

Electron Probe를 이용한 저어콘 및 모나자이트의 Chemical 연대측정법

이석훈

한국기초과학지원연구원 대전시 유성구 어은동 52

(shlee@comp.kbsi.re.kr)

1. 서론

지질연대를 측정하는 방법에는 적정 연대에 따라 다양한 방법들이 개발되어 왔다. 특히 오래된 지질연대 측정에는 전통적 Pb-Pb법, Sm-Nd법, K-Ar법 등이 이용되어 왔으며, 현재에도 많이 응용되고 있다. 다만 이러한 실험에는 준비과정에 많은 시간과 노력이 요구되고, 비전문가들이 접근하기에 어려운 점들이 있다. 이러한 단점을 보완하고, 특별한 전처리 없이 비교적 빠르게 연대측정이 가능한 새로운 분석법이 최근 개발되었다. 즉, SIMS (secondary ion mass spectrometer)나 EPMA (electron probe micro analyzer)를 이용하여 미소 부위에서 Th, U 및 total Pb의 양을 분석하여 지질연대를 측정하는 방법이다. 그 중에서 EPMA는 주로 주원소 분석에 이용되어 왔으나, 미량원소 분석이 가능하도록 적정한 조건을 설정하여 광물 중 비교적 U, Th 및 Pb가 많이 함유되어있는 저어콘과 모나자이트를 대상으로 연대측정에 이용한다 (Suzuki and Adachi, 1991). 이 방법은 시료 준비가 간단하고, 시료의 양에 제한을 받지 않으며, 및 상대적으로 빠른 시간 내에 연대측정이 가능하다는 장점이 있어 지질연대 측정에 활용도가 높을 것으로 사료되어 그 분석법을 소개하고자 한다.

2. 연구 및 실험방법

저어콘 및 모나자이트에 함유되어 있는 U, Th 및 Pb의 양은 미량이며, 전자현미분석기에서 사용되는 가속전압 하에서는 M-line의 X-선만 이용할 수 있기 때문에 일반적인 분석법으로는 그 양을 정확하게 측정하는 것은 불가능하다. 따라서 분석법 개발의 방향은 각 원소의 피크 강도를 증가시키고, 배경 값을 감소시키는 방법, 중복되는 X-선을 줄이거나 보정하는 방법, 측정하한을 낮추는 방법, 측정 재현성을 증가시키며 측정 오차를 줄이는 방법 등으로 진행하였다.

분석에 사용한 시료는 Pb-Pb 전압법에 의해 1920 ± 56 m.y. (Park *et al.*, 1993)로 알려진 분천화강암의 저어콘과 모나자이트를 대상으로 하였다. 분석장비는 한국기초과학지원연구원에 있는 Cameca SX-51 모델의 전자현미분석기로, 사용한 가속전압은 15, 20, 25, 30 kV이고, 전류는 100~300nA이다. 전자빔의 직경은 1.2~5 μ m로 고정하여 사용하였으며, 측

정시간은 50~1200 sec로 다양하게 하여 측정하한과 재현성에 대해 검토하였다.

각 원소별로 측정에 사용한 X-선은 $PbM\alpha$ -, $ThM\alpha$ -와 $UM\beta$ -선이며, $PbM\alpha$ -선에서는 인접해 있는 두 개의 $ThM\zeta$, $2LaL\alpha$ 및 $ZrL\gamma$ -선을 피해 배경값의 위치를 설정하였으나, $YL\gamma$ -선에 의한 $PbM\alpha$ -선의 중복이 심해 Y의 량을 동시에 측정하여 중복보정법으로 그 영향을 보정하여 주었으며, $UM\beta$ -선에서 $KK\alpha$ -선의 영향은 무시하였다. 각 분광기별로 PHA (pulse height analyzer)를 이용하여 피크/배경값의 비를 증가시키면서 배경값 및 중복 X-선의 영향을 최소한으로 줄였다. 분석에 이용된 표준물질은 UO_2 , ThO_2 및 PbS 이다. 미리 분석한 주원소의 값 (저어콘의 경우 Zr, Si, Hf 및 O)을 입력시킨 후 U, Th, Pb의 X-선 강도를 측정하여 PAP 프로그램을 이용하여 각 원소들에 대하여 매질 보정을 하여 최종 분석결과를 얻었다.

3. 결과 및 토의

PHA를 조절한 결과 영역창(window)을 고정하고 기준치(baseline)을 감소시킬수록 저각 쪽에서 스펙트럼의 배경값이 감소하며, 기준치를 고정하고 영역창을 감소시키면 역시 저각 쪽 스펙트럼의 배경값이 감소하는 것이 관찰된다. 저각쪽에서의 배경값 감소는 모노크로메이트 표면으로부터 specular reflection을 하는 낮은 에너지의 광자가 대부분 PHA에 의해 제거되기 때문이다 (Fialin *et al.*, 1999). 가속전압을 증가시킬 경우 integral mode에서 피크/배경값의 비가 감소하는데 이러한 현상은 농도가 높을수록 뚜렷하다. 반면에 differential mode에서 가속전압이 증가할수록 피크/바탕값 비가 증가한다. 동일한 가속전압 하에서 전류를 증가시키면 피크와 바탕값의 강도가 전류에 비례해서 증가하며, 측정하한이 낮아진다. 즉, U의 경우 15kV에서 100ppm 이하의 측정하한 값을 얻기위해 100nA에서 800sec 이상 측정해야하지만 300nA에선 300sec만 측정해도 같은 결과를 얻을 수 있다. 20kV로 가속전압을 증가시키면 100nA에서 500sec, 300nA에서 200sec에서 같은 결과를 얻었다. 이와 같이 가속전압과 전류를 증가시키면 보다 짧은 시간에 측정이 가능하지만 가속전압을 증가시킬 경우 분해능이 나빠지는 단점이 있고 (저어콘의 경우 전자빔의 침투 깊이: 15kV, 1.3 μ m; 20kV, 1.9 μ m; 25kV, 2.7 μ m) 전류를 증가시키면 열에 의해 시료를 손상시킬 우려가 있다. 따라서 시료의 상태와 원소의 농도에 따라 전압 및 전류조건을 설정하는 것이 필요하다. 이 연구에서 저어콘 및 모나자이트의 U, Th 및 Pb의 분석 시 약 2 μ m의 분해능과 100ppm 이하의 측정하한 값을 얻을 수 있는 적정분석조건은 가속전압 및 전류가 20kV, 200nA이고, 측정시간은 피크와 각 배경위치에서 각각 300sec이다. 이 조건에서 분천화강암의 저어콘 및 모나자이트의 연대측정결과는 Pb-Pb법에 의한 결과와 오차 범위 내에서 일치한다.

4. 결론

전자현미분석기를 이용한 저어콘 및 모나자이트 내에 미량의 U, Th 및 Pb의 정량분석은 M-line의 X-선을 이용함으로 PHA를 사용하여 피크/배경값의 비를 증가시키고, 공간분해

능과 측정하한을 고려하여 가속전압, 전류와 시간을 미리 계산하여 설정되어야한다. 20kV, 200nA에서 분석시간 총 900sec 동안 측정하면 100~50ppm의 측정하한 범위 내에서 신뢰성 있는 분석자료를 얻을 수 있었다. 연대측정 결과 기존의 Pb-Pb 방법으로 측정 한 결과와 일치하고 있다. 따라서 현재 정립된 연대측정법으로 충분히 지질연대 측정이 가능하다. 보다 젊은 시기의 암석이나 함량이 적은 암석의 연대측정에는 분석시간이나 전류를 증가시켜 측정할 수 있다. 이 방법은 앞으로 지질학적 연대 측정에 있어 매우 유용할 것이며, 동위원소분석자료와 함께 활용한다면 보다 더 좋은 결과를 얻을 수 있을 것으로 보인다.

5. 참고문헌

- Fialine, M., Remy, H., Richard, C. and Wagner, C (1999) Trace element analyses with the electron microprobe: New data and perspectives. *Am. Miner.* 84, 70-77.
- Park, K. H., Cheong, C. S., Lee, K. S. and Chang, H. W., (1993) Isotopic composition of lead in Precambrian granitic rocks of the Taebaeg area, *J. Geol. Soc. Kor.*, 29, 387-395.
- Suzuki, K. and Adachi, M. (1991) Precambrian provenance and Silurian metamorphism of the Tsubonosawa paragenesis in the south Katakami terrane, northeast Japan, revealed by the chemical Th-U-total Pb isochron ages of monazite, zircon and xenotime, *Geochem. J.*, 25, 357-376.