

Electron Probe를 이용한 미량원소 정량분석법

이석훈, 임소현

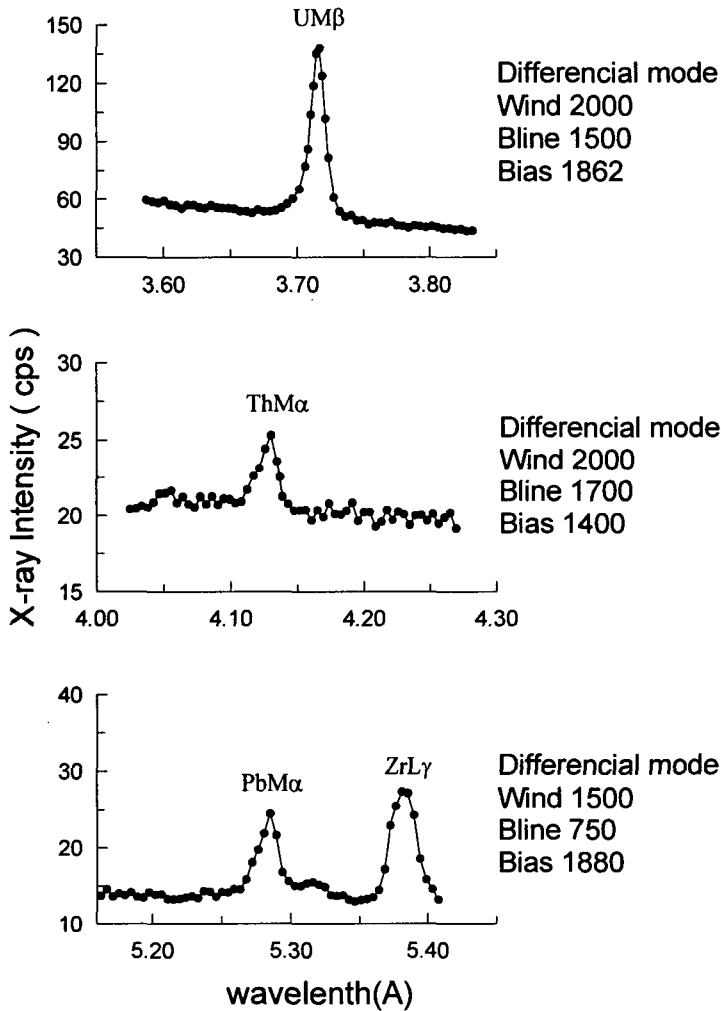
기초과학지원연구소 중앙분석기기부

전자현미분석기(Electron Probe Micro Analyzer)는 일반적으로 시료내의 주 원소(>0.5%)분석 장비로 알려져 있다. 하지만 많은 경우에 소재나 광물에서 미량원소에 의해 물리적·화학적 특성이 변화됨으로 이들의 함량을 정확히 분석하는 것은 매우 중요한 작업이다. 물론 특별한 상의 위치에 상관없이 농도를 알고자 할 때는 ICP-MS등을 이용할 수 있겠지만 미소부위에서의 미량원소의 함량은 전자현미분석기를 이용할 수밖에 없다. 최근 SIMS를 이용한 미소부위 원소분석법이 가능하지만 아직 spot size가 커서(직경이 수십 μm) 수 μm 크기의 미세한 상에서의 원소분석에 적용하기는 어렵다.

본 연구는 지질학에서 지질연대측정의 한 방법으로 사용하기 위해 개발한 zircon과 monazite에 미량으로 함유되어있는 U, Th 및 Pb 분석법으로 이 방법을 소개함으로써 신소재개발에 필요한 미량원소분석에 응용할 수 있는 계기를 마련하고자 한다. U, Th 및 Pb는 전자현미분석기의 가속전압이 30keV 이하에서 사용하기 때문에 M-line을 이용할 수밖에 없어 X-선의 강도가 상대적으로 낮아 분석이 매우 까다로우며, 포함되어 있는 다른 원소의 중복에 의해 여러 가지 보정이 필요하다. 따라서 분석법 개발은 X-선 세기의 증가, 바탕값의 감소, 중복 X-선 세기의 감소 및 그 영향 보정, 측정하한을 낮추고 재현성을 높일 수 있는 방향으로 초점을 두었다.

분석시 가속전압은 20keV, 전자빔전류는 측정원소의 함량에 따라 100~200nA를 사용했으며, 전자빔의 직경은 저어콘에서는 1 μm , 모나자이트 분석에는 5 μm 를 이용했다. 각 스펙트로미터별로 Pulse Height Analyzer(PHA)를 이용하여 피크/바탕값의 비를 증가시키면서 바탕값 및 중복 X-선의 영향을 최소한으로 줄였다. 측정시간은 200~600초씩 설정했으며, 측정하한을 60ppm까지 낮추었다. 각 원소별로 측정에 사용한 X-선은 $\text{PbM}\alpha$, $\text{ThM}\alpha$, $\text{UM}\beta$ 이며, Y를 동시에 측정하여 Pb에 대한 Y의 중복영향을 보정하였다. 측정 오차를 줄여 ($<\pm 5\%$) 재현성을 높였다.

분석법의 검증을 위해 전통적인 연대측정법으로 지질연대가 밝혀진 화강편마암에서 저어콘 및 모나자이트를 분리하여 연마박편을 만들어 후방산란전자영상으로 원소의 분포 특성을 관찰한 후 분석을 실시하였다. 그 결과를 지질연대를 계산하여 기존의 결과와 비교한 결과 거의 일치하는 결과를 얻었다. 따라서 위 방법을 응용하면 전자현미분석기를 이용하여 미세영역에 대한 미량원소분석에 유용할 것으로 보인다.



X-ray emission spectra in the region of $UM\beta$, $ThM\alpha$, and $PbM\alpha$ obtained with pulse-height analyzer for Zircon (B60-B3). This zircon contains 0.082% Pb, 0.271% U and 0.063% Th.