

EPMA WDS에서 감지되는 stellite peak를 이용한 상태분석법 연구

이영부^{1*}, 이정후²

¹ 한국기초과학지원연구원 전주센터,

² 전북대학교 지구환경과학과

EDS와 WDS 분석에 사용되는 특성 X-ray는 하나의 원소에서 다양한 X-ray가 방출된다. 분석에 사용되는 주요 특성 X-ray(K α , La 혹은 Ma) 이 외에도 K β peak를 비롯하여 다양한 위성 peak (stellite peak)가 나타난다. 이러한 위성 peak는 경우에 따라서 구성원소의 결합 상태의 차이에 의해 peak의 상대적 강도나 에너지가 변하기도 한다. 그래서 이러한 peak를 정밀하게 측정하면 구성원소의 화학적 결합 상태를 유추할 수 있다. 그러나 이러한 위성 peak는 대부분 강도가 매우 약하여 EDS 또는 WDS를 이용하여 감지하거나 그 특성을 파악하기가 어렵다. 이처럼 약한 peak를 감지하기 위해서는 높은 Take off angle과 WDS의 경우 고감도의 large area crystal이 필요하다. 이번 연구는 EPMA를 이용한 상태 분석법의 하나로 Si와 Fe의 결합 상태에 따른 stellite peak 변화를 알아보았으며 이를 이용한 새로운 분석법 개발을 시도 하였다. 각 광물과 silicon에 대하여 Si의 K β X-ray의 파장 변화를 알아보았으며 금속 Fe와 Fe 산화물 그리고 Fe를 포함하는 특정광물에 대하여 Fe의 La, L β 의 비율을 측정하였다. 분석에 사용된 기기는 한국기초과학 지원연구원 전주센터에 설치된 EPMA-1600(Shimadzu, 일본)을 사용하였으며 분석조건은 15 keV, 80 nA조건으로 분석하였으며 Si K β peak는 PET crystall을 사용하였고 Fe La와 L β peak는 RAP crystall을 사용하여 분석하였다.

Si K β X-ray는 silicon의 결합상태에 따라서 파장이 약간씩 달라진다. 즉 이온결합을 주로 하는 silicate는 6.74 - 6.76Å 정도의 파장을 가지며 공유결합을 주로 하는 silicon 결정은 6.7446Å 을 가진다. K β X-ray는 M line의 전자가 K line으로 이동하면서 발생하는데 최외각 전자인 M line은 Si의 결합 상태에 따라 에너지가 다르기 때문이다. 이를 좀더 정밀하게 측정하면 각 silicate 구조별로 적지만 차이가 나타난다. 즉 framework silicate인 장석은 약 6.7610Å의 파장을 가지는 반면 ortho-silicate인 olivine은 6.7554Å의 파장을 가진다 (Fig. 1).

한편 Fe는 금속 Fe와 FeO 그리고 Fe₂O₃가 La와 L β 의 비율이 다르게 나타난다. 삽입된 표는 금속 Fe, FeO, Fe₂O₃, almandine garnet 그리고 andradite에 대한 La와 L β 비율을 정리한 것이다. 표에 나타난 바와 같이 +2가 상태인 almandine garnet은 FeO와 비슷한 비율을 보이는 반면 대부분의 Fe 이온이 +3가로 존재하는 andradite는 와 비슷한 비율로 나타난다. 이 비율을 이용하면 Fe와 FeO 그리고 Fe₂O₃에 대하여 면분석도 가능하다.

이러한 부가 peak (stellite peak)의 변화는 어느 정도 알려져 있는 상태 이다. 그러나 이러한 결과를 이용하여 각 원소의 상태에 대한 정보를 얻는 방법은 대부분의 분야에서 많은 연구가 이루어지지 않은 상태이다. Si와 Fe 뿐만 아니라 광물에 빈번히 포함되는 Al, Ca, Mg, K 및 Na에 대하여 종합적인 연구가 이루어지면 광물의 상태를 보다 쉽게 이해할 수 있는 분석방법이 개발될 수 있을 것으로 기대된다.

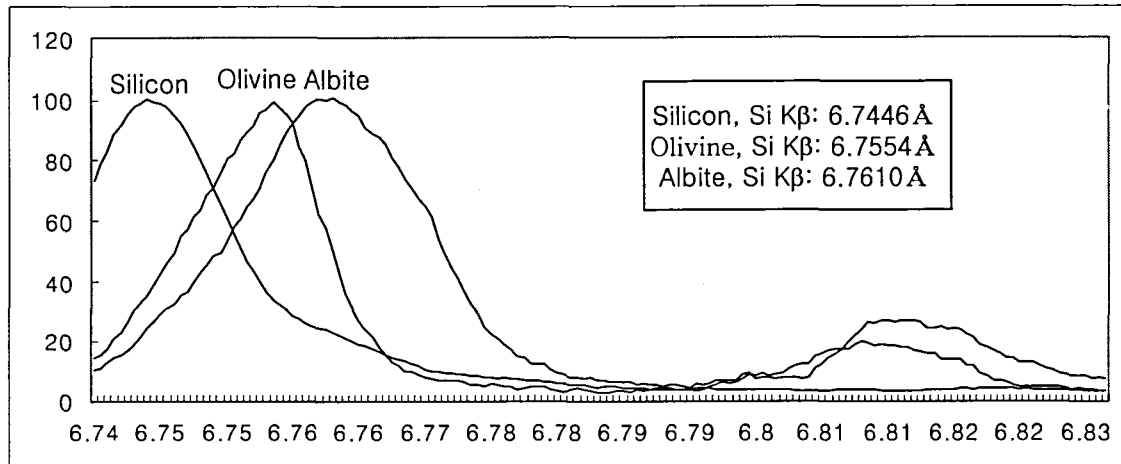


Fig. 1. Silicon, albite and olivine K β peak.

Table 1. Various L β /L α peak intensity ratio of Fe compound.

	Fe metal	FeO	Fe ₂ O ₃	Almandine	Andradite
L α Int.	3176	600	650	575	230
L β Int.	197	308	281	394	100
L β /L α	0.024	0.513	0.432	0.658	0.434