표준분류		EB0701	50%	E1101	25%	EH1302	25%
연구주제		(대분류)융합기술을 통한 건설지능화 실현		(중분류)건설자동화		(소분류)시설물 무인진단 시스템	
연구개발과제명		레이저 유도 플라즈마 분광법(LIBS)기반 멀티스케일 진단기술 개발					
전체 연구개발기간		2020.04.13 - 2021.12.31. (1년 9개월)					
총 연구개발비		총 천원 (정부지원연구개발비 : 천원, 기관부담연구개발비 : 천원, 지방자치단체 : 천원, 그 외 지원금 : 천원)					
연구개발단계		기초[] 응용[] 개발[] 기타(위 3가지에 해당되지 않는 경우)[]		기술성숙도		착수시점 기준() 종료시점 목표()	
연구개발과제 유형		지정공모 [] 자유공모 [✓]					
연구개발과제 특성		기반연구					
연구 개발 목표 및 내용	최종 목표		본 연구는 건설재료 및 구조물의 품질 및 성능 모니터링에 활용되는 주요 표준화학분석 프로세스(샘플링-전처리-분석)의 제약사항을 소형화-비파괴-실시간 모니터링으로 전환하기 위한 기술 개발을 목표로 함. 이를 위하여 레이저 유도 플라즈마 분광법(LIBS)을 활용하여 재료-성상-활용단계의 레이저모듈과 스펙트럼 분석 최적화를 수행하고 멀티스케일 건설재료 품질 및 성능모니터링 원천기술을 개발함.				
	전체 내용		○규명:건설재료 성분분석 레이저 어블레이션 규명 및 최적화 -대상: 염화물, 황산염, 탄산화, 유해물질 모니터링 기법 -성능진단 최적레이저모듈(파장, 에너지, 펄스 등)개발, 스펙트럼 데이터 정규화 -스펙트럼 분석용 머신러닝 알고리즘 구현을 통한 분석정확도 향상 ○응용: 건설재료별 성상별 품질, 구조물 내구성능 분석 및 평가기술 -대상: 결합재, 슬래그, 골재, 콘크리트(경화전후) 등의 표면 및 심도분석 -재료별/성상별 레이저 모듈, 시험 및 최적화 ○검증: 개발기술과 기존 표준화학분석 프로세스와 비교평가 -분석 DB구축과 정확성과 재현성 향상을 위한 LIBS와의 Calibration -기존 원소분석법(XRF, SEM-EDS, EPMA, TG-DTA, NIR)과의 재료성상별 비교평가 ○활용: 멀티스케일 활용(품질 및 내구성 모니터링) Prototype장치 및 S/W개발 -실시간 분석이미지 맵핑기술, 소형화, UAV(드론)연계 활용방안 -재료:결합재, 각종 건설용 골재, 경화전 콘크리트의 성분분석 및 품질관리 기술 -구조물:콘크리트 내 염화물, 황산염, 탄산염 분석 및 내구성 평가 기술 -기타: 건설폐기물 재활용 유해물질(중금속 등), 건축자재 석면함유량				
	1년차	목표	① 개발 목표 - 주관연구기관: 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발 - 공동연구기관1: LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발 - 공동연구기관2: 표준분석과 LIBS Calibration DB구축				
		내용	○설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발 • 재료종류/유형/성상/측정원소/분석대상 등의 설정과 관련 품질/시험기준, 평가모델 등의 국내외 자료조사 • 주요시험수준(염화물, 황산염 등)을 대상으로 표준시료제작과 1차 표준화학분석(LIBS의 기존분석방법) 수행 • 표준시료 화학분석결과- Lab. 스케일 LIBS활용 결과와의 Calibration수행 • 최종 결과물의 멀티스케일 활용 모델 설정 ○LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발 • Lab. 스케일 LIBS 장치 제작과 수준별 레이저모듈(레이저 타입, 레이저 파장, 레이저 에너지, 펄스길이)의 최적화 • 수준: 주관기관 설정 재료종류/유형/성상/측정원소/분석대상 등 연계. • 독립형태의 진단을 위한 머신러닝/딥러닝 알고리즘 개발 및 최적화 • 분석정확도 1차 평가수행(민감도/특이도)				

			2차년도 Stand-alone 모델개발을 위한 기본설계 ○표준분석과 LIBS Calibration DB구축 - 시험수준을 대상으로 표준시료제작과 1차 표준화학분석(LIBS외 기존분석방법) 수행-골재, 콘크리트(경화전/후), 기타 건재 - 비고(주관기관):건설폐기물, 슬러지, 슬래그, 유해물질									
	2년차	목표	① 개발 목표 - 주관연구기관: LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용 최적화 - 공동연구기관1: LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발 - 공동연구기관2: 표준분석과 LIBS Calibration DB구축									
		내용	○LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용 최적화 - 변수별 적용 최적 레이저모듈, 스펙트럼 분석모듈과 장치/모델의 신뢰성 평가 - 표준시료제작과 2차 표준화학분석 VS LIBS 비교분석 - 스펙트럼 분석과 품질, 성능, 안정성 평가모델 - 다목적 멀티스케일 실시간 모니터링 시스템 - 재료, 재료생산, 제조, 현장, 유지관리 단계별 도출 ○LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발 - Proto type 장치 및 소프트웨어 개발 - 주관기관에서 설정한 멀티스케일 용도 대응설계안 도출 - 러신러닝 활용 분석시스템 개발 및 운영체제 - UI개발 및 성능평가 수행을 통한 매뉴얼 작성 - 스펙트럼 분석정확도 2차 평가수행 - 데모기기 전기적, 소프트웨어 안전성 평가 및 인증 ○표준분석과 LIBS Calibration DB구축 - 시험수준을 대상으로 표준시료제작과 2차 표준화학분석(LIBS외 기존분석방법) 수행									

연구개발성과	1. 논문: SCI급 (2편), LIBS적용 건설재료/구조물 내구성 모니터링 평가검증 2. 특허: 2건, 주요 성분별 LIBS적용 기법, 내구성 모니터링 시작품설계 3. 소프트웨어(1건): LIBS 기반 건설재료 실시간 분석 맵핑 및 시스템 <예상되는 연구개발성과 유형>											
	구분	논문	특허	보고서 원문	연구시설 · 장비	기술요약 정보	소프트웨어	화합물	생명자원		신품종	
									생명 정보	생물 자원	정보	실물
	예상성과 (N/Y)	Y	Y	Y	N	Y	Y	N	N	N	N	N

연구개발성과 활용방안 및 기대효과	본 연구에서는 LIBS활용을 통하여 기존의 건설재료 및 성능 진단의 정량화 프로세스의 제약사항(시간, 비용, 프로세스)를 혁신적으로 보완함. 또한, LIBS를 이용한 실시간 원격분석 기술개발을 통하여, 건설재료의 품질관리 및 이를 활용한 부재/구조물의 성능모니터링의 원천기술을 확보가능함.본 연구를 통하여 개발된 LIBS기반 기술의 응용범위를 확대할 수 있는 계기를 마련하게 되어 실제 건설폐기물 재활용과정의 유해물질, 결합재 및 각종 골재 등의 신속한 품질관리, 슬래그, 슬러지의 성분분석, 레미콘 품질관리, 콘크리트, 구조물의 성능진단에 이르는 멀티스케일 관점에서의 시료분석에 폭넓게 활용할 수 있기 때문에 연구개발 결과에 따라 파급효과나 원천기술 확보 및 기술이전 기대효과가 상당할 것으로 예상됨.											
--------------------------	---	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

연구개발성과의 비공개여부 및 사유	해당없음											
-----------------------	------	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

연구개발성과의 등록· 기탁 건수	논문	특허	보고서 원문	연구 시설· 장비	기술 요약 정보	소프트 웨어	표준	생명자원		화합물	신품종	
								생명 정보	생물 자원		정보	실물
	3	3	1	-	1	1	-	-	-	-	-	-

연구시설·장비 종합정보시스템 등록 현황	구입기관	연구시설· 장비명	규격 (모델명)	수량	구입 연월일	구입가격 (천원)	구입처 (전화)	비고 (설치장 소)	ZEUS 등록번호
	-	-	-	-	-	-	-	-	-

국문핵심어 (5개 이내)	레이저 유도 플라즈마 분광법	건설재료	실시간 분석	성능진단	멀티스케일
영문핵심어 (5개 이내)	Laser-Induced Breakdown Spectroscopy	Construction materials	Realtime analysis	Performance monitoring	Multi-scale

< 목 차 >

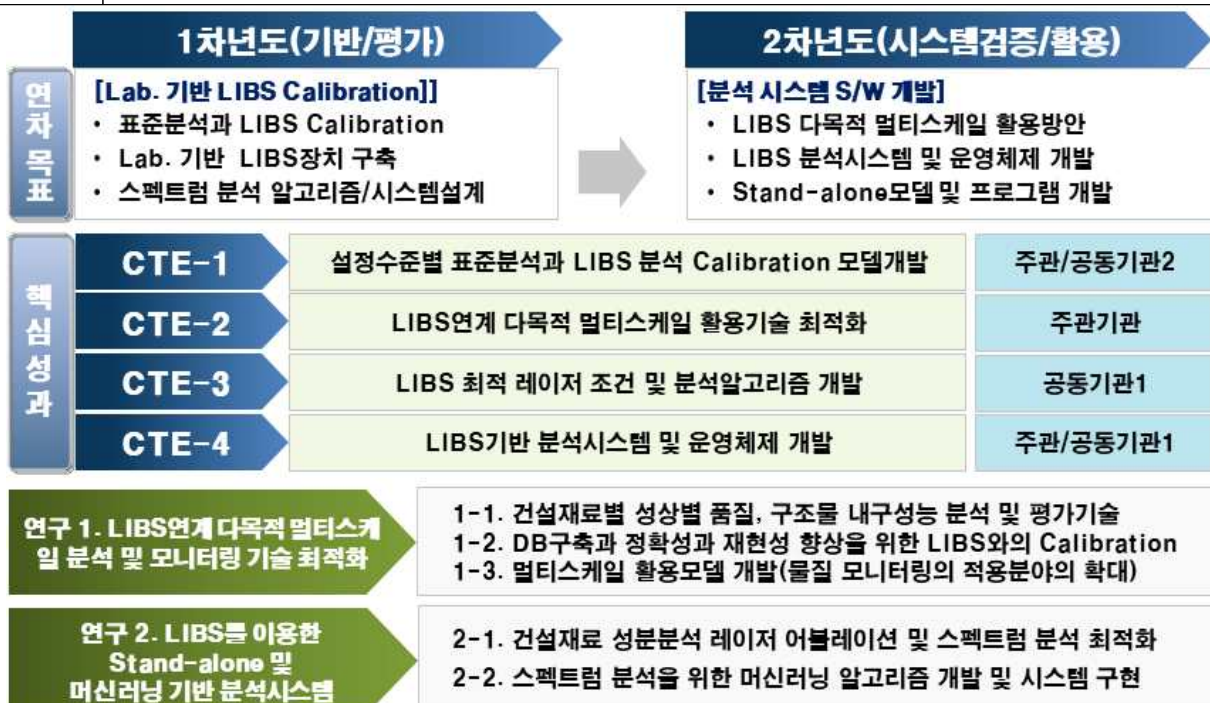
1. 연구개발과제의 개요	01
2. 연구개발과제의 수행 과정 및 수행내용	08
3. 연구개발과제의 수행 결과 및 목표 달성 정도	13
4. 목표 미달 시 원인분석(해당 시 작성)	59
5. 연구개발성과 및 관련 분야에 대한 기여 정도	60
6. 연구개발성과의 관리 및 활용 계획	61
7. 참고 문헌	62

별첨자료(성과 증빙자료 등)

1. 연구개발과제의 개요

1) 연구개발과제의 최종 목표

구분	내용 및 설정근거
최종 목표	본 연구는 건설재료 성분분석을 레이저 유도 플라즈마 분광법(LIBS)을 활용하여 소형화-비파괴-실시간 모니터링 기술을 개발하고, 재료-제품-건축물 단계별 멀티스케일 품질 및 성능모니터링 활용 기술개발을 목표로 함. ①LIBS연계 다목적 멀티스케일 분석 및 모니터링 기술 최적화 ②LIBS를 이용한 Stand-alone 및 머신러닝 기반 분석시스템
세부 목표	①LIBS연계 다목적 멀티스케일 분석 및 모니터링 기술 최적화 (특허 1, 논문 2) ○응용: 건설재료별 성상별 품질, 구조물 내구성능 분석 및 평가기술 -결합재, 슬래그, 골재, 콘크리트(경화전후) 등의 표면 및 심도분석 -대상: 염화물, 황산염, 탄산화, 유해물질 모니터링 기법 ○검증: 개발기술과 기존 표준화학분석 프로세스와 비교평가 -분석 DB구축과 정확성과 재현성 향상을 위한 LIBS와의 Calibration -기존 원소분석법과의 재료성상/유형별 비교실험분석 ○활용: 멀티스케일 활용(품질 및 내구성 모니터링) -실시간 분석이미지 맵핑기술, 소형화, UAV(드론)연계 활용방안 -재료:결합재, 각종 건설용 골재, 경화전 콘크리트의 성분분석 및 품질관리 기술 -구조물:콘크리트 내 염화물, 황산염, 탄산염 분석 및 내구성 평가 기술 -기타: 건설폐기물 재활용 유해물질(중금속 등), 건축자재 석면검사 활용방안 ②LIBS를 이용한 독립형태 (Stand-alone) 머신러닝 기반 분석시스템 (특허 2) ○규명:건설재료 성분분석 레이저 어블레이션 및 스펙트럼 분석 최적화 - 레이저 분광 분석을 위한 소형 레이저 모듈 시험 및 최적화 - 레이저 소스를 포함한 Stand-alone 분광 스펙트럼 분석 기술 및 모듈 개발 - 스펙트럼 분석을 위한 머신러닝/딥러닝 알고리즘 개발 및 임베디드 시스템 구현 - 시스템 내 안드로이드 운영체제 기반 디스플레이 정보제공 구조 구현(S/W) - Stand-alone 형태의 prototype 장치 개발 및 분석 정확도 확보 (시작품) ○검증: 개발기술과 기존 표준화학분석 프로세스와 비교평가 -분석 DB구축과 정확성과 재현성 향상을 위한 LIBS와의 Calibration -기존 원소분석법(XRF, SEM-EDS, EPMA, TG-DTA, NIR)과의 재료성상별 비교평가



레이저 유도 플라즈마 분광법: Laser-Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)

■ LIBS 특징점과 활용분야

- 시료형태의 제약이 없으며, 조작의 용이성과 실시간 측정 등의 장점으로 차세대 계측 장비로서 많은 연구가 수행, 기초원리, 측정정확도, 정밀도 기반연구가 상당부분 수행되었으며, 원자재/제품 성분분석, 환경모니터링(토양, 수질, 대기, 어에로졸), 기계금속, 의료, 우주항공 등 광범위적용

■ LIBS의 활용분야의 확대 가능성

- 미량 원소분석의 분석에 대한 요구가 증가함은 물론, 분석의 정확성과 신속성도 동시에 요구, 거의 모든 원소에 대하여 정성/정량 분석이 가능. 시료의 화학적 전처리가 필요 없이 현장분석이 실시간으로 가능, 또한 원격제어가 가능한 장점

■ 미량원소 분석에서의 LIBS의 위치

- 미량원소 분석기술은 원자흡수 분광법, 유도 결합 플라즈마 원자방출 분광법, X-선 형광 분광법, 전자현미경, 전자탐침현미경 등 다양하게 활용되고 있음.

■ LIBS 적용 가능성과 범위

LIBS의 장점: 시료의 상태에 관계없이 거의 모든 원소에 대하여 정성, 정량 분석이 가능

LIBS의 특징: 시료의 전처리가 불요, 짧은 분석시간(실시간 분석이 가능)

LIBS의 구성

-레이저:에너지원으로 분석정확도에 많은 영향, 레이저 출력과 조사시간의 조절이 요구

-검출기(UV-Visible Spectrometer): 200~780 nm 대역을 검출

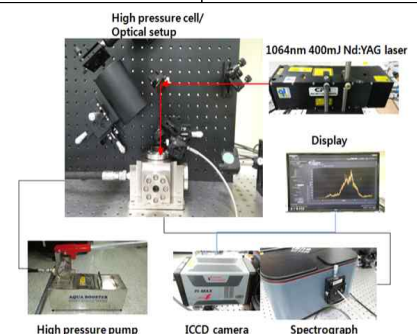
-제어장치: 상용화를 위해 기본 제어시스템과 소프트웨어가 자체적으로 개발되어야 함.

- 건설재료는 종류, 성상, 용도, 성능이 매우 다양하고, LIBS의 다목적 멀티스케일 활용가능성이 매우 큼. 건설재료분야 분석 프로세스의 개선, 기존 분석대상을 포함한 자원순환, 유해물질 분석에 충분히 적용가능

항목	LIBS	XRF	SEM-EDS	EPMA	ICP-MS
감도	10~50 ppm	100 ppm	1000 ppm	100 ppm	< 1 ppm
정밀도	우수	우수	낮음	양호	매우 우수
정확도	(준)정량분석	정성분석	정성분석	(준)정량분석	정량분석
시료형태	모든 시료	고체	고체	고체	액체
샘플 깊이	50~100 μm	~100 μm	~5 μm	< 1 μm	~80 μm
측정속도	빠름	빠름	느림	느림	느림
시료소모	거의 없음	없음	없음	없음	거의 없음
사용편의성	단순	단순	전문인력 요구	전문인력요구	전문인력요구
판별력	우수	우수	미흡	양호	매우 우수

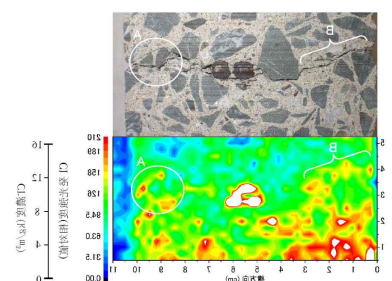
■ 건설분야 적용의 기술적 제약의 극복

- LIBS 기본구성의 레이저, 검출기, 제어장치에 대한 전문 연구가 수반되고 건설재료분석에 적합한 레이저모듈과 분석시스템이 갖추어져야함. 또한, 상용화를 위해 제어시스템과 소프트웨어의 자체개발이 요구되기 때문에 건설재료 연구자와 **LIBS 활용 전문연구자의 Collaboration**이 수반되어야 함.

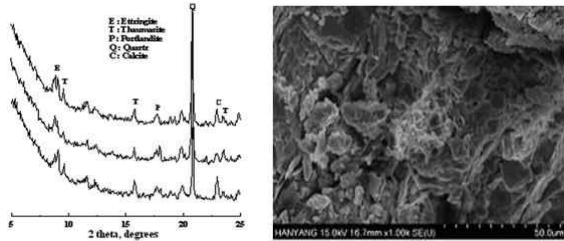
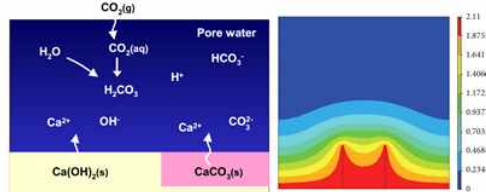
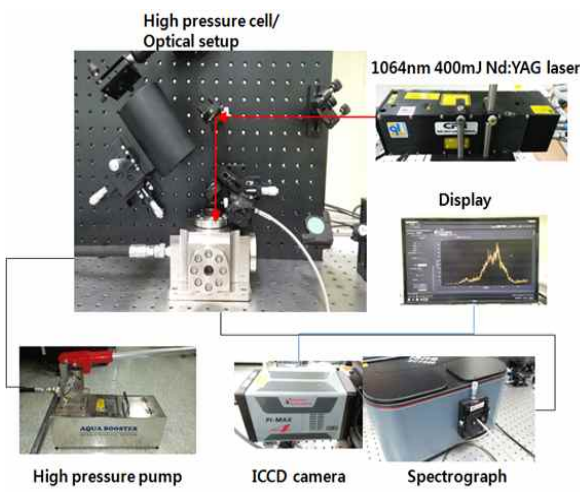
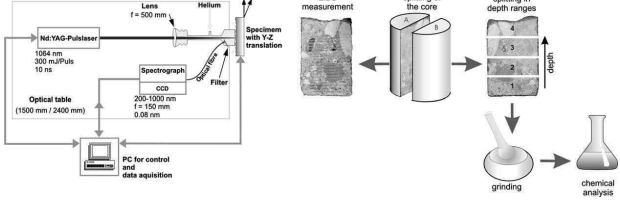
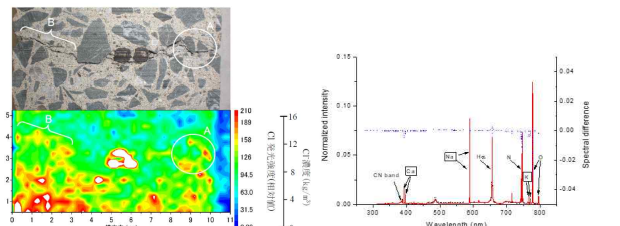
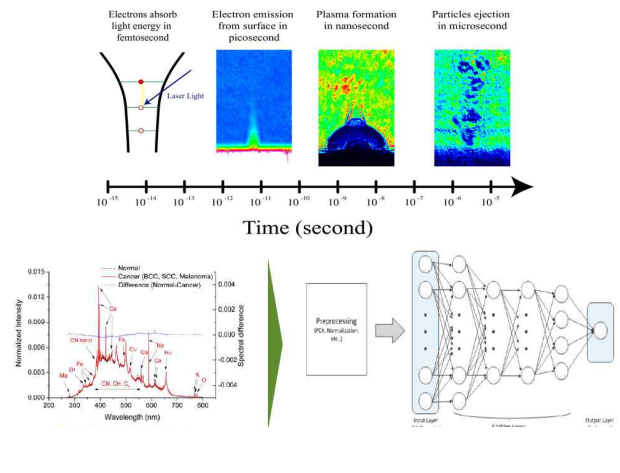
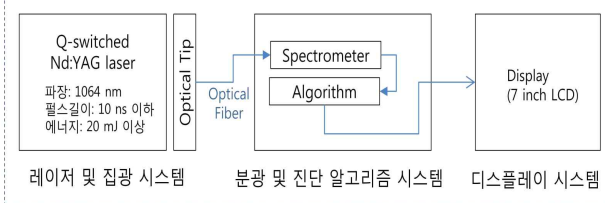


■ LIBS의 활용사례 및 해결과제

- 미국, 일본 등 콘크리트 염화물 분석에 실험실 기반 LIBS적용 연구가 일부 보고되고 있으며, 국내연구사례는 거의 없으며, 장치/기술적 연구적 원천기술이 매우 부족한 상황임.
- Lab.기반 접근은 공간적/시간적/비용적 측면에서 효과가 없으며, 멀티스케일 활용을 위해서는 장비의 소형화, 스펙트럼 분석시스템, 운영체제 및 소프트웨어개발이 필수적임.



연구개발 대상의 기본 개념도

STEP 1. 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델 개발 - 측정인자 범위설정(염화물, 황산염, 기타) - 품질/시험기준, 평가모델의 국내외 자료조사 - 표준분석시험-열화(품질)-진단/분석 방법 - 예시: 인자별 표준분석/활용의 예  	STEP 2. Lab. Scale LIBS 장치제작 - 비독립형태의 Lab. 스케일 기본구성 장치 - 설정수준별 레이저모듈의 확인 - 예시: LIBS 기본구성 요소들의 모식도 
STEP 3. LIBS 분석 Calibration - Lab. 스케일 LIBS활용 결과와의 Calibration수행, 스펙트럼 분석과 품질, 성능, 안정성 평가 - 표준시료제작 및 표준화학분석 - 표준분석과 LIBS Calibration DB구축 - 예시: 콘크리트의 깊이별 염화물 분석 예시  	STEP 4. LIBS 적용 최적 레이저모듈과 스펙트럼 분석모듈개발 - LIBS 적용 최적 레이저모듈과 스펙트럼 분석모듈개발, Step 1 설정 수준별 모듈 최적화 - 머신러닝 알고리즘 개발 및 최적화 - 예시: (기준:표준분석값)과 스펙트럼 분석 
STEP 5. LIBS 소형화-분석시스템 Stand-alone 개발 - 분석시스템 개발 및 운영체제 / 소형화 분석시스템설계 - Proto type 장치 개발 / 러신러닝 활용 분석시스템 개발 및 운영체제 /UI개발, 성능평가, 매뉴얼   (좌측)분석시스템 / (중앙)Stand-alone type: 의료용 예시 / (우측) 토양오염 분석시스템의 예시	
STEP 6. LIBS 적용 다목적 멀티스케일 활용방안 - 멀티스케일 활용 모델: 재료생산, 제조, 현장, 유지관리 단계별 모델설정 - 실시간 분석이미지 맵핑기술, 소형화, UAV(드론)연계 활용방안 - 건설폐기물 재활용 유해물질(중금속 등), 건축자재 석면검사 활용방안 - 기타: 건설폐기물 재활용 유해물질(중금속 등), 건축자재 석면검사 활용방안	

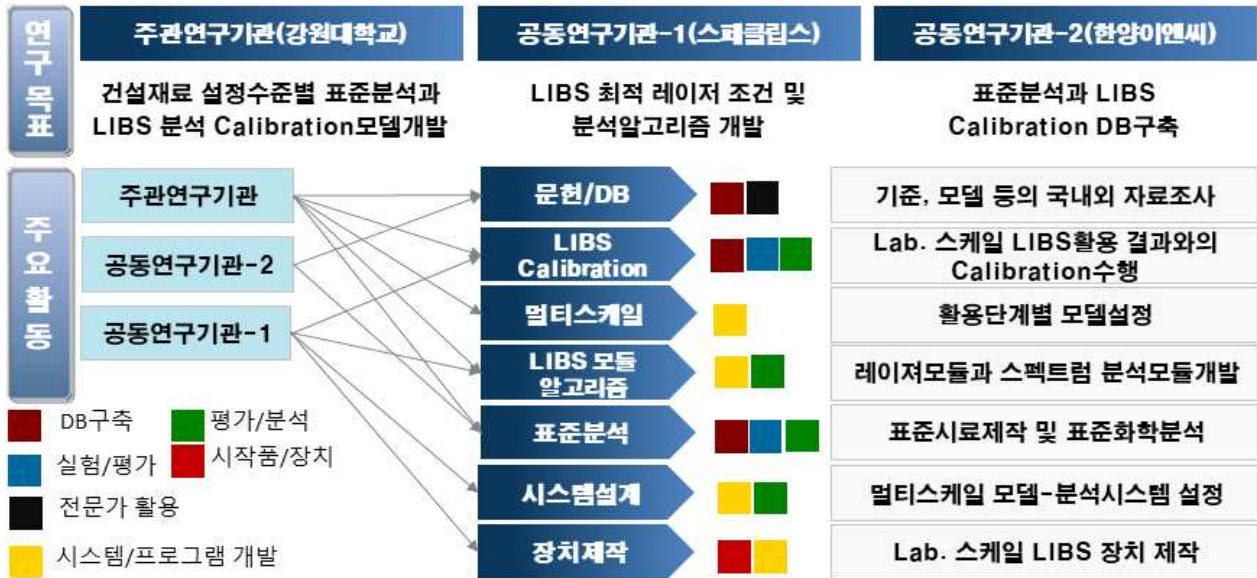
2) 연구개발과제의 연차별 목표

1) 1차 연도

① 개발 목표

- 주관연구기관(강원대학교): 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발
- 공동연구기관1(스페클립스): LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발
- 공동연구기관2(한양이엔씨): 표준분석과 LIBS Calibration DB구축

② 개발 내용 및 범위(그림을 이용하여 시스템 구성도, 구조 등을 구체적으로 표현)



- 주관연구기관 (강원대학교 삼척산학협력단):

주요 연구활동	세부 연구내용
■ 문헌조사 및 DB구축	• 재료종류/유형/성상/측정원소/분석대상 등의 설정과 관련 품질/시험기준, 평가모델 등의 국내외 자료조사 • 주요시험수준(염화물, 황산염 등)을 대상으로 표준시료제작과 1차 표준화학분석(LIBS외 기존분석방법) 수행
■ 표준분석과 LIBS의 Calibration	• 표준시료 화학분석결과- 공동연구기관 제작 Lab. 스케일 LIBS활용 결과와의 Calibration수행
■ 멀티스케일 활용	• 최종 결과물의 멀티스케일 활용 모델 설정

- 공동연구기관1 (스페클립스):

주요 연구활동	세부 연구내용
■ 레이저 모듈 성능시험 / 최적화 / 재현성 검토	• Lab. 스케일 LIBS 장치 제작과 수준별 레이저모듈(레이저 타입, 레이저 파장, 레이저 에너지, 펄스길이)의 최적화 • 수준: 주관기관 설정 재료종류/유형/성상/측정원소/분석대상 등 연계.
■ 분석시스템 설계	• 독립형태의 진단을 위한 머신러닝/딥러닝 알고리즘 개발 및 최적화 • 분석정확도 1차 평가수행(민감도/특이도) • 2차년도 Stand-alone 모델개발을 위한 기본설계

- 공동연구기관2 (한양이엔씨):

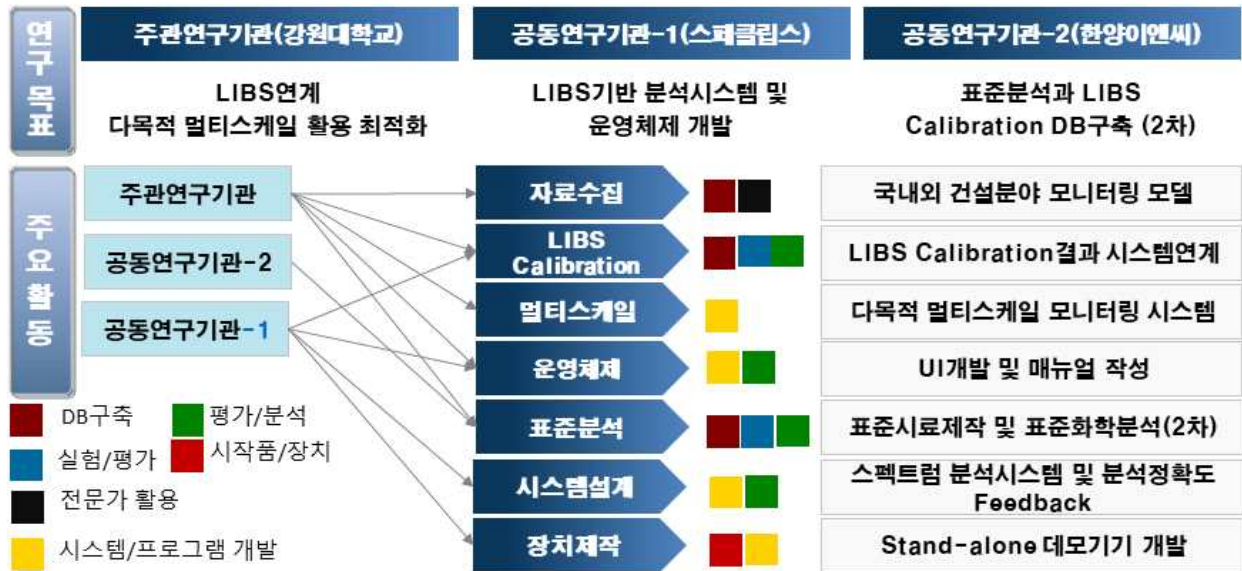
주요 연구활동	세부 연구내용
■ 표준시료제작 및 표준 화학분석	• 시험수준을 대상으로 표준시료제작과 1차 표준화학분석(LIBS외 기존분석방법) 수행-골재, 콘크리트(경화전/후), 기타 건재 • 비교(주관기관):건설폐기물, 슬러지, 슬래그, 유해물질

2) 2차 연도

① 개발 목표

- 주관연구기관(강원대학교): LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용 최적화
- 공동연구기관1(스페클립스): LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발
- 공동연구기관2(한양이엔씨): 표준분석과 LIBS Calibration DB구축

② 개발 내용 및 범위(그림을 이용하여 시스템 구성도, 구조 등을 구체적으로 표현)



- 주관연구기관(강원대학교):

주요 연구활동	세부 연구내용
■ 표준분석과 LIBS 분석모듈 연계 최적화	- 변수별 적용 최적 레이저모듈, 스펙트럼 분석모듈과 장치/모델의 신뢰성을 실험실 환경에서 평가 - 표준시료제작과 2차 표준화학분석 VS LIBS 비교분석
■ LIBS 활용 운영체제 반영	스펙트럼 분석과 품질, 성능, 안정성 평가모델
■ 멀티스케일 활용	- 다목적 멀티스케일 실시간 모니터링 시스템 - 재료, 재료생산, 제조, 현장, 유지관리 단계별 도출

- 공동연구기관1(스페클립스):

주요 연구활동	세부 연구내용
■ Stand-alone 데모기기 개발	- Proto type 장치 및 소프트웨어 개발 - 주관기관에서 설정한 멀티스케일 용도 대응설계안 도출
■ 스펙트럼 분석시스템 및 운영체제 개발	- 러신러닝 활용 분석시스템 개발 및 운영체제 - UI개발 및 성능평가 수행을 통한 매뉴얼 작성
■ 재현성 및 정확성 확보	- 스펙트럼 분석정확도 2차 평가수행 - 데모기기 전기적, 소프트웨어 안전성 평가 및 인증

- 공동연구기관2(한양이엔씨):

주요 연구활동	세부 연구내용
■ 표준시료제작 및 표준화학분석	시험수준을 대상으로 표준시료제작과 2차 표준화학분석(LIBS외 기존분석방법) 수행

구분	연구개발목표	핵심 연구개발성과 (연구개발성과물)	현재 국내·외 기술수준	연구개발 목표치	목표치 설정 근거	가중치 (%)
1년차 (2020)	건설재료 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발	시험분석DB 학술발표-1	재료별/성분별 표준분석 다양	표준분석과 LIBS 비교	국내 건설분야 적용 사례 부족	15
	LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용기술 최적화	시험분석DB	샘플기반 적용	실내외 적용	현장 및 실내 분석대응	5
	LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발	Lab. scale 장치제작	(국외)시제품	소형화 및 저비용 장치구성	소형화 요구	15
2년차 (2021)	건설재료 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발	시험분석DB 논문-2, 학술발표-1	건설재료 LIBS활용 연구 두각	LIBS 활용 정량분석	국내 연구사례 매우 부족	15
	LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용기술 최적화	LIBS 분석기법	무전처리 분석기법	무전처리 및 용출액	시간/비용절감	5
	LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발	특허-1	대상별 다양한 최적화 구현	측정 재현성	반복측정	10
	LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발	시작품, 특허-2	국내외 원소분석 시스템 활용	건설재료 분석시스템	소형화 대응	35

○ 핵심 연구성과

연번	핵심성과 (CTE)	핵심성과 설명	성과 유형	연구기관	해당 연차	TRL
1	설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발	▶ 설정수준별 표준분석 • 품질/시험기준, 평가모델 등의 국내외 자료조사	DB 기계장치	강원대	1	3
		▶ LIBS 분석 Calibration 모델개발 • Lab. 스케일 LIBS 활용 결과와의 Calibration수행 • 스펙트럼 분석과 품질, 성능, 안정성 평가모델			1-2	
		▶ 표준분석과 LIBS Calibration DB 구축 • 표준시료제작 및 표준화학분석(각 2회) • (건설폐기물, 슬래그, 골재, 콘크리트, 기타)			1-2	
2	LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용기술 최적화	▶ 멀티스케일 활용 모델 설정 • 재료생산, 제조, 현장, 유지관리 단계별 모델설정 • 다목적 멀티스케일 실시간 모니터링 시스템	시스템	강원대	2	4
3	LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발	▶ LIBS 적용 최적 레이저모듈과 스펙트럼 분석모듈개발 • 수준별 모듈 최적화 • 머신러닝기반 분석 알고리즘 개발 및 최적화	시스템 프로그램	스페클립스	1	4
4	LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발	▶ 소형화 분석시스템설계 • Stand-alone 모델 개발을 위한 기본설계 • Lab. 스케일 LIBS 장치 제작	시작품 기계장치 OS 매뉴얼	스페클립스	2	4
		▶ 분석시스템 개발 및 운영체제 • Proto type 장치 개발 • 머신러닝 활용 분석시스템 개발 및 운영체제 • UI개발, 성능평가, 매뉴얼				

(1) 핵심성과명1: 건설재료 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발

연 차	주요 연구활동	세부 연구내용
1차년도	■ 문헌조사	• 재료종류/유형/성상/측정원소/분석대상 등의 설정과 관련 품질/시험기준, 평가모델 등의 국내외 자료조사
	■ 성능시험 ■ DB구축	• 주요시험수준(염화물, 황산염 등)을 대상으로 표준시료제작과 1차 표준화학분석(LIBS외 기존분석방법) 수행
	■ 시편제작 ■ 표준화학분석	• 시험수준을 대상으로 표준시료제작과 1차 표준화학분석(LIBS외 기존분석방법) 수행 • 공동기관-2: 골재, 콘크리트(경화전/후), 기타 건재 • 주관기관:건설폐기물, 슬러지, 슬래그, 유해물질
2차년도	■ 시험분석 ■ 표준분석과 LIBS 분석모델 연계 최적화	• 변수별 적용 최적 레이저모듈, 스펙트럼 분석모델 • 장치/모델의 신뢰성을 실험실 환경에서 평가 • 표준시료제작과 2차 표준화학분석 LIBS 비교분석
	■ 모델개발	• 스펙트럼 분석과 품질, 성능, 안정성 평가모델
	■ LIBS 활용 운영체제 반영	

(2) 핵심성과명2: LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용기술 최적화

연 차	주요 연구활동	세부 연구내용
1차년도	■ 멀티스케일 모델	• 최종 결과물의 멀티스케일 활용 모델 설정 • 재료, 재료생산, 제조, 현장, 유지관리 단계별 도출
2차년도	■ 활용방안 ■ 용도별 시스템 ■ 재현성(검증) 확보	• 다목적 멀티스케일 실시간 모니터링 시스템
		• 재료/생산/현장: LIBS활용 품질관리
		• 유지관리: 내구성 평가인자 실시간 비파괴 모니터링 • 기타: 실내외 건축자재 유해물질 신속 판별 • 기타: 리사이클링 유해물질 모니터링 • 드론연계방안, 실시간 원격 활용방안

(3) 핵심성과명3: LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발

연 차	주요 연구활동	세부 연구내용
1차년도	■ 모듈최적화 ■ 레이저 모듈 성능시험	• 수준별 레이저모듈(레이저 타입, 레이저 파장, 레이저 에너지, 펄스길이)의 최적화 • 수준: 주관기관에서 설정한 재료종류/유형/성상/측정원소/분석대상 등과 연계함.
	■ 알고리즘 ■ 분석시스템 설계	• 독립형태의 진단을 위한 머신러닝/딥러닝 알고리즘 개발 및 최적화 • 분석정확도 1차 평가수행(민감도/특이도)
2차년도	■ 시스템	• 다목적 멀티스케일 실시간 모니터링 시스템
	■ 멀티스케일 활용방안	• 재료, 재료생산, 제조, 현장, 유지관리 단계별 도출
	■ 재현성 및 정확성 확보	• 스펙트럼 분석정확도 2차 평가수행

(4) 핵심성과명4: LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발

연 차	주요 연구활동	세부 연구내용
1차년도	■ 레이저 모듈 성능시험 / 최적화	• Lab. 스케일 LIBS 장치 제작 • 2차년도 Stand-alone 모델개발을 위한 기본설계
2차년도	■ 스펙트럼 분석시스템 및 운영체제 개발	• 러신러닝 활용 분석시스템 개발 및 운영체제 • UI개발 및 성능평가 수행을 통한 매뉴얼 작성
	■ Stand-alone 데모기기 개발	• Proto type 장치 및 소프트웨어 개발 • 주관기관에서 설정한 멀티스케일 용도 대응설계안 도출
	■ 재현성 및 정확성 확보	• 데모기기 전기적, 소프트웨어 안전성 평가 및 인증

2. 연구개발과제의 수행 과정 및 수행 내용

- 연구개발개념의 예시-1: 콘크리트-내구성-염해-염화물 침투 깊이와 농도
- 염화물 측정에서 상기의 5단계의 연구개발 개념은 1단계(NaCl(aq))→2단계(NaCl 혼입 모르타르 및 용출액)→3단계(NaCl(aq) 침투 또는 침지 모르타르 단면 두께별 용출액: LIBS강도-Cl-농도 관계 도출)→4단계(NaCl(aq) 침투 또는 침지 콘크리트 단면 두께별 용출액: LIBS강도-Cl-농도 검증)→5단계(염해 구조물 콘크리트 코어 단면 염화물 Mapping:LIBS강도-Cl-농도 적용) 단계로 계획됨.
- 콘크리트 염화물에 한하여 선행연구는 1~2단계를 수행하였으며 이를 정리하면 아래와 같음.

1단계(문헌/장비구축). LIBS모듈 구축 (참고문헌 3, 4,)

- 2단계를 위한 선결과제: 다목적 재료 모니터링 설정과 LIBS모듈(전기장 강화) 구축
- 다양한 형태(시험체, 시료, 샘플)의 건축자재(부산물 포함)와 촉진열화, 손상 등을 구현
- 선행연구를 통한 건축 재료 내구성/안전/품질/환경 수준 설정과 표준분석 설정



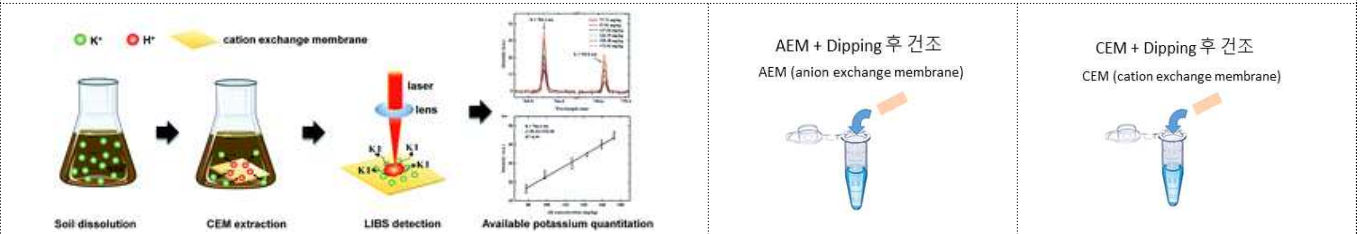
2단계(실험평가 / DB구축). 선행연구 기반 LIBS 재현성의 검증의 확대 (참고문헌-3)

- 3단계를 위한 선결과제: 고형, 액상(용출액), 표준용액 등 성상별 표준분석



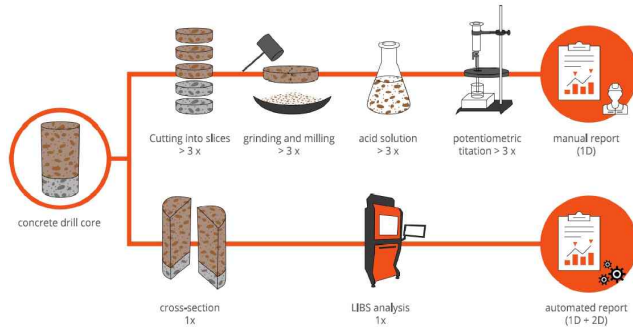
3단계(실험평가 / DB구축). 수준별 표준시료(샘플)과 최적 LIBS데이터 확보 (참고문헌-2)

- 4단계를 위한 선결과제: 동일 시료에 대한 LIBS 강도 데이터 오차저감
- LIBS 스펙트럼 강도의 효율적인 측정과 정량적 해석을 위해선 시료 전처리가 중요함.
- 수용액-용출액-고형시료 모두 검증(최종단계는 건축재료(고형)이나 데이터 구축은 단계별 진행)
- IEM(이온교환 수지)의 선정: 음이온(예: Cl, SO4, 중금속 등), 양이온(Ca, Mg, 중금속 등)수지

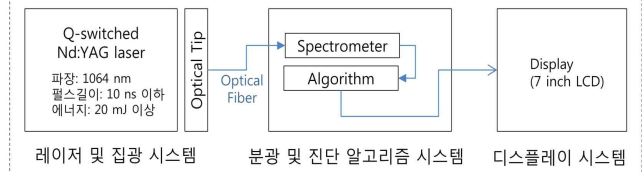
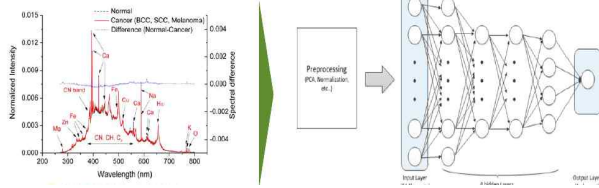


4단계(시스템 및 실내검증). 딥러닝(스펙트럼)-머신러닝(데이터) 알고리즘 및 시스템

- 5단계를 위한 선결과제: LIBS 강도값과 표준분석의 Calibration 구축
- 방대한 데이터 수집의 한계, 재료(원소, 성분 등)의 다양성에 대한 추종성(LIBS 최적화)
- 광범위한 DB(표준/스펙트럼)구축과 LIBS분석 연동을 위한 머신러닝 연동

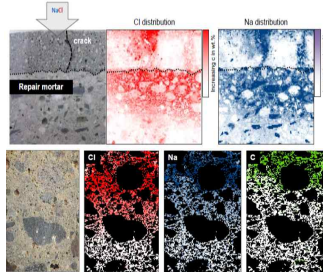


- (참고문헌-1)
- 표준분석-그림 상부: 깊이별 분말-용출 후 해당 분석을 실시함.
- LIBS-그림 하부: 본 연구의 목표에 해당하는 개념이며 시료에 직접 레이저를 조사하여 Depth Profiling
- Profiling-S/W의 개발필요

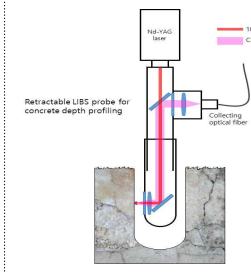


5단계(현장 및 건축샘플 적용). 건축재료 성능진단 개념도(예)콘크리트염해-Cl농도-내구성 진단

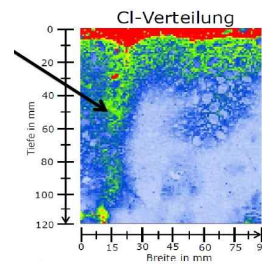
- 목표개념: 시료(임의의 건축재료)에 레이저를 조사하여 스펙트럼 강도를 측정하여 정량분석
- 정량분석을 통하여 건축재료에 특화된 내구성/안전/품질/환경기준 부합성 여부 신속판단.



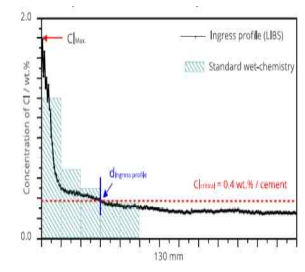
표면/단면/보수부위



LIBS Profiling

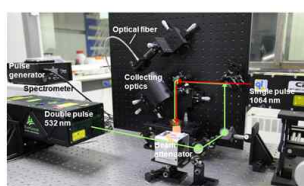


염해 Image-mapping



염해-내구성 성능진단

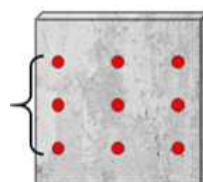
연구(염화물 분석)를 통한 LIBS-성능진단 재현성 (참고문헌-3), 5), 6)



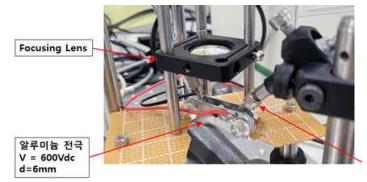
LIBS-Lab. Scale



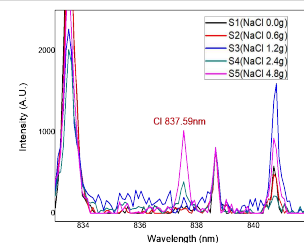
표준분석(1차)



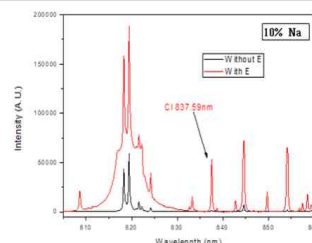
염화물 혼합시험체



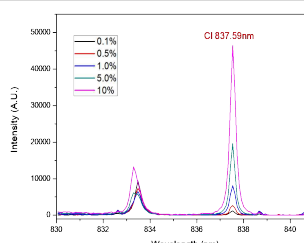
스펙트럼 증폭



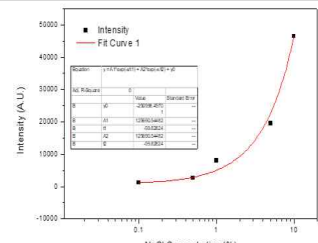
성분분석 확인



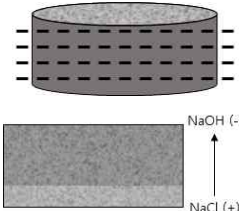
스펙트럼 강도증폭



LIBS-Signal 확보



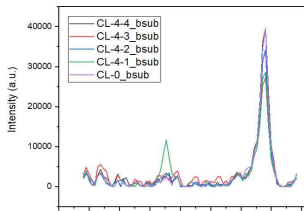
표준분석-Calibration



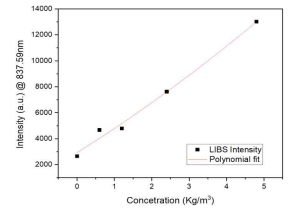
손상(열화) 깊이별 분석

	Chloride (%)	Chloride (kg/m ³)
R-1-1	0.369	8.350
R-1-2	0.236	5.341
R-1-3	0.035	0.792
R-1-4	0.020	0.453
R-1-5	0.022	0.498

표준분석(IC)-2차

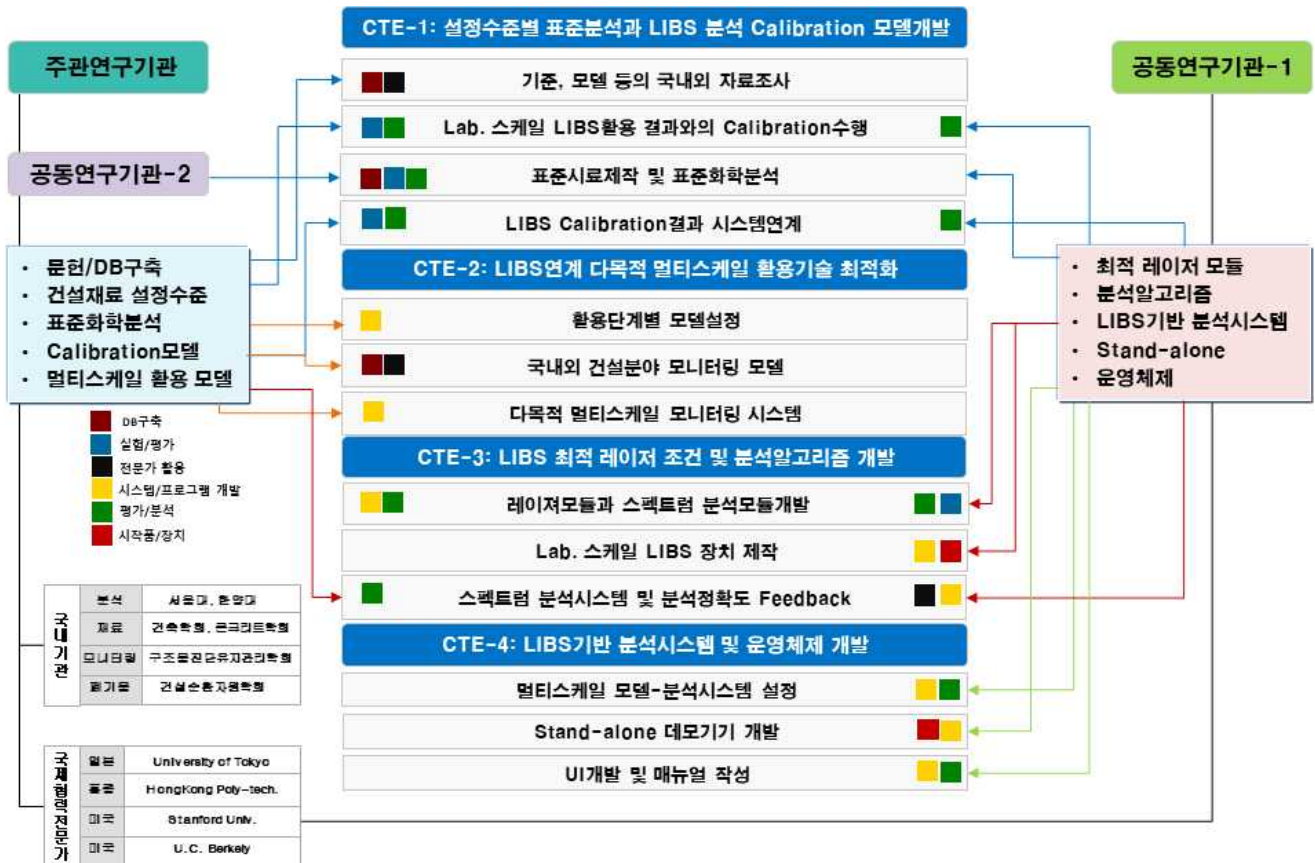


수준별 LIBS-Signal



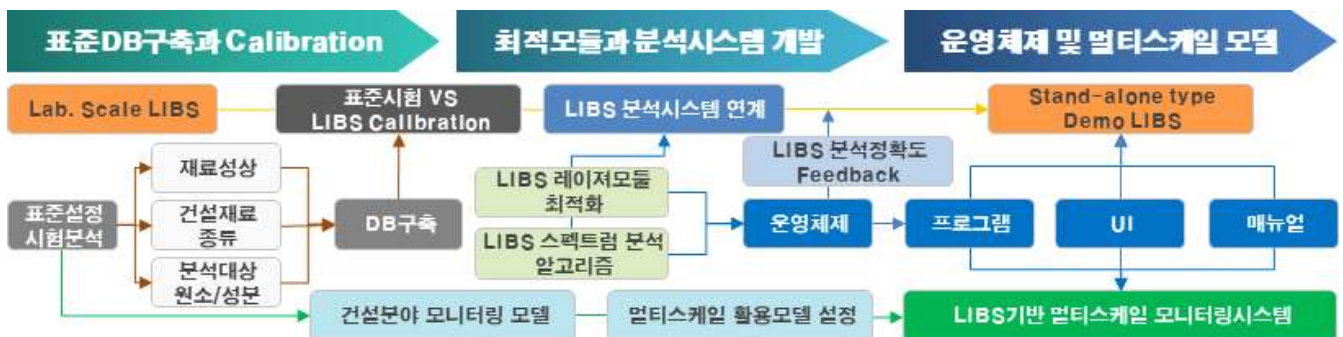
농도별-Calibration

- ◆ 본연구는 현행 건설재료 표분화학분석과 LIBS를 연계하는 융합적이고 창의적인 연구임.
- ◆ 주관연구기관은 건설재료 R&D수행과 전문연구원을 포함하여 국내외 전문가 네트워크를 구축하고 있음. 실험분석의 정밀도/민감도를 고려하여 전문시험/분석기관을 공동연구기관-2로 편성함.
- ◆ 한편, 공동연구기관-1은 LIBS기반 비파괴-실시간 피부병변/조직 검사진단 기술/장비/운영체제를 개발하는 전문기관으로 국내외 연구투자유치 및 풍부한 R&D경험, 장비 및 전문연구인력을 보유함



핵심성과물(CTE)편성과 연구수행체계

- ◆ 본 연구개발을 달성하기 위한 단계적 연구범위와 추진방법은 아래와 같음.
- ◆ 상기의 핵심성과는 실험분석-Calibration과 분석 시스템반영-운영체제 및 멀티스케일 활용의 3단계로 진행됨. 한편, LIBS의 경우 Lab.스케일구축에서 연구종료시 Stand-alone타입의 시작품 제작을 목표로 하고, 스펙트럼분석 시스템과 멀티스케일 적용매뉴얼까지 달성하는 것으로 함.



단계적 연구범위 및 추진방법

연구개발 추진체계



추진 일정

연구과제명 (연구수행기관)	성과점검 기준표 코드		세부추진내용 (연구수행 Activity)	성과물	소요 연구비 (백만원)	1차년도				2차년도			
						1/4	2/4	3/4	4/4	1/4	2/4	3/4	4/4
레이저 유도 플라즈마 분광법(LIBS)기반 멀티스케일 진단기술 개발					370	특허: 3 DB구축				논문: 2 S/W: 1 시작품			
LIBS 활용 건설재료 멀티스케일 진단 및 활용기술 (강원대학교)	A-1-①	설정수준별 표준분석	• 품질/시험기준, 평가모델 등의 국내외 자료조사	보고서	8								
	A-2-①	LIBS 분석 Calibration 모델개발	• Lab. 스케일 LIBS활용 결과와 의 Calibration수행	출원증	20								
	A-2-②		• 스펙트럼 분석과 품질, 성능, 안정성 평가모델	논문	20								
	A-3-①	표준분석과 LIBS Calibration DB구축	• 표준시료제작 및 표준화학분석 • (2회)(건설폐기물, 슬래그, 기 타)	시험보고서	50								
	B-1-①	멀티스케일 활용 모델 설정 및 재현성검증	• 재료생산, 제조, 현장, 유지관 리 단계별 모델설정	보고서	15								
	B-1-②		• 다목적 멀티스케일 실시간 모 니터링 시스템	출원증	25								
표준분석과 LIBS Calibration DB 구축 (한양이엔씨)	A-3-①	표준분석과 LIBS Calibration DB구축	• 표준시료제작 및 표준화학분석 • (2회)(골재, 콘크리트, 기타)	시험보고서 /성적서	80								
LIBS를 이용한 Stand-alone 머신러닝 기반 분석시스템 (스페클립스)	C-1-①	LIBS 적용 최적 레이저모듈과 스펙트럼 분석모듈개발	• 수준별 모듈 최적화	논문	30								
	C-1-②		• 머신러닝/딥러닝 알고리즘 개 발 및 최적화	보고서	10								
	D-1-①	소형화 분석시스템설계	• 2차년도 Stand-alone 모델개 발을 위한 기본설계	출원증	10								
	D-1-②		• Lab. 스케일 LIBS 장치 제작	보고서	30								
	D-2-①	분석시스템 개발 및 운영체제	• Proto type 장치 개발	시작품/성 적서	50								
	D-2-②		• 러신러닝 활용 분석시스템 개 발 및 운영체제	프로그램 등록증	10								
	D-2-③		• UI개발, 성능평가, 매뉴얼	운영매뉴얼	12								

3. 연구개발과제의 수행 결과 및 목표 달성 정도

1) 연구수행 결과

(1) 정성적 연구개발성과

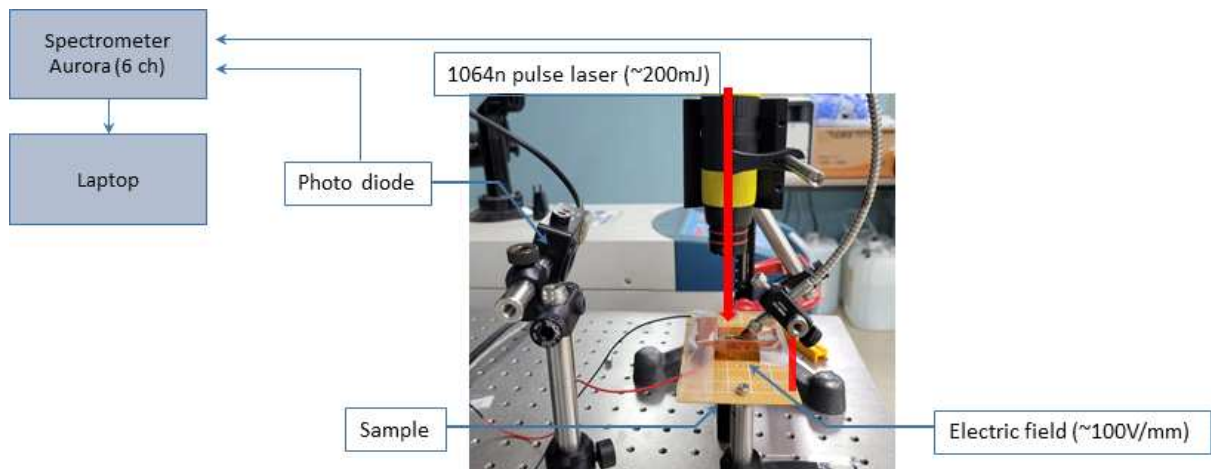
가. Lab. Scale LIBS 구성 및 측정 프로세스 최적화

① LIBS 측정 기본 장비 구성

Lab 스케일 LIBS 실험 장치는 약 10ns의 펄스폭을 가지는 1064nm의 극초단파 레이저를 포커싱렌즈를 이용하여 샘플에 약 2mm 크기의 빔사이즈로 포커싱하여 조사하면, 순간적으로 대상 샘플이 레이저 에너지를 흡수하여 ablation되어 고온의 플라즈마가 생성됨. 특히 이번 실험에서는 이 플라즈마에 약 100mm/V ($V=600V$, $d=6mm$)의 전기장을 적용하여 LIBS 신호의 증폭을 유도함. 레이저 조사 시 포토다이오드 (Thorlabs DET10A/M)가 반사된 1064nm 파장의 레이저를 감지하고 차례로 펄스제너레이터 (Quantum Composers Model 9618)에서 5V, 1ms의 펄스 신호를 스펙트로미터 (Applied Spectra Aurora)에 인가하여 레이저 발진과 스펙트럼 측정을 빠른 시간안에 동기화함.

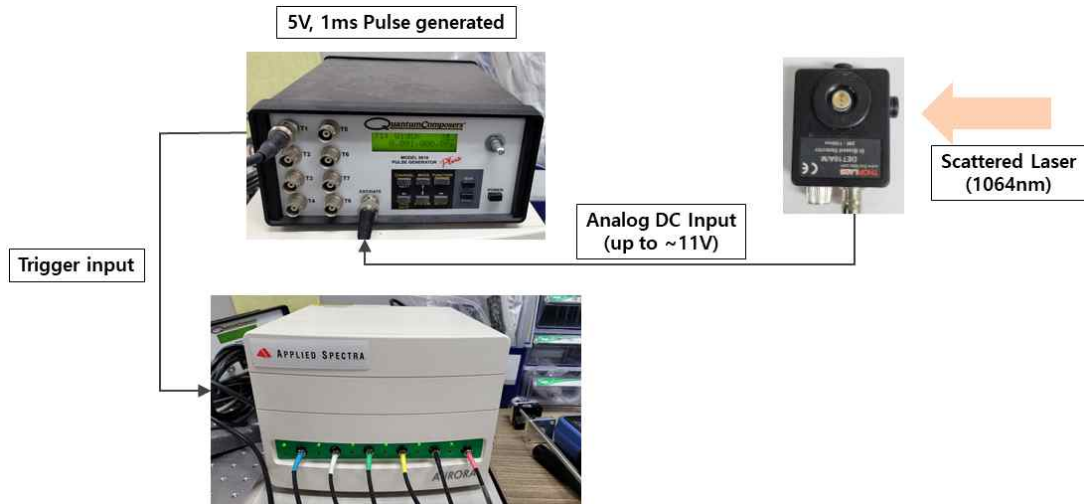
번호	장비명	모델명	스펙
1	Q-switched Nd:YAG Laser	Spectra-VRM3	- Wavelength: 1064/532nm - Pulse energy: max 1200mJ (1064nm) / 400mJ (@ 532nm) - Pulse width:~10ns
2	Spectrometer	Applied spectra Aurora	- Channels: 6 - Spectral coverage: 190 to 1040nm - Gating control: 50ns to 1ms with 25ns step
3	Pulse generator	Quantum Composers Model 9618	10ns Timing resolution <5ns Channel to Channel Jitter
4	Photodiode	Thorlabs DET10A/M	- rise time: 1ns - Wavelength range: 200 to 1100nm
5	DC Power supply	SP-CHG Trig	Charging Voltage: DC 300V ~ 900V

Lab 스케일 LIBS 실험에 사용되는 장비



② 레이저와 분광기의 동기화

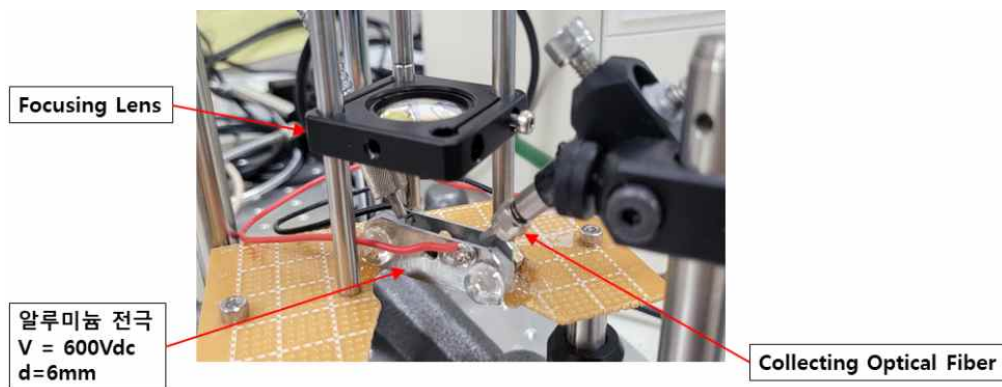
극초단파 (~naosecond) 레이저가 대상 물질에 조사될 때 발생하는 ablation 현상과 LIBS 시그널이 발생하는 타임 스케일을 보면, 레이저 조사 시점 이후 대략 $< 3 \mu\text{s}$ (10^{-6} second) 동안은 플라즈마 발생하고 다시 냉각되면서 떨어져나갔던 전자가 전자 껍질 안으로 다시 들어오기 시작하는 시점으로 불특정적인 연속적인 신호가 발생하고, 그 이후 수 μs 동안 원소별 discrete한 peak을 나타내는 LIBS 신호가 발행함. 이와 같이 레이저 조사 이후 10 μs 이내에 모든 물리적 현상이 발생하기 때문에 정확하게 레이저 조사 시점과 스펙트로미터의 측정 시간을 동기화하는 것은 필수적임.



레이저 발진과 스펙트로미터의 동기화 방법

본 과제 Lab 스케일 LIBS 실험 장치에서는 1064nm의 레이저를 감지할 수 있고, 최대 rising time이 1ns 로 고속의 포토다이오드 (Thorlabs DET10A/M)로 레이저 조사 시점을 감지하고, 포토다이오드의 출력을 받은 펄스제너레이터 (Quantum Composers Model 9618)에서는 trigger 펄스 신호 (5V, 1ms)를 생성하여 스펙트로미터 (Applied Spectra Aurora)에 전달함. 이러한 구성으로 레이저 조사 시점과 스펙트로미터 측정 시점을 10ns 이내에서 동기화하는 것이 가능함.

③ 전기장을 활용한 LIBS 신호 증폭



전기장을 이용한 LIBS 신호 증강 장치 (알루미늄 전극)

염소 (Cl)의 가장 강한 LIBS 스펙트럼에서 VUV (Vacuum UV) 영역의 134.724nm ($3p44s \ 2P3/2 \rightarrow 3p5 \ 2P3/2$)와 NIR (Near IR) 영역의 837.59nm ($3p44p4D7/2 \rightarrow 3p44s \ 4P5/2$)에서 가장 강한 peak이 나타나는데, 134.724nm에 위치한 peak은 대기 중에 대부분 흡수되기 때문에 일반적인 LIBS 장비로는 측정이 불가능하고, 진공 상태에서 측정이 가능함. 따라서 본 과제에서는 대상 샘플의 염소 성분 검출하기 위해서 NIR 영역의 837.59nm peak의 강도를 측정하는 것으로 진행함. 하지만 비교적 고농도인 10% NaCl 용액에서도 NIR 영역의 837.59nm peak이 검출되지 않음 (검은색 그래프)

확인 결과 염소 (Cl)의 LIBS신호가 상대적으로 다른 원소들에 비해서 강도가 현저하게 작기 때문에 일반 적인 LIBS 방식으로 저농도의 염소(Cl)을 측정하는 것이 어렵기때문에 레이저에 의해서 발생하는 플라즈마 강도를 증가시킬 필요가 있음. 본 과제에서는 장비 구성이 간단하고 신호 증가 효율이 비교적 높은 Electric field를 이용한 LIBS 신호 증강 방법을 사용하였음. 전기장 (Electric field)를 이용한 LIBS 신호의 증가 정도를 확인 하기 위해서 다음과 같은 조건에서 측정을 진행함.

a. 사용 레이저 조건

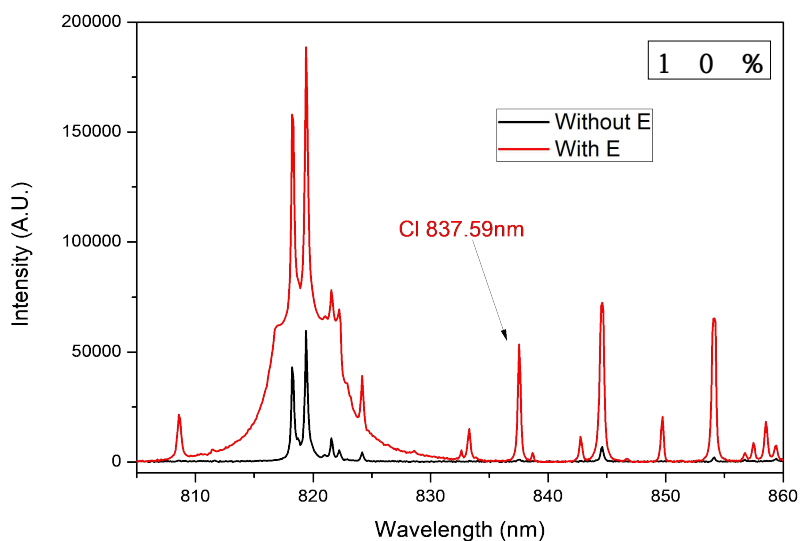
레이저 파장	1064nm
펄스에너지	400mJ
펄스폭	10ns (10^{-9} sce)
스팟사이즈	~2mm
NaCl 농도	10%

b. 전기장 (Electric field) 조건

전압	600V
전극 간격	6mm
전극 재질	알루미늄

c. 샘플 조건

샘플 종류	NaCl
농도	10 %



LIBS 시그널 (Cl @ 837.59nm) enhancemnt by Electric field

같은 조건에서 전기장 (100V/mm) 적용하지 않았을 때와 적용했을 때 837.59nm에 나타나는 염소 (Cl) LIBS 시그널 강도가 각각 1,123와 53,402으로 약 50배 정도 향상되는 것을 확인할 수 있음

나. 표준분석과 LIBS 비교검토를 위한 실험계획 (콘크리트 내구성)

콘크리트 염해, 탄산화, 황산염 침식에 관한 표준분석을 위한 실험체 배합은 아래와 같음.

모르타르 (40x40x160 mm 각형)

구분	물(g)	시멘트(g)	잔골재(g)	굵은골재(g)	ae제	비고
각형몰드 (40x40x160)	250	500	1500	0	-	• 물시멘트비 0.5 • 1:3 (시멘트:모래) • 2020년(1차년도) 시험체 • NaCl 함량 : 0, 0.6, 1.2, 2.4, 4.8 kg/m³

모르타르 (Ø100x200 mm 원형)

구분	물(kg)	시멘트(kg)	잔골재(kg)	굵은골재(kg)	ae제	비고
실린더몰드 (Ø100x200)	170	305	906	924	0.5%	• 설계강도 24MPa, 물시멘트비 0.55의 1m³ 콘크리트 배합에서 굵은 골재를 걸러서 제작한 모르타르 시험체

① 염화물 분석 실험

○ Libs 분석 실험

- 1차년도에 제작한 염화물 혼입 모르타르 시험체(40x40x160)를 절단한 단면 시편과 분쇄 후 분말을 증류수에 침지하여 염화물을 용출시킨 용액 시편으로 Libs 분석 실시 (스펙클립스)

실험 종류	실험 변수	시편 종류	시편 내용
Libs 분석	• NaCl 함량 : 0, 0.6, 1.2, 2.4, 4.8 kg/m³	단면 시편	40x40x160 mm 모르타르 시험체의 단면을 약 5 mm 두께로 절단하여 제작
		용액 시편	40x40x160 mm 모르타르 시험체를 분쇄하여 #120 매쉬 체에 거른 분말 시편 10g을 40ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액



② 탄산화 분석 실험

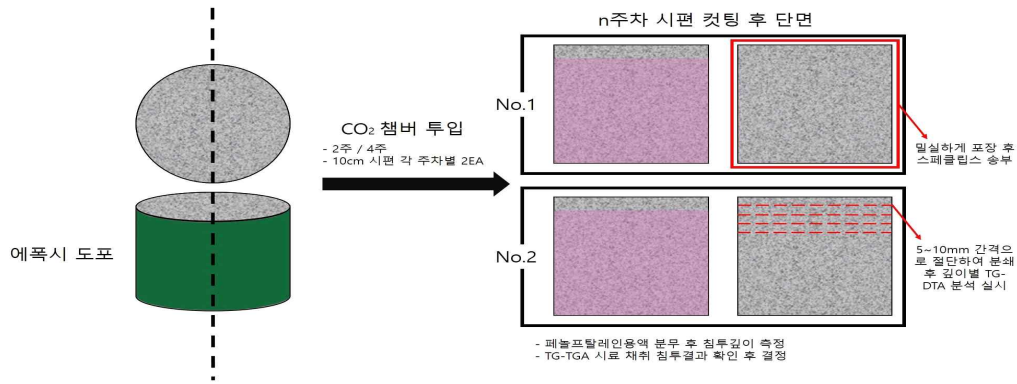
○ Libs 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x100 mm의 시험체를 2주, 4주 탄산화 챔버를 이용하여 촉진 탄산화 양생 후, 종방향으로 절단하여 페놀프탈레인 용액을 분무하여 탄산화 침투깊이를 확인하고, 단면 시편의 단면을 이용하여 Libs 분석 실시 (스펙클립스)

○ TG-DTA 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x100 mm의 시험체를 2주, 4주 탄산화 챔버를 이용하여 촉진 탄산화 양생 후, 종방향으로 절단하여 페놀프탈레인 용액을 분무하여 탄산화 침투깊이를 확인하고, 단면 시편을 깊이별 5 mm 간격으로 절단하여 분쇄 후 TG-DTA 분석 실시 (성균관대학교 공동기기원)

실험 종류	실험 변수	시편 종류	시편 내용
Libs 분석	• 촉진탄산화기간 • 2, 4 주	단면 시편	Ø100x100 mm의 시험체를 소정기간 탄산화 시켜 종방향으로 절단한 단면
TG-DTA 분석		분말 시편	Ø100x100 mm의 시험체를 소정기간 탄산화 시켜 5~10 mm 깊이별로 분쇄한 분말 (각 시편 별로 5개의 깊이에 대한 분석 예정)



③ 염화물 침투(촉진) 분석 실험

○ Libs 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 전기영동시험으로 염화물을 전기적으로 침투시킨 후, 종방향으로 절단하여 질산은 용액을 분무하여 염화물 침투깊이를 확인하고, 단면 시편 및 깊이별로 분쇄하여 분말을 증류수에 침지하여 염화물을 용출시킨 용액 시편으로 Libs 분석 실시 (스펙클립스)

○ IC 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 전기영동시험으로 염화물을 전기적으로 침투시킨 후, 종방향으로 절단하여 질산은 용액을 분무하여 염화물 침투깊이를 확인하고, 깊이별로 분쇄한 분말을 증류수에 침지하여 염화물을 용출시킨 용액 시편으로 IC 분석을 의뢰하여 실시 (성균관대학교 공동기기원)

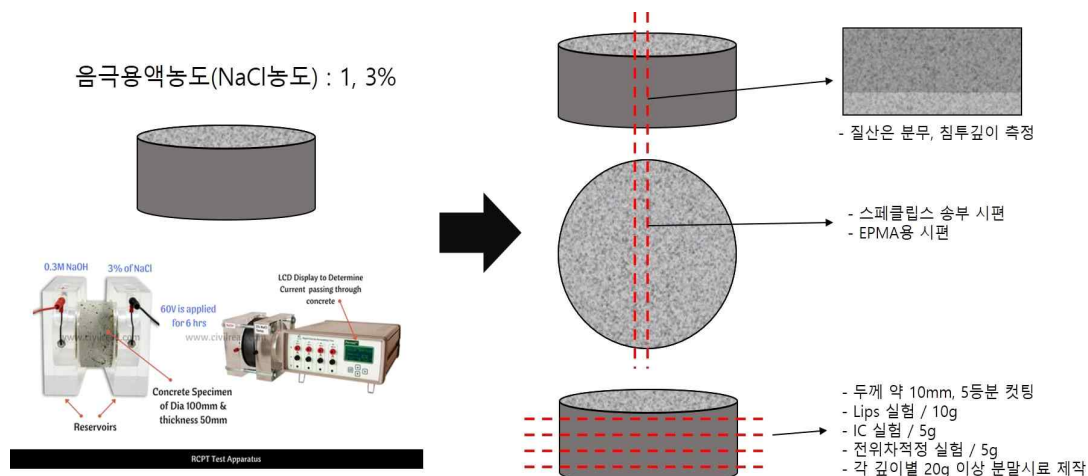
○ 전위차적정 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 전기영동시험으로 염화물을 전기적으로 침투시킨 후, 종방향으로 절단하여 질산은 용액을 분무하여 염화물 침투깊이를 확인하고, 깊이별로 분쇄한 분말 시편으로 전위차적정 분석을 의뢰하여 실시 (한국 콘크리트 시험원)

○ EPMA 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 전기영동시험으로 염화물을 전기적으로 침투시킨 후, 종방향으로 절단하여 질산은 용액을 분무하여 염화물 침투깊이를 확인하고, 단면 일부를 폴리싱 처리하여 EPMA 분석을 의뢰하여 실시 (성균관대학교 공동기기원)

실험 종류	실험 변수	시편 종류	시편 내용
Libs 분석	침 투 면 NaCl 수용액 농도 : 1, 3 %	단면 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화물을 촉진 침투시킨 후, 종방향으로 절단한 단면
		용액 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화물을 촉진 침투시킨 후, 5~10 mm 깊이별로 분쇄하여 #120 매쉬 체에 거른 분말 시편 10g을 40ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액
IC 분석		용액 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화물을 촉진 침투시킨 후, 5~10 mm 깊이별로 분쇄한 분말 5g을 20ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액
전위차적정 분석		분말 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화물을 촉진 침투시킨 후, 5~10 mm 깊이별로 분쇄한 분말
EPMA 분석		단면 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화물을 촉진 침투시킨 후, 종방향으로 절단한 단면의 일부를 폴리싱 처리한 시편



④ 염화물 침투(침지) 분석 실험

○ Libs 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 종방향으로 절단하여 질산은 용액을 분무하여 염화물 침투깊이를 확인하고, 단면 시편 및 깊이별로 분쇄하여 분말을 증류수에 침지하여 염화물을 용출시킨 용액 시편으로 Libs 분석 실시 (스펙클립스)

○ IC 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 종방향으로 절단하여 질산은 용액을 분무하여 염화물 침투깊이를 확인하고, 깊이별로 분쇄한 분말을 증류수에 침지하여 염화물을 용출시킨 용액 시편으로 IC 분석을 의뢰하여 실시 (성균관대학교 공동기기원)

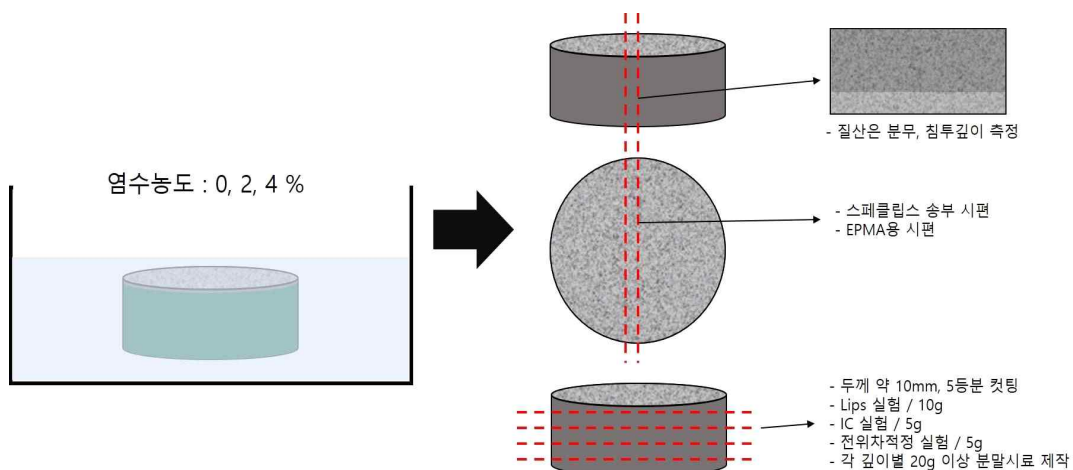
○ 전위차적정 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 종방향으로 절단하여 질산은 용액을 분무하여 염화물 침투깊이를 확인하고, 깊이별로 분쇄한 분말 시편으로 전위차적정 분석을 의뢰하여 실시 (한국 콘크리트 시험원)

○ EPMA 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 종방향으로 절단하여 질산은 용액을 분무하여 염화물 침투깊이를 확인하고, 단면 일부를 폴리싱 처리하여 EPMA 분석을 의뢰하여 실시 (성균관대학교 공동기기원)

실험 종류	실험 변수	시편 종류	시편 내용
Libs 분석	NaCl 수용액 농도 : 0, 2, 4 %	단면 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 종방향으로 절단한 단면
		용액 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 5~10 mm 깊이별로 분쇄하여 #120 매쉬 체에 거른 분말 시편 10g을 40ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액
IC 분석		용액 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 5~10 mm 깊이별로 분쇄한 분말 5g을 20ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액
전위차적정 분석		분말 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 5~10 mm 깊이별로 분쇄한 분말
EPMA 분석		단면 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 염화나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 종방향으로 절단한 단면의 일부를 폴리싱 처리한 시편



⑤ 황산 침투(침지) 분석 실험

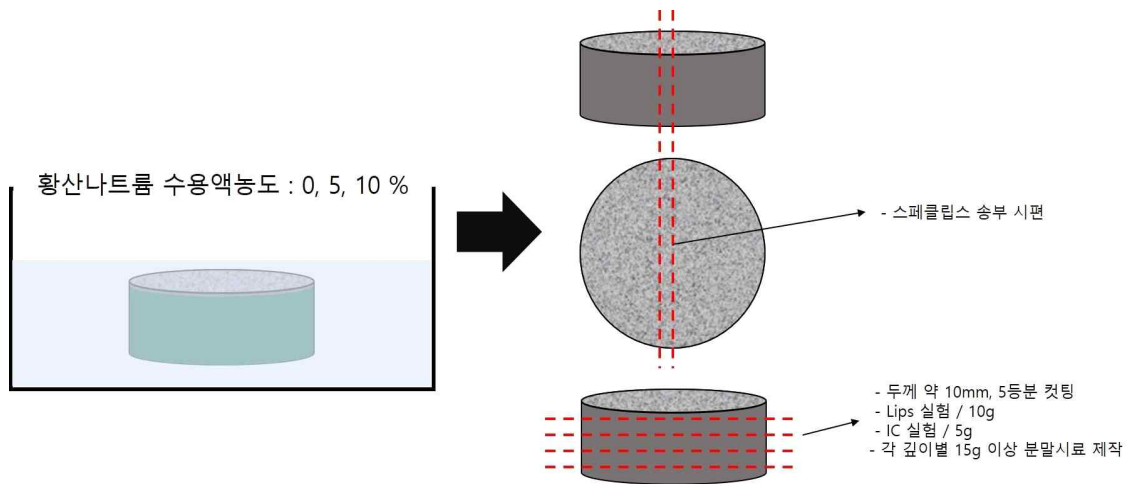
○ Libs 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 황산나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 단면 시편 및 깊이별로 분쇄하여 분말을 증류수에 침지하여 황산염을 용출시킨 용액 시편으로 Libs 분석 실시 (스펙클립스)

○ IC 분석 실험

- Ø100x200 mm 모르타르 시험체를 절단한 Ø100x50 mm의 시험체를 황산나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 깊이별로 절단하여 분쇄한 분말을 증류수에 침지하여 황산염을 용출시킨 용액 시편으로 IC 분석을 의뢰하여 실시 (성균관대학교 공동기기원)

실험 종류	실험 변수	시편 종류	시편 내용
Libs 분석	Na₂SO₄ 수용액 농도 : 0, 5, 10 %	단면 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 황산나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 종방향으로 절단한 단면
		용액 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 황산나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 5~10 mm 깊이별로 분쇄하여 #120 매쉬 체에 거른 분말 시편 10g을 40ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액
IC 분석		용액 시편	Ø100x50 mm의 시험체에 황산나트륨 수용액에 30일간 침지시킨 후, 5~10 mm 깊이별로 분쇄한 분말 5g을 20ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액



⑥ 현장 콘크리트(코어) 분석 실험

○ Libs 분석 실험 (탄산화)

- Ø100x200 mm 콘크리트 코어 시험체의 표면부와 중단부를 절단한 Ø100x10 mm의 단면 시편의 일부를 이용하여 Libs 분석 실시 (스펙클립스)

○ TG-DTA 분석 실험 (탄산화)

- Ø100x200 mm 콘크리트 코어 시험체의 표면부와 중단부를 절단한 Ø100x10 mm의 단면 시편의 일부를 분쇄 후 TG-DTA 분석을 의뢰하여 실시 (성균관대학교 공동기기원)

○ Libs 분석 실험 (염화물)

- Ø100x200 mm 콘크리트 코어 시험체의 표면부와 중단부를 절단한 Ø100x10 mm의 단면 시편의 일부와 또 다른 일부를 분쇄한 분말을 증류수에 침지하여 염화물을 용출시킨 용액 시편을 이용하여 Libs 분석 실시 (스펙클립스)

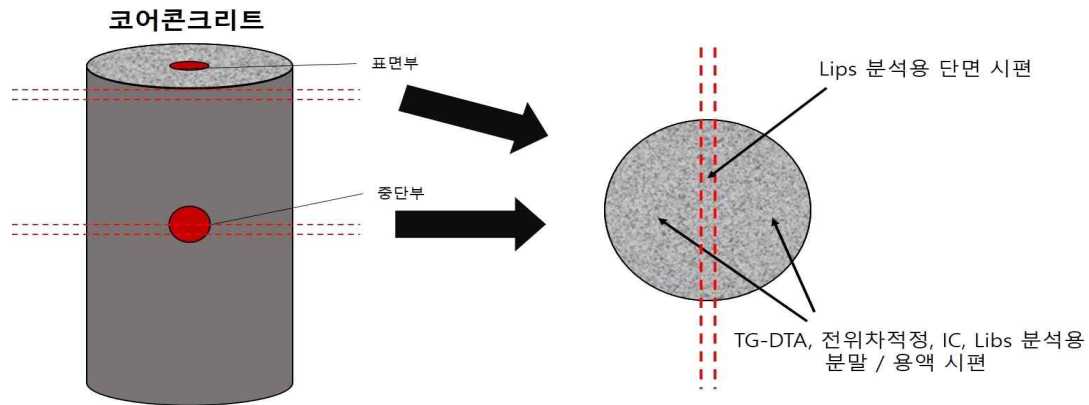
○ IC 분석 실험 (염화물)

- Ø100x200 mm 콘크리트 코어 시험체의 표면부와 중단부를 절단한 Ø100x10 mm의 단면 시편의 일부를 분쇄 후 IC 분석을 의뢰하여 실시 (성균관대학교 공동기기원)

○ 전위차적정 분석 실험 (염화물)

- Ø100x200 mm 콘크리트 코어 시험체의 표면부와 중단부를 절단한 Ø100x10 mm의 단면 시편의 일부를 분쇄 후 전위차적정 분석을 의뢰하여 실시 (한국 콘크리트 시험원)

실험 종류		실험 변수	시편 종류	시편 내용
탄 산 화	Libs 분석	실제 구조물에서 채취된 콘크리트 코어의 표면부와 중단부	단면 시편	실제 구조물에서 채취된 Ø100x200 mm의 콘크리트 코어 시험체의 표면과 중단부를 절단한 단면
	TG-DTA 분석		분말 시편	실제 구조물에서 채취된 Ø100x200 mm의 콘크리트 코어 시험체의 표면과 중단부를 절단한 단면을 분쇄한 분말
염 화 물	Libs 분석		단면 시편	실제 구조물에서 채취된 Ø100x200 mm의 콘크리트 코어 시험체의 표면과 중단부를 절단한 단면
	IC 분석		용액 시편	실제 구조물에서 채취된 Ø100x200 mm의 콘크리트 코어 시험체의 표면과 중단부를 절단한 단면을 분쇄하여 #120 매쉬 체에 거른 분말 시편 10g을 40ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액
	전위차적정 분석		용액 시편	실제 구조물에서 채취된 Ø100x200 mm의 콘크리트 코어 시험체의 표면과 중단부를 절단한 단면을 분쇄한 분말 5g을 20ml 증류수에 침지, 24시간 이후 거름종이에 걸러진 수용액
			분말 시편	실제 구조물에서 채취된 Ø100x200 mm의 콘크리트 코어 시험체의 표면과 중단부를 절단한 단면을 분쇄한 분말 5g



전체 콘크리트 시험체 및 표준분석항목 구성

구분	스펙클립스			강원대 / 한양이엔씨					
	LIPS			IC	전위차적정	EPMA	TG-DTA	XRF	ICP
1차년도 시편 - NaCl 혼입시편 (0, 0.6, 1.2, 2.4, 4.8 kg/m³)	단면	0	NaCl 무혼입 시편 3EA	-	-	0	-	0	0
		0.6	NaCl 0.6혼입 시편 3EA	-	-	0.6	-	0.6	0.6
		1.2	NaCl 1.2혼입 시편 3EA	-	-	1.2	-	1.2	1.2
		2.4	NaCl 2.4혼입 시편 3EA	-		2.4	-	2.4	2.4
		4.8	NaCl 4.8혼입 시편 3EA	-	-	4.8	-	4.8	4.8
	용출 용액	0	NaCl 무혼입	0	0	-	-	-	-
		0.6	NaCl 0.6혼입	0.6	0.6	-	-	-	-
		1.2	NaCl 1.2혼입	1.2	1.2	-	-	-	-
		2.4	NaCl 2.4혼입	2.4	2.4	-	-	-	-
		4.8	NaCl 4.8혼입	4.8	4.8	-	-	-	-
2차년도 시편 촉진탄산화시편	단면	탄산화	4주 촉진탄산화 시편의 할렐 단면	-	-	-	탄산화-1 탄산화-2 탄산화-3	-	-
2차년도 시편 - 촉진염화물시편	단면	R-1	침투면 NaCl 수용액 농도 1%, 시편 단면	-	-	R-1	-	-	-
		R-3	침투면 NaCl 수용액 농도 3%, 시편 단면			R-3			
	용출 용액	R-1-1	침투면 NaCl 수용액 농도 1%, 깊이별 시편 용출용액	R-1-1	R-1-1	-			
		R-1-2		R-1-2	R-1-2				
		R-1-3		R-1-3	R-1-3				
		R-1-4		R-1-4	R-1-4				
		R-1-5		R-1-5	R-1-5				
		R-3-1	침투면 NaCl 수용액 농도 3%, 깊이별 시편 용출용액	R-1-1	R-1-1				
		R-3-2		R-1-2	R-1-2				
		R-3-3		R-1-3	R-1-3				
		R-3-4		R-1-4	R-1-4				
		R-3-5		R-1-5	R-1-5				

2차년도 시편 염수침지시편	단면	NaCl-0	침지 NaCl 수용액 농도 0%, 시편 단면	-	-	CL-0			
		NaCl-2	침지 NaCl 수용액 농도 2%, 시편 단면			CL-2			
		NaCl-4	침지 NaCl 수용액 농도 4%, 시편 단면			CL-4			
	용출 용액	CL-0	침지 NaCl 수용액 농도 0%, 시편 용출용액	CL-0	CL-0	-	-	-	-
		CL-2-1	침지 NaCl 수용액 농도 2%, 깊이별 시편 용출용액	CL-2-1	CL-2-1				
		CL-2-2		CL-2-2	CL-2-2				
		CL-2-3		CL-2-3	CL-2-3				
		CL-2-4		CL-2-4	CL-2-4				
		CL-4-1	침지 NaCl 수용액 농도 4%, 깊이별 시편 용출용액	CL-4-1	CL-4-1				
		CL-4-2		CL-4-2	CL-4-2				
		CL-4-3		CL-4-3	CL-4-3				
		CL-4-4		CL-4-4	CL-4-4				
2차년도 시편 - 황산침지시편	단면	Na ₂ SO ₄ -0	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 0%, 시편 단면	-					
		Na ₂ SO ₄ -5	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 5%, 시편 단면						
		Na ₂ SO ₄ -10	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 10%, 시편 단면						
	용출 용액	SO-0	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 0%, 시편 용출용액	SO-0	-	-	-	-	-
		SO-5-1	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 5%, 깊이별 시편 용출용액	SO-5-1					
		SO-5-2		SO-5-2					
		SO-5-3		SO-5-3					
		SO-5-4		SO-5-4					
		SO-10-1	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 10%, 깊이별 시편 용출용액	SO-10-1					
		SO-10-2		SO-10-2					
		SO-10-3		SO-10-3					
		SO-10-4		SO-10-4					
2차년도 시편 - 현장코어시편	단면	Core	현장 콘크리트 코어 할렬 단면 2EA	-	-	-	탄산화 Core-S	-	-
	용출 용액	Core-S	현장 콘크리트 코어 표면부	Core-S	Core-S		탄산화 Core-C		
		Core-C	현장 콘크리트 코어 중심부	Core-C	Core-C		-		

전체 콘크리트 시험체 및 표준분석결과

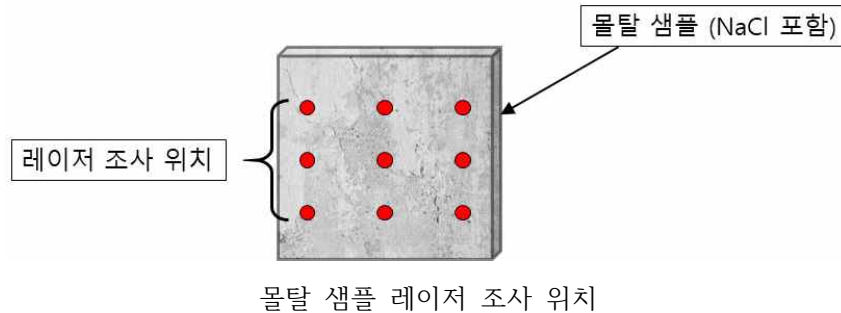
구분				스펙클립스	강원대 / 한양이엔씨																
				LIPS (Intensity, a.u)	IC [Cl ⁻] ppm	잔류염분 [Cl ⁻] %	EPMA [Cl ⁻]분포	TG-DTA	XRF [Cl ⁻] %	ICP[Cl ⁻] ($\mu\text{g}/\ell$)											
1차년도 시편 - NaCl 혼입시편 (0, 0.6, 1.2, 2.4, 4.8 kg/m ³)	단면	0	NaCl 무혼입 시편 3EA	-	-	-	Cl-확인	-	0.101	3300000											
		0.6	NaCl 0.6혼입 시편 3EA	-	-	-	Cl-확인	-	0.19	3300000											
		1.2	NaCl 1.2혼입 시편 3EA	-	-	-	Cl-확인	-	0.237	3500000											
		2.4	NaCl 2.4혼입 시편 3EA	-	-	-	Cl-확인	-	0.442	3300000											
		4.8	NaCl 4.8혼입 시편 3EA	-	-	-	Cl-확인	-	0.767	2800000											
	용출 용액	0	NaCl 무혼입	2653.29	11.21	0.065	-	-	-	-											
		0.6	NaCl 0.6혼입	4672.58	41.41	0.026															
		1.2	NaCl 1.2혼입	4788.09	38.35	0.088															
		2.4	NaCl 2.4혼입	7623.34	107.70	0.159															
		4.8	NaCl 4.8혼입	13017.91	206.80	0.255															
2차년도 시편 촉진탄산화시편	단면	탄산화	4주 촉진탄산화 시편의 할렬 단면	-	-	-	-	-	-												
				-																	
				-																	
2차년도 시편 - 촉진염화물시편	단면	R-1	침투면 NaCl 수용액 농도 1%, 시편 단면	-	-	-	Cl-확인	-	-	-											
		R-3	침투면 NaCl 수용액 농도 3%, 시편 단면	-			Cl-확인														
	용출 용액	R-1-1	침투면 NaCl 수용액 농도 1%, 길이별 시편 용출용액	<table><tr><td>Paper, 150uL 건조</td><td>AEM, dipping후 건조</td></tr><tr><td>9859.54</td><td>9859.54</td></tr><tr><td>5687.7</td><td>5687.7</td></tr><tr><td>2635.09</td><td>2635.09</td></tr><tr><td>1942.83</td><td>1942.83</td></tr><tr><td>1728.45</td><td>1728.45</td></tr></table>	Paper, 150uL 건조	AEM, dipping후 건조	9859.54				9859.54	5687.7	5687.7	2635.09	2635.09	1942.83	1942.83	1728.45	1728.45	3384.07	0.369
		Paper, 150uL 건조			AEM, dipping후 건조																
		9859.54			9859.54																
		5687.7			5687.7																
		2635.09			2635.09																
		1942.83			1942.83																
		1728.45			1728.45																
		R-1-2			2245.46	0.236															
		R-1-3			76.32	0.035															
		R-1-4			72.37	0.020															
		R-1-5			98.03	0.022															
R-3-1	5961.30	0.720																			
R-3-2	2239.48	0.343																			
R-3-3	108.70	0.030																			
R-3-4	102.72	0.030																			
R-3-5	91.67	0.030																			

구분				스페클립스	/강원대 / 한양이엔씨					
				LIPS	IC [Cl] ppm	잔여량 [Cl] %	EPMA [Cl]분 포	TG-DTA	XRF [Cl] %	ICP[Cl] ($\mu\text{g}/\ell$)
2차년도 시편 염수침지시 편	단면	NaCl-0	침지 NaCl 수용액 농도 0%, 시편 단면	-	-	-	Cl-확인			
		NaCl-2	침지 NaCl 수용액 농도 2%, 시편 단면	-			Cl-확인			
		NaCl-4	침지 NaCl 수용액 농도 4%, 시편 단면	-			Cl-확인			
	용출 용액	CL-0	침지 NaCl 수용액 농도 0%, 시편 용출용액	Paper, 150uL 건 AEM, dipping 후 조 건조 2209.93 2124.86	91.14	0.020	-	-	-	-
		CL-2-1	침지 NaCl 수용액 농도 2%, 길이별 시편 용출용액	Paper, 150uL 건 AEM, dipping 후 조 건조 9907.59 11454.18	3184.96	0.439				
		CL-2-2		4156.59 2631.65	491.36	0.073				
		CL-2-3		2894.29 2861.2	427.12	0.086				
		CL-2-4		3231.73 3309.67	471.76	0.085				
		CL-4-1	침지 NaCl 수용액 농도 4%, 길이별 시편 용출용액	Paper, 150uL 건 AEM, dipping 후 조 건조 11678.05 19218.72	4398.31	0.534				
		CL-4-2		2717.16 5495.57	669.10	0.096				
		CL-4-3		2479.08 2992.38	501.92	0.073				
		CL-4-4		3401.93 2878.54	498.44	0.075				
2차년도 시편 - 황산침지시 편	단면	Na ₂ SO ₄ -0	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 0%, 시편 단면	-	-					
		Na ₂ SO ₄ -5	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 5%, 시편 단면	-						
		Na ₂ SO ₄ -10	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 10%, 시편 단면	-						
	용출 용액	SO-0	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 0%, 시편 용출용액	AEM, dipping 4583.57	744.99	-	-	-	-	-
		SO-5-1	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 5%, 길이별 시편 용출용액	AEM, dipping 9977.828	1563.89					
		SO-5-2		2725.781	639.42					
		SO-5-3		4047.508	762.76					
		SO-5-4		2969.477	886.44					
		SO-10-1	침지 Na ₂ SO ₄ 수용액 농도 10%, 길이별 시편 용출용액	AEM, dipping 11952.28	2002.54					
		SO-10-2		3795.625	828.46					
		SO-10-3		2119.305	791.10					
		SO-10-4		6905.023	818.75					
2차년도 시편 - 현장코어시 편	단면	Core	현장 콘크리트 코어 할렬 단면 2EA	Surface:16617	-	-	-	-	-	-
				Core:11777						
	용출 용액	Core-S	현장 콘크리트 코어 표면부(Cl ⁻ /SO ₄ ²⁻)	135549	2205.98 /666.90	0.010 /-				
		Core-C	현장 콘크리트 코어 중심부(Cl ⁻ /SO ₄ ²⁻)	129217	7.47 /581.25	0.006 /-				

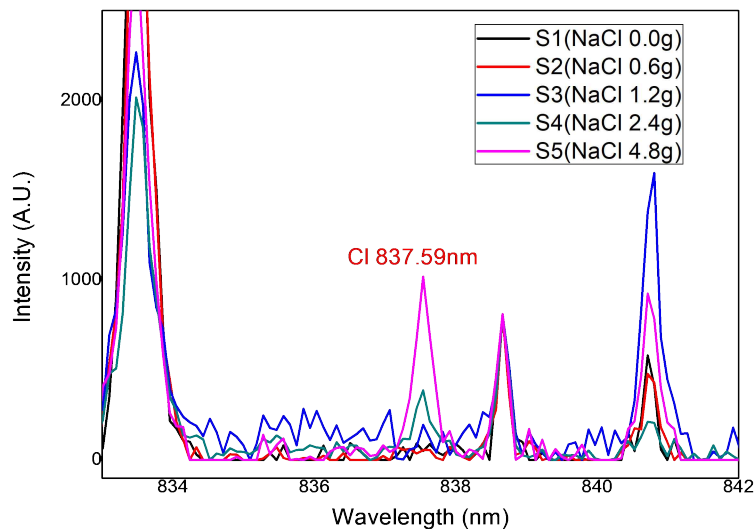
다. 표준분석과 LIBS 검토결과 (콘크리트 염화물)

① 염화물 혼입 샘플 측정

실제 건축물에 포함된 염소 성분의 농도별 변화를 LIBS를 활용하여 측정 가능한지 확인하기 위해서 아래와 같이 0g에서 4.8g 까지 서로 다른 NaCl을 포함하는 5가지 단편시편 및 용액 시편을 제작하고 Q-switched Nd:YAG 레이저 (1064nm, 10ns, 400mJ)를 샘플 표면에 약 2mm 사이즈로 포커싱하여 LIBS 스펙트럼을 측정하였음. 마찬가지로 Near-IR 영역의 염소 (Cl) 라인 (837.59nm)을 검출하기 위해서 100V/mm의 전기장을 적용하여 LIBS 신호 증강을 활용하였음.



몰탈 샘플에 포함된 염소 (Cl) 성분은 기본적으로 균일하게 분포되어 있다고 가정하고 있지만, 실제로는 불균일 혼합물이기 때문에 측정 위치에 따른 신호 변화를 최소화하기 위해서 위와 같이 샘플의 9곳에서 총 50번의 LIBS 신호를 측정한 후 적층하였고 각 샘플마다 동일한 측정을 10번 수행한 후 평균값을 구해서 노이즈 대비 신호 비율 (SNR)을 높이하고자 했음.



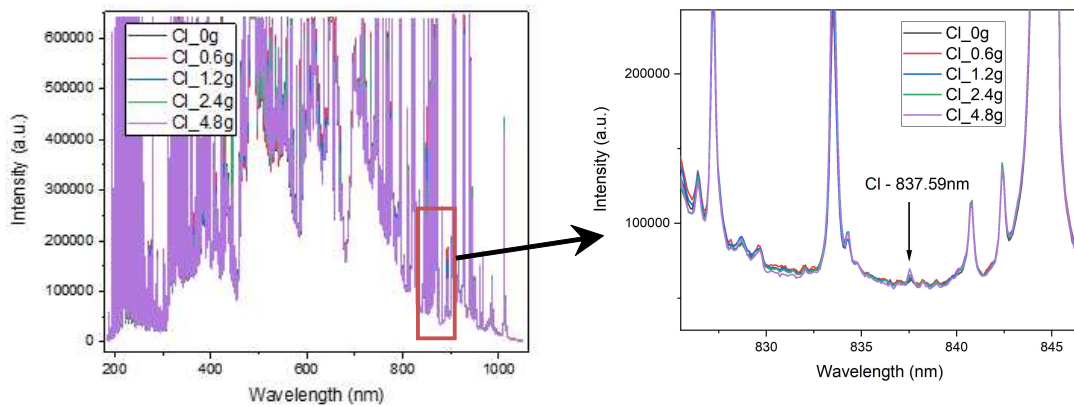
몰탈 속 염소 (Cl) 성분 분석 결과

서로 다른 NaCl 농도를 가지고 있는 5가지 몰탈 샘플의 LIBS 측정 결과 NaCl 2.4g과 4.8g을 포함하는 샘플 4,5번에서 염소 (Cl) 837.59nm peak이 나타나는 것을 확인할 수 있음 ([그림10]). 하지만 그 신호의 세기가 노이즈 레벨과 많은 차이를 보이지 않고 있고, 그 외 샘플2 (NaCl 0.6g), 샘플3 (NaCl 1.2g)에서는 염소(Cl)에 대한 LIBS 신호가 현재까지는 관찰되지 않았음. 같은 조건일 경우에 LIBS 신호의 강도는 레이저 조사 시에 ablation되어 플라즈마를 형성하게 되는 대상 샘플의 질량이 비례할 수 밖에 없음.

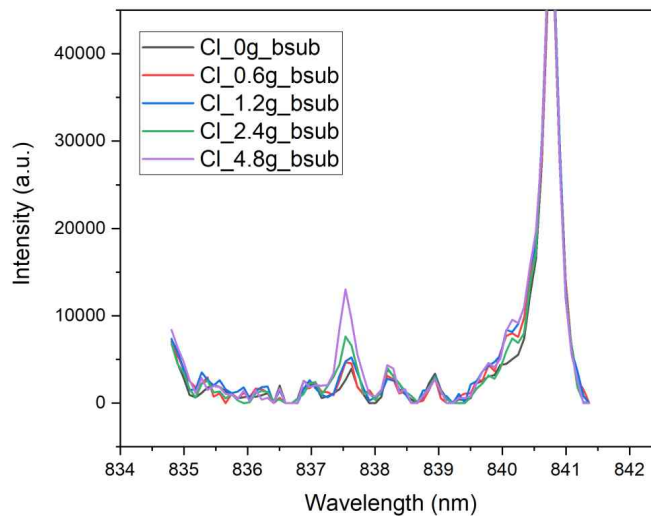
예를 들어 NaCl 용액을 측정하는 경우에는 일정 용량의 샘플을 기판위에 인가하고 건조 후에 레이저로 ablation 시켜서 LIBS 신호를 측정하게 되는데, 이 과정에서 저농도의 시료가 농축되는 효과를 가지게 되고 레이저 조사 시 한번에 ablation되는 염소 (Cl) 원자의 숫자가 증가하게 된다. 하지만 고체 상태의 샘플을 측정 시에는 이러한 농축 효과를 기대하기 어렵기 때문에 레이저에 의해서 ablation되는 절대적인 염소 (Cl) 원자의 숫자가 적어질 수밖에 없고, 전기장을 사용하여 LIBS 시그널을 50배 이상 증강하였음에도 불구하고 만족스럽지 못한 신호를 현재까지 측정할 수 없었음. 따라서 용액 샘플을 이용하여 용액 내 염소 이온을 농축하여 추가적으로 측정을 수행함.

② 염화물 혼입 용액 샘플 측정

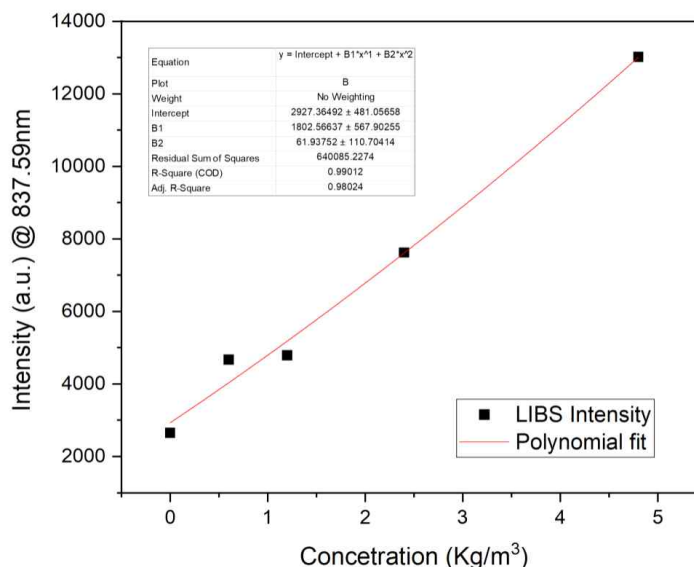
염화물 혼입 용액 샘플에 음이온 교환막 (AEM, anion exchange membrane)을 넣어 음이온 교환막에 염소 이온을 흡착 농축시켜 측정하였음.



각 샘플별 raw LIBS 스펙트럼을 확대하면 837.59nm ($3p44p4D7/2 \rightarrow 3p44s\ 4P5/2$)에서 염소 이온 픽이 나타남을 확인할 수 있음.



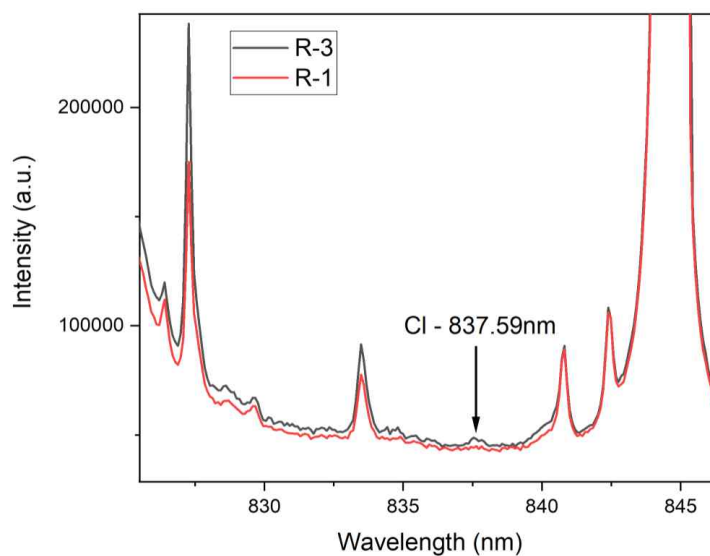
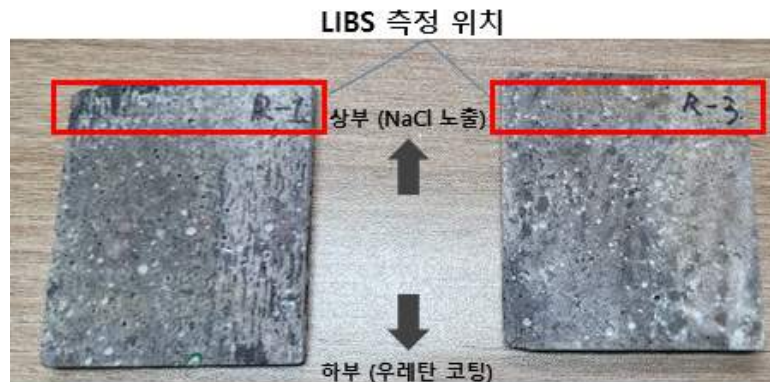
염소 이온 픽 주변 834.5nm에서 841.5nm 구간을 확대 후 2nd order polynomial fitting으로 백그라운드 신호를 제거한 후 837.59nm 픽의 신호 세기를 샘플 실제 염화물 농도값과 비교하면 다음과 같다. LIBS를 이용하여 측정한 염소 이온 픽 (837.59nm)의 신호 강도는 실제 샘플의 염화물 농도와 상당히 높은 상관관계를 보여주고 있음. 따라서 LIBS를 이용한 콘크리트 샘플 내 염화물 농도 측정에 유용한 게 사용될 수 있다는 것을 보여줌.



③ 염화물 침투 (촉진) 샘플 측정

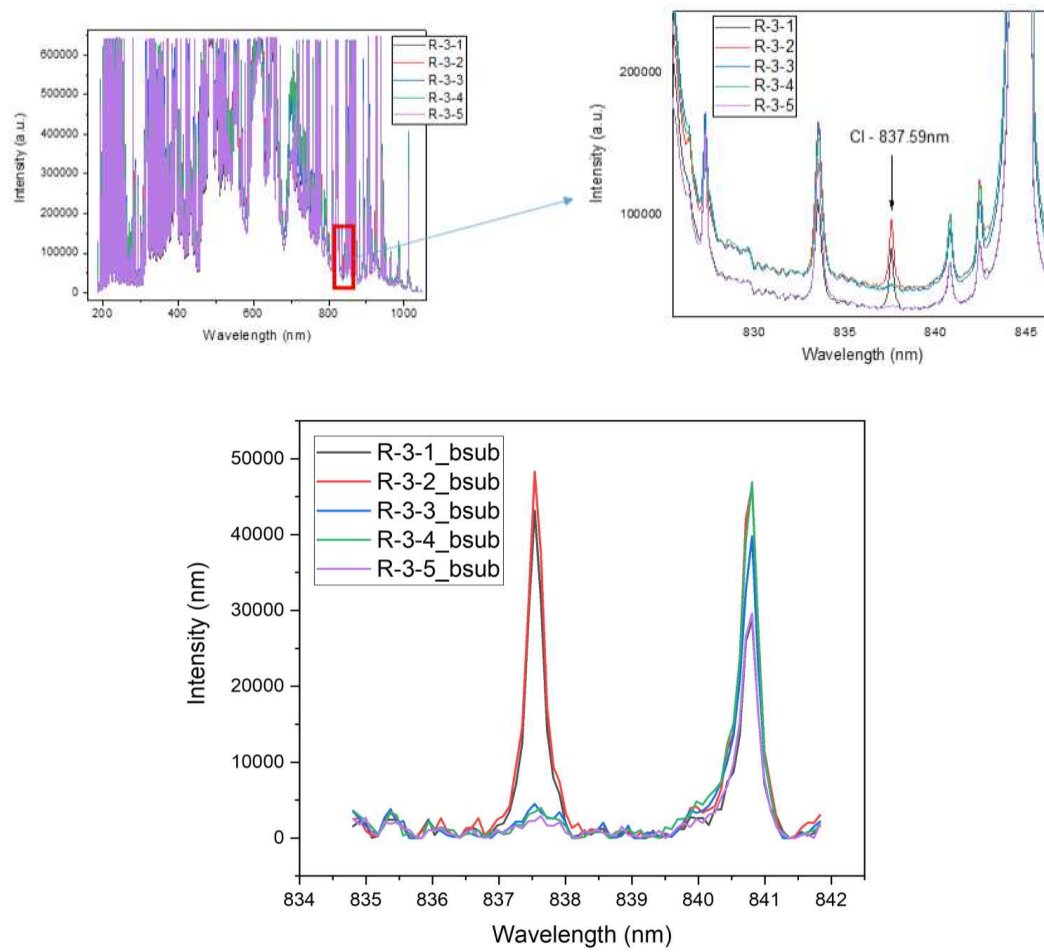
구분	시험체 형태	변수	시편구분	
염화물 침투 (촉진)	실린더몰드 절단 ($\varnothing 100 \times 200$)	침투면 NaCl 수용액 농도: 1%, 3%	단면시편 (100x50)	용액시편 (분말10g/증류수40 ml)
			변수별 종방향 절단 1EA	R-1-1/R-3-1 R-1-2/R-3-2 R-1-3/R-3-3 R-1-4/R-3-4 R-1-5/R-3-5

좀 더 실제 환경과 유사한 경우를 모사하기 위해서 실린더 모양의 콘크리트 샘플의 한쪽면을 각 1%, 3% 농도의 NaCl 수용액에 노출시킨 후 깊이별로 5단계로 절단하여 측정함 (샘플번호 1번이 NaCl 수용액에 노출된 면임). 각 1% (R-1), 3% (R-3) NaCl 수용액으로 침투 (촉진)시킨 실린더 모양의 샘플을 종방향으로 절단한 단면 샘플에 대해서 LIBS 측정을 수행함. 아래와 같이 R-1 (NaCl 1%), R-3 (NaCl 3%) 샘플의 가장 상단에 레이저를 10번씩 조사하여 LIBS 신호를 측정한 후 적층하였음. 결과적으로 NaCl 수용액에 직접적으로 노출된 각 샘플의 최 상단에서 위의 그래프와 같이 837.59nm에서 염소 이온의 신호가 검출되었지만 그 신호가 매우 약하고, 염화물의 농도가 낮은 샘플의 아래쪽에서는 유의미한 LIBS 신호를 측정하는 것이 어려웠음. 따라서 염화물 침투 (촉진) 샘플의 각 깊이별 용출액을 이용하여 추가적인 측정을 진행했음

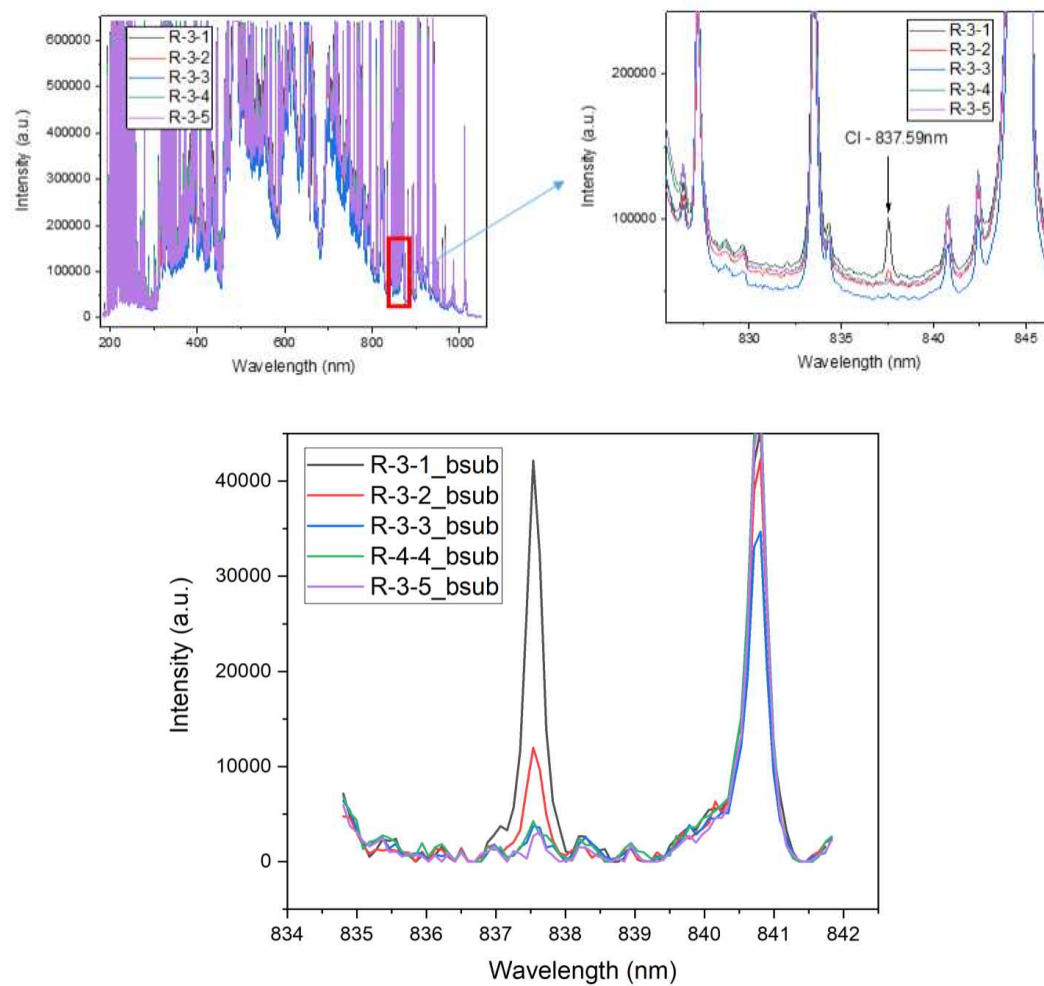


염화물 침투 (촉진) 용액 샘플은 앞서 샘플 준비 방법에서 설명한 것과 같이 피펫으로 150uL를 paper based substrate에 뿌린 후 건조시키는 방법과 음이온 교환막 (AEM)을 이용한 방법을 사용하여 염소 이온의 농도를 농축시킨 후 LIBS 측정을 진행하였음

a. 용액 샘플 건조 후 측정

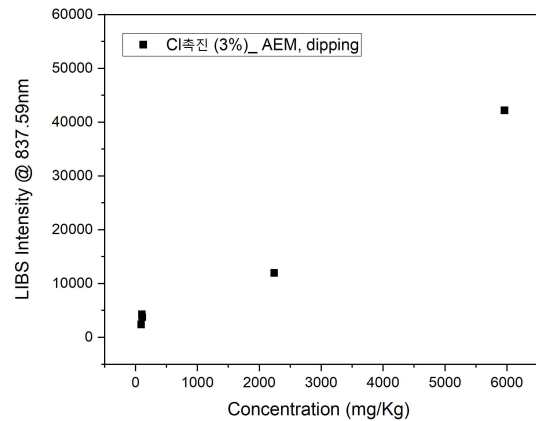
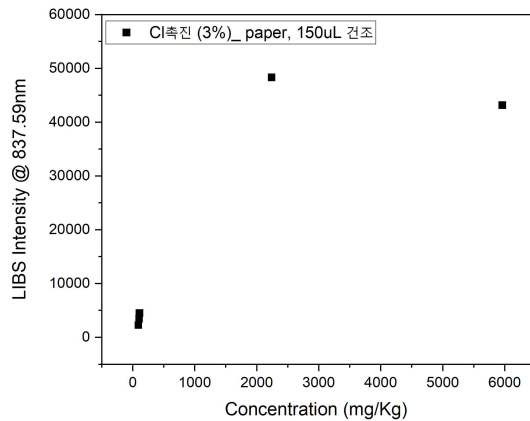


b. AEM을 통한 염소 이온 농축 후 측정



c. 표준 농도 측정 (Ion Chromatograph) 결과와 비교

Sample no.	표준측정농도 (mg/Kg)	Paper, 150uL 건조	AEM, dipping후 건조
R-3-1	5961.3	43171.77	42166.36
R-3-2	2239.48	48289.98	11985.03
R-3-3	108.7	4487.59	3738.54
R-3-4	102.72	3443.59	4273.57
R-3-5	91.67	2266.81	2386.23



동일한 염화물 침투 (측진) 샘플에 대해서 표준 농도 측정을 진행했고, 그 결과를 LIBS 측정 값과 비교한 결과 상당한 상관관계를 보여주고 있음 특히 음이온 교환막 (AEM)을 이용한 방법에서 LIBS 측정 결과와 표준 측정 농도와 잘 일치되는 결과를 보여주고 있음.

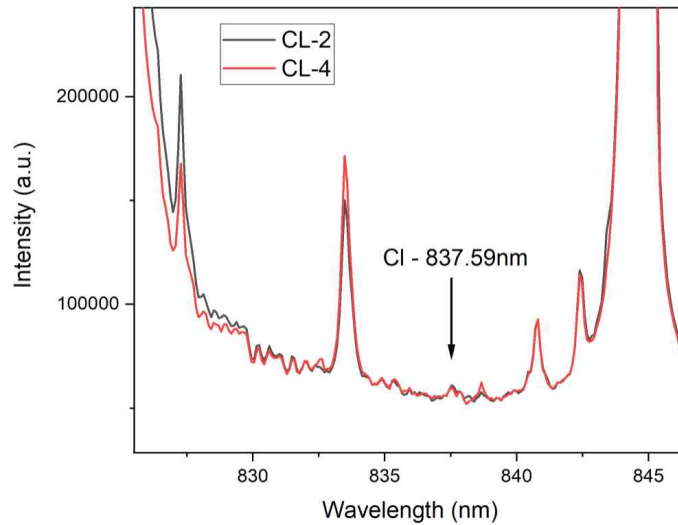
④ 염화물 침투 (침지) 샘플 측정

구분	시험체 형태	변수	시험구분	
염화물 침투 (침지)	실린더몰드 절단 ($\varnothing 100 \times 200$)	NaCl 수용액 농도: 0%, 2%, 4%	단면시험 (100x50)	용액시험 (분말10g/증류수40ml)
			변수별 종방향 절단 1EA	CL-0 CL-2-1/CL-4-1 CL-2-2/CL-4-2 CL-2-3/CL-4-3 CL-2-4/CL-4-4

염화물 침투 (측진) 방법과 유사하게, 이번에는 동일한 크기의 실린더 모양의 샘플을 각 0%, 2%, 4%의 NaCl 수용액에 한쪽면을 침지 시킨 후 횡방향으로 절단한 단면 시험과 깊이 별 4단계로 횡방향으로 절단하여 만든 용액 샘플을 LIBS로 측정하였음. (마찬가지로 샘플번호 1번이 NaCl 수용액에 노출된 부분임)

각 2% (CL-2), 4% (CL-4) NaCl 수용액으로 침투 (침지)시킨 실린더 모양의 샘플을 종방향으로 절단한 단면 샘플에 대해서 LIBS 측정을 수행함.아래와 같이 각 샘플의 가장 상단에 레이저를 10번씩 조사하여 LIBS 신호를 측정한 후 적층하였음



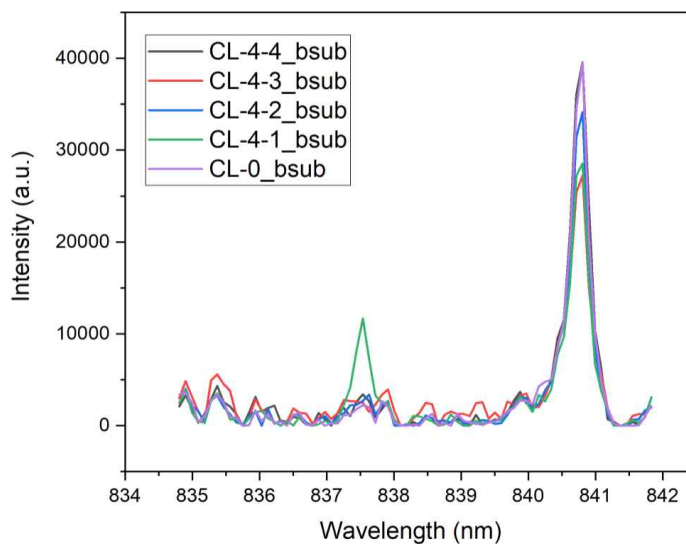
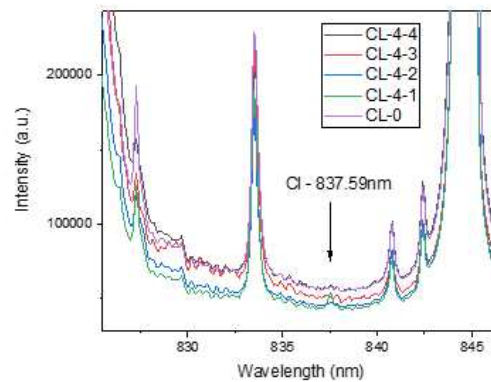
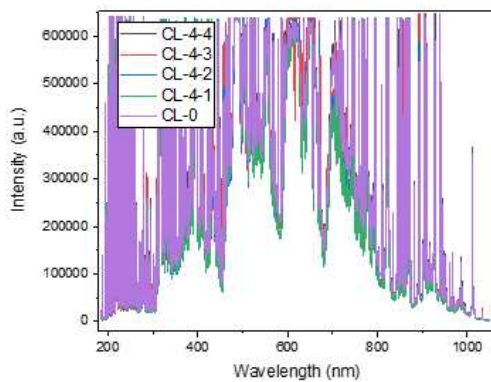


단면 샘플에 대한 측정 결과 다른 결과와 비슷하게 NaCl 수용액과 직접 접촉한 샘플 최상단에서만 위와 같이 염소 이온 신호가 측정되었기 때문에 추가적으로 용액 샘플에 대한 LIBS 측정을 진행하였음

샘플 건조 방식과 음이온 교환막 (AEM)을 활용하여 용액 속 염소 이온을 농축한 후 동일하게 10번씩 LIBS 측정 후 신호를 적층하였음.

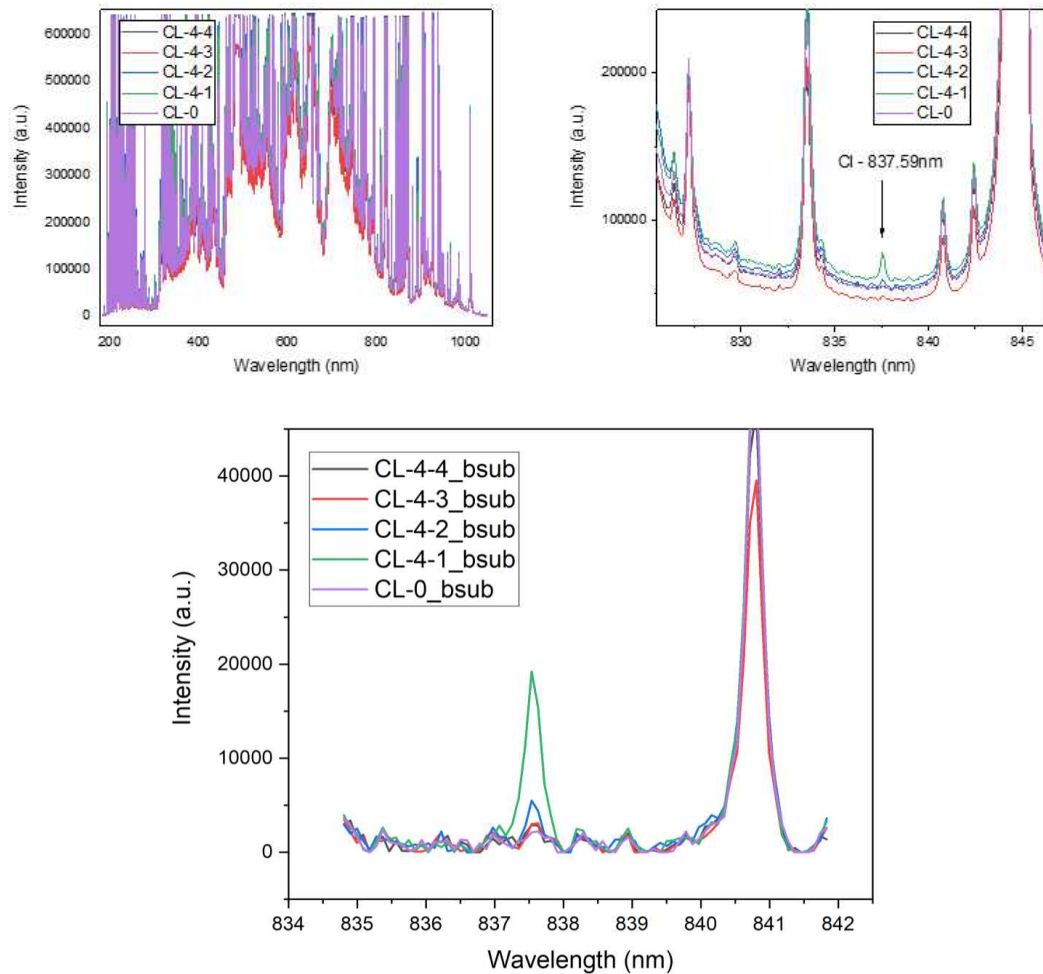
염화물 침투 (침지) 4% 측정 결과

a. 용액 샘플 건조 후 측정



단면 샘플 측정 결과와 유사하게 NaCl 용액과 직접 접촉한 1번 샘플에서만 염소 이온 신호가 크게 나타나고 나머지 샘플에서는 상대적으로 신호가 약하게 나타남.

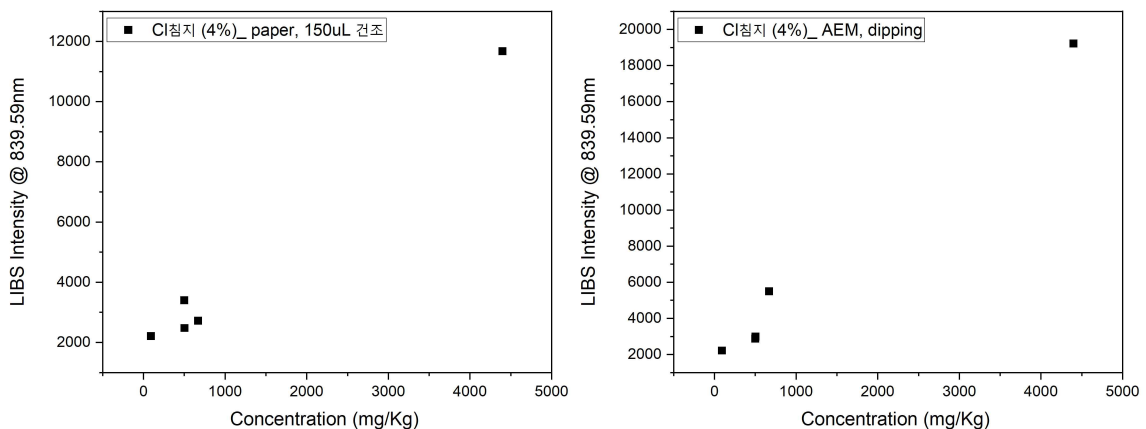
b. AEM을 통한 염소 이온 농축 후 측정



음이온 교환막으로 염소 이온을 농축한 경우에는 건조한 경우보다 상대적으로 염소 이온 신호가 강하게 측정되었지만, 동일하게 1번 샘플을 제외하고는 신호가 약하게 나타남.

c. 표준 농도 측정 (Ion Chromatograph) 결과와 비교

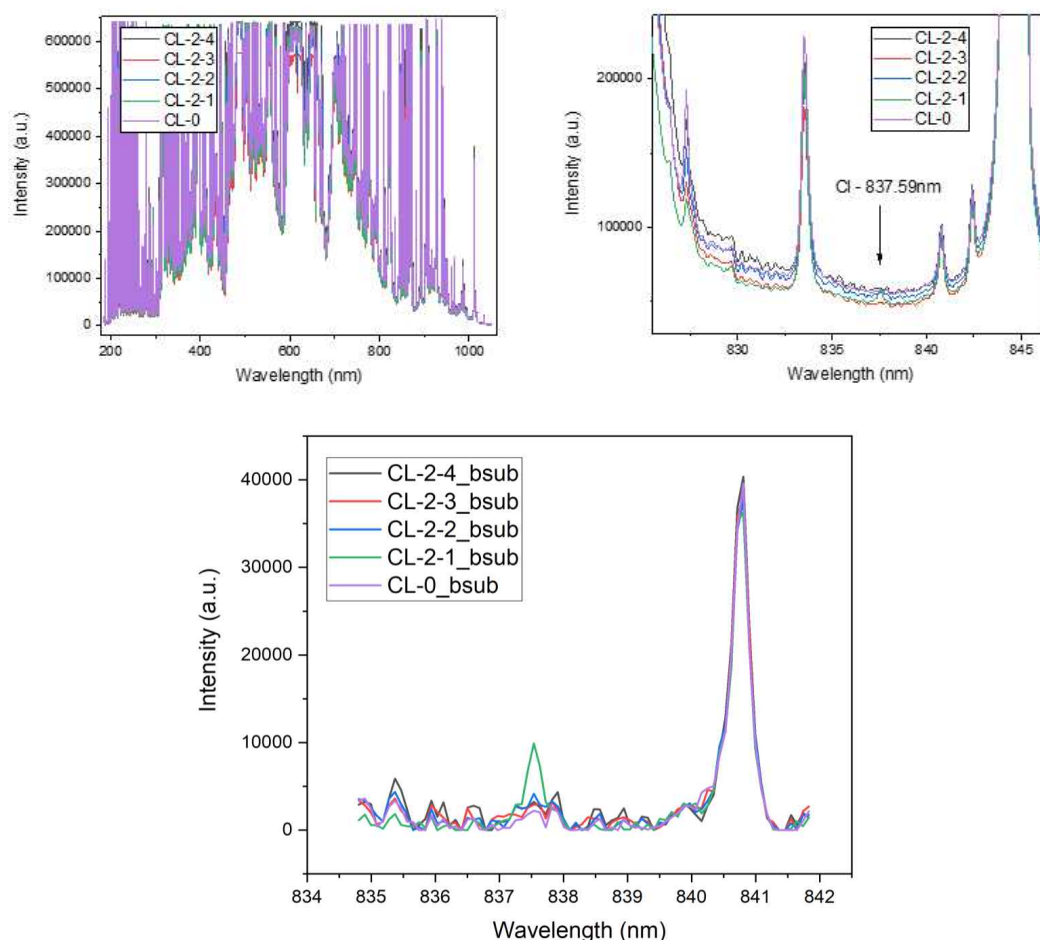
Sample no.	표준측정농도 (mg/Kg)	Paper, 150uL 건조	AEM, dipping후 건조
CL-0	91.14	2209.93	2214.86
CL-4-1	4398.31	11678.05	19218.72
CL-4-2	669.1	2717.16	5495.57
CL-4-3	501.92	2479.08	2992.38
CL-4-4	498.44	3401.93	2878.54



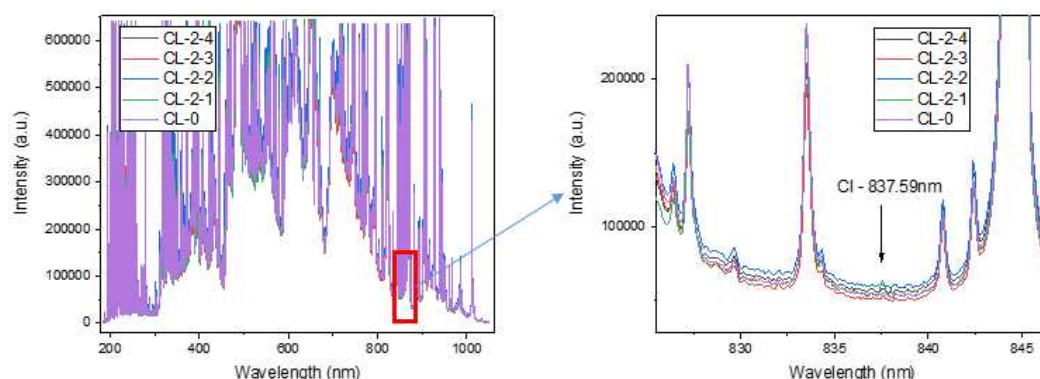
침지 방식으로 염화물을 침투 시킨 샘플의 깊이 별 염소 이온 농도를 LIBS로 측정한 경우와 표준 방식 (Ion Chromatography)으로 측정한 결과를 비교했을 때 상당히 높은 양의 상관관계가 있음을 확인할 수 있었다. 다만 한정된 과제 기간으로 콘크리트 샘플을 침지 시킨 시간 충분이 길지 않았기 때문에 깊이별로 순차적인 농도 변화를 관찰할 수는 없었음.

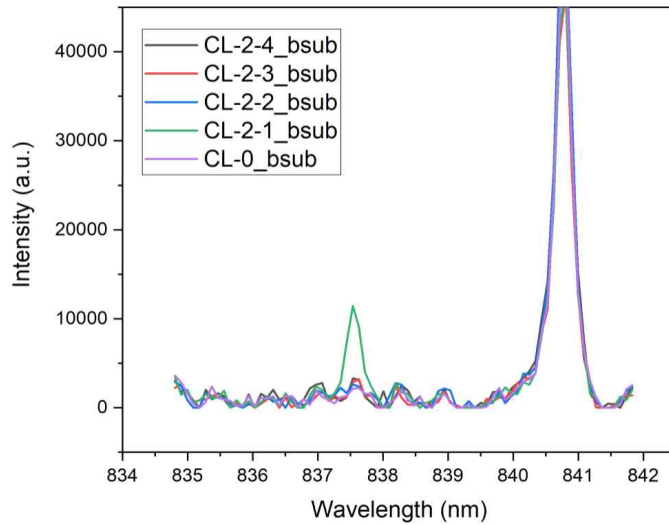
NaCl 2% 수용액에 샘플을 침지 시켜 염화물을 침투시킨 샘플에 대해서도 샘플 건조 및 음이온 교환막을 이용한 염소 이온 농측 방식으로 동일한 LIBS 측정을 진행함.

a. 용액 샘플 건조 후 측정



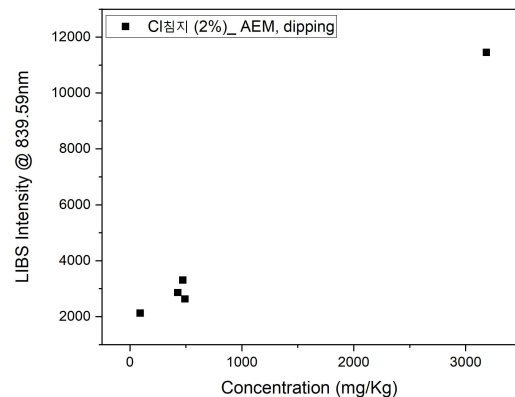
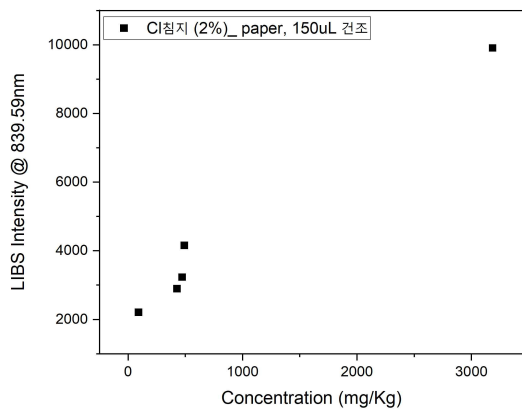
b. AEM을 통한 염소 이온 농축 후 측정





c. 표준 농도 측정 (Ion Chromatograph) 결과와 비교

Sample no.	표준측정농도 (mg/Kg)	Paper, 150uL 건조	AEM, dipping후 건조
CL-0	91.14	2209.93	2124.86
CL-2-1	3184.96	9907.59	11454.18
CL-2-2	491.36	4156.59	2631.65
CL-2-3	427.12	2894.29	2861.2
CL-2-4	471.76	3231.73	3309.67

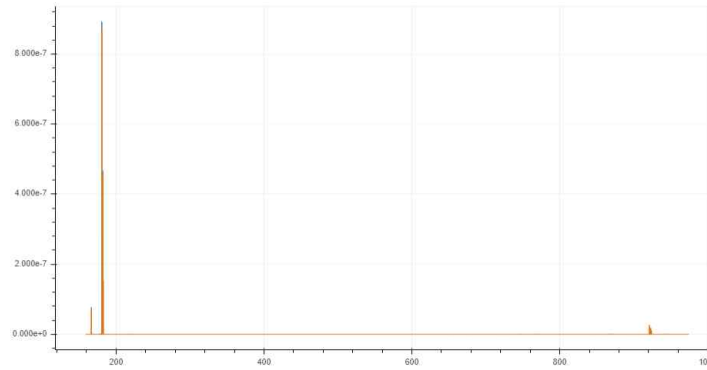


라. 표준분석과 LIBS 검토결과 (콘크리트 황산염)

황산염 침투 (침지) 샘플 측정

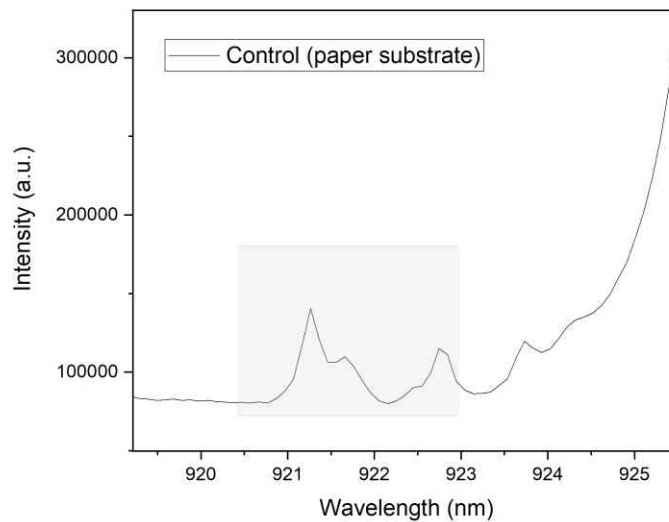
구분	시험체 형태	변수	시험구분	
황산염 침투 (침지)	실린더몰드 절단 ($\varnothing 100 \times 200$)	Na ₂ SO ₄ 수용액 농도: 0%, 5%, 10%	단면시험 (100x50)	용액시험 (분말10g/증류수40ml)
			변수별 종방향 절단 1EA	SO-0 SO-5-1/SO-10-1 SO-5-2/SO-10-2 SO-5-3/SO-10-3 SO-5-4/SO-10-4

이번에는 각각 5%, 10% 농도의 Na₂SO₄ 수용액에 실린더 형태의 콘크리트 샘플을 침지시켜 깊이별로 황산염의 침투 정도를 LIBS로 측정하였음. 황 (Sulfur)이온의 LIBS 픽은 아래와 같이 VUV 영역에서 가장 높은 신호 강도를 가지고 있지만, VUV 영역의 신호는 대부분 공기중에 흡수되기 때문에 진공상태에서만 측정이 가능하고 이번 측정에서는 NIR 영역의 921.3nm 픽을 이용하여 측정하였음.



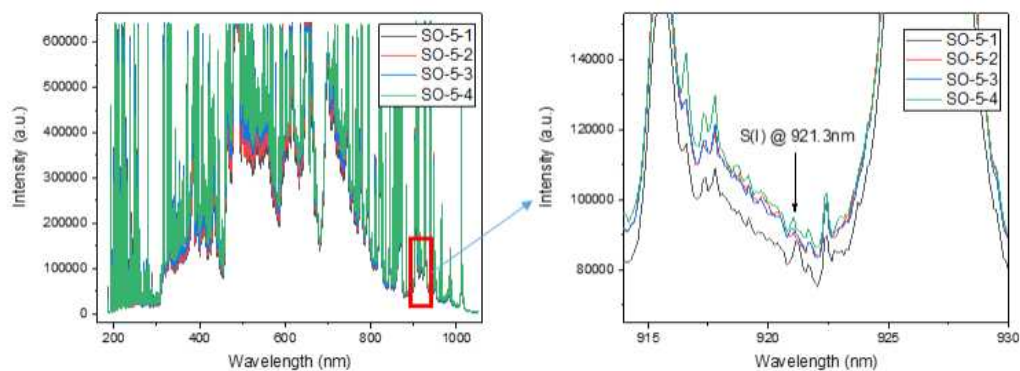
황 (Sulfur) 이온의 LIBS 스펙트럼 시뮬레이션 (출처)
[www.http://libs-info.com](http://libs-info.com)

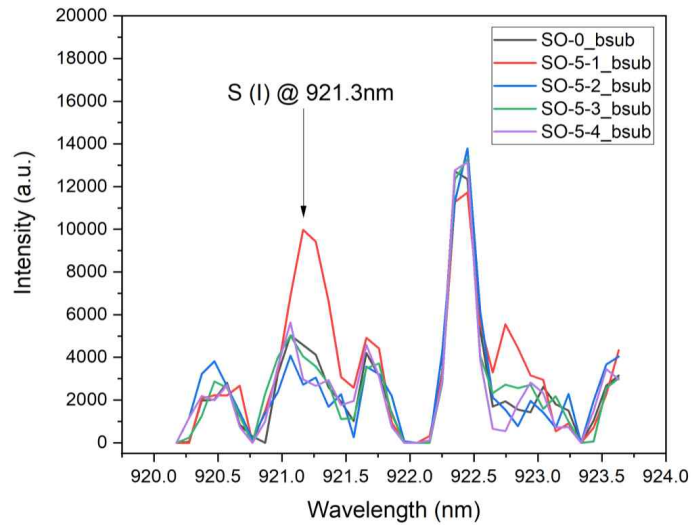
그리고 paper substrate의 LIBS 스펙트럼이 황 이온의 신호 영역 (921.3nm)과 겹치는 것이 확인되어 이번에는 음이온 교환막을 이용한 방법으로만 측정을 진행하였음.



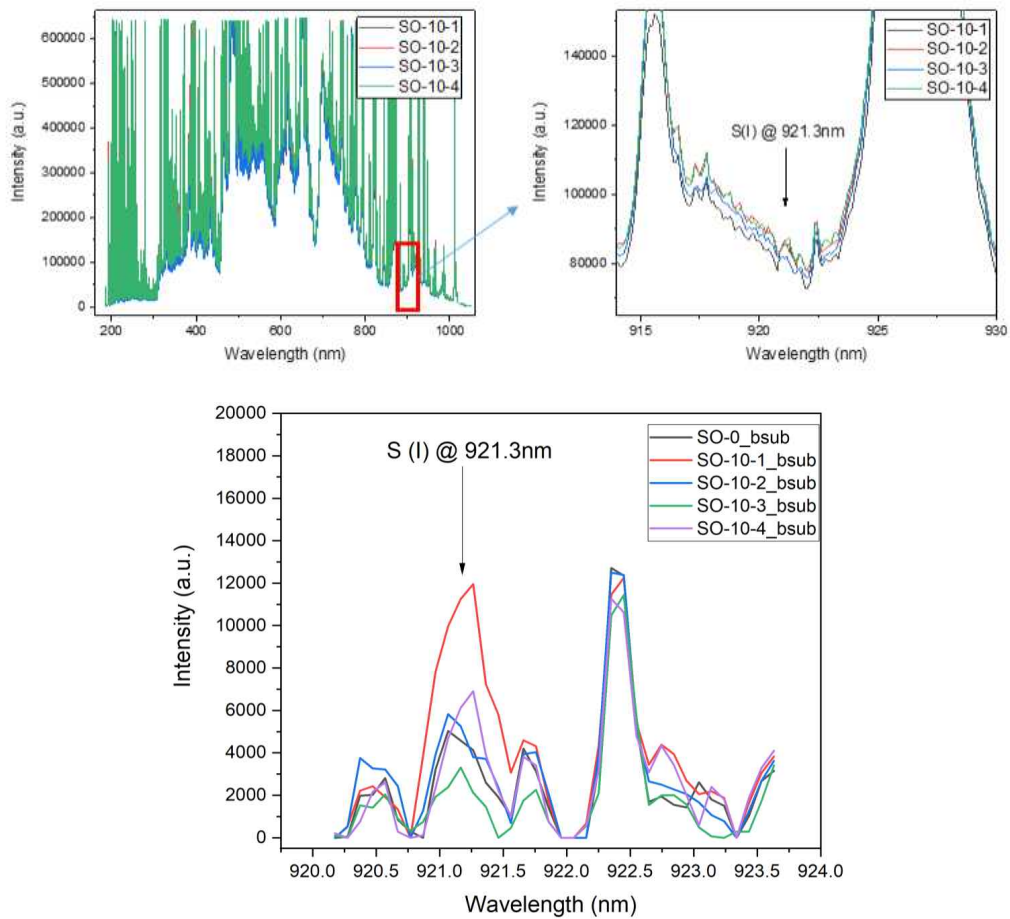
paper substrate의 920nm 근처 LIBS 스펙트럼

① 황산염 침투 (침지) 5% 용액 샘플 측정 (AEM 방식)





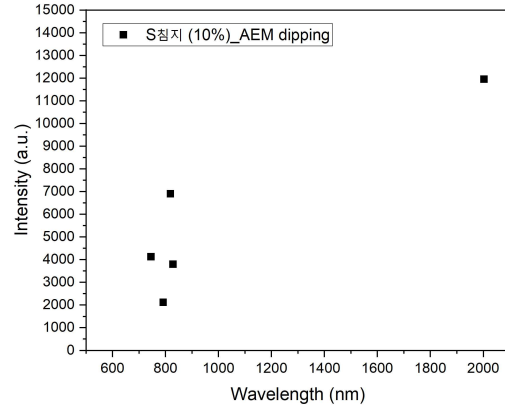
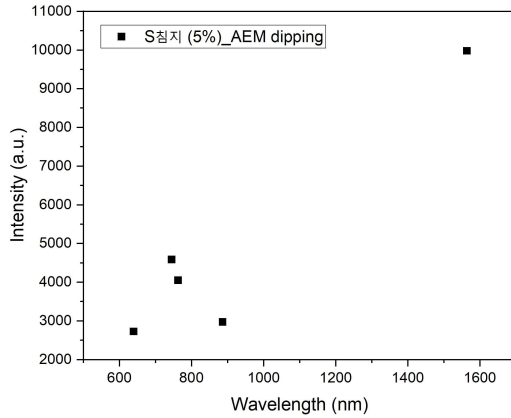
② 황산염 침투 (침지) 10% 용액 샘플 측정 (AEM 방식)



③ 황산염 침치 샘플 측정 결과 표준 농도 측정 (Ion Chromatograph) 결과와 비교

Sample no.	표준측정농도 (mg/Kg)	AEM, dipping
SO-0	744.99	4583.57
SO-5-1	1563.89	9977.828
SO-5-2	639.42	2725.781
SO-5-3	762.76	4047.508
SO-5-4	886.44	2969.477

Sample no.	표준 측정농도 (mg/Kg)	AEM, dipping
SO-0	744.99	4127.141
SO-10-1	2002.54	11952.28
SO-10-2	828.46	3795.625
SO-10-3	791.1	2119.305
SO-10-4	818.75	6905.023

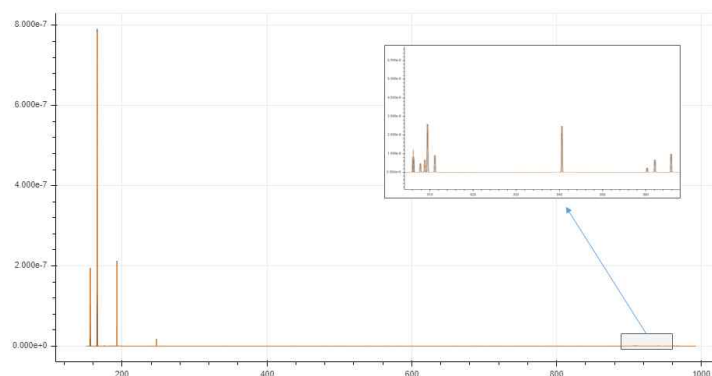


황산염 침투 (축진) 샘플에 대한 LIBS 측정 결과 표준 측정 (Ion Chromatography) 결과가 상당히 일치하는 것을 확인 할 수 있지만 낮은 농도에서는 측정 오차가 상대적으로 많은 영향을 미치는 것으로 보임. 따라서 좀 더 황 (Sulfur) 이온의 LIBS 신호의 감도를 높이는 것이 필요할 것으로 예상됨.

마. 표준분석과 LIBS 검토결과 (콘크리트 탄산화)

구분	시험체 형태	변수	시험구분	
			단면시험 표면부/중심부 각 1EA	용액시험 Core-S Core-C
콘크리트 탄산화	현장코어시험	Surface / Core		

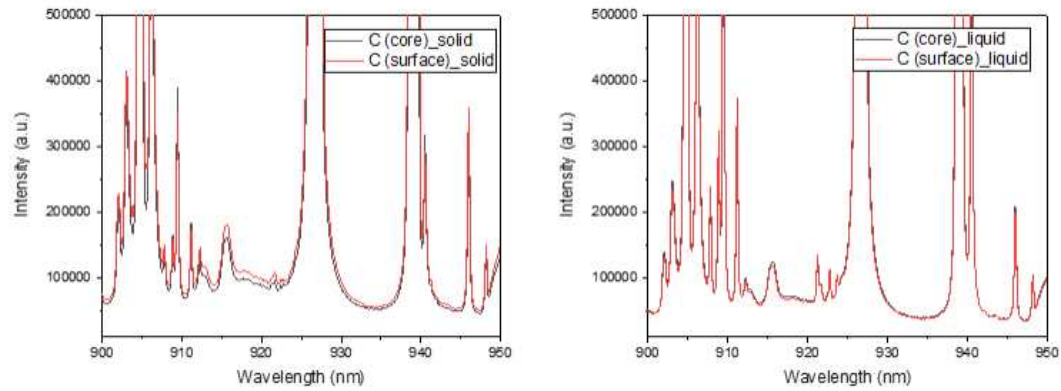
콘크리트의 탄산화 정도를 측정하기 위해서 위와 같이 현장코어시험의 중심부와 표면부에 대해서 동일한 LIBS 측정을 진행하고자 했음



탄소 (C) 원소의 LIBS 스펙트럼 시뮬레이션 (출처)

www.libs-info.com

하지만 위와 같이 탄소에 대한 LIBS 스펙트럼은 주로 VUV에 강하게 나타나고, 940.57 nm에서도 약한 신호가 나오기는 하지만 1000배 이상 낮기 때문에 유의미한 측정이 어려울 것을 예상되었음.



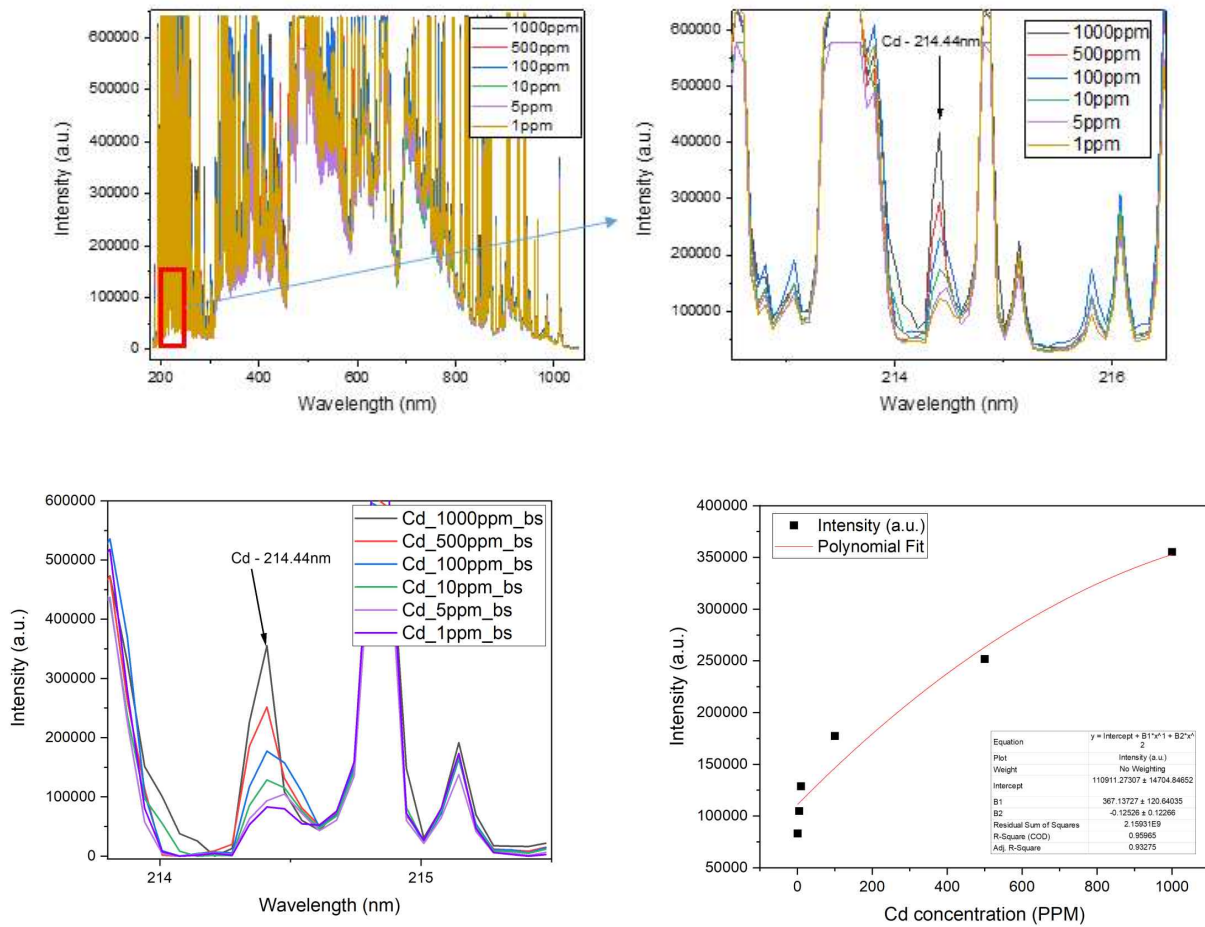
실제 고체 시편과 용액 시편에 대한 측정 결과 위와 같이 900~950nm 구간에서 표면 샘플과 중심부 샘플 간의 유의미한 차이를 확인할 수 없음.

기본적으로 탄소 성분은 콘크리트 내부에 이미 존재하고 추가적으로 외부로부터 유입되는 미세한 탄소 성분의 농도 변화를 측정해야 하는 만큼 작은 농도 차이를 구분할 수 있을 만큼 LIBS 신호가 충분히 강해야하는데, NIR 영역의 탄소 시그널은 약하면서 다른 배경 신호와의 간섭이 많아서 유의미한 차이를 측정하는 데 한계가 있었음. 경우에 따라서 진공 상태에서 VUV 영역의 시그널을 측정하는 것이 필요할 수 있지만 현 과제에서는 진행하지 않음.

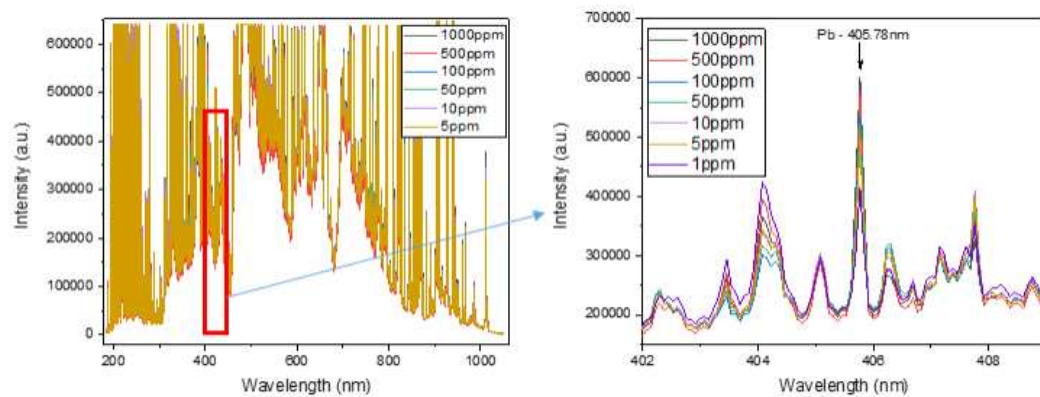
바. 표준분석과 LIBS 검토결과 (중금속 검출)

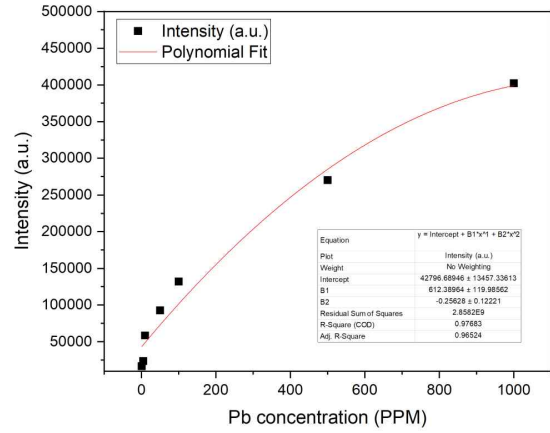
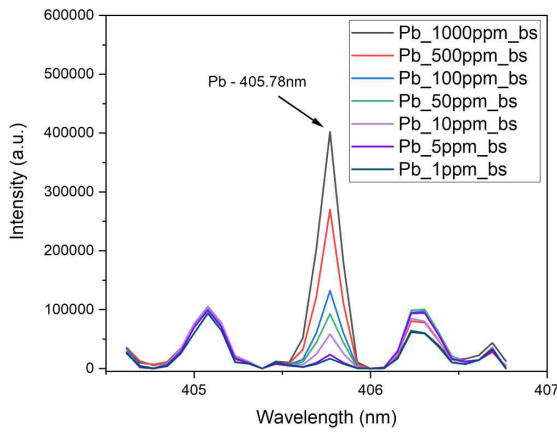
여러 가지 건설 자재에 포함된 중금속 성분을 신속하게 측정하기 위한 기초 실험으로 본 과제에서 카드뮴 (Cd), 납 (Pb), 수은 (Hg) 과 같은 3종의 중금속에 대해서 1ppm에서 1000ppm까지 농도별 측정 시험을 진행하였음.

①3.5.1 카드뮴 (Cd) 측정

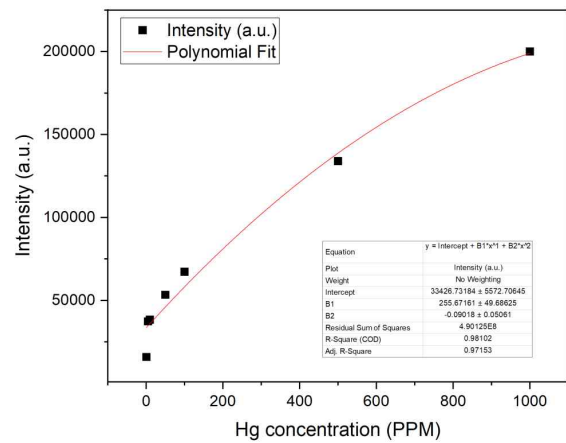
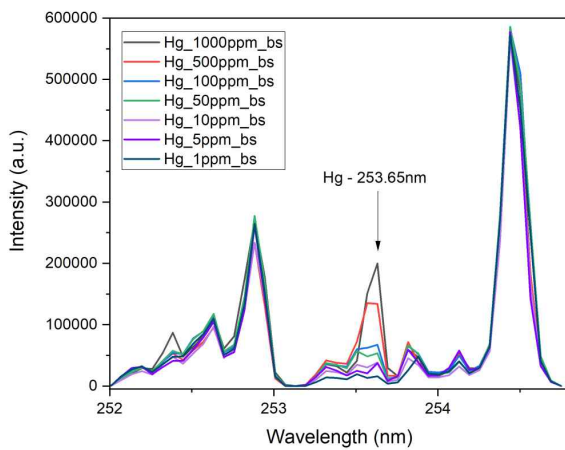
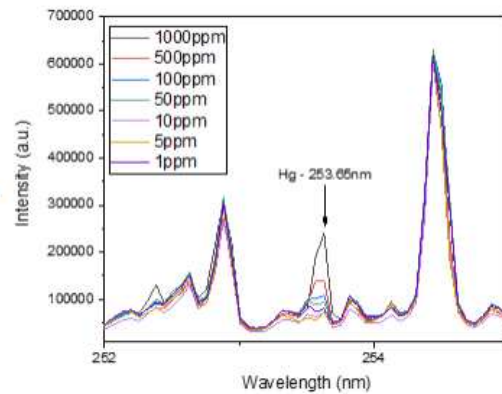
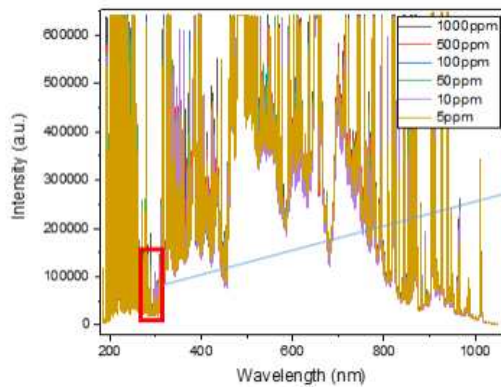


② 납 (Pb) 측정





③ 수은 (Hg) 측정



카드뮴, 납, 수은의 3 가지 중금속 농도별 측정 결과 LIBS 신호와 농도 간에 밀접한 상관관계를 확인할 수 있었음. 하지만 실제 중금속 측정에 적용하기 위해서 좀 더 낮은 농도에서 다량의 샘플에 대해서 정밀한 측정을 진행하고 그 결과를 바탕으로 정밀한 캘리브레이션 곡선을 얻는 것이 필요할 것으로 예상됨.

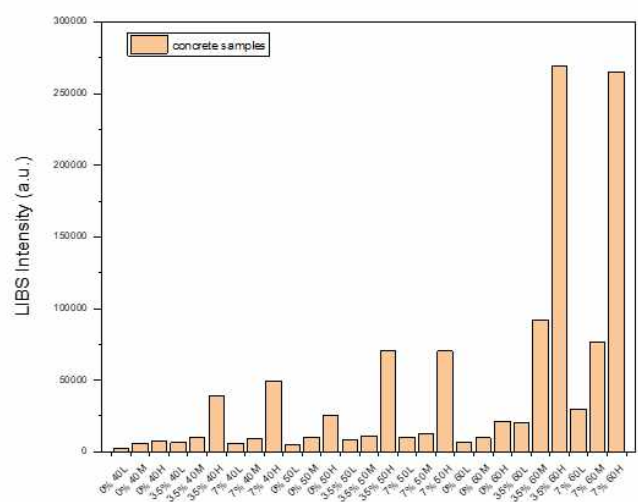
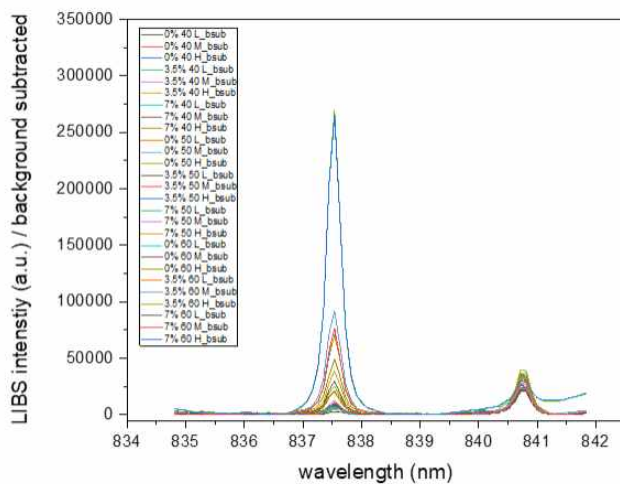
사. 콘크리트 Water-cement ratio (W/C) 에 따른 염수 침수 정도 측정

각 40%, 50%, 60%의 W/C를 가지는 콘크리트 샘플 상부에 각 0%, 3.5%, 7% 농도의 염수를 존치시켜 염화물을 일방향으로 침투 유도한 후 상부 기준 각 30mm(H), 45mm(M), 60mm(L) 피복 깊이에서 채취한 샘플 27종 대한 LIBS 측정을 수행하였음

염수농도	w/c	C.D	Sample no.
0.0%	40	30 mm(H)	0% 40H
		45 mm(M)	0% 40M
		60 mm(L)	0% 40L
	50	30 mm(H)	0% 50H
		45 mm(M)	0% 50M
		60 mm(L)	0% 50L
	60	30 mm(H)	0% 60H
		45 mm(M)	0% 60M
		60 mm(L)	0% 60L

염수농도	w/c	C.D	Sample no.
3.5%	40	30 mm(H)	3.5% 40H
		45 mm(M)	3.5% 40M
		60 mm(L)	3.5% 40L
	50	30 mm(H)	3.5% 50H
		45 mm(M)	3.5% 50M
		60 mm(L)	3.5% 50L
	60	30 mm(H)	3.5% 60H
		45 mm(M)	3.5% 60M
		60 mm(L)	3.5% 60L

염수농도	w/c	C.D	Sample no.
7.0%	40	30 mm(H)	7% 40H
		45 mm(M)	7% 40M
		60 mm(L)	7% 40L
	50	30 mm(H)	7% 50H
		45 mm(M)	7% 50M
		60 mm(L)	7% 50L
	60	30 mm(H)	7% 60H
		45 mm(M)	7% 60M
		60 mm(L)	7% 60L



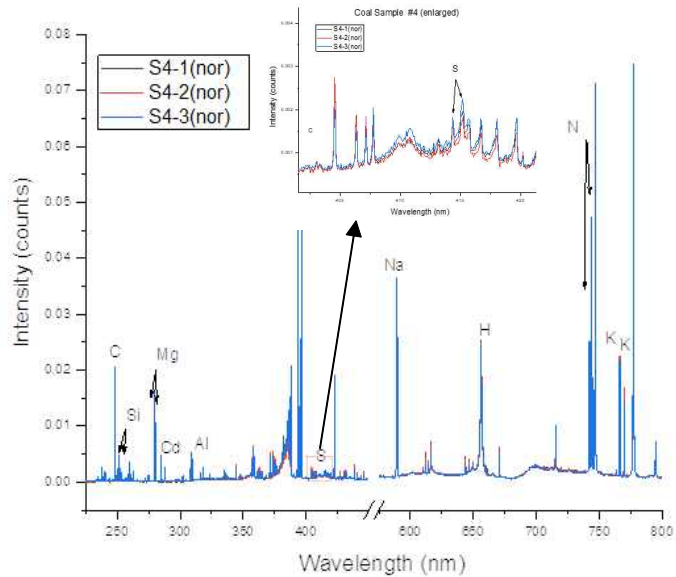
동일하게 각 샘플의 용출액에 음이온 교환막 (AEM)을 담근 후 일정 시간 후에 건조 시켜 LIBS 측정을 수행하였고, 837.59nm에서 나타나는 염소 이온 픽의 강도를 비교하여 샘플별 염소 이온 농도 차이를 추정할 수 있었음. 측정 결과 염수와 접촉하고 있는 상부와 가까운 H 샘플에서 대체적으로 염소 이온 농도가 높은 것으로 나타났고, 추가적으로 W/C 비율 60% 샘플에서 염소 이온 신호가 높은 것으로 보아 W/C 비율이 높은 샘플일수록 염화물 침투가 대체적으로 더 쉽게 일어난다고 추정할 수 있음.

아. 표준분석과 LIBS 분석 Coal 샘플 14 종
아래와 같이 발전소에서 사용되는 석탄 샘플 14종에 대한 LIBS 측정을 진행함



Coal 샘플 14종

화력 발전소의 발전 품질 향상과 유해 물질 배출 저감을 위해서는 원료로 사용되는 석탄의 품질이 중요한 요소이고 현재는 샘플링을 통해서 분석하고 있음. 하지만 석탄의 품질을 공급라인에서 실시간으로 모니터링 할 수 있다면 보다 효율적인 발전소 운영이 가능하고, 이러한 실시간 석탄 품질 관리에 LIBS 활용 가능성을 살펴 보기 위해서 14종 석탄 샘플에 대해서 주요 원소 측정을 진행함.



Coal 샘플 #4에 대한 LIBS 스펙트럼 및 황 (Sulfur) 신호 부분 확대

샘플 별로 서로 다른 세 지점에서 10번씩 레이저를 조사하여 측정한 후 그래프 면적으로 normalization을 한 후 C, N, H, S 원소에 대한 LIBS 측정값을 비교하였음.

Element	Wavelength	S4-1(*)	S4-2(*)	S4-3(*)
C	247.86	0.0167	0.0176	0.0205
N	742.36	0.0190	0.0211	0.0252
N	744.23	0.0361	0.0398	0.0475
N	746.83	0.0545	0.0596	0.0713
H	656.28	0.0254	0.0250	0.0247
S	414.51	0.0018	0.0017	0.0018
S	415.31	0.0019	0.0018	0.0022

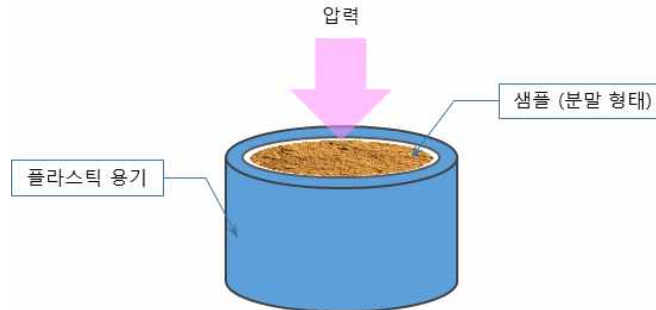
Coal 샘플 #4 주요 성분 LIBS 측정값

(*) Three LIBS spectra per each coal sample was acquired by accumulating 10 shots of laser and were normalized with total area under the curve
위와 같이 탄소 (C) 및 황 (S)와 같은 성분의 LIBS 측정 신호가 안정적으로 측정되는 것을 확인하고 LIBS를 활용한 실시간 석탄 성분 모니터링에 적용 가능성을 1차적으로 확인할 수 있었음. 다만 실제 라인에 적용하기 위해서는 망원렌즈를 활용한 원격 LIBS 시스템 구축 및 정정량 측정을 위한 데이터베이스 및 캘리브레이션 정보 확보가 필요할 것으로 예상됨.

자. 표준분석과 LIBS 분석(기타 부산물)

a. 샘플 종류

추가적으로 LIBS를 활용하여 콘크리트 제조에 자주 사용되는 각종 부산물에 대한 구성 성분 분석을 진행하였음. 부산물은 (고로 슬래그, 폐콘슬러지, 석분슬러지 등) 주로 분말 형태의 샘플이므로, 효율적인 LIBS 분석 진행을 위해서 아래와 같이 플라스틱 용기에 샘플을 넣고, 일정 압력을 가한 후 표면에 레이저를 조사하였음. 이전 실험과 동일하게 노이즈 대비 신호 비율 (SNR)을 높이고 측정별 편차를 줄이기 위해서 각 샘플에 대해서 10회 측정 후 스펙트럼 평균값을 구함.



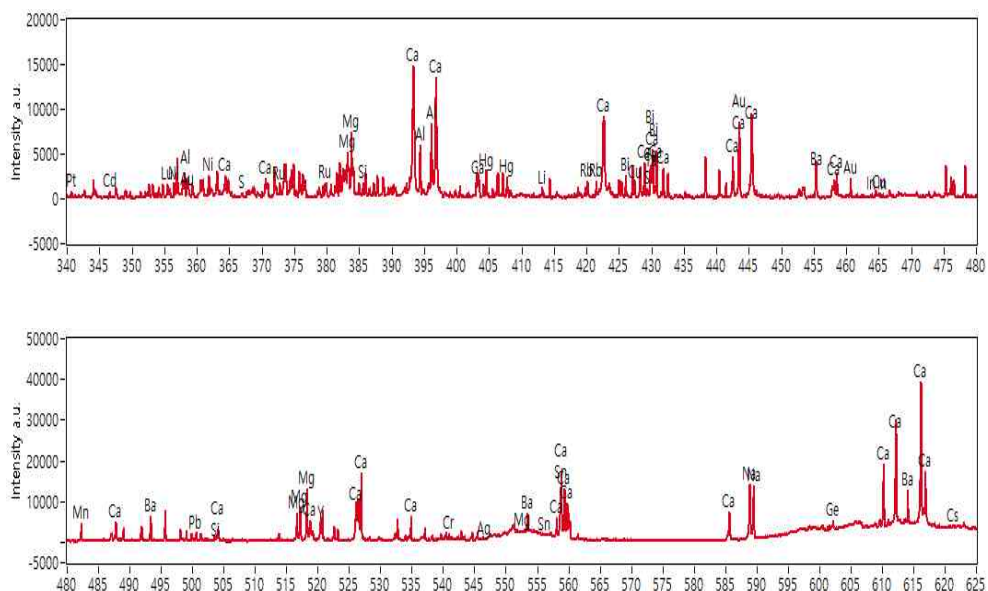
제강슬래그		클링커		바텀애쉬		폐경석	
고로슬래그		석분슬러지		폐콘슬러지			

각종 부산물 샘플

b. LIBS 분석 스펙트럼

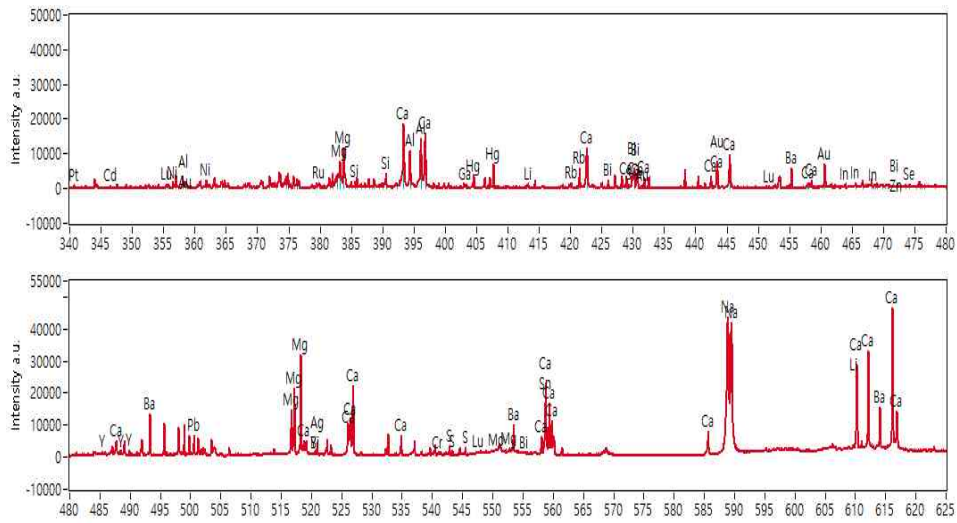
분석 결과는 마찬가지로 노이즈 대비 신호비율 (SNR)을 높이고 측정별로 편차를 줄이기 위해서 각각 10회 측정 후 각각의 스펙트럼 평균값을 취함.

[제강 슬래그]



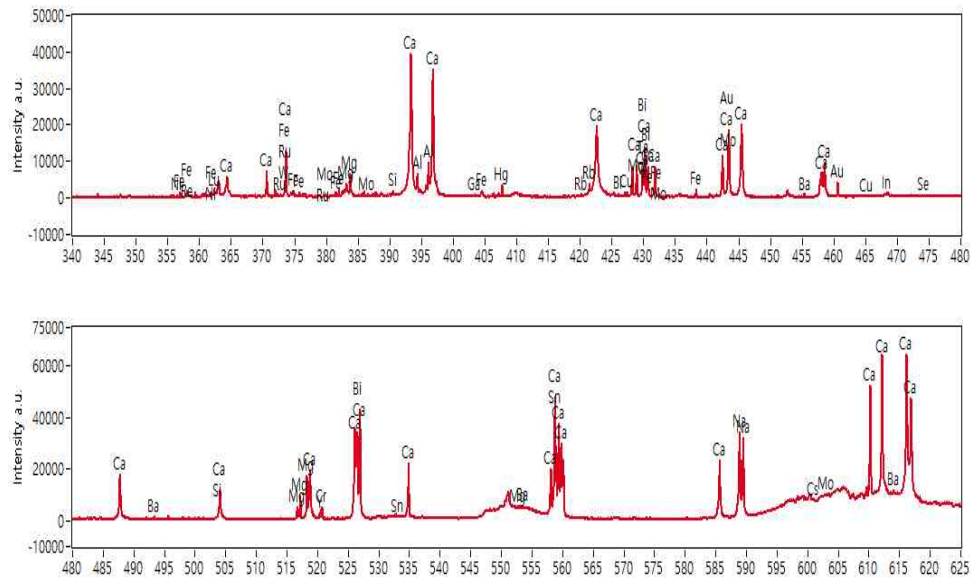
제강 슬래그 LIBS 분석 스펙트럼

[바텀 애쉬]



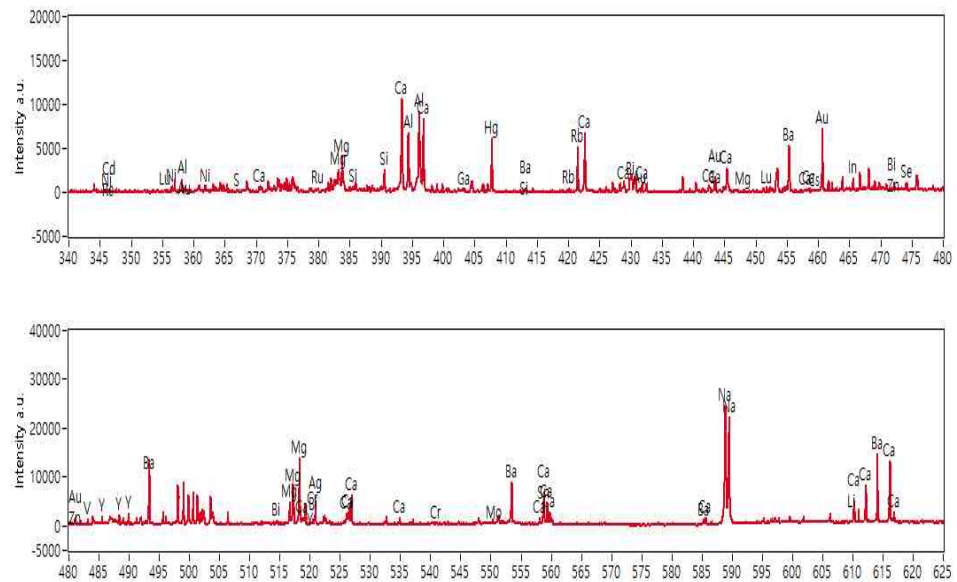
바텀 애쉬 LIBS 분석 스펙트럼

[클링커]



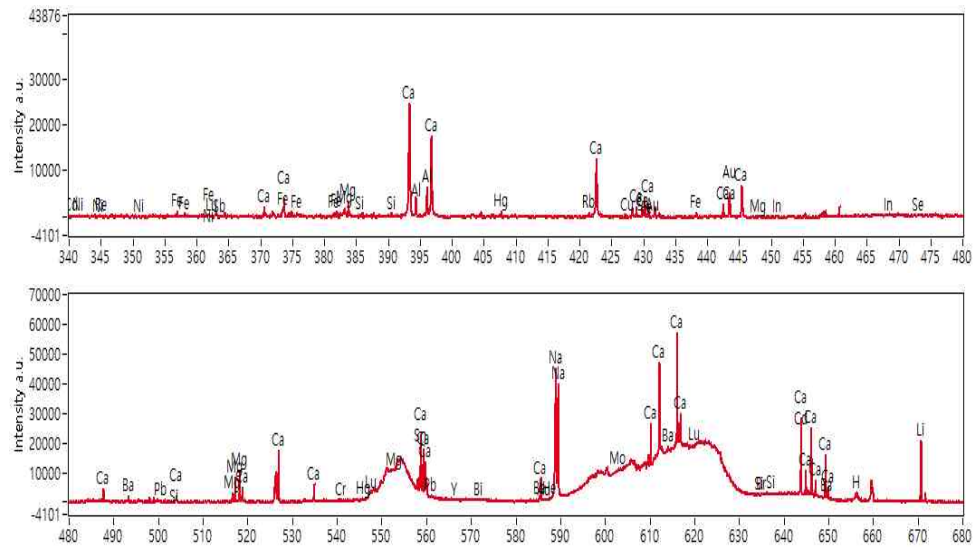
클링커 LIBS 분석 스펙트럼

[폐경석]

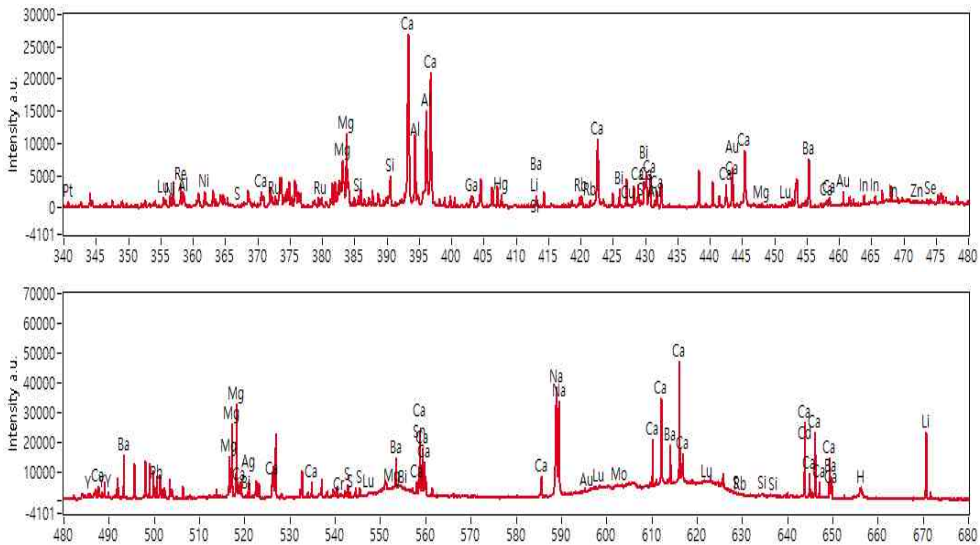


폐경석 LIBS 분석 스펙트럼

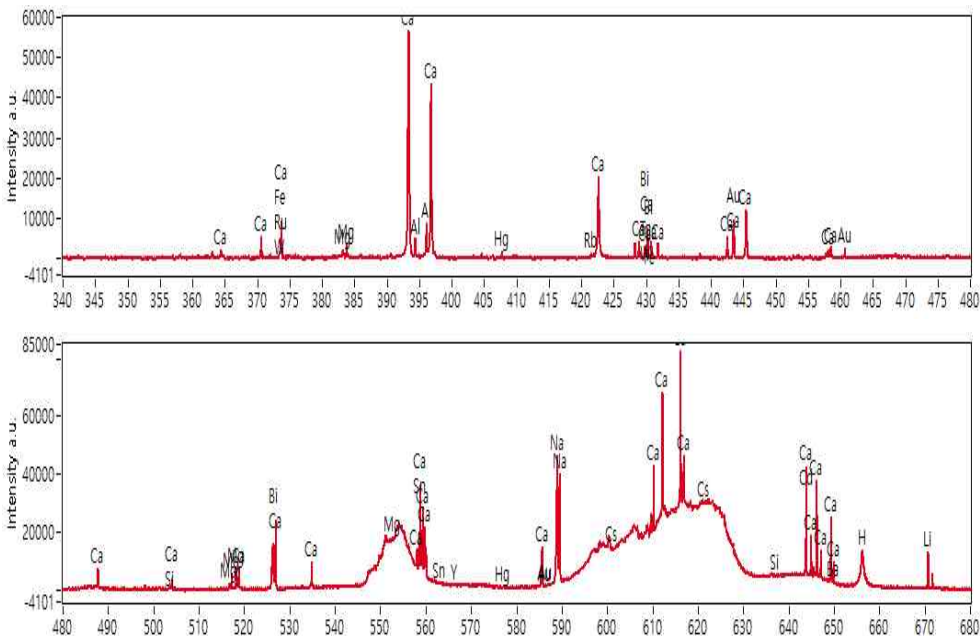
[고로 슬래그]



[석분 슬러지]



[페콘 슬러지]



차. LIBS 활용 최적화

염화물, 황산염 및 탄산을 인위적으로 침투시킨 콘크리트 샘플 및 증류수에 침지하여 걸저진 용출수를 레이저 유도 플라즈마 분광법 (LIBS)를 활용하여 측정하였음. 그리고 용출액 속에 용해되어 있는 염화물, 황산염 및 탄산 등 측정하고자하는 원소를 보다 효과적으로 측정하기위해서는 농축 과정이 필요하고 다음과 같이 건조 및 Anion Exchange Membrane (AEM)을 사용한 방법을 이번 과제에서는 사용하였음

이온 교환막 (ion exchange membrane)은 양이온 또는 음이온을 선택적으로 통과시키는 분리막으로, 각종 농축 및 탈염 그리고 연료전지에 적용이 가능한데, 본 과제에서는 콘크리트 용출액 속에 녹아있는 염화물 및 황산염 등을 선택적으로 농축하기 위해서 fumatech사의 fumasep FAA-3-PK-130 음이온 교환막 (AEM, anion exchange membrane)을 사용하였다.

Paper + Pipet 150uL 건조

150uL
paper

각 샘플 별 용출액 150uL를 paper based substrate에 건조시킨 후 LIBS 신호 측정

AEM + Dipping 후 건조

AEM (anion exchange membrane)

용출액 속 Cl- 이온을 보다 효율적으로 농축하기 위해서 anion exchange membrane을 용출액에 일정시간 동안 담근 후, 건조 후 LIBS 측정

b. LIBS 측정 장비 및 조건

Spectrometer Aurora (6 ch)

Laptop

1064nm pulse laser (~200mJ)

Photo diode

Sample

Electric field (~100V/mm)

- 1064nm, 10ns, ~200mJ의 Nd-YAG Laser
- 플라즈마 발생 위치에 100V/mm의 전기장을 인가하여 LIBS 신호 증폭
- Sample별로 10번 스펙트럼을 측정하여 평균값을 사용

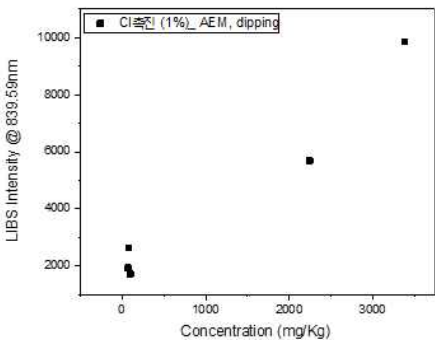
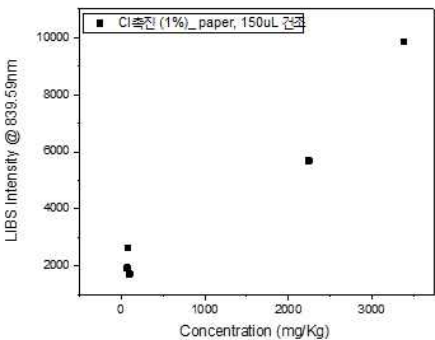
비고) Cl 축진 용출액 (1%) - 표준 측정 결과 (ICP)와 LIBS 신호 비교 (축진염화물 침투시료(모르타르) 깊이별 검토)

Sample no.	ICP측정농도 (m Paper, 150uL 건조)	AEM, dipping 후 건조
R-1-1	3384.07	9859.54
R-1-2	2245.46	5687.7
R-1-3	76.32	2635.09
R-1-4	72.37	1942.83
R-1-5	98.03	1728.45

AEM + Dipping 후 건조

AEM (anion exchange membrane)

용출액 속 Cl- 이온을 보다 효율적으로 농축하기 위해서 anion exchange membrane을 용출액에 일정시간 동안 담근 후, 건조 후 LIBS 측정



카. 장치설계 및 알고리즘 구성 연구 (1차년도)

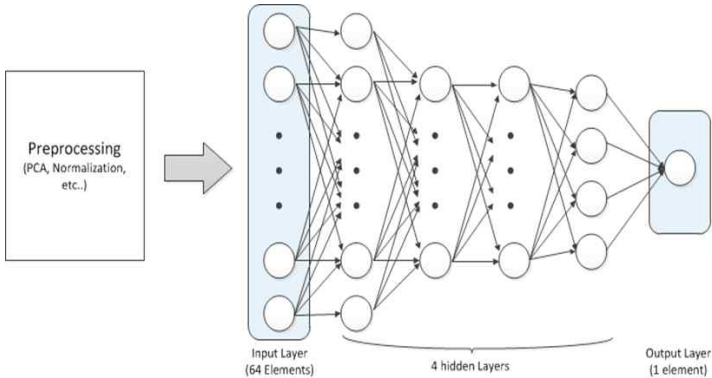
① 머신러닝/딥러닝 알고리즘 개발 및 최적화

1) 알고리즘 실행을 위한 하드웨어 및 Firmware

- 스펙트럼 분석 양산성을 고려해 라즈베리파이 모듈을 채용하고, 광 신호 분석으로 위한 분광 모듈, 포토다이오드, Wifi 모듈 및 각종 I/O 포트로 구성된 임베디드 시스템으로 구성 예정. 이러한 하드웨어를 제어하기 위한 Firmware를 구성 예정임
- 스펙트럼 분석 모듈의 Firmware는 분광 모듈에서 분광된 Raw Data를 알고리즘에 전달하고, 알고리즘에서 출력된 분석 결과를 산출하는 것이 주요 기능임

2) 분석 알고리즘 (Python)

- Standalone 장비에 사용될 분석 알고리즘은 딥러닝 알고리즘 위해서 구글에서 제공하는 Tensorflow 라이브러리를 라즈베리파이 설치하여 구현할 예정임
- DNN 서버 관련 정보는 아래와 같음
 - CPU : Xeon(R) CPU E5-2690 v3 @ 2.60GHz (12 core)
 - RAM : 115G
 - GPU : Tesla K80 (X 2)
- 알고리즘 구현에 사용한 Python 라이브러리는 아래와 같음
 - 딥러닝 관련: keras (backend: tensorflow)
 - 머신러닝 관련: sklearn
 - 기타 데이터 처리: numpy, pandas
- 피부암 진단 알고리즘은 분광 모듈에서 광신호를 파장별로 분광한 Raw Data를 정규화 (normalization) / 표준화 (standardization)와 같은 방법들을 활용하여 데이터 간의 편차 및 노이즈를 줄이는 전처리 (preprocessing)과 1개의 입력층과 1개의 출력층 그리고 2개의 은닉층, 총 4개의 층으로 구성된 딥러닝 알고리즘으로 구성되어 있음. 딥러닝 알고리즘은 스펙트럼 데이터를 입력층에 입력하면 최종적으로 기존 학습된 모델을 기반으로 타겟 성분의 농도를 산출함



딥러닝 알고리즘 (Deep Learning Algorithm with 4 layers)

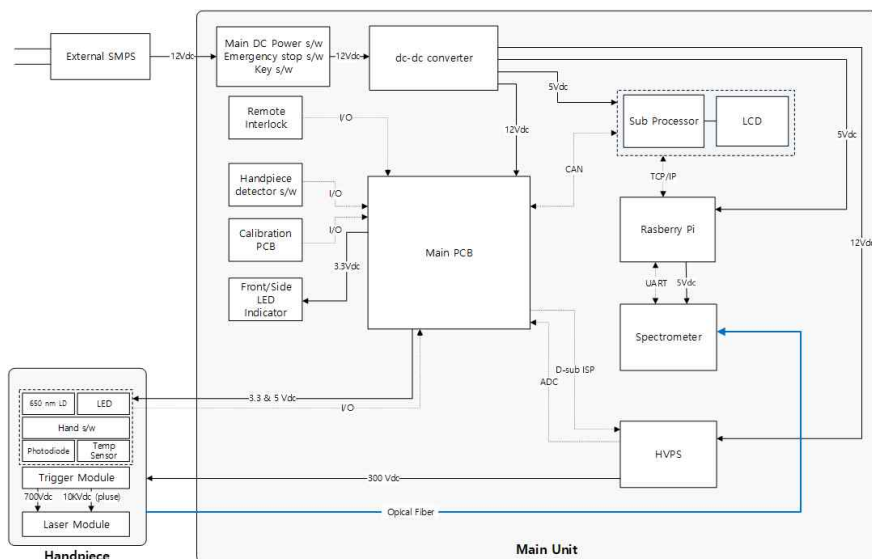
No.	Name	Description
①	Raw Data	분광기로부터 측정된 Spectrum data
②	Preprocessing	Area normalization, Standardization, PCA 방법을 이용하여 Raw Data의 전처리 1. Area normalization : 측정된 개별 스펙트럼의 데이터의 아래 면적으로 나눔으로써 Raw data의 노이즈와 데이터간의 강도차이를 보정함 2. Standardization : Interpolation을 통해서 서로 다른 분광기서 측정된 스펙트럼 데이터 간의 차이를 제거함
③	Analysis Algorithm	전처리 된 데이터를 학습한 진단 모델과 비교하여 결과값 도출
④	Output	타겟 물질의 농도를 결과로 표시

딥러닝 알고리즘의 구성

- 구체적인 DNN의 설계 구조는 아래와 같음

- 입력 : LIBS Spectral data (4421차원, Wavelength 270~800.125 구간에서 0.125 간격으로 추출)
- 출력 : 타겟 물질 농도 확률 예측값
- 레이어 구성: 입력 - 은닉1 - 은닉2 - 출력
- 레이어 별 상세 정보
 - ✓ input layer
 - 노드 수 : 4241개
 - ✓ hidden layer #1
 - 노드 수 : 1024개 (Fully Connected Layer)
 - 학습 파라미터 수 : 4343808개
 - 활성화 함수 (Activation Function) : ReLU
 - Dropout 20%
 - ✓ hidden layer #2
 - 노드 수 : 512개 (Fully Connected Layer)
 - 학습 파라미터 수 : 524800개
 - 활성화 함수 (Activation Function) : ReLU
 - Dropout 20%
 - ✓ output layer
 - 노드 수 : 1개 (Fully Connected Layer)
 - 학습 파라미터 수 : 513개
 - 활성화 함수 (Activation Function) : sigmoid
- Loss Function : Binary Cross Entropy

② Standalone 모델 개발을 위한 기본 설계 (1차년도 1차 설계)



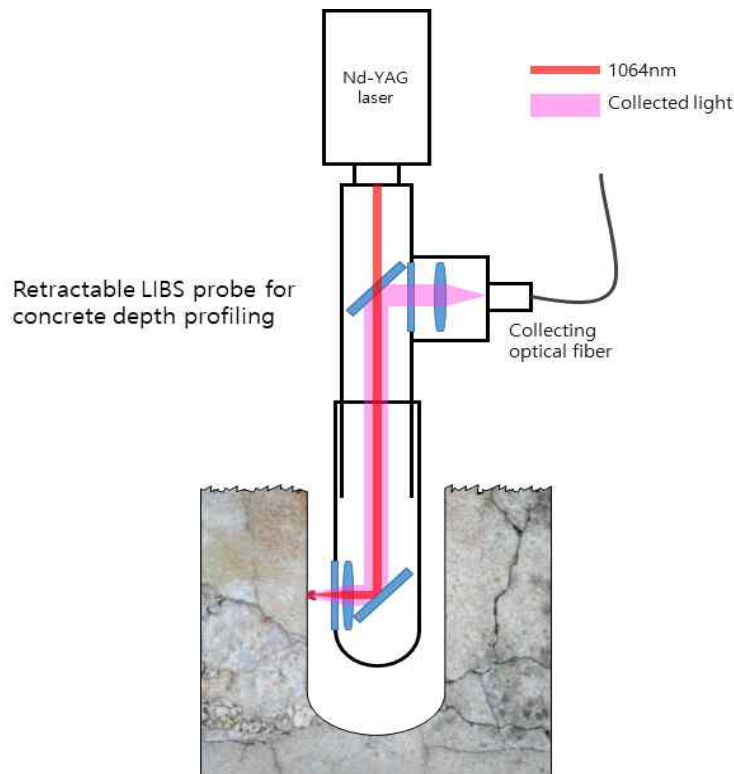
LIBS Standalone 모델 개발을 위한 기본 설계 Block diagram

No.	Name	Name	Function
1	Main unit	Main PCB	본체에 모든 파트 (HVPS, LCD, Raspberry Pi 등)들과 통신하고 컨트롤 함,
		Raspberry Pi 3 B+	Raspberry Pi는 스펙트로미터로부터 분광된 LIBS 스펙트럼을 AI 알고리즘을 이용하여 결과를 계산함
		Sub processor /10.1" LCD	10.1인치 LCD에 GUI 표시 및 측정 결과를 표시함
		DC-DC converter PCB	외부 AC/DC 아답터로부터 받은 12V 직류 전원은 각 파트에서 요구하는 DC 전압으로 변환
		Qwave (Spectrometer)	극초단파 Laser 조사시 발생하는 플라즈마로부터 수집된 광신호를 파장 별로 분광함
		HVPS (Laser power module)	핸드피스에 있는 레이저 모듈 구동을 위한 파워를 파워 및 트리거 신호를 공급함
		Main DC power Switch	본체 전원 on/off를 위한 외부 전원 스위치

		Emergency laser stop Switch	레이저 기기 사용 시 비상 상황에서 긴급하게 시스템을 정지할 수 있는 비상 스위치
		Key Switch	허가된 사람만 장비를 사용할 수 있도록 키스위치 적용 가능
		Remote interlock	Remote interlock은 레이저 기기를 사용하는 공간에 허가되지 않은 사람이 접근 시 시스템을 정지할 수 있는 안전 장치
		Handpiece detector sensor	핸드피스 홀더에 핸드피스가 장착되어 있는지를 감지할 수 있는 센서
		Calibration PCB	레이저 모듈의 파워를 캘리브레이션 하기 위한 파워 측정 센서
		Front/Side LED indicator	Front / Side LED를 통해서 시스템의 상태 및 레이저 모듈 상태를 표시할 수 있음
2	Handpiece	Laser module	LIBS 측정을 위한 소형 Q-switched Nd:YAG 레이저 모듈
		Photo diode	레이저 발진을 감지하고, 스펙트로미터와 동기화 시켜주는 포토센서
		Temperature sensor	레이저 모듈의 온도를 감지하는 온도 센서
		Laser emission hand Switch	레이저 발진을 위한 외부 스위치
		Aiming beam (650nm LD)	레이저 조사 위치를 표시해주는 지시빔 (일반적으로 65nm 파장의 적색 레이저)
		Handpiece LED	본체와 마찬가지로 레이저 모듈의 상태를 표시해주는 LED 표시등
3	A C / D C adapter	시스템 구동을 위해 12V 직류를 공급해주는 외부 AC/CD 아답터	

LIBS Standalone 기본 설계 각 부분별 기능 설명

콘크리트 염소 (Cl) 성분 분석을 위한 LIBS Standalone 장비는 기본적으로 본체 (LCD 표시부 포함)와 핸드피스로 구성될 수 있음. 핸드피스에는 LIBS 분석에 필요한 소형 Q-switched Nd:YAG 레이저 모듈 및 플라즈마에서 발생하는 광 신호를 수집하는 옵티컬 파이버를 포함하고 있음. 본체는 레이저 모듈 구동에 필요한 파워를 공급하는 HVPS 모듈과, 수집된 광신호를 파장별로 분광하는 스펙트로미터와 분광된 스펙트럼을 머신러닝 알고리즘을 활용하여 분석 결과를 계산하는 라즈베리파이 등으로 구성된다. 추가적으로 전체 시스템을 제어하는 메인보드와 결과 표시 및 사용자 GUI를 제공하는 LCD를 포함함.

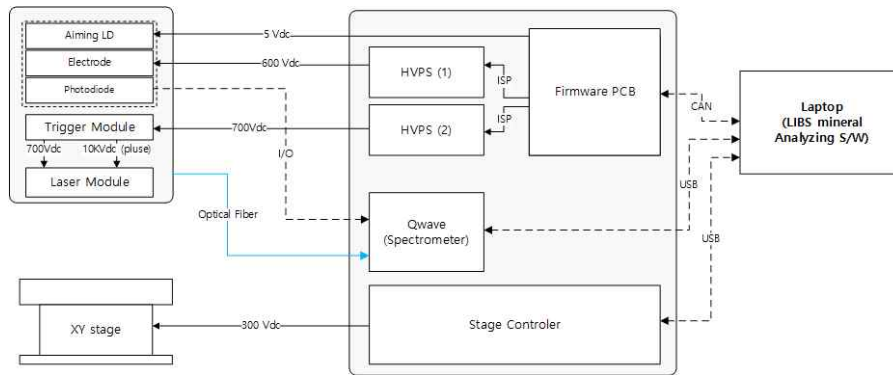


Depth profiling을 위한 LIBS 프로브

추가적으로 현장에서는 깊이별로 대상 건축물의 깊이별 염소 (Cl) 농도 분포를 측정하는 것이 중요한 요소이기 그림 같이 실시간으로 깊이별 염소 (Cl) 농도를 측정할 수 있는 LIBS 시스템 프로브에 대한 개념 도출

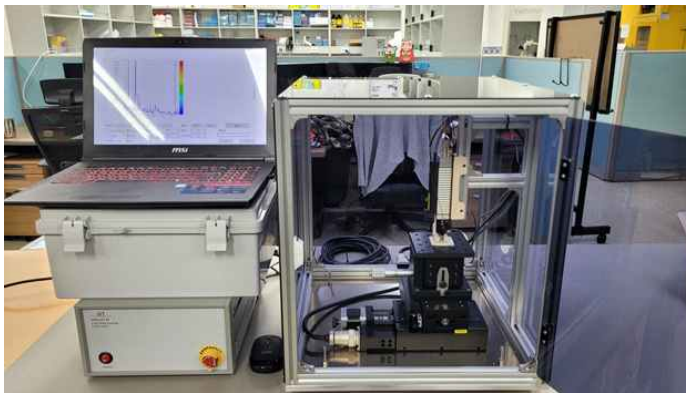
타. LIBS 시스템 구성

① 하드웨어



LIBS 원소 측정 시스템 블록다이어그램

LIBS 원소 분석 시제품은 크게 측정부, 컨트롤부로 구성되어 있음. 측정부는 레이저 모듈, LIBS 신호 증폭을 위한 전극 및 전동 XY 스테이지로 구성되어 있고, 컨트롤부는 Firmware 보드 및 분광기, 파워모듈 그리고 스테이지 컨트롤러 및 시스템 구동을 위한 소프트웨어 실행되는 노트북으로 구성되어 있음.



LIBS 원소 분석 시스템



LIBS 분석 측정부

제품의 소형화를 위해서 25~30mJ 출력과, 4ns의 펄스폭을 가지는 Passive Q-switched Nd-YAG (1064nm) 레이저를 사용하고, 측정 부위에는 6mm 간격으로 설치된 전극에 600Vdc를 인가하여 100V/mm의 전기장을 LIBS 신호 증폭에 사용함. XY 스테이지가 미리 설정한 값에 따라서 일정 간격, 일정 길이만큼 움직이면서 LIBS 측정을 수행함으로써 자동으로 일정 면적에 대한 mapping이 가능함.

② 소프트웨어 UI 구성

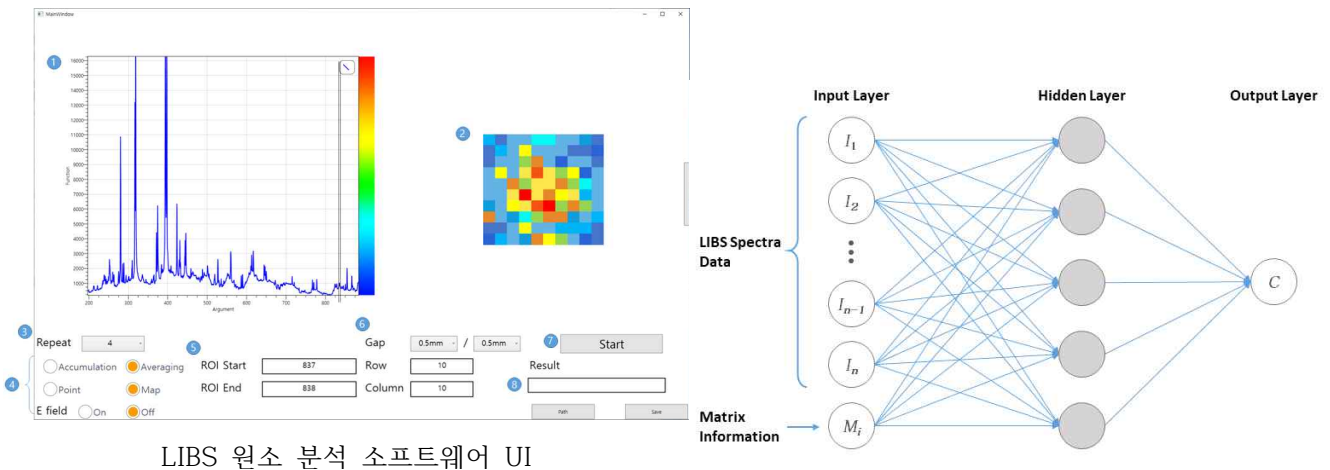
콘크리트 샘플의 LIBS 측정을 원활하게 하기위한 여러 가지 기능들이 아래와 같이 LIBS 원소 분석 프로그램에 구현되었음. 특히 자동으로 샘플의 일정 면적을 매핑하기위해서 이동 간격 및 이동 회수를 미리 입력하고, 각 측정 위치 별 레이저 측정 반복 회수를 설정할 수 있음. ROI 구간을 적절히 변경함으로써 다양한 원소 측정에 활용될 수 있음. 향후에는 측정 결과만 정성적으로 보여주는 것에서 더 나아가 여러 원소에 대한 농도별 LIBS 스펙트럼 강도의 상관관계를 나타내는 데이터베이스를 구축하여 추가하면 보다 활용도가 높으질 것으로 예상.

③ 머신러닝 분석시스템 개발/운영

콘크리트 및 토양과 같은 여러 가지 물질이 섞여있는 혼합물에서 LIBS (Laser Induced Breakdown Spectroscopy)를 이용하여 미량 원소의 농도 측정은 측정 대상 샘플의 화학 성분 조성 및 여러 가지 물리적 조건에 의해서 대단한 영향을 받는 것을 알려져 있고, 이러한 현상을 matrix effect라고 함.

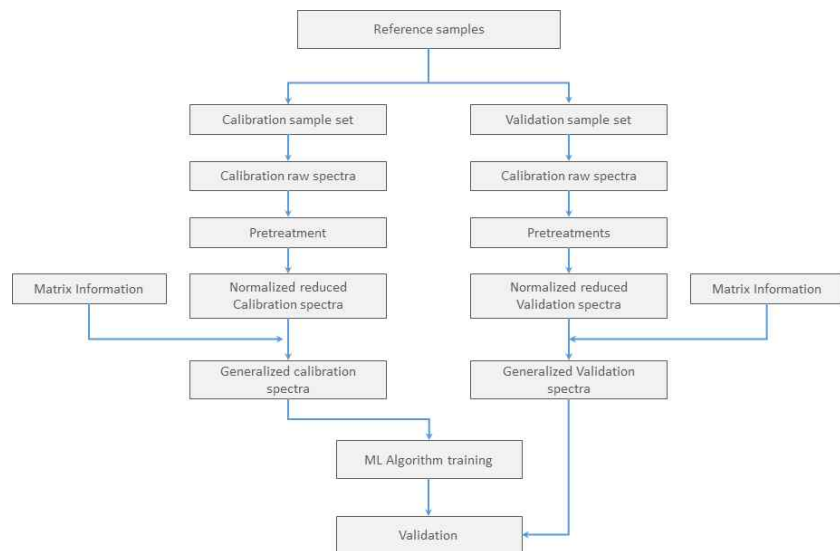
전통적인 단변량 분석 (Univariate analysis)에서는 측정 스펙트럼과 알려진 샘플의 농도만을 고려하여 캘리브레이션 곡선을 추출할 뿐 matrix effect가 고려되어 있지 않기때문에 측정 대상의 구성 성분이나 조건이 바뀌면 그 정확도가 현저하게 떨어지는 단점을 가지고 있다.

번호	명칭	설명
1	raw spectrum 표시부	측정 부위별 LIBS 측정 스펙트럼을 보여주는 표시창
2	mapping 결과창	설정한 ROI 구간의 신호 강도를 샘플의 각 측정 포인트 별로 mapping해서 보여줌.
3	반복 측정 회수 입력	한 측정 포인트 별로 반복 측정 회수를 설정
4	측정 parameter 입력	LIBS 측정 관련 설정 값을 입력 1) Accumulation / Averaging 포인트 별 반복 측정한 값을 누적할지 평균값을 취할 지를 선택 2) Point / Map 한 포인트에 대한 측정만 진행할지 특정 면적에 대해서 mapping을 진행할지 결정 3) E-field on/off LIBS 신호 증폭을 위한 전기장 on/off 설정
5	ROI 구간 설정	ROI (region of interest)를 설정함
6	mapping parameter 입력	mapping을 위한 X, Y 방향 측정 위치 개수 및 측정 간격을 설정
7	측정 시작 버튼	측정 시작 버튼
8	결과 저장	측정 결과를 저장 경로 설정 및 저장



LIBS 원소 분석 소프트웨어 UI

따라서 위의 머신러닝 알고리즘 개념도와 같이 측정된 LIBS 스펙트럼 이와에 추가적으로 대상 샘플의 화학 조성이나 기타 여러 가지 조건을 같이 학습시킴으로써 보다 보편적으로 미량 원소 측정에 적합한 모델을 생성할 수 있음



이러한 머신러닝 알고리즘을 학습시키기 위해서는 위와 같이 구성 성분에 대한 정보는 알려지고 서로 다른 구성 성분으로 이루어진 샘플의 확보를 통해서 가능함. 이번 과제에서는 염화물, 황산염 및 탄산 등의 성분들을 촉진, 침지 등의 방법으로 단기간에 콘크리트 내 침투되는 현상을 재현하여 실험을 진행할 수밖에 없었고, 머신 러닝 학습에 필요한 컨트롤된 샘플을 대량으로 확보하는 것은 불가능하여, 이번 과제 기간에는 머신 러닝을 활용한 콘크리트 내 미량 원소 분석 시스템을 구현하지는 못함.

(2) 정량적 연구개발성과

< 연차별 정량적 연구성과 목표 >

구분		1차년도		2차년도		계	
		계획	달성	계획	달성	계획	달성
국내외 논문게재	SCI	-	-	1	-	1	-
	비SCI	1	-	-	2	1	2
특허출원	국내	2	-	1	3	3	3
등록·기탁 대상 성과물	보고서 원문	-	-	1	1	1	1
	기술요약정보	-	-	1	1	1	1
	소프트웨어	-	-	1	1	1	1
기타	시작품	-	-	1	1	1	1

구분	핵심연구성과		질적 성과 검증 기준								양적성과 현황	
			단위성과		질적성과지표		목표수준		최종 성과물 (유형)	측정 및 검증방법	목표건수(계 획)	달성건수(실 적)
							목표 치	달성 치				
주관 (강원대·학교) 공동 (한양대·이엔씨)	A	설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발	A-	LIBS 분석 Calibration 모델개발	①	Lab. 스케일 LIBS활용 결과와의 Calibration수행(시험 분석 수행)	3건	3건	기법	특허	특허 : 출원 1건	출원 1건
					②	스펙트럼 분석과 품질, 성능, 안정성 평가모델(분석결과 모델링)	1건	1건	(기타)	분석결과	논문(비SCI) : 1건	논문(비SCI) : 1건
	B	LIBS연계다목 적멀티스케일활 용기술최적화	B-	멀티스케일 활용 모델 설정	②	다목적 멀티스케일 실시간 모니터링 시스템(용도별 재현성 모의검증)	1건	1건	(기타)	분석결과	논문(SCI) : 1건	논문(비SCI) : 1건
공동 (스페클립스)	C	LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발	C-	LIBS 적용 최적 레이저모듈과 스펙트럼 분석모듈개발	①	수준별 모듈 최적화(최적 모듈 도출안)	1건	1건	(기법)	특허	특허 : 출원 1건	출원 1건
	D	LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발	D-	소형화 분석시스템설 계	①	2차년도 Stand-alone 모델개발을 위한 기본설계(장치설계도)	1건	1건	(장치)	특허	특허 : 출원 1건	출원 1건
			D-	분석시스템 개발 및 운영체제	①	Proto type 장치 개발	1건	1건	시작품 (장치)	시작품	장치제작 1건	1건
					②	러신러닝 활용 분석시스템 개발 및 운영체제	1건	1건	프로그램 (시스템)	S/W	프로그램: 1건	S/W 등록 1건

(3) 세부 정량적 연구개발성과

[과학적 성과]

□ 논문(국내외 전문 학술지) 게재

번호	논문명	학술지명	주저자명	호	국명	발행기관	SCIE 여부 (SCIE/비SCIE)	게재일	등록번호 (ISSN)	기여율
1	LIBS를 활용한 모르타르 단면 염화물 침투 분석	한국건축시 공학회논문 집	박원준	21(6)	대한민국	한국건축시공 학회	비SCIE	2021.12	2233-5706	100
2	LIBS를 활용한 수용액과 모르타르 내 염화물량 분석	한국건축시 공학회논문 집	류화성	21(3)	대한민국	한국건축시공 학회	비SCIE	2021.06	2233-5706	100

□ 국내 및 국제 학술회의 발표

번호	회의 명칭	발표 내용	발표자	발표 일시	장소	국명
1	2020 한국건설순환자원학회 가을 학술발표	LIBS 기반의 모르타르 염화물 분석을 위한 실험연구	박원준	2020.11.27.	제주	대한민국
2	2021 한국건설순환자원학회 가을 학술발표	열병합 발전소용 임목부산물 회분의 시멘트원료 활용성	박원준	2021.10.14.	제주	대한민국

□ 기술 요약 정보

번호	연도	기술명	요약 내용	기술 완성도	등록 번호	활용 여부	미활용사유	연구개발기관 외 활용 여부	허용방식

□ 보고서 원문

번호	연도	보고서 명	발간일	등록 번호

□ 생명자원(생물자원, 생명정보)/화합물

번호	생명자원(생물자원, 생명정보)/화합물 명	등록/기탁 번호	등록/기탁 기관	발생 연도

[기술적 성과]

□ 지식재산권(특허, 실용신안, 의장, 디자인, 상표, 규격, 신품종, 프로그램)

번호	구분	지식재산권 등 명칭 (건별 각각 기재)	국명	출원			등록			기여율	활용 여부
				출원인	출원일	출원번호	등록인	등록일	등록번호		
1	특허	다양한 깊이의 콘크리트 구조물 분석을 위한 핸드피스 모듈 및 상기 핸드피스 모듈을 포함하는 장치	대한민국	스페클립스 강원대 산학협력단	2021.10.0 7	10-2021- 0133100				100	
2	특허	인공지능을 이용한 콘크리트 구조물의 염소 농도 예측 방법	대한민국	스페클립스 강원대 산학협력단	2021.10.0 7	10-2021- 0133101				100	
3	특허	콘크리트 염화물 분석을 위한 전기장을 이용한 LIBS 신호 증강 방법 및 이를 이용한 장치	대한민국	스페클립스 강원대 산학협력단	2021.10.0 7	10-2021- 0133099				100	
4	프로그램	LIBS mineral analyzing software	대한민국				스페클립스	2021.11.1 .6	C-2021-0 47814	100	

○ 지식재산권 활용 유형

번호	제품화	방어	전용실시	통상실시	무상실시	매매/양도	상호실시	담보대출	투자	활용 예정	기타
1										√	
2										√	
3										√	
4										√	

□ 저작권(소프트웨어, 서적 등)

번호	저작권명	창작일	저작자명	등록일	등록번호	저작권자명	기여율

□ 신기술 지정

번호	명칭	고시일	보호기간	지정번호

□ 기술 및 제품 인증

번호	인증 분야	인증기관	인증 내용		인증 획득일	국가명
			인증명	인증번호		

□ 표준화

○ 국내표준

번호	인증구분	인증여부	표준명	표준인증기구명	제안주체	표준종류	제안/인증일자

○ 국제표준

번호	표준화단계 구분	표준명	표준기구명	표준분과명	의장단 활동여부	표준특허 추진여부	표준개발 방식	제안자	표준화 번호	제안일자

[경제적 성과]

□ 시제품 제작

번호	시제품명	출시/제작일	제작업체명	설치장소	이용분야	사업화 소요 기간	인증기관 (해당 시)	인증일 (해당 시)

□ 현장적용

번호	적용기술명	적용일	발주기관명	적용 연구개발기관명	적용현장명(장소)

□ 기술 실시(이전)

번호	기술 이전 유형	기술 실시 계약명	기술 실시 대상 기관	기술 실시 발생일	기술료	
					발생 연도	발생액(천원)

□ 사업화 투자실적

번호	연도	투자 자금 성격*	추가 연구개발 투자(천원)	설비 투자(천원)	기타 투자(천원)	합계(천원)

□ 사업화 현황

번호	사업화 방식	사업화 형태	지역	사업화명	내용	업체명	매출액		매출 발생 연도	기술 수명
							국내 (천원)	국외 (달러)		

□ 매출 실적(누적)

번호	사업화명	발생 연도	매출액		합계	산정 방법
			국내(천원)	국외(달러)		
합계						

□ 사업화 계획 및 무역 수지 개선 효과

성과					
사업화 계획	사업화 소요기간(년)				
	소요예산(천원)				
	예상 매출규모(천원)		현재까지	3년 후	5년 후
	시장 점유율	단위(%)	현재까지	3년 후	5년 후
		국내			
		국외			
	향후 관련기술, 제품을 응용한 타 모델, 제품 개발계획				
무역 수지 개선 효과(천원)	수입대체(내수)	현재	3년 후	5년 후	
	수 출				

□ 고용 창출

번호	사업화명	사업화 업체명	고용창출 인원(명)		합계(명)
			yyyy년	yyyy년	
합계					

□ 고용 효과

구분			고용 효과(명)
고용 효과	개발 전	연구인력	1
		생산인력	
	개발 후	연구인력	
		생산인력	

□ 비용 절감(누적)

번호	사업화명	발생 연도	산정방법	비용 절감액(천원)
합계				

□ 경제적 파급 효과

(단위 : 천원/년)

구분	사업화명	수입 대체	수출 증대	매출 증대	생산성 향상	고용 창출 (인력 양성 수, 명)	기타
해당 연도							
기대 목표							

□ 산업 지원(기술지도)

번호	내용	기간	참석 대상	장소	인원(명)

□ 기술 무역

(단위 : 천원)

번호	계약 연월	계약 기술명	계약 업체명	계약업체 국가	총 계약액	기 징수액	해당 연도	징수액	향후 예정액	수출/수입

[사회적 성과]

☐ 법령 반영

번호	구분 (법률/시행령)	활용 구분 (제정/개정)	명 칭	해당 조항	시행일	관리 부처	제정/개정 내용

☐ 정책활용 내용

번호	구분 (제안/채택)	정책명	관련 기관 (담당 부서)	활용 연도	채택 내용

☐ 설계 기준/설명서(시방서)/지침/안내서에 반영

번호	구 분 (설계 기준/설명서/지침/안내서)	활용 구분 (신규/개선)	설계 기준/설명서/ 지침/안내서 명칭	반영일	반영 내용

☐ 신진연구자 채용

번호	채용 연구개발기관명	채용일	근로기간	채용인원(명)	채용인원 중 청년인력(명)

☐ 전문 연구 인력 양성

번호	분류	연도	현황(명)										
			학위별				성별		지역별				
			박사	석사	학사	기타	남	여	수도권	충청권	영남권	호남권	기타

☐ 산업 기술 인력 양성

번호	연도	프로그램명	프로그램 내용	교육 기관	교육 개최 횟수	총 교육 시간	총 교육 인원

☐ 다른 국가연구개발사업에의 활용

번호	연도	중앙행정기관명	사업명	연구개발과제명	연구책임자	연구개발비(천원)

☐ 국제화 협력성과

번호	구분 (유치/파견)	기간	국가	학위	전공	내용

☐ 홍보 실적

번호	홍보 유형	매체명	제목	홍보일

☐ 포상 및 수상 실적

번호	종류	포상명	포상 내용	포상 대상	포상일	포상 기관

[인프라 성과]

□ 연구시설·장비

번호	구축 기관	연구시설/ 연구장비명	규격 (모델명)	개발여부 (○/×)	연구시설·장비 종합정보시스템* 등록여부	연구시설·장비 종합정보시스템* 등록번호	구축일자 (YY.MM.DD)	구축비용 (천원)	비고 (설치 장소)

[그 밖의 성과](해당 시 작성)

○ 해당없음.

(4) 계획하지 않은 성과 및 관련 분야 기여사항 (해당 시 작성)

○ 해당없음.

2) 목표 달성 수준

연구개발목표	달성내용	달성도(%)
○ 건설재료 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발	계획한 재료/원소 표준분석-LIBS분석 수행 • 염해부분 집중 시험분석 및 연구목표 달성 • 콘크리트 염해-LIBS 관련 논문 2편 • 중금속, 황산염 부분의 LIBS정량분석 일부확인	90%
○ LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용기술 최적화	• 콘크리트 단면 침투 염화물 분석 기법 달성 • 기타 성분에 대한 부분은 실험적으로 제한적 규명	50%
○ LIBS 최적 레이저 조건 및 분석 알고리즘 개발	• 전체 시료(재료/원소)에 대한 모듈은 미달성. • 탄산화 LIBS적용에 시그널 간섭문제 미해결 • 기타: 수준별 레이저모듈(레이저 타입, 레이저 파장, 레이저 에너지, 펄스길이)의 최적화 • Ion exchange membrane-농축기법 제안	80%
○ LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발	• 관련 특허달성 및 분석시스템 구성(시작품) • 현장 적용형태의 소형화는 미달성하였지만, 독립형태의 진단을 위한 LIBS시스템(S/W) 구성 • 머신러닝 활용기법은 미달성(확보된 데이터 기반 분석시스템 구축)	80%

건설재료 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발

관련 그림
/ 사진

성분분석 확인

스펙트럼 강도증폭

	Chloride (%)	Chloride (kg/m ³)
R-1-1	0.369	8.350
R-1-2	0.236	5.341
R-1-3	0.035	0.792
R-1-4	0.020	0.453
R-1-5	0.022	0.498

LIBS-Signal 확보

표준분석-Calibration

손상(열화)깊이별 분석

표준분석(IC)-2차

수준별 LIBS-Signal

농도별-Calibration

정의

동일 시료(재료)에 대하여 표준분석을 동시에 수행하고 LIBS 분석 신호강도와 원소(함량, 농도)의 정량적 상관관계를 도출. 시료의 상태는 분말, 고형, 액상(수용액 또는 용출액) 등 다양한 조건에서 최적 프로세스를 도출함.

목적

기존의 분석결과와 LIBS분석의 Calibration을 위한 표준시료-표준분석

성능목표

(기존기술 수준) IC, ICP, RCPT, SEM, XRF, 전위차적정 등 정량/정성분석
(개발기술 수준) 정량-정성분석 동시 가능

소요기간

'20.04 ~ '21.09(1년6개월, 1년차)

핵심성과

양적성과

1차년도

특허 출원

특허 등록

SCI 논문

비SCI논문

S/W

기타

2차년도

특허 출원

특허 등록

SCI 논문

비SCI논문

S/W

기타

질적성과

1차년도

- Lab. 스케일 LIBS활용 결과와의 Calibration수행(시험분석 수행)-학술발표
- 표준시료제작 및 표준화학분석(1차)-실험데이터/성적서

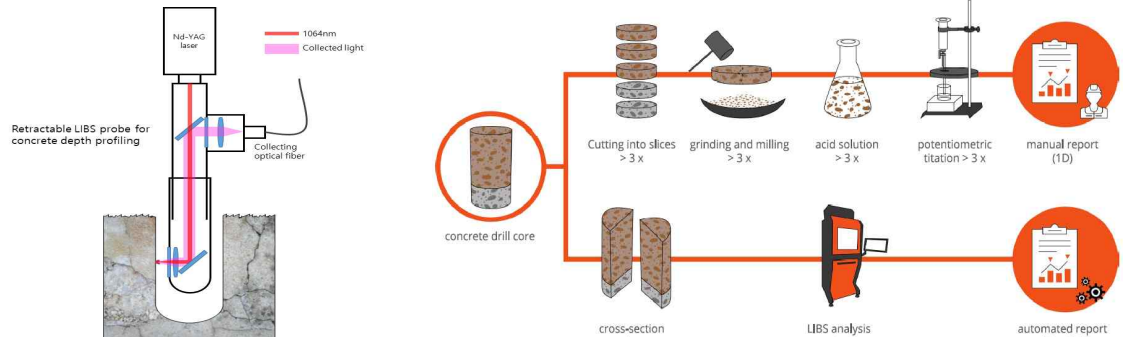
2차년도

- 스펙트럼 분석과 품질, 성능, 안정성 평가모델(분석결과 모델링)-논문 및 학술발표
- 표준시료제작 및 표준화학분석(2차)-실험데이터/성적서

성과
활용계획

* (실험데이터 추가구축)후속연구계획 중

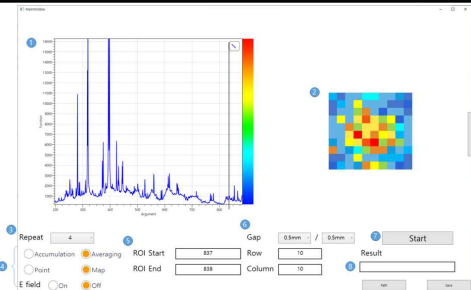
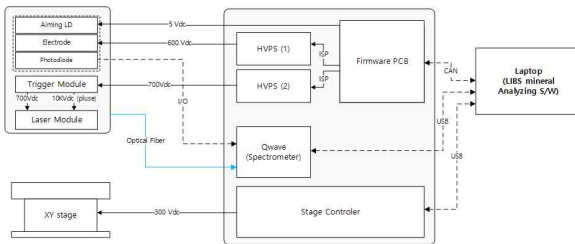
LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용기술 최적화

관련 그림 / 사진	 Depth Profiling 개념도-현장측정 비전처리-신속 분석 개념도(실험실 측정)-Secopta(출처)
정의	구조물(현장), 재료생산(현장), 현장샘플(실험실) 등 다양한 측정조건 및 대상에 따른 LIBS 활용기법
목적	최종개발 장치 및 기술의 소형화를 염두하고 건설분야에서 LIBS기술을 다목적으로 적용하기 위하여 스케일별 적용모형을 제안함. 건축재료의 내구성 진단에서 건설재료 및 부산물의 실시간 성분분석, 건설 폐기물 및 기타 재료의 유해성 분석에 적용가능한 모델 ■ 활용방안, 용도별 시스템, 재현성(검증) 확보
성능목표	(기존기술 수준) LIBS기반 사례없음 (개발기술 수준) 비전처리 건설재료 측정단계
소요기간	'21.01 ~ 21.12(1년, 2년차)
성과 질적성과 적성	1차년도 • 용도별 시스템 구성안 2차년도 • 다목적 멀티스케일 실시간 모니터링 시스템 (용도별 재현성 모의검증)
성과 활용계획	* (실험데이터 추가구축)후속연구계획 중

LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발

관련 그림 / 사진								
	전기장을 이용한 신호증폭 AEM (anion exchange membrane)		Lab. 스케일 장치구성					
	실험실(이온농축기법)							
	정의	동일시료 동일원소 검출을 위한 실험실 최적 조적(시료전처리)과 LIBS에서 낮은 신호강도의 증폭을 통한 정량분석의 명확화와 데이터 분석 알고리즘						
목적	재료의 성상이나 형태에 따른 LIBS진단 분석에서 반드시 도출되어야 하는 레이저모듈을 설정하고 스펙트럼 데이터 및 기존 분석형태데이터를 바탕으로 최종 분석시스템에 도입되어야 하는 알고리즘 개발							
성능목표	(기존기술 수준) 정량-정성 분석 가능 (개발기술 수준) 정량-정성 분석 가능 - 수준별 레이저모듈(레이저 타입,에너지, 펄스 등)의 최적화 - 독립형태의 진단을 위한 머신러닝/딥러닝 알고리즘 개발 및 최적화							
소요기간	'20.04 ~ 20.12(9개월, 1년차)							
핵심성과	양적성과	2차년도	특허 출원 1	특허 등록	SCI 논문	비SCI논문	S/W	기타
	질적성과	1차년도	- 수준별 모듈 최적화 (최적 모듈 도출안)-2차년도에 특허출원 1건 - 머신러닝/딥러닝 알고리즘 개발 및 최적화(최종 알고리즘)					
성과 확용계획	* 핵심성과 3 연계							

LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발

관련 그림 / 사진								
	원소분석 시스템	원소분석 S/W-UI						
								
	시스템 구성도							
정의	LIBS 소형화 장치개발 및 원소분석 프로그램을 탑재한 재료분석시스템							
목적	기존의 콘크리트를 포함하여 다양한 재료 및 환경에 적용가능한 소형화 및 단순화 LIBS 시스템을 구축하고 실시간 분석을 구현하는 운영체제의 개발. ■ 스펙트럼 분석시스템 및 운영체제 개발 ■ Stand-alone 데모기기 개발 ■ 재현성 및 정확성 확보							
성능목표	(기존기술 수준) 국외-콘크리트 전용 LIBS (출처: SECOPTA LIBS) -Depth Profiling, 2D Element Distribution, Surface Mapping, -실험실 기반 완성형 LIBS장치, 샘플채취 수반, 대상재료의 한계 (개발기술 수준) 국외 기술 동등이상 LIBS 기반 건설재료 및 부산물 분석 -Depth Profiling, 2D Element Distribution(시료기반), Surface Mapping(확대적용 가능) -소형화, 단순화, 콘크리트외 다양한 재료 및 성상(고형, 슬러지, 분말)에도 대응							
소요기간	'21.01 ~ '21.12(12개월, 2년차)							
핵심성과	달성 확인방 법	1차년도	성과증빙자료집, 연구보고서					
		2차년도	성과증빙자료집, 연구보고서					
		3차년도						
	양적성 과	1차년도	특허 출원	특허 등록	SCI 논문	비SCI논문	S/W	기타
		2차년도	특허 출원	특허 등록	SCI 논문	비SCI논문	S/W	기타
		3차년도	특허 출원	특허 등록	SCI 논문	비SCI논문	S/W	기타
	질적성 과	1차년도	2차년도 Stand-alone 모델개발을 위한 기본설계(장치설계도) Lab. 스케일 LIBS 장치 제작					
		2차년도	Proto type 장치 개발 -시작품 분석시스템 개발 및 운영체제 (프로그램 포함) 관련 특허 2건					
		3차년도						
성과 활용계획	* 시작품과 후속연구(평가)를 통한 기술이전 준비							

4. 목표 미달 시 원인분석(해당 시 작성)

1) 목표 미달 원인(사유) 자체분석 내용

-
- 대상 건설재료 전체에 대한 LIBS 정량분석 도출 미달
 - 콘크리트 염화물, 황산염 침투, 부산물(중금속-3종, Cd, Pb, Hg)에 대한 LIBS 프로세스
 - 콘크리트 단면 염화물 침투를 제외한 시료 무전처리 분석기법은 미달성
 - 멀티스케일 진단범위의 한정
 - 시그널 간섭문제 미해결
 - 측정 및 레이저모듈 조건이 재료별 원소별 분석에 동일하게 적용하기 어려움 (탄산화 부분 미확인)
 - 분석 및 운영체제의 한계: 머신러닝 학습에 필요한 컨트롤된 샘플 대량확보의 한계
-

2) 자체 보완활동

-
- 용출액 이온농축기법으로 대안제시
 - 예시)이온교환수지를 통한 음이온(염화이온) 농축을 통하여 분석기법의 정확도 향상
 - 수용액, 용출액, 표준농도액(중금속)
 - 염화물의 경우 (수용액, 용출액, 모르타르, 콘크리트, 현장채취코어) 전 경우에 대하여 검토
 - 레이저모듈의 확보노력 (전기장 방식에 의한 LIBS 시그널 50배 증폭)
-

3) 연구개발 과정의 성실성

-
- 목표로 한 건설재료에 대한 LIBS 정성분석 수행 후 정량분석 대상을 도출
 - 예)콘크리트-염화물, 황산염, 탄산화, 부산물(중금속-3종, Cd, Pb, Hg), 석탄(14종-황(S)분석), 애쉬(5종) 등
 - 단계적 검증의 체계화
 - 예)콘크리트(염해, 탄산화, 황산염)-모르타르-수용액-(일부 현장코어),
 - 염해부분-물시멘트비별 침지시료에 대한 추가분석(27수준)
 - Lab. scale 장치 및 시작품형태 분석시스템 구축
 - 도출된 결과에 기반하여 시작품의 소형화, 시제품 짚을 위한 시스템설계 기반마련
-

5. 연구개발성과의 관련 분야에 대한 기여 정도

○ 침투 염화물량 분석까지 수행한 결과로서 실시간 현장분석까지는 미달성이지만 현장코어 기반 신속분석이 가능한 단계.(시작품 제작) 후속연구나 데이터 추가확보에 따라서 구조물 내구성 진단에 활용할 수 있는 원천기술 확보.

○ 해외 콘크리트 단면 원소분석(Mapping)에 대한 연구와 시제품(독일, 최고수준)은 이미 구현되었고, 플라이애쉬 등 부산물에 대한 연구사례가 많음. 본 연구를 통하여, 기술적 접근을 포함하여 건설재료 LIBS적용 최적프로세스를 도출하였음.

○ 원소별 접근에 대한 기반을 소형 시작품제작과 달성범위내 데이터 기반 프로그래밍을 통하여 소정의 시스템까지 구현하였고, 향후 적용범위 확대를 통하여 기술격차 해소가 가능할 것을 판단함.

기술적 성과

- 실내외 적용 기법을 구현함(현장/시료/전처리를 고려한 LIBS활용)
- 미소 신호를 정량적으로 해석하기 위한 신호증강
- 콘크리트 염화물 분석 프로세스/프로그램/시작품제작을 통한 기술확대/이전을 위한 기반 마련
- 저비용 시작품 설계, 이온농축에 대한 기법제안 및 검증
- 한계: 제한된 여건에서 콘크리트(일부 이온), 중금속에 대한 프로세스 도출

경제적 효과

- 표준분석 대비 비용절감 30% 이상 (측정 반복성, 재현성, 다수 샘플에 효율적 대응)
- 전처리 축소로 시간절감 50% 이상

	기술수준		경제성		기타		최종 수요 처	기대효과
	연구 전	연구 후	연구 전	연구 후	기존 기술과의 차별성	정량적 성과		
건설재료 설정수준별 표준분석과 LIBS 분석 Calibration 모델개발	주요 건설재료 적용사례 없음	LIBS 적용성 및 재현성 검토 완료	표준분석 별 소정의 시간/비용 소요	전처리 간소화 또는 생략, 경제성 개선	정량/정성분석 최적 프로세스를 도출	비SCI-2 학술발표-2	콘크리 트 분석	시간/비용절 감
LIBS연계 다목적 멀티스케일 활용기술 최적화	건설분야 사례 없음	실내외 적용기법 구현	현장/시료 /전처리 등의 소요	신속/편의 성확보	전처리 정확도 향상을 위한 IEM기법 도출 콘크리트 염화물 비전처리 측정	-	재료 및 부산물 품질관 리	LIBS 현장적용 및 실내적용기 법
LIBS 최적 레이저 조건 및 분석알고리즘 개발	건설분야 사례 없음	신호증강 구현	고비용 장비셋팅	저비용 시작품설 계	레이저모듈 최적화	특허-1	내구성 진단 관련 업체	저비용 장치제작
LIBS기반 분석시스템 및 운영체제 개발	건설분야 사례 없음	콘크리트 염화물 분석시스 템	표준분석 별 소정의 시간/비용 소요	소형시작 품 제작	원소분석 시스템 구현	특허-2 시작품-1 S/W-1	내구성 진단, 재료 및 부산물 품질관 리	시스템기반 구축 및 경제성확보

6. 연구개발성과 관리 및 활용 계획

- 신속-정량분석 부분에서 Cl, SO₄, 중금속(3종) 농도별 LIBS 적용성 확인. 추가 실험/분석데이터 누적조건에 따라 신뢰도가 큼. 콘크리트 침투 염화물량 분석은 신뢰성 높은 분석기법으로서 파급효과가 큼.
- 침투 염화물량 분석까지 수행한 결과로서 실시간 현장분석까지는 미달성이지만 현장코어 기반 신속분석이 가능한 단계.(시작품 제작) 후속연구나 데이터 추가확보에 따라서 구조물 내구성 진단에 활용할 수 있는 원천기술 확보.
- 도출된 결과로서 건설재료(부산물) 전용 LIBS 구성과 소형화제작 및 활용성이 높음. 단, 데이터확보차원의 시험분석이 지속적으로 보완되어야 함.
- 원소/시료별 시그널 확보의 한계가 있음. (염화물-달성, 황산염-확인, 탄산화-미해결, 중금속-확인)
- 이온교환수지를 통한 음이온(염화이온) 농축을 통하여 분석기법의 정확도 향상-후속연구 기반
- 원천기술로서 염해내구성 LIBS분석 기법-시작품-프로그램 등 소정의 시스템을 구축함. 기술이전의 가능성을 열어두고 [현장테스트]를 비롯한 후속 연구를 통하여 활용가능성 검토 예정
- 종료 후 4년 내 기술개발을 완료(기술 검증/보완 및 후속 추가연구의 필요)
- 종료 후 3년차-기술이전 준비(장비 및 분석시스템 보완)

구 분	활용 방안
기술수요처	● (후속보완검토)건설/건축분야 분석/측정장비 제조/활용 -건축자재 제조사: 재료 성분분석 시간/비용절감 ● 품질/내구성 등의 유지관리 -제조사/시공사: 레미콘(콘크리트 재료)품질관리 -시공사/전문사: 구조물 내구성진단 모니터링 전문사(연구기관) -기타: 건설재료 관련 모니터링(샘플 분석)이 요구되는 분야
현장적용	● 본 연구개발 범위에서 콘크리트 중심으로 Pilot-test -개발 시스템 분석결과와 기존 표준분석(기타분석)결과와 비교 검토를 통한 신뢰성 제고 -원격데이터 처리, 공장형, 현장계측형 등 다양한 규모/용도별 적용
원천기술 확보	● 특허출원(상세설계), 프로그램 개발 및 보급 ● 각종 활용에 대응하는 분석시스템 기반마련 ● 건설 분석/측정장비 전문 제조사에게 기술적 아이디어 홍보가 가능한 수준
실용화/제품화	● 시스템(시뮬레이션 프로그램, 모바일 또는 데이터 전송 어플리케이션) ● 실용화 기반 보급형(기술사업화:기술이전) 기술구축
기술전파	● 원천기술-실용화 방안(시스템/장치)에 대한 설계를 세분화하고 기술이전 -후속보완 검증을 통하여 기술이전 및 장비제작을 통한 기술전파가 가능함. -건설분야 적용사례가 없기 때문에 기술/경제적 파급효과 매우 큼.

7. 참고 문헌

-
1. www.secopta.com
 2. Fu, X.L. et al. Determining available potassium in soil by laser-induced breakdown spectroscopy combined with cation exchange membrane adsorption, J. Anal. At. Spectrom., 2020, Vol. 35: pp. 2697-2703.
 3. 박원준, LIBS를 활용한 모르타르 단면 염화물 침투 분석, 2021, 한국건축시공학회 논문집 Vol. 21(6), (Accepted)
 4. Russo, R. E., Mao, X. L. and Mao, S. S., The physics of laser ablation in micro chemical analysis. Anal. Chem. 74, (2002), 70A-77A
 5. 박원준, LIBS기반의 모르타르 염화물 분석을 위한 실험연구, 2020 한국건설순환자원학회 가을학술발표 논문집: pp. 69-70.
 6. 박원준 외 1, LIBS를 활용한 수용액과 모르타르 내 염화물량 분석, 2021 한국건축시공학회 논문집 Vol. 21(3): pp. 189-194
-

< 별첨 >

별첨 자료

1. 총 연구개발기간 성과점검기준표 및 증빙자료
-
2. 세부 정량적 연구개발성과 증빙자료(총 연구개발기간 성과점검기준표 실적 증빙자료에 기 포함되어 있는 증빙자료 제외)
-

[뒷면지]

주 의

1. 이 보고서는 국토교통부에서 시행한 국토교통과학기술 연구개발사업 ‘국토교통기술촉진연구사업’ 연구개발과제 최종보고서이다.
2. 이 연구개발내용을 대외적으로 발표할 때에는 반드시 국토교통부(국토교통과학기술진흥원)에서 시행한 국토교통과학기술 연구개발사업의 결과임을 밝혀야 한다.
3. 국가과학기술 기밀 유지에 필요한 내용은 대외적으로 발표 또는 공개하여서는 안 된다.