

# 40kV용 투과양극형 x-ray tube에 의한 X-ray 형광 특성

김성수·김도윤

목원대학교 기술마케팅학과, 대전 302-318

(주)브이에스아이, 대전 305-811

(2008년 4월 27일 받음)

휴대용 XRF(X-Ray Fluorescence) 장치에 적용하기 위하여 개발한 투과 양극형 x-ray tube를 이용하여 XRF 실험을 하고, x-ray tube가 XRF data에 미치는 영향을 조사하였다. W-target tube와 Rh-target tube를 이용하여 측정된 XRF data는 알려진 결과와 잘 일치하였다. 35 kV와 관전압과 40  $\mu$ A의 관전류에서 W-target tube로 측정된 Fe  $K_{\alpha}$ -line의 FWHM은 약 180 eV로써, 이 값은 물질의 성분분석을 하기에 충분한 것으로 확인하였다. XRF data와 x-ray tube의 적분강도 곡선을 비교 분석해 본 결과, 휴대용 XRF 장치에는 W-Target tube보다는 Rh-Target tube를 사용하는 것이 더 유리함을 밝혀내었다.

주제어 : 엑스레이관, 투과양극형, 엑스레이형광, 텅스텐, 로듐, 엑스알에프, 에너지분산형

## I. 서론

XRF(X-Ray Fluorescence, X선 형광분석법) 장치는 비 파괴적으로 물질의 성분 혹은 정량분석을 할 수 있어 폭넓게 응용되고 있다. 최근 유럽연합의 'RoHS 규정'이 동기가 되어 휴대용 XRF 장치가 주목받고 있다. 'RoHS 규정'은 Cd, Pb, Hg, 6가 크롬, 브롬계 난연제가 포함된 전기전자 제품을 유럽시장에서 판매 금지한 조치로써 2006년 7월부터 발효되었다. 수억원의 초기비용과 전문인력이 필요한 정밀 분석장비에 비하여, 휴대용 XRF 장치는 경제적인 가격, 이동성, 신속성, 정확성 때문에 상기 유해물질들의 1차 스크리닝용으로 활용되고 있다. 향후 RoHS와 유사한 규정이 전 세계로 확대될 전망이고, 따라서 향후 휴대용 XRF 장치의 수요도 지속적으로 증가할 것으로 전망되고 있다. XRF 장치를 휴대용으로 개발할 수 있었던 것은 초소형으로 제작할 수 있는 투과양극형 x-ray tube가 개발되었기 때문이다. 투과양극형 x-ray tube는 1977년 미국의 David J Haas에 의해 처음 개발된 것으로[1], Be이 x-ray 투과율이 매우 높다는 특성을 이용하여 얇은 Be window에 금속을 코팅하여 양극으로 사용한 것이다[2]. 본 연구진은 제 전기에 적용하기 위한 10 kV용 투과 양극형 W-target tube[3]와 필름두께 측정에 적용하기 위한 Ag-Target tube[4]를 개발한 바가 있다. 또한 이 기술을 바탕으로 하

여 휴대용 XRF 장치에 사용할 수 있는 40kV용 투과양극형 W-target x-ray tube와 Rh-target x-ray tube도 개발하였다[5].

X-ray가 원자에 조사되면 원자 내 K-궤도 혹은 L-궤도에 있는 전자가 방출되어 빈자리가 생기고, 상위 궤도에 있던 전자가 빈자리로 전이되면서 photon을 방출하게 되는데 이 photon의 파장이 x-ray 영역이기 때문에 x-ray 형광이라고 부른다. 이때 방출되는 photon은 원자마다 고유한 에너지를 가지기 때문에 원소의 종류 및 정량분석이 가능하다. XRF는 분광방식에 따라 파장을 측정하는 파장 분산형 XRF(Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence)와 에너지를 직접 측정하는 에너지 분산형 XRF(Energy Dispersive X-Ray Fluorescence)로 구분된다. 본 연구에서는 Si-PIN 검출기를 이용한 에너지 분산형 XRF 장치를 구성하고, W-target tube와 Rh-target tube에 의한 x-ray 형광 특성을 비교 분석하였다. X-ray 선원은 본 연구진이 개발한 40kV용 투과양극형 x-ray tube를 사용하였다.

## II. XRF 실험

FIG 1은 x-ray tube의 특성을 조사하기 위하여 구성한 XRF 장치의 개략도이다. X-ray 선원으로 사용한 40 kV용

\* [전자우편] sskim@mokwon.ac.kr

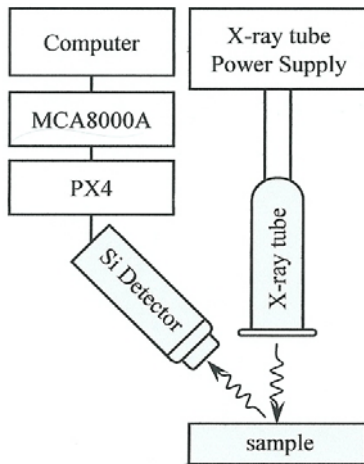


FIG 1 Block Diagram of system for XRF experiment.

투과 양극형 W-target tube와 Rh-target tube는 자체 개발한 것으로써, 제원과 자세한 특성은 이전 논문에 상세히 설명되어 있다[5]. X-ray tube를 구동하기 위한 power supply는 자체 개발한 40 kV power supply를 사용하였다. X-ray 에너지 분포의 측정을 위한 검출기는 미국 AMTEK 사의 XR-100CR(25mm<sup>2</sup>×500μm) Si-PIN detector를 사용하였고, 동일 사의 MCA8000A software 및 PX4 power supply를 사용하였다. 실험의 일관성을 위하여 모든 data는 30초 동안 측정하였고, 따라서 FIG 2에서 FIG 8까지 각 스펙트럼의 y축은 30초 동안 측정된 누적 강도이다.

### III. 결과 및 고찰

#### 1. X-ray tube의 에너지 스펙트럼

FIG 2는 관전압이 35 kV, 관전류가 40 μA일 때 Rh-target tube를 이용하여 측정된 x-ray 에너지 분포이고, FIG 3은 동일한 조건에서 측정된 W-target tube의 x-ray 에너지 분포이다. Rh-target tube와 W-target tube의 관전압과 관전류에 따른 x-ray 특성 및 선량 특성에 관해서는 이전 논문에서 자세히 설명하였다[5]. XRF 실험의 전 과정에서 x-ray tube의 종류에 상관없이 관전압은 35 kV, 관전류는 40 μA로 하여 측정하였다. 여기서 관전압은 전자가 방출되는 음극과 양극물질 사이에 인가된 전압이고, 관전류는 양극에 도달하는 전자에 의한 전류이

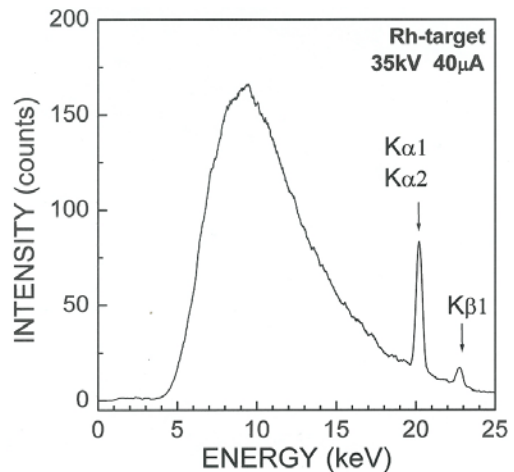


FIG 2 Energy distribution of x-ray from the Rh-target tube with the 35kV-tube voltage and the 40μA-tube current.

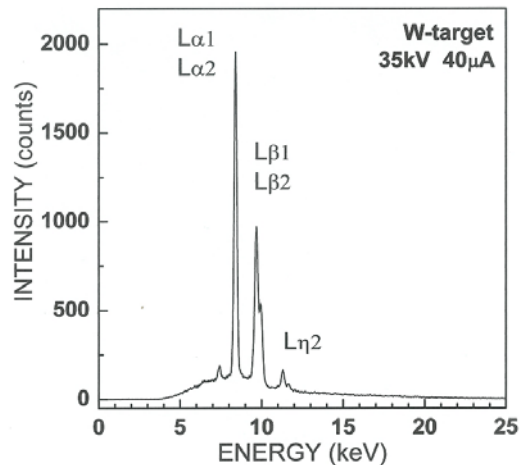


FIG 3 Energy distribution of x-ray from the W-target tube with the 35kV-tube voltage and the 40μA-tube current.

다. Rh K-line의 에너지는 각각  $K_{\alpha 1}=20.216$  keV,  $K_{\alpha 2}=20.073$  keV,  $K_{\beta 1}=22.723$  keV이고, W L-line의 에너지는 각각  $L_{\alpha 1}=8.398$  keV,  $L_{\alpha 2}=8.335$  keV,  $L_{\beta 1}=9.672$  keV,  $L_{\beta 2}=9.962$  eV,  $L_{\eta 2}=11.286$  keV로써, FIG 2와 3의 측정 결과와 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

#### 2. XRF data

FIG 4는 W-target tube를 이용하여 측정된 Zn(4N) 시료의 XRF 스펙트럼을 보인 것이다. FIG 4에서 peak의 위치는 K-emission line의 에너지에 해당하는 것으로, 8.6

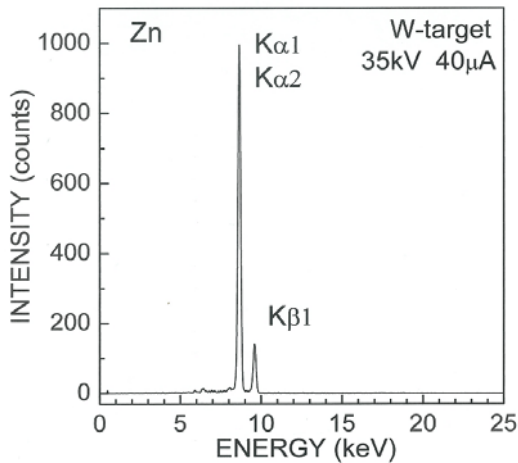


FIG 4 XRF spectra of pure Zn(4N) sample by W-target tube with the 35 kV-tube voltage and the 40 μ A-tube current.

keV 근처에서 나타난 강한 peak는  $K_{\alpha 1}$  과  $K_{\alpha 2}$  -line이 겹쳐서 나타난 것이고 작은 peak는  $K_{\beta 1}$  -line이다. Zn 원자의 K-emission line은  $K_{\alpha 1}=8.639$  keV,  $K_{\alpha 2}=8.616$  keV,  $K_{\beta 1}=9.572$  keV이고, FIG 4의 측정결과와 비교해보면 매우 잘 일치하고 있음을 알 수 있다. 원자의 emission line은 원자 내 궤도 전자의 전이과정에서 방출되기 때문에 x-ray 형광의 강도는 전이확률과 관계되어 있다. 전이확률의 비는 원자의 종류마다 약간의 차이가 있지만 평균적으로 다음과 같다[6].

K-emission line의 경우는

$$K_{\alpha 1}:K_{\alpha 2}:K_{\beta 1}=100:50:23 \dots (1)$$

이고, L-emission line의 경우는

$$L_{\alpha 1}:L_{\alpha 2}:L_{\beta 1}:L_{\beta 2}:L_{\beta 3}=100:11:55:22:10 \dots (2)$$

이다.

Zn K-line의 전이확률 비는  $K_{\alpha 1}:K_{\alpha 2}:K_{\beta 1}=100:49:18$  로써[6],  $K_{\beta 1}$ 에 대한  $K_{\alpha}$ 의 비( $K_{\alpha}/K_{\beta 1}$ )는 8.27이다. 여기서  $K_{\alpha}$ 는  $K_{\alpha 1}$ 과  $K_{\alpha 2}$ 의 합이다. FIG 4에서 peak의 강도는 전이확률을 의미하므로, 높이로 계산한 강도비는  $K_{\alpha}/K_{\beta 1}=994/140=8.25$ 로써 전이확률의 비와 매우 잘 일치함을 알 수 있다.

FIG 5는 FIG 4와 동일한 조건에 측정된 Fe(4N) 시료의 XRF 스펙트럼을 확대하여 보인 것이다. Fe 원자의 K-emission line은  $K_{\alpha 1}=6.404$  keV,  $K_{\alpha 2}=6.391$  keV,  $K_{\beta 1}=7.058$  keV로써, FIG 5에서 나타난  $K_{\alpha}$ 와  $K_{\beta 1}$ 의 위치와 정확히 일치한다. 아울러 XRF 스펙트럼 상에서 측정된 Fe  $K_{\alpha}$ -line의 FWHM은 약 180 eV였다. FIG 6에서

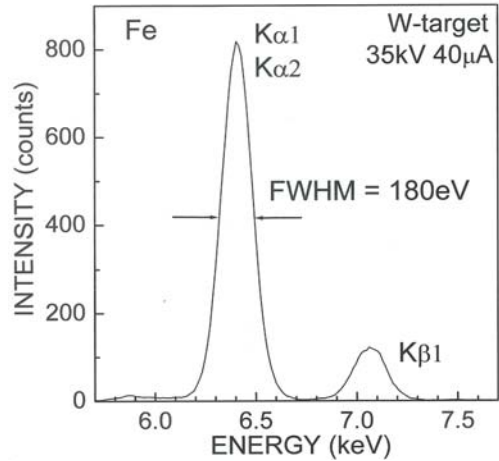


FIG 5 XRF spectra of pure Fe(4N) sample by W-target tube with the 35 kV-tube voltage and the 40 μ A-tube current.

설명하겠지만 이것은 물질의 성분분석을 하기에 충분한 값으로 확인되었다.

FIG 6은 원자번호가 인접한 두 원자로부터 방출되는 각각의 K-line을 분리할 수 있을지를 확인하기 위하여,  $^{29}\text{Cu}$ 와  $^{30}\text{Zn}$  시료의 XRF 스펙트럼을 비교한 것이다. FIG 6에서 두 원자의 K-line이 확연히 분리되어 있음을 알 수 있는데, 이것은  $K_{\alpha}$ -line의 FWHM이 충분히 작기 때문이다. Cu 원자의 K-emission line은  $K_{\alpha 1}=8.048$  keV,  $K_{\alpha 2}=8.028$  keV,  $K_{\beta 1}=8.905$  keV이고, Zn 원자의 K-emission line은  $K_{\alpha 1}=8.639$  keV,  $K_{\alpha 2}=8.616$  keV,  $K_{\beta 1}=9.572$  keV이다. 따라서 Cu와 Zn 원자의 K-line 에너지 차는 각각  $\Delta K_{\alpha}=600$  eV와  $\Delta K_{\beta 1}=660$  keV이고,

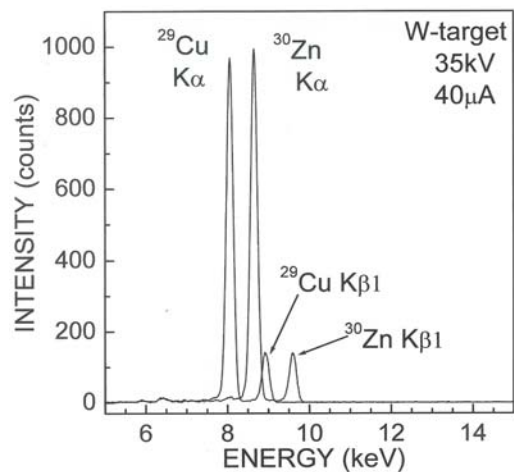


FIG 6 XRF spectrum of pure Cu(4N) and Zn(4N) sample by W-target tube with the 35 kV-tube voltage and the 40 μA-tube current.

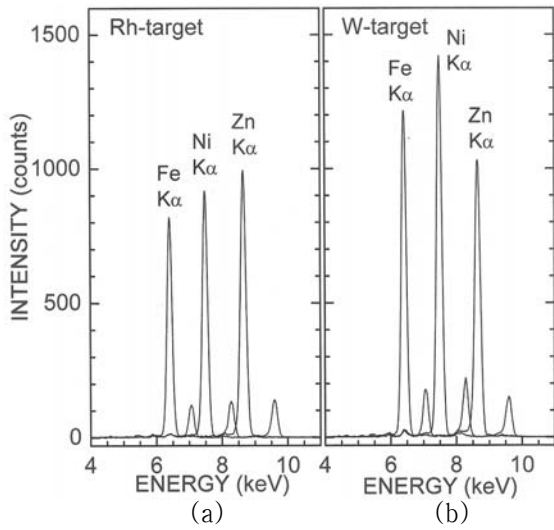


FIG 7 XRF spectrum of pure Fe, Ni and Zn samples by Rh-target tube(a) and W-target tube(b) with the 35 kV-tube voltage and the 40  $\mu$  A-tube current.

$K_{\alpha}$ -line의 FWHM은 약 180 eV이므로 물질의 성분분석에는 전혀 문제가 없음을 확인할 수 있다.

### 3. W-target tube에 의한 XRF data와 Rh-target tube에 의한 XRF data의 비교.

FIG 7은 Rh-target tube(a)와 W-target tube(b)를 이용하여 35 kV의 관전압과 40  $\mu$ A의 관전류에서 측정된 Fe, Ni, Zn의 XRF 스펙트럼을 비교한 것이고, FIG 8은 FIG 7과 동일한 조건에서 측정된 Zr, Nb, Mo의 XRF 스펙트럼이다. FIG 7과 8에서 세 가지의 뚜렷한 특징을 확인할 수 있다.

첫 번째는 FIG 7에서 Fe와 Ni  $K_{\alpha}$ -line의 강도는 W-target tube를 사용했을 때가 더 강하지만, Zn  $K_{\alpha}$ -line는 Rh-target tube를 사용했을 때와 비슷한 강도로 측정된 것이다. 두 번째는 FIG 8에서 Zr, Nb, Mo원자의  $K_{\alpha}$ -line 강도가 Rh-target tube를 사용했을 때 오히려 더 강하게 측정되었고, 두 tube 모두  $K_{\alpha}$ -line의 에너지가 커질수록 강도가 감소하고 있는 것이다. 세 번째는 FIG 7과 FIG 8은 동일한 조건에서 측정했지만, FIG 7의 경우가 FIG 8의 경우에 비해 강도가 3~8배 정도 더 강하게 측정된 것이다.

Emission line의 강도에 가장 큰 영향을 미치는 것은 선

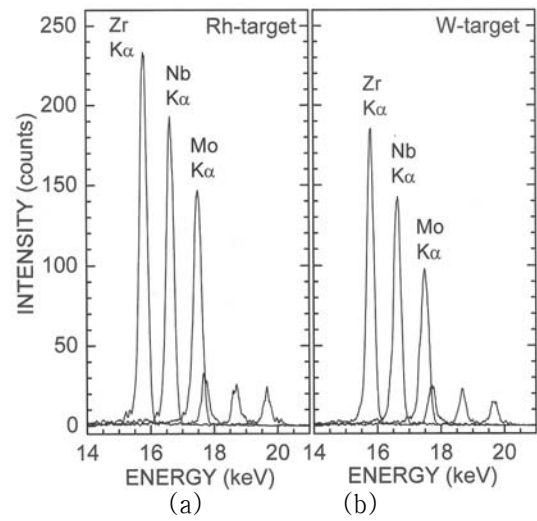


FIG 8 XRF spectrum of pure Zr, Nb and Mo samples by Rh-target tube(a) and W-target tube(b) with the 35 kV-tube voltage and the 40  $\mu$ A-tube current.

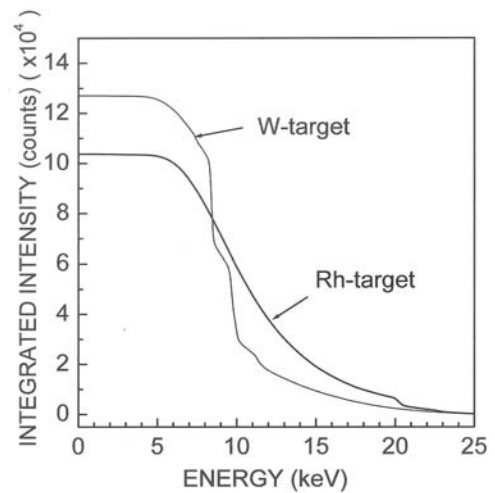


FIG 9 Integrated Intensity of the Rh-target tube and the W-target tube.

원으로 사용한 x-ray의 에너지 분포이다. 따라서 이 세 가지 특징이 나타난 원인은 선원으로 사용한 Rh-target과 W-target tube의 에너지 분포가 다르기 때문이다. 이 이유를 좀 더 명확히 확인하기 위하여, FIG 2와 FIG 3의 에너지 스펙트럼을 높은 에너지로부터 적분하여 그린 것이 FIG 9이다. FIG 2의 에너지 스펙트럼에서, Rh-target tube로부터 방출되는 photon의 총 강도는 곡선 아래의 전체면적에 대응된다. 그러므로 tube에서 방출되는 photon 중에서 특정에너지(예를 들어 10 keV라면)보다 큰 photon의 강도는, FIG 2의 곡선아래 전체면적 중 10 keV 이상에 해당하는 면적에 대응된다. 이 면적의 크기가 FIG 9에서

10 keV일 때의 적분강도(integrated intensity)이다.

FIG 9는, x-ray tube에서 방출되는 photon 중에서 약 8.5 keV 보다 큰 photon은 Rh-target tube에서 더 많이 방출되고, 그 이하의 경우는 W-target tube에서 더 많이 방출된다는 것을 보여주고 있다. 그러므로 emission line의 에너지가 약 8.5 keV 이하일 때는 W-target tube를 사용했을 때 더 강한 x-ray 형광이 방출되고, 8.5 keV 이상에서는 Rh-target tube가 상대적으로 더 강한 형광이 방출된다. 이것으로 첫 번째와 두 번째의 특징이 해석된다. 에너지가 8.6 keV 근처인 Zr  $K_{\alpha}$ -line 강도가 비슷하게 나타난 것은, FIG 9에서 보는 바와 같이 8.6 keV 근처에서 두 tube의 적분강도가 비슷하기 때문이다. FIG 7에서 에너지가 낮아질수록 강도가 점점 줄어들고 있는데, 이것은 에너지가 낮아질수록 대기기체분자에 의한 흡수가 더 많이 일어나기 때문이다. 반면 FIG 8에서는 에너지가 커질수록 강도가 감소하고 있는데, 이것은 FIG 9에서 보는 바와 같이 에너지가 커질수록 선원의 강도가 감소하기 때문이다. 세 번째의 특징도 FIG 9의 적분강도 차이로 설명이 된다.

X-ray 형광의 강도가 강하면 측정시간을 단축시킬 수 있기 때문에, 휴대용 XRF 장치에서 x-ray 형광의 강도는 매우 중요하다. FIG 9에서 약 10keV이하에서는 적분강도가 강하기 때문에 어떤 tube를 사용하더라도 강한 x-ray 형광을 얻을 수 있다. 그러나 10 keV 이상에서는 적분강도가 둘 다 급격히 감소하기는 하지만, W-target tube보다는 Rh-target tube의 적분강도는 더 강하다. 따라서 휴대용 XRF 장치에 적용하기에는 높은 에너지 쪽에서 더 많은 photon을 방출하는 Rh-target tube가 더 유리하다는 것을 알 수 있다.

#### IV. 요약

휴대용 XRF(X-Ray Fluorescence) 장치에 적용하기 위

하여 자체 개발한 40 kV용 투과 양극형 W-Target tube와 Rh-Target tube를 이용하여 XRF 실험을 하고, x-ray tube가 XRF data에 미치는 영향을 조사하였다. 각 tube를 이용하여 측정된 X-ray 형광의 에너지는 알려진 결과와 잘 일치함을 확인하였다. 35 kV의 관전압과 40  $\mu$ A의 관전류에서 W-target tube로 측정된 Fe  $K_{\alpha}$ -line의 FWHM은 약 180 eV로써, 이 값은 물질의 성분분석을 하기에 충분한 것으로 확인하였다. X-ray 형광의 강도는, x-ray 형광의 에너지가 낮은 쪽은 대기 기체분자의 영향을 받고, 높은 에너지 쪽은 x-ray tube의 강도분포에 의해 결정됨을 확인하였다. XRF data와 x-ray tube의 적분강도 곡선을 비교 분석해 본 결과, 휴대용 XRF 장치에는 W-Target tube보다는 Rh-Target tube를 사용하는 것이 더 유리함을 밝혀 내었다.

#### 감사의 글

본 연구는 2006년 산업자원부 공통핵심기술개발사업[과제번호:10026293]에 의하여 수행되었습니다.

#### 참고문헌

- [1] United States Patent 4,034,251 July 5, 1977.
- [2] Comprehensive Analytical Chemistry, Volume XXIV G.Svehla 1989 ELSEVIER p70.
- [3] S. S. Kim, D. Y. Kim, J. Kor. Vac. Soc. **16**, 305 (2007).
- [4] S. S. Kim, D. Y. Kim, J. Kor. Vac. Soc. *to be published*.
- [5] S. S. Kim, D. Y. Kim, J. Kor. Vac. Soc. *submitted*.
- [6] Comprehensive Analytical Chemistry, Volume XXIV G.Svehla 1989 ELSEVIER p.24

## Characteristics of the X-ray Fluorescence by the 40kV transmission anode x-ray tube

Sung-Soo Kim, Do-Yun Kim

*Dept. of Techno-marketing, Mokwon Univ. Daejeon 302-729  
VSI CO. LTD., Daejeon 305-811*

(Received April 27, 2008)

By using the transmission anode x-ray tube developed to apply to the hand-held XRF equipment, we carried out XRF experiment and evaluated the influences of the x-ray tube on XRF spectra. XRF data, which is measured using the W-target and Rh-target tube, were good agreements with the known results. FWHM of Fe  $K_{\alpha}$ -line measured by W-target tube with the 35 kV-tube voltage and the 40  $\mu$ A-tube current was 180 eV. This result reveals that our XRF equipment using the transmission anode x-ray tube is enough for a qualitative analysis of materials. By comparison XRF data with the integrated intensity of x-ray tube, it was confirmed that Rh-target tube is better than W-target tube for application to the hand-held XRF equipment

Keywords : x-ray tube, transmission anode, X-Ray Fluorescence, Tungsten, Rhodium, XRF, Energy Dispersive

\* [E-mail] sskim@mokwon.ac.kr