

석류석(Garnet) 분말시료에 대한 TEM 시편준비법 연구

정종만, 이영부*, 김윤중

기초과학지원연구소 중앙분석기기부, (*)전북대학교 지구과학과

일반적으로 광물의 분말시료는 용액을 만든 다음, 초음파세척기를 이용하여 벽개면이나 파쇄면을 Grid 위에 띄우는 방법으로 TEM 시편을 준비한다. 그러나, 분말의 크기가 크거나 구형에 가까운 형태를 가진 시료를 이러한 방법으로 준비하기는 어렵다. 이런 경우 분말시료를 epoxy에 embedding하여 ion milling하는 방법을 이용할 수 있는데, 본 연구에서는 시료를 embedding하는데 유용한 몇가지 방법을 제시하고자 한다.

연구에 사용된 분말시료는 다양한 크기의 자형에 가까운 석류석(Garnet)이며 embedding 물질은 일반적인 epoxy보다 점성이 낮은 Caldofix이다. Ion milling 때 야기되는 시료와 embedding 물질과의 milling 정도의 차이를 극복하기 위해서 embedding 물질에 대한 시료의 상대 밀도를 높혀 주는 방법을 시도하였다. 진공을 이용한 embedding법과 원심력을 이용한 embedding법을 비교하였으며 또한 입자 크기의 분포에 따른 전체 밀도의 변화도 비교하였다. 원심분리는 4000rpm의 속도로 10분 간 실시하였으며 입자 크기는 분체를 이용하여 분류하였다.

비슷한 크기의 분말을 진공 상태에서 embedding한 시료는 Fig. 1에서와 같이 시료 간격이 많이 벌어져 있는 것을 볼 수 있었으나 같은 분말을 원심분리기를 이용하여 준비한 시료는 시료의 간격이 보다 좁혀진 것을 알 수 있었다. 가장 좋은 결과는 입자의 크기가 서로 다른 시료를 섞은 후 원심력을 이용하여 준비한 시료에서 얻어졌는데, Fig. 2에서 보는 바와 같이 큰 입자 사이로 작은 입자가 유입되면서 전체적인 밀도가 높아졌다. 이러한 방법으로 제작한 시료는 일반적인 ion milling 방법을 이용하더라도 milling 정도의 차이에서 생기는 문제점을 크게 줄일 수 있었다.



Fig. 1. Polarizing micrograph of garnet powders of homogeneous size prepared by a vacuum embedding method. (scale bar: 0.1mm)



Fig. 2. Polarizing micrograph of garnet powders of heterogeneous size prepared by a centrifuging method. (scale bar: 0.1mm)