

## Fission Track法에 의한 Uranium의 定量

朴 肯 植\*·裴 永 一\*\*

工業化學科

### 〈要 約〉

플라스틱필름에 생성되는 핵분열痕跡을 調査함으로써 우라늄의 檢出 및 定量可能性에 關하여 檢討하였다. 플라스틱으로서는 Myler, 질산셀룰로즈, 폴리에틸렌, P.V.C 등을 사용하였으며 化學蝕刻法에 依하여 痕跡을 擴大시켜 調査하였다. 本方法에 依하여 국제원자력기구 標準試料를 分析한 결과 I. A. E. A報告値와 좋은 일치를 얻었다. 本方法은 操作이 비교적 간편하고 採取試料量도 극히 소량으로 충분할 뿐 아니라 보통 光學顯微鏡으로 부적이 가능하였다.

## Determination of Uranium by the Fission Track Method

Park, Keung Shik and Pac, Young Il

Dept. of Industrial Chemistry

### 〈Abstract〉

The induced fission track on Myler, Cellulose nitrate, P.V.C and Polyethylene film has been tested for the determination of uranium in low grade uranium ores. Even though the fission tracks on P.V.C and Polyethylene film were not suitable for the quantitative determination of uranium, the other films, Myler and Cellulose nitrate were considered to be an useful fission track detector. From the counts of track densities in the Myler and Cellulose nitrate, the uranium contents of the I. A. E. A low grade uranium ore samples S2 and S3 were determined to be 0.313%  $U_3O_8$  and 0.411%  $U_3O_8$  respectively, these results are in good agreement with the value from the I. A. E. A reports.

### I. 序 論

Price의 Walker<sup>(1)</sup>가 최초로 鑛物中 우라늄의 微量測定法으로써 핵분열痕跡을 計測하는 것이 가장 感度가 좋은 것이라고 指摘한 以來 Fleicher<sup>(2)</sup> 및 Fisher<sup>(3)</sup>의 공동연구자들은 핵분열痕跡計測法을 利用하여 微量의 우라늄 분포를 調査研究하였다. 이들은 鑛物試料<sup>(4)</sup>로부터 시작하여 地球化學的 試料와 隕石에 이르기까지 많은 業績을 낸 바 있으나 대개 高分子 物質으로써 Lexan Plastic (Bisphenol

acetone carbonate)에 생성되는 핵분열痕跡을 測定하였다. 本 研究에서는 Myler (Polyethylene glycol terephthalate) 및 Cellulose nitrate 등을 利用하여 分析檢出體로서의 可能性을 檢討하였으며 放射化分析法 문제가 되는 標準物質과 分析試料 구성 성분에 따라서 야기되는 핵化學的 特性을 가능한한 풀이기 위하여 標準物質添加法과 병행하여 핵분열痕跡을 調査하였다. Polyethylene film 및 P.V.C film에도 핵분열痕跡은 나타나나 分析에 利用할 정도로 感度가 높지는 못하였다.

\*現勤務地, 科學技術處

\*\*공업화학과 강사

II. 實 驗

1. 裝置 및 試藥

化學蝕刻裝置는 그림 1에서 보는 바와 같이 製作하여 사용하였다.

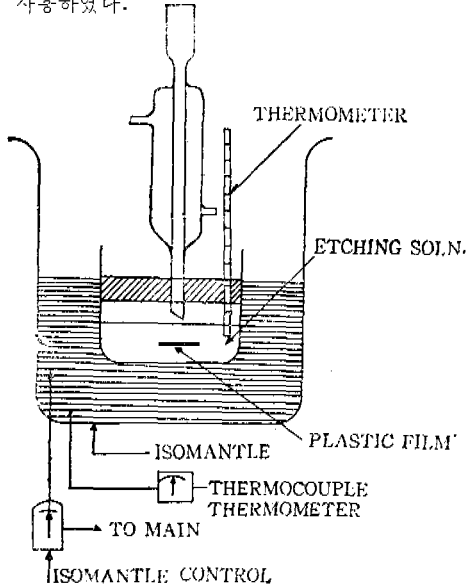


그림 1 化學蝕刻裝置

Myler film : KIST에서 제공한 표준 Myler film 을 사용하였다.

Cellulose nitrate : 純粹한 Cellulose nitrate를 含有한 Amylacetate 용액을 증류수 수면 위에 한 방울 떨어뜨려 용매를 날려 보낸 후 생성된 얇은 필름을 50~100°C 사이에서 Annealing하여 나머지 미량의 용매를 완전히 揮發시킨 후 사용하였다.

標準우라늄溶液 : 英國 Johnson Mathey 社製 Spec. Pure Uranyl nitrate를 사용하여 표준용액을 만들었다.

研究用顯微鏡 : Vickers M-55 Microscopy(英國 Vickers Instrument Co.) (배율 800× 및 2000×) 를 사용하여 촬영하였다.

I. A. E. A. Reference Sample ; Torbernite S1(0.471%  $U_3O_8$ ), S2(0.313% 및  $U_3O_8$ ), Carnotite S3(0.418%  $U_3O_8$ ) 및 Uranitite S4 (0.375%  $U_3O_8$ ) (지질광물연구소 제공)를 사용하였다.

2. 方法

우라늄 표준용액 1.0, 2.0, 3.0 및 5.0 $\mu$ g U/ml.

을 10ml. 정량용 표준 플라스크에 가하고 증류수로 눈금까지 채운 후 이틀로부터  $\lambda$ -Pipette로 一定량을 솜 Plastic film(두께 0.05mm, 넓이 2.25cm<sup>2</sup>) 위에 취하였다. 필름 위에 시료가 일정한 넓이가 되도록 조심하여 赤外線燈 밑에서 건조하였다. 이렇게 일정한 넓이로 건조된 표준 우라늄 시료 위에 다른 한장의 플라스틱 필름을 덮어서 原子爐 照射用 Polyethylene Vial에 넣어 熱中性子束  $1 \times 10^{13}$  n/cm<sup>2</sup>.sec인 TRIGA MARK III의 Pneumatic Tube 를 통하여 10分間 照射하였다. 照射된 필름을 化學蝕刻裝置에 넣고 加熱하였다. 化學蝕刻條件으로서는 i) P. V. C인 경우 ; HF+ Aqua regia (1 : 6)의 混合溶液내에서 50°C로 10分間, ii) Polyethylene인 경우 ; 6.25N. KOH용액에서 50°C로 50分間, iii) Cellulose nitrate인 경우 ; 6.25N. KOH용액에서 25°C로 10分間, iv) Myler인 경우 ; 6.25N. KOH용액에서 40°C로 50分間 維持하였고, 化學蝕刻이 끝난 후 赤外線燈 밑에서 건조시켜 投過光에 의한 현미경 사진을 찍어 生成된 우라늄 核分裂痕跡을 단위 면적당 갯수를 計測하여 표준 우라늄 용액 농도에 따른 Track Density를 비교하였다. (그림 2, 3, 4, 5).

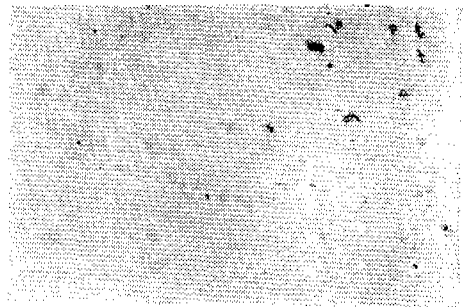


그림 2 P. V. C

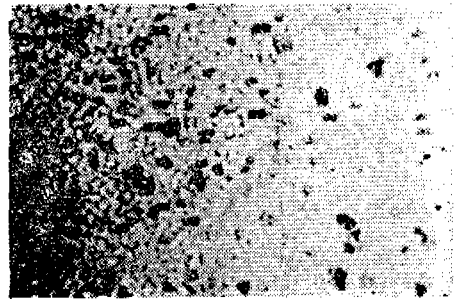


그림 3 Polyethylene



그림 4 Cellulose nitrate

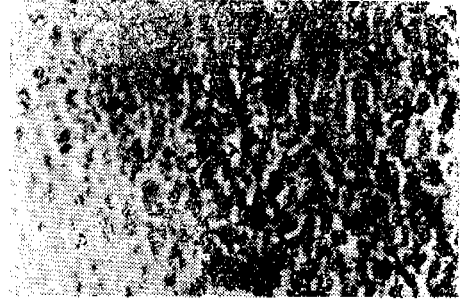


그림 6

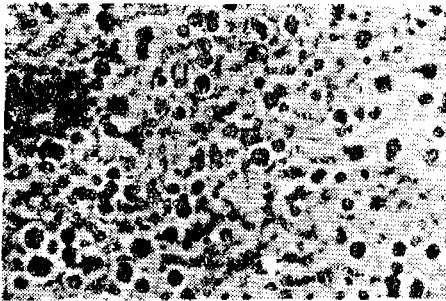


그림 5 Mylar

I. A. E. A 표준시료, S1, S2, S3, S4 각각 10mg 액을 0.5ml 40% HF용액과 진한 질산 0.5ml을 가하여 蒸發乾固 시킨다. 증발건고 조작을 2회 反復한 다음 1%(v/v)질산을 가하여 용액을 50ml로 하였다. 본 표준용액으로부터 一定량을 2-Pipette로 취하고 동시에 표준 우라늄 용액의 一定량을 같은 필름상에 가하여 적외선등으로 건조한 후 熱中性子를 照射하였다. 시료용액에 加해진 一定量の 우라늄농도 변화에 따른 Track Density 자이를 현미경으로 計測하였으며 이때 사용된 모든 시약의 Blank Test 도 아울러 행하였다.

### III. 結果 및 考察

豫備實驗으로서 우라늄-235(조성 : U-234 : 0.86%, U-235 : 89.70%, U-236 : 0.21%, U-238 : 9.23%, 무게 : 1.5380g, 면적 : 3.05cm<sup>2</sup>)의 金屬片을 Polyethylene film으로 6년간 밀착시켜 노출시킨 것을 分離하여 化學蝕刻處理를 행한 후 현미경으로 調査하여 본 결과 <sup>235</sup>U의 Spontaneous fission에 依

한 痕跡을 發見할 수 있었다(그림 6). 이 結果를 토대로 P.V.C, Polyethylene, Cellulose nitrate 및 Mylar Sheet를 利用하여 Fission Track Detector로서 使用 可能性에 關하여 檢討하여 본 결과 P.V.C., Polyethylene등은 定性的인 Fission Track 檢出體로서만 利用 可能한 限 定量的인 結果는 얻지 못하였다. 한편 現在까지 실험한 結果로서는 Mylar film 및 Cellulose nitrate는 充分히 利用可能함을 알 수 있었다. 실험조건을 極大化하기 위하여 우선 순수한 표준 우라늄(질산우라늄 형태로)20ng, 50ng, 80ng, 100ng, 200ng을 각각 Mylar, Cellulose nitrate film 위에 부착시켜 熱中性子를 照射하여 核分裂痕跡을 調査하여 본 결과 필름 위에서 용액이 건조될 때, 우라늄의 농도가 均일하게 分布되지 못하여 Fission Track이 一部分에만 집중되어 計測 不可能한 現象이 나타났다(그림 7,8). 그러나 우라늄 鑛物(Carnotite, Torbernite)을 處理하여 一定少量을 필름 위에 부착시켜 原子爐照射한 후 檢査하여 본 결과 대단히 均일한 Track을 관찰할 수 있

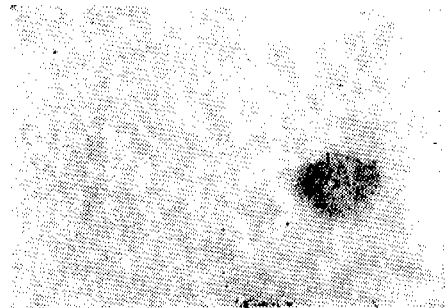


그림 7.

〈표 1〉 Track Density as a Function of Uranium Concentration

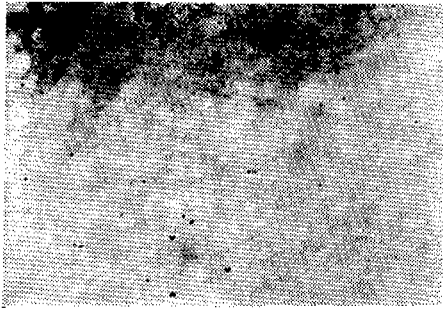


그림 8

었다. 이것은 아마도 순수한 우라늄 용액과는 달리 鑛物中에 含有되어 있는 다른 수많은 無機이온들이 미량의 우라늄 原子와 共存하고 있기 때문에 순수한 우라늄 시료와는 달리 증발 부착 시킬 때 均一性이 나타나는 것이라고 생각된다(그림 9). 그러므로 실제 분석에 이용할 때는 표준 물질 건가법에 의하여 분석 실험을 행하였다.

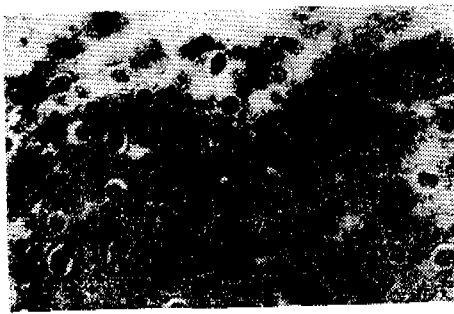


그림 9

표준물질첨가법은 필름 위에 우라늄 핵의 偏在를 없애줄 뿐 아니라 原子運轉特性에 따른 熱中性子束의 變化와 分析試料中에 含有되어 있는 구성 성분에 따른 중성자 흡수등을 자체 補正해 줌으로 항상 試料와 標準物質에 均一한 中性子照射<sup>(6)</sup>가 이루어지는 장점이 있는 것이다. I. A. E. A Reference Sample을 Myler 및 Cellulose nitrate를 Track Detector로 사용하여 분석한 결과는 I. A. E. A 보고치와 좋은 일치를 보여주고 있으며(표 1). 低品位 우라늄鑛의 분석범으로 利用可能하다고 생각된다.

Sample	Amount of Uranium (in ng) added to 25 $\mu$ l. of Sample Soln.	Relative Track Density* Myler
S <sub>2</sub>	0	0.12
	10.0	0.20
	50.0	0.56
	80.0	0.82
	100.0	1.00

\*동일실험조건에 있는 Track Density를 상호비교하여 표준 Track Density에 대하여 보정한 것임.

(Ca. 10 $\mu$ m<sup>2</sup>당 1000 Tracks)

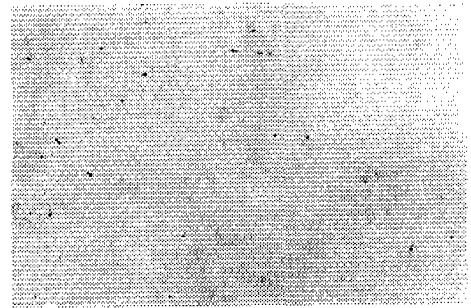


그림 10

본방법에서 5ng 정도의 우라늄도 충분히 Fission Track이 나타나고 있으며(그림 10), 最低檢出感度에 關하여는 앞으로 좀 더 넓은 범위의 우라늄 농도에 대하여 세밀한 檢討가 必要하다고 생각된다. 본방법은 현재 널리 利用되고 있는 放射化分析法, Delayed Neutron法 및  $\gamma$ -Ray 波高分析法 등에서 필요한 高價의 計測機器없이 간단한 光學顯微鏡으로 우라늄 微鏡分析이 가능한 것이나 核分裂을 일으킬 수 있는 Actinide元素들의 分析에도 充分히 利用될 수 있다고 생각된다.

## 謝 辭

본연구는 과학기술처 연구비에 의하여 이루어졌으며, 물질 양면으로 도와 주신 과학기술처 당국에 감사함을 드리는 바이다.

**References**

1. PRICE P.B. and WALKER, R.M., *Appl. Phys. Lett.*, 2(1963) 23
2. FLEISCHER, R.L., et al., *Science*, 148, No. 3670(1965) 629
3. FISHERD, D. E., et al., *Geochim. Cosmochim. Acta.*, 28 (1964) 1705
4. MURALI, A. V., et al., *Anal. Chim. Acta.*, 50(1970) 71—77
5. PARK, K.S. and HOSTE, J., *Radioanal. Chem.*, 5(1970) 31—42.