

Study of metal samples using Laser-Induced Breakdown Spectroscopy in double-pulse configuration

최성철, 이용훈, 오명규, 고도경, 이종민

광주과학기술원 고등광기술연구소 레이저분광학연구실

scchoi@gist.ac.kr

레이저 유도 플라즈마 분광법 (LIBS: Laser-Induced Breakdown Spectroscopy 또는 LIPS: Laser-Induced Plasma Spectroscopy. 이하 LIBS라 칭함)은 레이저를 이용한 분광분석법의 한 종류이다. LIBS는 시료가 기체, 액체 및 고체 상태와 관계없이 주기율표 상의 거의 모든 원소에 대하여 정성, 정량 분석이 가능하다. LIBS 기술은 레이저 빔을 시료 표면에 집속시켜 얻은 플라즈마는 유도 결합 플라즈마에서 생성된 플라즈마처럼 높이는 여기온도를 가지고 있으므로 시료를 증기화시켜 원자상태로 만든 후 여기시킬 수가 있다. 이렇게 플라즈마를 생성시켜 고체 시료를 원자화 및 이온화시키고 여기시켜 분광선을 측정하게 된다.

LIBS의 가장 큰 장점은 시료의 전처리 과정이 필요 없다는 것이며, 분석 시간이 상당히 짧기 때문에 실시간 분석이 가능하다는 것이다[1-3]. 또한 국부적 영역을 움직이며 분석할 수 있기 때문에 화학 조성 분포 조사도 가능하다. LIBS의 가장 큰 매력은 위험한 환경에서 온라인 분석이 가능한 점과 공정 단계에서 실시간 분석에 활용할 수 있는 것에 있다. 하지만 원자의 여기 상태(excited state)의 조건이 레이저 에너지의 변화 등의 주변 환경에 매우 민감하고, 여러 종류의 시료에 관한 표준물질(reference material)의 확보가 부족하기 때문에 타 분광 분석법과 비교하여 분석 정확도가 떨어지는 단점을 갖고 있다. 하지만 최근에 레이저와 검출기의 기술 발전에 힘입어 LIBS의 기술은 많이 발전하였고, 분석의 정확성과 재현성을 높이기 위해 많은 연구가 계속 진행되고 있다. 본 연구에서는 두개의 레이저 펄스를 이용하여 낮은 분석 감도와 분석 정확도를 향상시키는 기술에 대해 발표하고자 한다.

LIBS에서 플라즈마를 생성시키기 위해서 레이저 빔에너지는 시료의 종류 및 측정 환경 조건에 따라서 다른 임계 에너지(breakdown threshold)를 갖는다. 본 연구에서는 공기 중에서 10^{10} Wcm^{-2} 의 출력을 갖는 펄스폭 5~8 ns인 두 개의 Q-switch Nd:YAG 레이저를 사용하였다. 고체와 액체시료에서의 임계 에너지는 일반적으로 기체 상태보다 상당히 낮다. 레이저 유발 플라즈마는 시간에 따라서 여러 순간적인 상태로 나눌 수 있다. 레이저가 조사된 후 높은 전자 및 이온 밀도를 나타내며 제동복사(bremsstrahlung) 발광에 의하여 연속적 배경 방출(continuum background emission) 신호와 Stark 효과에 의하여 선폭 넓어짐(line broadening) 현상을 제거하기 위해 검출 시간 간격(delay time)을 1 μs 게이트 폭(gate width)을 30 μs 로 설정하였다. Fig. 1 은 알루미늄 고체 샘플에 한 개의 레이저 펄스와 두개의 레이저 펄스를 레이저 에너지 8 mJ, 두 레이저 조사 간격 300 ns 일 때 획득된 신호를 나타내고 있다. 두 개의 레이저 펄스를 사용하였을 때 신호의 세기가 확연히 증가됨을 알 수 있다

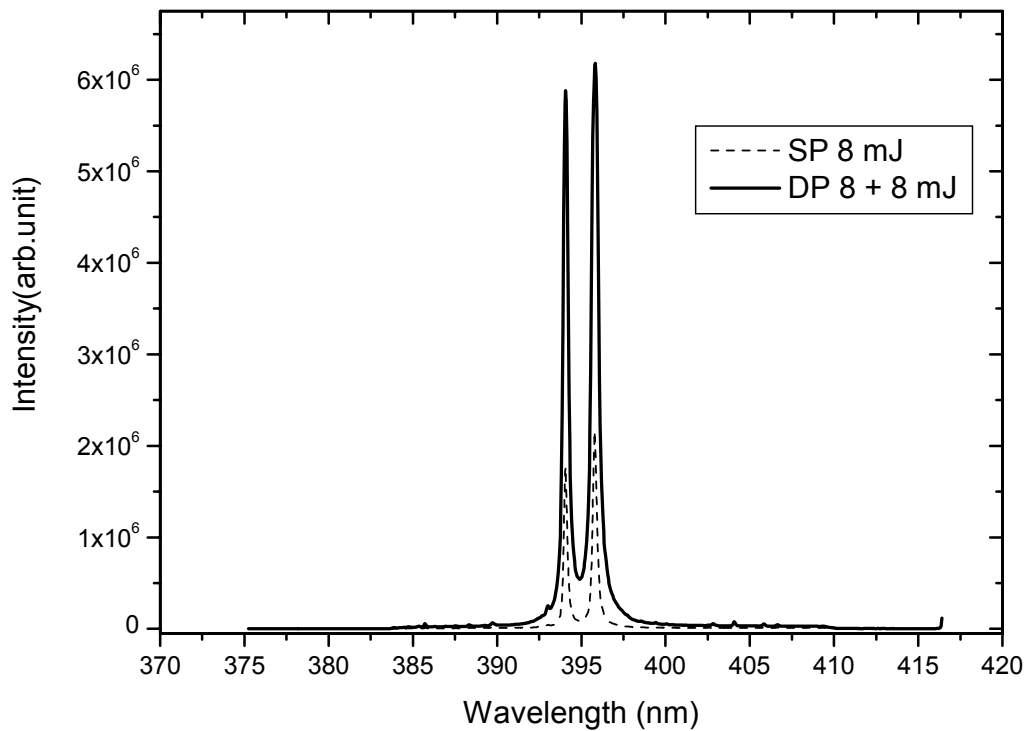


그림 1. 단일 레이저 펄스와 두개의 레이저 펄스로 획득된 LIBS 신호 비교 스펙트럼.

[참고문헌]

- [1] F. Brech, L. Cross, Appl. Spectrosc., 16, 59, (1962)
- [2] F. Y. Yueh, J. P. Singh, H. Zhang, Encyclopedia of Analytical Chemistry, "Laser-induced Breakdown Spectroscopy, Elemental Analysis", 2066, (2000)
- [3] R.A. Multari, L.E. Foster, D.A. Cremers, M.J. Ferris, Appl. Spectrosc, 50, 1483, (1996)