

장석 광물에 대한 EPMA 분석에서 나타나는 양이온의 거동

이영부, 김윤중, 이석훈

기초과학지원연구소 중앙분석기기부

결정질 또는 비정질 물질에 대하여 전자현미분석(EPMA)을 할 때 원자번호가 낮은 원소들은 전자 beam에 의하여 쉽게 영향을 받으며 그 결과 해당 원소뿐만 아니라 구성되어 있는 다른 원소의 분석 값에도 영향을 준다. 이번 연구에서는 장석 광물의 단성분인 albite($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$), microcline(KAlSi_3O_8) 및 anorthite($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$)에 대하여 EPMA 분석을 할 때 각각의 분석조건(전류량과 beam size)에서 Na, K 및 Ca의 성분의 변화 경향과 이러한 현상이 전체 분석 값에 미치는 영향에 대하여 알아보았다.

먼저 albite에 대하여 focused beam($1\mu\text{m}$ size)을 이용하여 20nA에서 10초 간격으로 150초 동안 측정된 결과, Na는 점차적으로 감소하여 전체의 70%에 해당하는 55cps/nA가 감소한 반면에 Si는 점차적으로 증가하여 9%에 해당하는 60cps/nA가 증가하였고 Al은 10%에 해당하는 22cps/nA가 증가하였다(Fig. 1A). 전류량을 10nA로 낮추어 측정된 결과 Na는 52%가 감소하였고 Si와 Al은 3.8%와 5.5%가 각각 증가하였다(Fig. 1B). 그러나, 전류량을 5nA로 하여 측정된 결과 150초 동안에는 뚜렷한 변화를 보이지 않았다(Fig. 1C). 같은 실험을 microcline과 anorthite에 대하여 실시한 결과 변화량에서는 차이가 있으나 K와 Ca는 감소하고 Si와 Al은 증가하는 비슷한 분석 결과를 얻었다. 한편, albite에 대하여 20nA에서 beam size를 $10\mu\text{m}$ 로 하여 측정된 결과 시간에 따라 Na, Al 및 Si의 값의 변화를 보이지 않았다.

상기한 결과는 상대적으로 결합력이 약한 Na, K 및 Ca 원소의 최외각 전자가 집중되는 전자 beam에 의하여 쉽게 위치를 이탈하여 나타나는 현상(이온화 현상)에 의한 것으로 여겨지며 그 결과 WDS나 EDS 정량분석에서 분석값에 상당한 오류를 일으킬 가능성이 있음을 지시한다. 이러한 오차를 줄이기 위해서는 beam size를 크게 하거나 전류량을 낮게 하여 분석하는 방법이 있는데 beam size를 크게 하면 좁은 영역을 분석할 수 없는 단점이 있고 전류량을 낮추면 count되는 X-ray량이 적어 분석 신뢰도가 떨어지는 단점이 있다. μm 단위로 연정을 이루고 있는 장석 광물에 대한 분석은 beam을 키우기 보다는 전류량을 낮추는 방법이 타당하며, WDS 방법에서 Na를 비롯한 주요 성분의 분석을 40초 또는 60초 이전에 모두 마칠 수 있는 점으로 보아 60초 이전까지 뚜렷한 변화를 보이지 않는 전류량 10nA의 조건이 무난할 것으로 여겨진다.

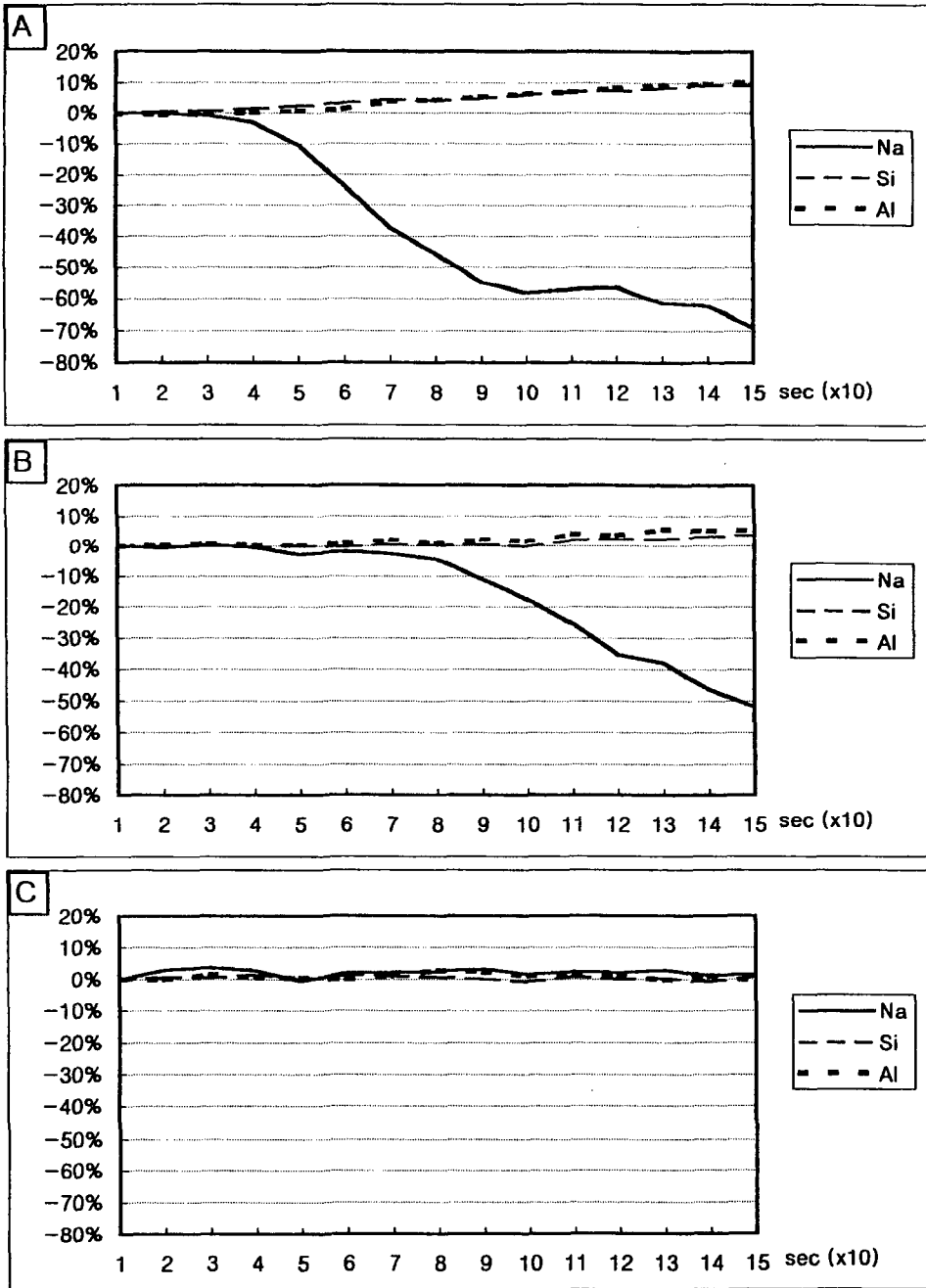


Fig. 1. Albite에 대한 WDS값의 시간당 변화량 (X축: 시간, Y축: 변화 백분율);
 Beam size: $1\mu\text{m}$, Beam current: A - 20nA, B - 10nA, C - 5nA.