

ZnS(Sphalerite)의 계면분석을 위한 TEM 시편준비법

정 종 만, 최 정 국*, 김 윤 중

기초과학기술지원연구소, *충남대학교

편광현미경 관찰에 의하면 광석광물의 일종인 ZnS(Sphalerite)는 박편 상태에서 투명한 것이 보통이나 불순물의 함량이나 구조적 결함이 많으면 반투명 혹은 불투명하게 보인다고 알려졌다. 그러나, 국내 일부 광산에서 산출되는 ZnS의 광학현미경, XRD 및 EPMA 분석 결과, 이러한 화학적, 구조적 상이점이 없는데도 투명한 부분과 불투명한 부분이 공존함이 보고되었다. 이러한 문제점을 해결하기 위해서는 TEM 작업이 필요한데, 먼저 두 부분의 계면을 관찰할 수 있는 시편의 제작이 선결되어야 한다.

시료에 존재하는 벽개면이나 균열 때문에 시료의 embedding을 통한 연마와 원하는 계면을 milling하기 위한 dimpling 작업이 필수적이었다. 시료를 박편 두께로 연마한 다음, 편광현미경을 통해 계면을 선정하였다.(Fig. 1) 시료의 파쇄를 방지하기 위해 관심 부분에 Cu washer를 부착하여 cutting한 다음, dimpling 작업을 하였다. 계면에서 볼 때 단단한 부분 쪽으로 중심을 이동하면서 dimpling 작업을 하면 좀 더 좋은 시료를 만들 수 있었다. dimpling 위치를 정확히 맞추는 것이 중요한데 편광 및 반사현미경상으로 100배 이상의 배율에서 위치를 잡아야 했다. Ion milling은 두가지 모델의 기기를 사용하여 다양한 조건에서 시도하였고, 한 기기에는 CCD와 monitor를 부착하여 milling되는 위치를 확인하면서 작업하였다. Fig. 2는 이렇게 하여 얻어진 TEM 시편 중 하나를 보여주고 있는데 원하는 위치에 구멍이 형성된 것을 볼 수 있다.



Fig. 1. Polarizing Micrograph of ZnS(Sphalerite) before dimpling
The boundary area of interest is arrowed.



Fig. 2. Polarizing Micrograph of ZnS(Sphalerite) after ion milling.