

## [Article]

# 2015-2019년 동안의 미국지질조사소 표준암석시료 BCR2, BIR1a, GSP2의 미량원소 화학조성 분석결과

이승구<sup>1</sup>, 하영지<sup>1,2</sup>, 한기운<sup>1,3</sup>한국지질자원연구원 지질조사연구실<sup>1</sup>, 부경대학교 지구환경시스템과학과<sup>2</sup>, 충북대학교 지구환경과학과<sup>3</sup>

## Trace element determination result for the USGS standard rocks BCR2, BIR1a and GSP2 during 2015-2019

Seung-Gu Lee<sup>1</sup>, Youngji Ha<sup>1,2</sup>, GiUn Han<sup>1,3</sup>Geology Division, Korea Institute of Geological Science and Mineral Resources<sup>1</sup>, Dept. Earth and Environmental System, Pukyong University<sup>2</sup>, Dept. Earth and Environment Science, Chungbuk National University<sup>3</sup>

(Received: 5 November 2019, revised: 18 November 2019, accepted: 29 November 2019)

\*Corresponding author: sgl@kigam.re.kr

**요약문:** 화성암의 화학조성을 측정하고자 할 때, 분석된 자료의 신뢰도를 판단하는데 활용되는 미국지질조사소의 현무암 표준시료 BCR2, BIR1a와 화강암 표준시료 GSP2에 대해 지난 2015년부터 2019년 5월 현재까지 5년간 분석한 결과를 보고한다. 이는 당 연구팀에 의해 보고되는 미량원소 특히 희토류원소 정량분석자료의 신뢰도를 평가하는데 도움이 될 것이다. 이와 더불어 미국 지질조사소로부터 추천값이 아직까지는 제시되지 않은 일부 원소들의 측정값도 미래에 참고하도록 하기 위해 함께 보고하고자 한다.

**주요어:** 미국지질조사소 표준시료. BCR2, BIR1a, GSP2, 미량원소 정량분석, 2015-2019

**Abstract:** Trace element concentrations of the US Geological Survey's basalt standards (BCR2, BIR1a) and a granite standard (GSP2) were determined during five years from 2015 to 2019. These data will be helpful for judging data quality of trace element concentrations determined for the geochemical interpretation at KIGAM trace-isotope team. In addition, our data also include measurements of some elements whose recommendation values are not available in the US Geological Survey report.

**Keywords:** USGS standard rock, BCR2, BIR1a, GSP2, determination of trace element abundance, 2015-2019

### 1. 서언

화성암의 미량원소의 조성은 암석의 분화과정 및 조구조 환경 등을 해석하기 위한 중요한 기초자료이다. 과거에는 분석장비가 구비되지 않은 연구실(기관)이 많은 국내의 연구 여건 상 연구자 대부분이 연구용 시료의 미량원소 화학조성을 의뢰에 의해 획득하였지만, 최근에는 많은 연구기관 혹은 실험실들이 ICP-MS와 같은 질량분석기를 갖추고 있어 비교적 용이하게 본인이 필요로 하는 자료를 직접 획득하는 것이 가능하게 되었다. 이와 같은 연구 환경의 변화는 연구자 스스로 분석 자료의 신뢰도에 대해 적극적으로 고려할 수 있는 환경임을

의미한다. 하지만 국내 연구 결과 자료를 보면, 해외 분석 기관에 대한 의존률이 아직 높으며, 이는 우리나라의 연구역량을 고려해 볼 때 바람직하다고는 볼 수 없다.

미국지질조사소(USGS) 혹은 일본지질조사소(GSI)의 암석표준물질은 지질시료의 화학조성 분석치에 대한 신뢰도를 확인하는 지표로 활용되고 있다. 이와 관련하여, 두 기관은 각각 해당시료 (즉 암석)에 대한 추천치를 참고용으로 제시해주고 있다. 이 추천치는 세계 각국의 연구기관 혹은 연구팀에 의뢰하여 받은 원소별 함량에 대한 평균값이다. 하지만, 암석 혹은 퇴적물내 개개의 원소에 대한 여러 연구기관의 평균치의 분산이 매우 큰 경우 (대부분의 경우 미량원소 특히 희토류원소), 다시 말해 기관별 측정값의 차이가 심한 경우 추천치를 제공하지 않고 있다.

최근 당 연구팀은 지질시료내 미량원소 (특히 희토류원소)의 함량을 정확하게 측정할 수 있는 실험법을 개발하여, 이를 지구화학적 연구에 활용하고 있다 (Lee et al., 2016, 2017; Tanaka et al., 2018; Kim et al., 2019). 이와 관련하여, 이 기술 보고에서는 지질시료내 미량원소 분석시 측정자료의 신뢰도 판단에 활용된 미국지질조사소의 현무암 화학조성의 표준시료인 BCR2, BIR1a와 화강암 표준시료인 GSP2에 대해 2015년부터 2019년까지 반복하여 측정된 미량원소의 측정결과 자료를 보고하고자 한다. 이 기술보고의 목적은 당 연구실에서 생산되는 미량원소 자료의 정확도와 정밀도를 판단하는데 참고하도록 소개하는데 있다. 이와 더불어, 미국지질조사소의 추천치가 없는 원소들의 함량에 대해서도 보고함으로써, 향후 참고가 될 수 있도록 하고자 한다.

## 2. 실험 방법

미국지질조사소(USGS)의 암석표준시료내 미량원소 분석에는 Merck사의 초고순도의 불산(HF), 질산(HNO<sub>3</sub>), 과염소산(HClO<sub>4</sub>), 염산(HCl) 등을 사용하였다. 시료 분해를 위한 용기는 미국 사빌렉스(Savillex)사의 테플론(PFA, Perfluoroalkoxy) 바이알을 사용하였고, 미량원소의 분석에 사용된 측정기기는 Perkin Elmer사의 ICP-MS (NexION350)을 이용하였다.

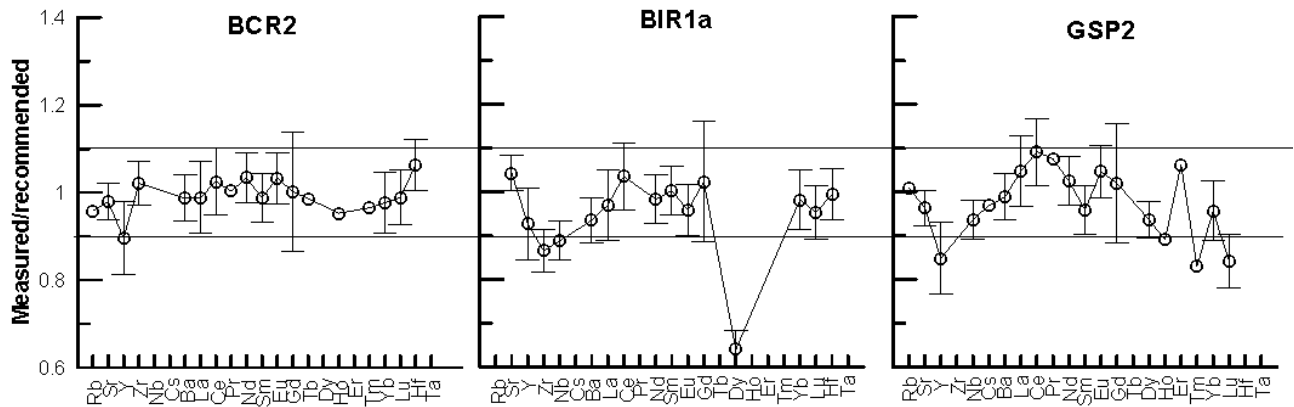
실험에 앞서서 각종 용기의 최종 세척 및 산의 희석시 사용하는 초순수(Milli-Q water, 18 MΩ 이상)를 사용하였고, 실험 중 사용된 혼합산의 바탕값과 ICP-MS의 측정하한값(LOD)을 확인은 초순수 시약(Merck사, Ultra-pure HCl, HF, HClO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>)을 토대로 시료의 산분해과정과 동일하게 질산 0.5 ml, 불산 1 ml, 과염소산 0.01 ml와 염산 1 ml의 혼합산을 건조시킨 후, 이를 2% 질산용액으로 희석하여 ICP-MS로 측정하였다. 측정된 원소들에 대한 바탕값은 일부를 제외하고는 (10ppt 이하)하고는 5ppt 이하였다.

측정시 산화물의 영향과 내부표준원소는 Lee et al. (2016)에 의해 보고된 보정법을 사용하여 보정하였다. 내부표준원소로는 <sup>115</sup>In, <sup>185</sup>Re, <sup>209</sup>Bi를 사용하였고, <sup>115</sup>In보다 작은 값의 동위원소를 갖는 원소들은 <sup>115</sup>In을 이용하여 보정하였고, <sup>115</sup>In과 <sup>185</sup>Re사이의 원소들은 <sup>115</sup>In과 <sup>185</sup>Re를 이용하였다. <sup>185</sup>Re보다 큰 값의 동위원소들은 <sup>209</sup>Bi를 사용하여 보정하였다. ICP-MS의 분석조건은 Lee et al. (2016)과 동일한 조건이다. 기기 측정시 산화물 형성(CeO/Ce)은 2.5% 이하였다.

## 3. 결과 및 해석

지난 5년간 반복하여 측정된 BCR2, BIR1a, GSP2의 미량원소 측정결과는 Data 1에서 3과 같다. Fig. 1은 미국지질조사소의 추천값에 대해 비교하여 작성한 도면이다. BIR1a의 Dy를 제외하면 대부분의 원소들이 10% 이내에서 추천값과 일치하고 있다. BIR1a의 Dy가 크게 벗어나 보이는 것은, 미국 지질조사소의 추천값이 너무 크기 때문이다. 다른 연구그룹이 제시한 BIR시료에서의 Dy의 농도는 2.52~2.59 ppm(μg/gr) 이다 (Govindaraju,

1994; Willbold and Jochum, 2005). 이 범위의 수치는 이 논문에서 제시된 Table 2에서의 Dy 농도값 2.56 ppm과 거의 일치한다. 희토류원소 함량 측정값의 신뢰도 향상의 제고를 위해 1년 주기로 보고하고자 한다.



**Fig. 1. Comparison of trace element abundances from the USGS geochemical reference rocks expressed as the normalized ratio between the recommended and obtained values for BCR2, BIR1a and GSP2. Two horizontal lines on the graph delimit between 90 and 110%.**

#### 4. 사사

이 연구는 한국지질자원연구원의 주요사업인 “지구/우주의 진화과정 해석을 위한 동위원소 및 미량원소 지구화학 프록시 개발 (GP2017-018)”연구과제의 지원을 받아 수행되었다. 이에 감사를 드리는 바이다. 아울러 건설적이고 유익한 조언을 해주신 부경대학교의 박계현 교수님과 충남대학교의 최성희 교수님께 감사를 드린다.

#### 5. 참고문헌

- Flanagan, F.J. (1984) Three USGS mafic rock reference samples, W-2, DNC-1, and BIR-1, U.S. Geological Survey Bulletin 1623, p. 54.
- Govindaraju, K. (1994) 1994 compilation of working values and sample description for 383 geostandards. Geostand News 18 (Special Issue), 158p.
- Kim, T.-H., Lee, S.-G., Yu, J.-Y., Tanaka, T., (2019) Study on REE analysis of limestone: Effect of Ba oxide and hydroxide Interferences on ICP-MS REE analysis for Geological samples. Journal of the Geological Society of Korea. v. 55, no. 6, p. 759-770.
- Lee, S.-G., Kim, T., Tanaka, T., Lee, S.-R., Lee, J.-I. (2016) Effect on the Measurement of Trace Element by Pressure Bomb and Conventional Teflon Vial Methods in the Digestion Technique. J Petrol Soc Korea, 25: 107–119.
- Lee, S.-G., Tanaka, T., Asahara, Y., Minam M. (2017) A Distinctive Chemical Composition of the Tektites from Thailand and Vietnam, and its Geochemical Significance. J. Petrol. Soc. Korea, 26: 281–295.
- Tanaka, T., Lee, S.-G., Kim, T., Han, S., Lee, H.-M., Lee, S.-R., Lee, J.-I. (2018) Precise determination of 14 REEs in GSJ/AIST geochemical reference materials JcP-1 (coral) and JcT-1 (giant clam) using isotope dilution ICP-quadrupole mass spectrometry. Geochem J 52: 75-79.

Willbold, M., Jocum, K.P. (2005) Multi-Element Isotope Dilution Sector Field ICP-MS: A Precise Technique for the Analysis of Geological Materials and its Application to Geological Reference Materials. Geostand Geanal Res 29: 63-82.

Wilson, S.A. (1997) The collection, preparation and testing of USGS reference material BCR-2, Columbia River, Basalt, U.S. Geological Survey Open-File Report 98-00x.

Wilson, S.A. (1998) Data compilation for USGS reference material GSP2, granodiorite, Silver Plume, Colorado, U.S. Geological Survey Open-File Report.

## 6. 메타데이터

| 구분         | 필드명                | 하위카테고리#1              | 하위카테고리#2                                    | 설명                         | 비고   |
|------------|--------------------|-----------------------|---|----------------------------|--|
| 필수         | Title              | 화학분석자료                | 미량원소 함량                                     | 데이터 제목                     | 지자연내 미량원소 및 동위원소 연구팀의 분석자료 신뢰성 증을 위한 비교자료임 |
|            | *DOI name          | -                     | -   | -                          |  |
|            | *Category          | 화학분석자료                |   |                            |  |
|            | Abstract           |                       |   |                            |  |
|            | *Temporal Coverage | 2015년 11월 ~ 2019년 10월 |   | 취득기간                       | 2015-2019년                                 |
|            | *Spatial Coverage  | 주소 USGS               | GSP2  | 화강암 표준시료                   | 미국 지질조사소 표준시료 구입                           |
|            |                    |                       | BCR2  | 현무암 표준시료                   |  |
|            |                    |                       | BIR1a                                       | 현무암 표준시료                   |  |
| *Personnel | 등록자(이승구)/소유자 (지자연) | 이승구                   |   |                            |  |
|            |                    | 국토지질연구본부              |   |                            |  |
|            |                    | sgl@kigam.re.kr       |   |                            |  |
| *License   | 공개자료임              | 공개 자료임                | 공개용 참고자료임                                   | 신뢰도 향상을 위해 계속해서 자료를 축적할 것임 |  |
| 선택         | *Project           | GP2017-018            | 지구/우주의 진화과정 해석을 위한 동위원소 및 미량원소 지구화학 proxy개발 | 창의과제형 주요과제                 | 2017년부터 2019년까지 수행된 지자연 주요과제의 수행결과 중 일부임   |
|            | *Instrument        | ICP-MS                | Perkin Elme사 제조, NexION 350X                | 수집 장비 개요 (제조사, 모델명, 분해능 등) |  |