

Electron Probe를 이용한 Boron Glass의 원소정량분석

이석훈

기초과학지원연구소 중앙분석기기부

신소재 개발에 많이 사용되고 있는 boron glass의 화학분석을 위해 전자현미분석기(EPMA)를 많이 이용하는데, 비정질 물질인 유리에 경량원소인 보론이 첨가될 경우 전자 beam에 의한 구성원소들이 쉽게 영향을 받아 정확한 분석이 되지 않는다. 따라서 이 번 연구에서는 electron probe를 이용한 boron glass의 정확한 화학조성을 분석하는 방법을 제시하고, 보론을 분석할 수 없는 system에서 다른 원소를 분석한 후 그 나머지를 보론 값으로 사용할 수 있는 가능성을 검토해 보았다.

2-20nA에서 focused beam(1 μ m diameter)을 이용할 경우 NaK α 의 intensity가 조사 직후부터 급감 하는 것을 알 수 있다. 그러나 5nA 이상의 전류에서 20 μ m의 beam diameter로 조사했을 경우 시간에 대한 NaK α 의 intensity는 일정한 감소 경향을 보이는 반면에 2nA(20 μ m)에서는 조사후 약 60초까지는 거의 일정한 intensity를 보여준다. 같은 조건에서 AlK α 및 SiK α 의 intensity는 반대로 증가하는 것을 확인할 수 있었다. Glass를 구성하는 alkali aluminosilicate 원소들의 intensity 변화는 보론의 량에 비례해서 증가하는 경향이 뚜렷해진다. 따라서 일반적인 분석에 있어서는 분석치에 대해 시간에 대한 intensity의 변화에 따른 보정이 필요하다. 그러나 intensity에 대한 특별한 보정 없이 Na(K 포함)의 손실 및 Si와 Al의 증가를 최소화하고, 정확한 분석 값을 얻을 수 있는 boron glass의 적정 분석조건은 2nA의 전류, 20 μ m의 beam diameter, 60초 이내에서 분석을 하되 가능하면 Na 및 Si를 먼저 분석한다. 다른 원소들이 공존하는 경우, 두가지 분석조건을 사용하는 것이 좋는데 alkali aluminosilicate 조성은 2nA, 20 μ m에서 측정 한 후, 이어서 20nA, 20 μ m에서 다른 원소를 측정하는 방법을 사용함으로써 비교적 electron beam에 영향을 적게 받는 Fe, Mg 등의 원소들은 전류를 증가시켜, counts를 늘림으로써 측정오차를 줄인다.

2nA, 20 μ m에서, boron glass에 대해 보론을 포함한 모든 원소를 직접 측정하고, 또한 보론을 제외한 다른 원소들만을 측정하여 그 나머지를 보론으로 계산하였다. 10번 측정 한 결과 전자의 경우 표준 값(B₂O₃, 14.4 wt%)에 대한 보론의 량은 14.24 wt%, 편차는 2.92% 정도인데 비해, 후자의 경우는 14.37 wt%의 보론량과 2.62%의 편차를 보여주었다. 따라서 위의 방법을 사용할 경우 직접 보론을 측정하지 않아도 거의 참 값에 가까운 보론의 량을 얻을 수 있다.