

고순도 실리카중 알파방출 불순물 분석을 위한 HTS-NAA/ γ -spectrometry 연구

이길용[★] · 윤윤열 · 조수영 · 양명권 · 심상권 · 김용제 · 정용삼^{*}

한국지질자원연구원, 지하수지열연구부

^{*}한국원자력연구소, 하나로이용연구팀

(2004. 9. 10 접수, 2004. 11. 26 승인)

A study on the HTS-NAA/ γ -spectrometry for the analysis of alpha-particle emitting impurities in silica

Kil Yong Lee[★], Yoon Yeol Yoon, Soo Young Cho, Myung Kwon Yang, Sang Kwon Shim,
Yongje Kim and Yong Sam Chung^{*}

Groundwater & Geothermal Division, Korea Institute of Geoscience & Mineral Resources,
30 Gajeong-dong, Yuseong-gu, Daejeon 305-350, Korea

^{*}HANARO utilization Team, Korea Atomic Energy Research Institute, 150 Dukjin-dong,
Yuseong-gu, Daejeon 305-353, Korea

(Received Sep. 10, 2004, Accepted Nov. 26, 2004)

요 약 : 고정밀 전자소자의 오동작의 한 원인인 soft error는 원료물질에 함유된 U, Th과 같은 알파방출 불순물로 알려져 있으며 전자소자의 소형화, 고집적화에 따라서 이들 불순물의 규제함량은 기존의 분석법으로는 불가능할 정도로 낮아지고 있다. 연구의 목적은 다양한 전자소자의 밀봉소재로 사용되는 EMC (epoxy molding compound)의 주 원료인 고순도 실리카에 함유되어 있는 U, Th을 고감도 (ng/g이하)로 분석할 수 있는 방사화분석법과 감마선분광분석법의 개발이다. 지금까지 방사화분석법에 이용하던 PTS (pneumatic transfer system) 중성자 조사 설비로는 산업계에서 요구하는 분석 감도를 충족시킬 수 없기 때문에 의약품 혹은 산업용 RI 생산에 주로 사용되고 있는 HTS (Hydraulic transfer system) 중성자 조사 설비를 이용한 방사화분석 조건을 확립하였다. 또한, 공기중 라돈 (²²²Rn)과 자핵종 (progenies)에 의한 불안정한 바탕방사능은 분석의 감도는 물론 정확도를 저하시키는 주 요인으로 작용하므로 질소가스 유입시스템을 제작하여 라돈에 의한 바탕방사능을 소멸 혹은 안정화시켰다. 그 결과 U과 Th의 분석한계를 각각 0.1 ng/g, 0.01 ng/g까지 낮출 수 있었다.

Abstract : It has been established that soft error of high precision electronic circuits can be induced by alpha particles emitted from the naturally occurring radioactive impurities such as U, and Th. As the electronic circuits have recently become lower dimension and higher density, these alpha-particle emitting radioactive impurities have to be strictly controlled. The aim of this study is to develop of NAA (Neutron

[★] Corresponding author

Phone : +82+(0)42-868-3652 Fax : +82+(0)42-863-9404

E-mail : kylee@kigam.re.kr

Activation Analysis) and gamma-spectrometry to improve the analytical sensitivity and precision of U and Th. A new NAA method has been established using the HTS (Hydraulic transfer system) irradiation facility which has been used to produce radioisotopes for industries and medicines instead of the PTS (pneumatic transfer system) irradiation facility which has been used in general NAA. When the ultratrace impurities have to be analyzed by NAA, background gamma-ray spectra induced from ^{222}Rn and its progenies in air is serious problem. This unstable background has been eliminated or stabilized by the use of a nitrogen purging system. Ultra trace amounts of U (0.1 ng/g) and Th (0.01 ng/g) in high purity silica used for EMC could be analyzed by the use of HTS-NAA and low background gamma-spectrometry.

Key words : soft error, alpha-emitting impurities, high purity silica, NAA, gamma-spectrometry, low background.

1. 서 론

소재의 전기, 전자적 특성 및 기계적, 열적 특성은 소재 자신의 물리화학적 특성뿐만 아니라 소재에 함유되어 있는 미량 혹은 극미량의 불순물에 의해서도 큰 영향을 받는 것으로 알려져 있다.¹⁻³ Soft error가 전자소자의 오동작의 한 원인이며 이것은 원료물질에 함유된 알파방출 불순물에 의한다는 것은 1970년 말경에 May 등에 의해 최초로 보고되었다.^{4,7} 최근에 VLSI, DRAM, SRAM과 같은 소형, 고집적 전자소자의 발달이 급격히 이루어지면서 항공산업과 국방산업을 중심으로 soft error의 정확한 현상 규명과 예방에 대한 연구가 진행되고 있다.^{8,9} 실리콘은 실리콘결정과 함께 다양한 전자/반도체소자에 기본재료로 사용되고 있다. NAA (Neutron Activation Analysis)는 분석감도 면에서는 극미량성분 분석에 널리 사용되고 있는 ICP-MS와 유사하나 분석대상 물질을 용해시키지 않고 분석할 수 있기 때문에 난용성 물질에 함유된 불순물 분석에 특별한 장점을 가지고 있다. 또한, 일반적인 분석법에서 필수시약이라 할 수 있는 분석표준물질이 없이도 가능한 절대분석이라는 독특한 장점을 가진다. 본 연구의 목표는 EMC용 실리콘에 함유되어 전자제품의 soft-error를 유발하는 가장 중요한 불순물로 전자/반도체 산업계에서 엄격히 규제하고 있으나, 현재 국내기술로 해결하지 못하고 있는 α -방출불순물인 U, Th를 ng/g 이하까지 분석할 수 있는 시험기술을 개발하는 것이며 이를 위해서 NAA의 절대분석과 비파괴분석 장점을 활용하고자 하였다. 기존의 NAA 방법에서 주로 사용되고 있는 중성자조사 설비인 PTS (Pneumatic Transfer System) 뿐만 아니라 산업용 혹은

의학용의 고 비방사능 (high specific activity) 동위원소 생산에 주로 사용해오고 있는 HTS (Hydraulic Transfer System) 설비를 대상으로 실험하고 최적 분석조건을 확립하고자 하였다. 또한, NAA를 이용하여 극미량 불순물을 분석하기 위해서는 중성자조사 후 대상 시료를 100,000초 이상 장시간 동안의 측정이 필요하며, 이 경우 측정장비 혹은 측정함 내 공기중에 함유되어 있는 라돈(^{222}Rn)과 이의 자 핵종들에 의한 바탕방사능의 불안정으로 초래되는 분석감도 및 정확도 저하를 해결하고자 하였다.^{10,11} 더욱이 공기 중 라돈의 농도는 항상 일정한 것이 아니라, 환기상태, 온도, 기압 등과 같은 주변 환경 인자에 의해 커다란 차이를 보이기 때문에 바탕방사능을 정확히 보정해줄기가 불가능하다. 질소가스 유입시스템을 자체 개발하여 측정함에 있는 공기중 라돈과 자핵종을 소멸시킴으로써 바탕방사능에 의한 분석방해를 극소화시킬 수 있었다.¹²⁻¹⁴ HTS 중성자조사 설비를 중성자원으로 사용하여 NAA 실험조건을 각각의 분석성분에 대해 최적화 하고, 질소가스 유입 시스템을 이용한 바탕방사능을 소멸 혹은 안정화시킴으로써 고순도 실리콘에 함유되어 있는 U와 Th의 분석한계를 산업계 및 국제기준 이하로 낮출 수 있었다.

2. NAA의 기본 원리

2.1. NAA의 원리

NAA에서는 시료에 중성자를 조사시켜 시료내의 표적핵과 핵반응을 일으키고 반응 생성물인 방사성 핵종의 방사능으로부터 시료에 존재하는 해당 표적핵의 수, 즉 분석하려는 성분의 함량을 결정한다. 식 1)에 NAA

에서 생성핵종의 방사능에 대한 기본 식을 나타내었다.

$$A = \frac{N_A W \Theta}{M} \Phi \sigma (1 - e^{-\lambda t_i}) e^{-\lambda t_c} \quad 1)$$

여기에서,

A : activity of radionuclide at time t_c obtained from a gamma-ray spectrum

N_A : Avogadro's number (6.023×10^{23} atoms/mole)

W : weight of an element irradiated, in gram

Θ : fractional isotopic abundance of target nuclide

M : atomic weight of the element

σ : nuclear reaction cross section in cm^2 ($1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2$)

Φ : flux of neutrons ($\text{n. cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$)

λ : decay constant ($\ln 2/T$) of the radionuclide

t_i : irradiation time

t_c : cooling time (decay time after the end of irradiation)

T : half life

위 식에서와 같이, 생성된 방사성핵종의 방사능은 표적핵의 수가 많을수록 그리고 중성자의 수가 많을수록 증가하게 될 것이다. 또한 표적핵이 중성자와 반응을 잘 일으킬수록 방사능의 세기는 증가하게 될 것이다. 이와 같이 생성핵종의 방사능의 세기는 표적핵의 수, 중성자의 수 및 이들의 반응 특성에 관계됨을 알 수 있다. 구하고자 하는 성분의 무게(W)는 다음의 식 2)와 같다.

$$W = \frac{AM}{N_A \Theta \Phi \sigma D} \quad 2)$$

여기에서, S와 D는 각각 $(1 - e^{-\lambda t_i})$, $e^{-\lambda t_c}$ 으로 중성자조사와 냉각조건에 관련된 항들이다. NAA에서 분석성분의 함량이 대부분 ppm (parts per million)급 이하이므로, 분석성분의 질량(W)으로부터 시료내의 분석성분의 함량을 식 3)으로 표기할 수 있다.

$$C(\mu\text{g/g}) = \frac{W}{W_{\text{sample}}} \times 10^6 \quad 3)$$

위의 식에서 N_A 는 상수, Θ , σ , M은 표적핵의 핵적 자료, λ 는 생성핵종의 핵적자료들이다. 실험 조건들은 W_{sample} , t_i , t_c 들이다. 실험적으로 측정해야 될 항들은 A, Φ 로서 이들의 측정을 위해서는 감마선 측정 장비 및 중성자 선속 측정용 비교체를 사용한다.

2.2. 분석 감도

어떤 성분의 분석 감도는 흔히 검출한계로 나타내는데 이것은 분석방법에 따라서 여러 가지 방식으로 표현되는데 방사능측정을 통한 분석에서의 분석한계는 아래의 Currie의 식 4)¹⁵를 널리 이용하고 있으며 시료의 주 성분, 방해원소의 존재 유무 및 함량, 측정 장비의 분해능, 백그라운드 준위 등 여러 요소에 의해서 결정되어 진다.

$$m_Q = \frac{A_Q M}{N_L a (\Phi_{th} \sigma_{th} + \Phi_{epi} \sigma_{epi}) [1 - \exp(-\lambda t_i)]} \quad 4)$$

여기에서, A_Q 는 측정될 수 있는 방사능으로서 다시 아래와 같이 5)식으로 나타낼 수 있다.

$$A_Q = \frac{k_Q^2}{2} \left(1 + \sqrt{1 + 4 \frac{\sigma_0^2}{k_Q^2}} \right) \quad 5)$$

여기에서 k_Q 와 σ_0 는 각각 상대표준편차와 바탕 값의 표준편차이다.

3. 중성자선속 측정 및 NAA 실험조건 도출

3.1. 중성자선속 측정

중성자는 에너지에 따라서 열중성자 (thermal neutron), 열외중성자 (epithermal neutron) 및 속중성자 (fast neutron) 로 분류하며 분석하고자 하는 성분의 핵적 특성과 각각의 핵반응에 따라서 생성되는 핵종이 다르기 때문에 특히 고순도 소재의 분석에서는 가능한 정확한 중성자선속의 측정이 요구 된다. 열중성자와 열외중성자선속을 측정하기 위한 비교체 (monitor)로서 Au/Al alloy wire (0.112% Au, R/X Reactor Experiment Inc., USA)와 Co/Al alloy wire (1% Co, Degussa, Germany) 및 Zr wire (99.98% Zr, R/X Reactor Experiment Inc., USA)를 사용하였다. 본 실험에서는 속 중성자의 영향은 무시 가능하여 사용하지 않았다. 세 종류의 비교체들이 중성자 조사된 후 생성된

핵종의 방사능은 잘 알려져 있는 방사화식 6)과 같으며, 이 식으로부터 중성자 선속, Φ 를 7)식으로 계산하였다. 생성핵종의 방사능, A는 감마선 측정장치를 이용하여 얻을 수 있고, 다른 항들은 핵적자료 및 실험조건이다.

$$A = \sigma \Phi nSD \quad (6)$$

$$\Phi = \frac{A}{\sigma nSD} \quad (7)$$

여기에서,

n : number of target nuclide, ($N_{Av}w\theta/M$)

S : saturation factor ($S = 1 - \exp^{-\lambda t}$)

D : decay factor ($D = \exp^{-\lambda t_c}$)

열 및 열외중성자 선속의 경우는 두 개의 비교체를 이용하여 Erdtmann G.의 식 8)을 이용하여 계산할 수 있다.

$$A = (\sigma_t \Phi_t + \sigma_e \Phi_e) nSD \quad (8)$$

첨자 t, e 는 각각 열중성자와 열외중성자를 의미한다. Flux monitor로 Au, Co set을 사용할 경우 열중성자와 열외중성자의 선속은 아래의 9), 10)식으로부터 구할 수 있다.

$$\Phi_t = \frac{1}{\sigma_{t, Au}} \left(\frac{A_{Au}}{n_{Au} S_{Au} D_{Au}} - \Phi_e \sigma_{e, Au} \right) \quad (9)$$

$$\Phi_e = \frac{1}{\sigma_{e, Co}} \left(\frac{A_{Co}}{n_{Co} S_{Co} D_{Co}} - \Phi_t \sigma_{t, Co} \right) \quad (10)$$

식 7)과 8)로부터 선속비 (R : flux ratio), $\frac{\Phi_t}{\Phi_e}$ 는 아래의 식 11)로 계산 할 수 있다.

$$R = \frac{\Phi_t}{\Phi_e} = \frac{A_{Co} C_{Au} \sigma_{e, Au} - A_{Au} C_{Co} \sigma_{e, Co}}{A_{Au} C_{Co} \sigma_{t, Co} - A_{Co} C_{Au} \sigma_{t, Au}} \quad (11)$$

여기에서, $C = nSD$ 이다.

위식 6) ~ 11)에서 볼 수 있는 것과 같이 원자로의 시료조사 위치에서의 열중성자 및 열외중성자 그리고

속 중성자의 선속은 생성되는 핵종의 방사능의 세기를 측정하고, 필요한 핵적자료로부터 계산 할 수 있으나 핵종에 따라서 민감한 중성자의 에너지가 다르고 핵적자료의 정확성이 다르므로 정확한 중성자 선속을 측정하기 위해서는 사용하고자 하는 표적핵의 선택이 중요하다. NAA에서는 시료자체가 가지는 주성분/불순물의 특성에 영향을 받음은 물론, 방사화 시키는데 필요한 중성자의 에너지/선속밀도 특성이 매우 중요하다. 따라서, 기존의 중성자조사 설비인 PTS는 물론, 핵 의약품 생산에 주로 이용하고 있는 세 종류의 HTS에 대한 중성자 에너지/선속밀도 특성을 측정하였다.

3.2. NAA 최적조건 도출

NAA에서 중요한 실험과정은, 시료준비 (중성자조사 준비), 중성자조사, 냉각 (중성자 조사후 측정시작 시각까지의 방치기간), 방사능측정의 네 단계로 구분할 수 있다. 시료준비과정은 시료의 균질도 확보, 외부로부터의 오염 방지, 분석대상성분의 손실방지가 주 내용이며, 실험에 적용한 실리카시료는 실리카입자의 크기가 대부분 100mesh 이하의 분말들로 별도의 분쇄 과정을 거치지 않았으나 시료의 균질성을 고려하여 sample divider (eight branches)를 이용하여 균일하게 분배하였다. 중성자를 조사시키기 위한 시료용기는 시료의 형태, 중성조사시 열이나 기체의 발생 여부, 조사시간 등을 고려하여 PE (polyethylene), PP (polypropylene) 용기나, 알루미늄 박막 혹은 석영관중에서 선택하는데 본 실험에서는 PTS 설비에서 중성자조사실험을 할 경우에는 PP 용기를 사용하였고, HTS 설비를 이용할 경우에는 고순도 (>4N) 석영관을 밀봉 용접하여 사용하였다. 석영관의 밀봉, 용접은 특수 제작한 석영 재질의 버너를 사용하여 금속성분의 오염을 최소화하고자 하였다.

중성자조사시간은 가능한 오래할 수록 분석감도를 향상시킬 수 있으나, PTS의 경우 조사용기가 PP와 HDPE로 최대 1시간 정도로 제약을 받는다. HTS의 경우는 원칙적으로는 시간에 제약을 받지 않으나, 분석하려는 U과 Th으로부터 생성되어 분석에 이용하는 ^{239}Np 와 ^{233}Pa 의 반감기와 단위질량당 생성되는 비방사능을 앞의 식 1) 혹은 6)으로부터 계산한 결과를 이용하여 성분에 따라서 결정한다.

냉각시간 또한, 가능한 짧을수록 분석감도를 향상시킬 것이나, 시료에 함께 존재하는 주성분과 다른 불순물들의 반감기를 동시에 고려해야한다. 본 실험에서는

중성자조사시간과 냉각시간을 16가지의 각기 다른 조합으로 산출한 다음 주성분의 생성핵종인 ^{31}Si (2.62h)과 실리카의 주 불순물로 알려진 Na (15h), Cl (0.62h), Br (35.4h), Fe (1070h)의 영향을 최소화할 수 있는 세 가지 조건에 대하여 U, Th에 대한 분석감도 측정 실험을 수행하였다.

방사능 측정시간은 검출기의 측정효율과 분석성분의 방사능에 따라서 큰 차이가 있으며, 가능한 불감시간 (dead time) 10% 미만의 거리에서 측정하고 분석에 이용하는 에너지의 광전피크 (photo peak)의 면적을 고려하여 100,000초로 결정하였다.

3.3. 바탕방사능의 소멸 및 안정화

질소 분위기에서 백그라운드 변화는 두 종류 측정함을 이용하여 조사하였다. 납 차폐체 내부공간의 체적은 약 60 L이다. 측정함은 외부공기의 유입을 차단하기 위하여 차폐체 틈새를 실리콘을 이용하여 완전히 밀봉하였다. 질소 분위기 실험의 개략도는 Fig. 1과 같다. 두 개의 질소 가스통을 하나의 조절기에 연결하여 질소 가스의 유량을 일정하게 조절하였다. 질소 가스는 공기보다 가벼우므로 테프론 관을 통하여 차폐체 아래 부분을 통하여 측정함 내부로 흘려보냈다.

4. 결과 및 논의

4.1. 중성자 선속

중성자선속 측정은 앞에서 설명한대로 Au, Co 및 Zr의 세 종류의 선속측정 비교체를 이용하였다. Table 1

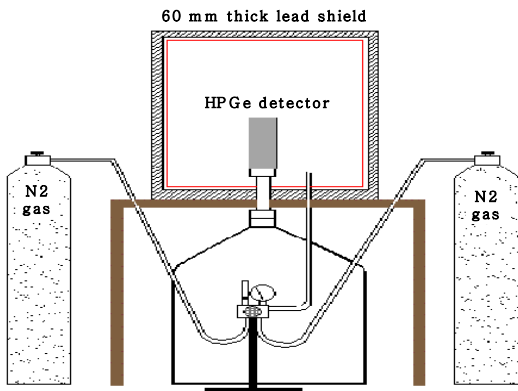


Fig. 1. Geometry of the nitrogen purging system.

Table 1. Neutron flux at PTS and HTS irradiation facilities

Facility	Φ_{th}	Φ_{epi}	Φ_{th}/Φ_{epi}
PTS	2.28×10^{13}	1.85×10^{10}	1,230
HTS-1	8.37×10^{13}	3.61×10^{12}	23
HTS-2	1.32×10^{14}	1.57×10^{13}	8.4
HTS-3	4.88×10^{13}	8.75×10^{10}	557

* Φ_{th} : thermal neutron flux, $n \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$
 Φ_{epi} : epi-thermal neutron flux, $n \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$.

에 기존의 NAA 설비인 PTS와 새롭게 적용한 세 종류의 HTS설비에 대한 중성자선속 측정 결과를 나타내었다. 열중성자선속 (Φ_{th})과 열외중성자선속 (Φ_{epi})은 HTS-2, HTS-1, HTS-3, PTS 순서로 높았으며, 열중성자와 열외중성자의 선속비 (Φ_{th}/Φ_{epi})는 반대로 PTS, HTS-3, HTS-1, HTS-2의 순서로 큼을 알 수 있다. 중성자선속이 클수록 핵반응 생성물의 양이 많아지겠지만, 각 표적핵종에 따라서는 열중성자와 열외중성자선속비도 중요한 인자이므로 분석하고자하는 분석성분과, 이에 방해가 될 수 있는 방해성분의 열중성자 핵반응 단면적(σ_0)과 열외중성자의 핵반응 단면적(σ_e)을 함께 고려하여 중성자조사 설비를 선정해야 한다.

4.2. 바탕방사능 안정화

라돈 (^{222}Rn)과 그 자핵종에 의한 바탕방사능은 환기, 온도등에 따라서 매우 큰 차이를 보인다. 아래 Fig. 2는 질소가스를 흘려주었을 때와 흘려주지 않았을 때의 백그라운드 감마선 스펙트럼이다. 질소가스를 흘려주었을 때, 대기 중 라돈 (^{222}Rn)의 자핵종인 ^{214}Pb (295.1과 351.9 keV)와 ^{214}Bi (609.3 keV)의 피크가 현저하게 줄어든 것을 볼 수 있다. 이는 대기 중에 존재하는 라돈 가스의 대부분은 ^{222}Rn 이라는 것을 알 수 있다. Fig. 3은 질소가스를 흘려주었을 때와 흘려주지 않았을 때 ^{214}Pb 와 ^{214}Bi 피크의 순계수율을 비교한 것이다. ^{214}Pb 의 351.9 keV 그리고 ^{214}Bi 의 609.3 keV 감마선은 질소가스를 흘려주었을 때 거의 완전히 소멸됨을 알 수 있다. 이들의 반감기가 30분 미만이므로 측정함의 공기를 질소가스로 바꾸어 주고 약 2시간 후에는 1/20정도로 감소할 것이다. 분석대상 성분에서 생성된 핵종의 피크를 확인하면서 측정시작시간을 결정하면 될 것이다. 이때 측정함의 질소가스 압력은 대기압보다 약간이라도 높으면 외부 공기의 유입을 방지할 수 있다. 필요 이상으로 질소가스를 유입할 필요가 없을 것이다. 사용한 측

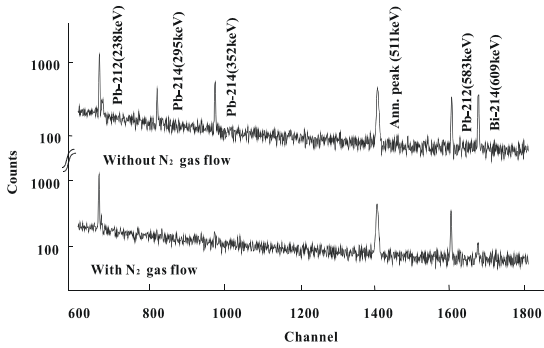


Fig. 2. Gamm-ray spectra in the region of 200-700 keV with and without N₂ gas flow.

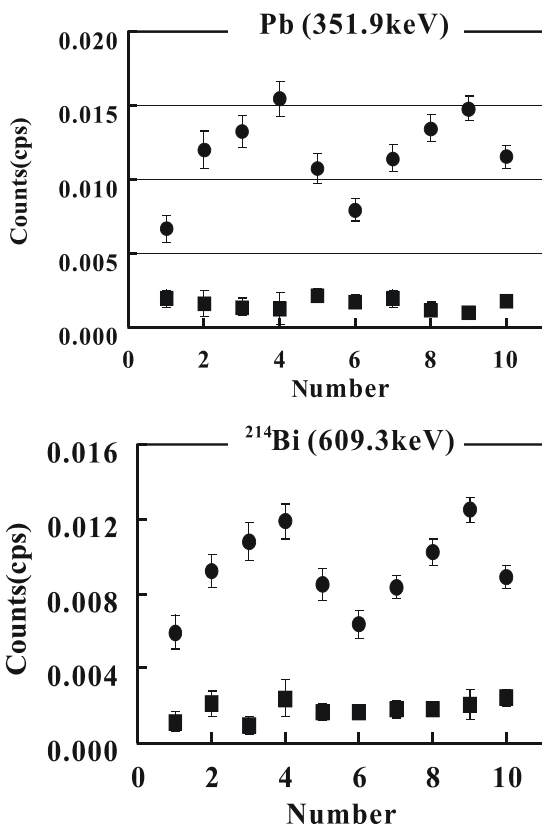


Fig. 3. Comparison of the count rate with and without N₂ gas flow.

● : without N₂ gas flow and ■ : with N₂ gas flow

정함의 경우, 실리카소재의 U, Th을 국제기준치로 측정하기 위해서는 측정함의 공기를 약 2시간동안 질소가스로 바꾸어 주면 가능하였다.

4.3. NAA 실험조건 최적화

특정성분의 분석 감도는 중성자조사 설비의 중성자 선속특성과 각 성분이 가지는 중성자와의 반응 특성 및 실험조건 그리고 생성핵의 반감기와 같은 핵적 자료에 따라서 결정된다. 또한, 감마선 스펙트럼 상에서 피크의 중첩 및 인접이 염려되는 타 성분에 의한 영향도 고려해야 한다. Fig. 4에 중성자조사조건(Ti)과 냉각조건(Tc)의 다양한 조합에 따른 주요 불순물 성분들로부터 생성된 방사성핵종의 방사능을 나타내었으며 각 불순물의 양은 1 μg을 기준으로 산출된 방사능이다. 여기에서 볼 수 있는 것과 같이, Cl의 경우 앞의 핵자료에서 볼 수 있는 것처럼 다른 불순물에 비하여 반감기가 짧기 때문에 단시간의 중성자조사와 단시간의 냉각시간의 조건에서 영향이 크다는 것을 알 수 있다. Na의 경우는 0.1~2.0 시간의 중성자조사조건과 0.1~48 시간의 냉각시간의 다양한 실험조건에서 영향이 큼을 알 수 있다. U은 24~72 시간 중성자조사 조건과 72~120 시간의 냉각시간의 실험조건이 좋음을 알 수 있다. Th의 경우는 장 반감기의 핵종으로 장시간 중성자조사와 냉각시간의 실험조건일수록 분석감도는 향상 될 것이나, 실험조건 선택에는 한계가 있으므로 가능한 장기간의 중성자조사와 약 20여일의 냉각기간을 주는 것이 효율적일 것이다. Fig. 5에는 실리카의 불순물경향을 알기 위해 사용하였던 일반적인 PTS설비와 비교하여 각 HTS 설비에서의 각 성분의 분석 감도를 검출한계(Lower Limit of Detection, LLD)의 비로서 나타낸 것이다. 특히 검출한계에서 문제가 되었던 U은 기존의 PTS설비에서보다 HTS-2설비에서 약 100배 정도 향상되어 연구의 목표에서 요구하는 분석 감도를 달성할 수 있음이 확인되었다. Table 2에 도출된 최적률에 대한 분석 감도, 그리고 EMC용 실리카 미분체에 함유되는 불순물의 산업계 기준을 나타내었으며 불순물들의 분석 감도가 이 기준에 모두 부합됨을 알 수 있다. U의 경우는 HTS-2설비를 이용하고 72 시간의 중성자조사와 120시간의 냉각시간의 실험조건이 최적실험조건으로 결정하였다. 또한, Th는 HTS설비를 사용하고, 72 시간 중성자조사와 360 시간 냉각의 실험조건이 가장 적합한 것으로 결정하였다.

5. 결 론

실리카 소재는 전자소자 밀봉제인 EMC (Epoxy Molding Compound)의 주 원료로 사용되는 등 대표적인

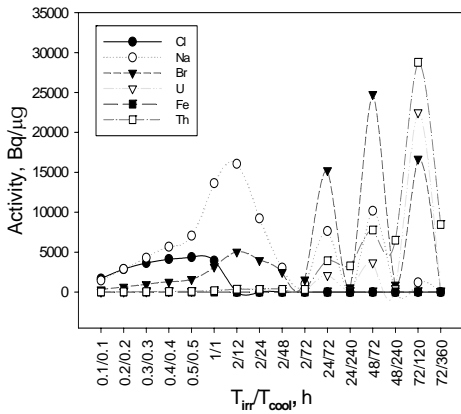


Fig. 4. Activity produced from 1 μ g of element with the neutron irradiation and cooling combinations (T_{irr}/T_{cool}) at the PTS facility.

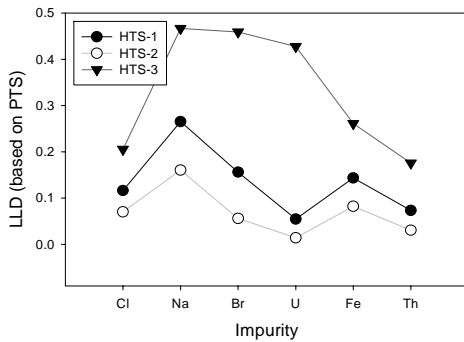


Fig. 5. Comparison of the analytical sensitivity with HTS based on the PTS neutron irradiation facility.

Table 2. Optimum conditions of U and Th in silica by a new HTS-NAA/Gamma-spectrometry

Impurity	Irradiation facility	Irradiation time	Cooling time	LLD (μ g/kg)	
				this work	regulation
U	HTS-2	72h	120h	0.1	0.5
Th	HTS-2	72h	360h	0.01	0.2

전기재료중의 하나이다. 전자소자의 기능 혹은 수명에 영향을 주는 주요 불순물은 U, Th과 같은 방사성불순물과 Na, Cl등과 같은 이온성 불순물로 알려져 있다.

본 실험의 목표는 기존의 분석방법으로 매우 곤란한 U, Th을 산업체 기준이하까지 분석할 수 있는 분석기술을 개발하는 것이었다. 기존의 중성자조사 설비인 PTS 설비 대신에 핵 의약품이나 산업체용 방사선원의 제조에 사용하는 HTS 설비를 이용하고, 공기중 라돈에 의한 바탕방사능을 질소가스 유입장치를 사용하여 소멸 혹은 안정화시킴으로서 국제 산업계에서 요구하는 기준 이하까지 분석할 수 있는 실험방법을 개발하였다. 연구 결과는 분석기술 자체의 질적 수준 향상은 물론이고 개발된 분석기술의 수요처인 반도체, 전자산업체에 적극 활용하여 국내 관련 산업의 발전과 보호에 큰 역할을 할 수 있을 것으로 기대한다. 특히 난용성, 불용성 소재 및 원료물질에 포함된 극미량불순물의 분석이 필요한 모든 분야에 적용 가능할 것으로 본다.

참고 문헌

1. S.J.Parry, Activation Spectrometry in Chemical Analysis, John Wiley and Sons, Inc.,196(1991).
2. R.Caletka, R.Hausbek, V.Krivan, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, **120**, 319(1988).
3. IAEA-TECDOC-564, Practical Aspects of Operating a NAA Laboratory, IAEA, Vienna, 20(1990).
4. T.C.May and M.H.Woods, *Microelectronics. and Reliability*, **18**(6), 480(1978).
5. T.C.May, "Soft errors in VLSI : present and future", *Microelectronics. and Reliability*, **20**(6), 907(1980).
6. D.J.W.Noorlag, L.M.Terman and A.G.Konheim, *Microelectronics. and Reliability*, **20**(6), 905 (1980).
7. M.Brodsky, Hardening RAMs against soft errors", *Microelectro. and Reliability*, **20**(6), 899 (1980).
8. E.Takeda, E.Murakami, K.Torii, Y.Okuyama, E.Ebe, K.Hinode and S.Kimura, *Microelectro. and Reliability*, **42**(4-5), 493(2002).
9. R.C.Baumann, E.B.Smith, *Microelectro. and Reliability*, **41**(2), 211(2001).
10. B.K.Seo, K.Y.Lee, Y.Y.Yoon and D.W.Lee, *Anal. Sci. Tech*, **14**(3), 95(2001).

11. T. Sago and Y. Isozumi, *Radioisotopes*, **36**, 70 (1987).
12. Y. Ishikawa, H. Murakami, T. Sekine, T. Saito, and K. Yoshihara, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, **178**(2), 301(1994).
13. F. Cannizzaro, G. Greco, M. Raneli, M.C. Spitale, and E. Tomarchio, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **A390**, 167 (1997).
14. F. Cannizzaro, G. Greco, M. Raneli, M.C. Spitale, and E. Tomarchio, *Applied Radiation and Isotopes*, **51**, 239(1999).
15. L.A.Currie, *Anal.Chem.*, **40**(1968)586.