EF-TEM의 EELS 방법에 의한 산소 원소의 분석법 연구

김 윤 중, 이 영 부, 정 종 만

기초과학지원연구소 중앙분석기기부

에너지여과 투과전자현미경(EF-TEM)의 전자손실에너지분광법(EELS)을 이용하여 산소(Oxygen) 원소를 분석하는데는 다양한 측정 방법과 다양한 기기의 조건을 사용할 수 있는데 그 중에서 최적의 분석 조건을 실험적으로 설정하였다. 또한, 시편 내의 산소와 결합된 다른 원소의 영향에 의한 스펙트럼의 변화도 연구하였다.

EELS 분석 결과에 의하면 가능한 작은 집광렌즈 조리개(condenser lens aperture)와 작은 대물렌즈 조리개(objective lens aperture)를 이용하여 명시야상에서 스펙트럼을 얻었을 때 보다 좋은 분해능을 보임을 알 수 있다. EF-TEM에서 EELS 스펙트럼을 검출하는 방법에는 serial 방법과 parallel 방법이 있고, pararell 방법은 또 TV camera를 이용하는 방법과 slow-scan CCD camera를 이용하는 방법이 있는데, 각각 장단점이 있으나 경원소로 이루어진 TEM 시편의 대부분이 전자빔에 손상되기 쉽기 때문에 실제적으로는 signal intensifier를 장착한 TV camera를 이용하면 약한 빔으로도 좋은 결과를 얻을 수 있다.

결정구조 내에서 산소와 결합된 원소의 종류 및 상태에 따라 산소의 EELS peak의 모양 및 위치에 변화를 보이는데, 그 중에서도 특히 경원소들의 영향은 상당히 크다. 그러나, 이를 역으로 이용하면 산소에 인접해 있는 수소(Hydrogen)나 붕소(Boron)나 탄소(Carbon) 등 TEM의 일반적인 화학분석 방법으로는 분석이 어려운 경원소들의 존재 및 화학결합 상태에 대한 유익한 정보를 얻을 수 있다(소위, ELNES 기법: (Electron) Energy Loss Near-Edge Structure). 특히, 이러한 방법은 물분자(H_2O)나 수산기(Hydroxyl: OH)를 포함한 시료의 탈수화에 의한 상분해 과정을 연구하는데 있어 유용한데, 산소 원소를 EELS로 분석함으로써 수소 원소에 대한 정보를 간접적으로 얻어낼 수 있기 때문이다. 실례로 가열에 의한 kaolinite($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$)의 상분해 과정을 ELNES 기법으로 연구한 결과를 소개한다.