

# 마이크로파 용해장치를 활용한 토양 중 우라늄의 알파분광분석법

김창중\*, 조운해\*, 김대지\*<sup>†</sup>, 채정석<sup>†</sup>, 윤주용\*<sup>†</sup>

\*과학기술연합대학원대학교, <sup>†</sup>한국원자력안전기술원

2012년 11월 12일 접수 / 2012년 12월 5일 1차 수정 / 2012년 12월 6일 채택

토양 중 우라늄 동위원소의 분석을 위해서 알파분광분석법이 보편적으로 사용되고 있다. 다수의 토양시료를 분석할 경우 시료분해 시간을 단축함으로써 전체 분석시간을 효과적으로 줄일 수 있으며, 이를 위해 본 연구에서는 단시간에 시료를 완전 분해할 수 있는 마이크로파 용해장치를 활용하였다. IAEA-375를 분석 대상 토양으로 하여 용해되지 않은 시료의 양과 분석한 <sup>234</sup>U과 <sup>238</sup>U의 방사능 농도 값을 통해 시료분해 방법을 최적화 하였으며, 0.5 g의 토양시료에 최소 3 ml의 불산을 가했을 때 80분 내에 효과적으로 분해되는 것을 확인하였다. 이는 2~3일의 분해시간이 필요한 통상적인 방법(open vessel 및 closed vessel을 이용하는 방법)에 비해 시간을 단축 할 수 있어 효율적이며, 불산 사용을 최소화 하여 시료용해 시 발생할 수 있는 유해 물질의 발생 및 접촉을 줄일 수 있다는 장점이 있다.

중심어 : 마이크로파, 시료분해, 우라늄, 알파분광분석, 토양

## 1. 서론

우라늄은 악티늄 족 친석원소(lithophile element)로 지각과 맨틀 상층, 중층을 일부 구성하며 암석, 토양 중 많은 양을 차지하는 규산염 광물과 친화력이 높은 원소이다[1]. 자연에 존재하는 우라늄은 천연상태의 <sup>234</sup>U, <sup>235</sup>U, <sup>238</sup>U과 인공적으로 만들어진 동위원소의 형태로 존재하는데, 그 중 <sup>235</sup>U, <sup>238</sup>U은 각각 악티늄과 우라늄 계열 최초의 핵종이며, <sup>235</sup>U은 원자력발전을 위한 원료로 사용된다. 또한 다양한 방사성핵종으로 붕괴되어 거동하기 때문에, 여러 자연현상을 규명하기 위한 연구에 유용하게 이용될 수 있다. 따라서 환경시료 중 우라늄 동위원소 분석은 원자력산업, 방사성 폐기물 관리, 보건물리, 지질학, 지구연대학, 환경과학 등의 다양한 분야에서 활용되고 있다[1].

우라늄 동위원소의 방사능 농도 또는 농도비를 분석하기 위해서 질량 분석 방법인 Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS), Thermal Ionization Mass Spectrometry (TIMS) 등과 분광 분석 방법인 alpha spectrometry가 활용되고 있다. 질량 분석 방법은 짧은 측정 시간과 낮은 검출한치를 바탕으로 저농도 극미량 시료의 분석에는 적합하지만, 고가의 장비를 설치하고 운영해야 하는 경제적 부담이 있다[1-4]. 반면, 분광분석을 이용한 alpha spectrometry는 우수한 에너지 분해능과 낮은 background를 바탕으로 질량 분석 방법에 비해

적은 분석 비용으로 비교적 정확한 분석이 가능하나, 낮은 농도의 시료 분석에는 한계가 있다[5-7]. 따라서 해수 중 우라늄의 방사능 농도와 동위원소의 농도비(<sup>235</sup>U/<sup>238</sup>U, <sup>234</sup>U/<sup>238</sup>U)와 같은 정밀 분석의 경우 질량 분석 방법[8-9], 일반적인 토양 중 우라늄 동위원소의 분석의 경우에는 alpha spectrometry가 보편적으로 사용되고 있다 [1,3,5-7,10-13].

Alpha spectrometry를 이용한 토양 중 우라늄 분석을 위해서는 시료분해, 방해핵종 제거를 위한 화학분리(추출 크로마토그래피), 계측 단계를 거치게 된다. 산(HCl, HNO<sub>3</sub> 혹은 aqua regia 등)을 이용한 시료분해 과정에서 가스 형태로의 변형, 용기로의 흡착, 침전 등에 의해 우라늄 손실이 발생할 수 있으며[1,14], 손실 정도에 따라 최종 분석 결과에 영향을 미칠 수 있다. 통상적으로 시료를 완전 분해하기 위해 open vessel, closed vessel이 사용되며, 효율 향상과 전처리시간 단축을 위해 microwave나 fusion fluxer와 같은 장비를 활용할 수도 있다[1,15-20]. Open vessel을 이용한 산용해 방법은 시료와 사용되는 산의 양을 조절하기 용이 하나 반응속도가 느리고 반응과정에서 발생하는 산 증기의 위험요소가 있다. 반면, closed vessel을 이용한 분해방법은 시료를 밀폐된 용기에 산과 함께 넣고 내부압력을 높이며 가열하는 방식으로, 용해시간을 단축시키고 용해 시 발생하는 산 증기의 위험을 방지 할 수 있다. 두 방법은 모두 hot plate를 이용해 vessel내에 열과 압력을 가하는 방식으로 vessel에 전달되는 열과 압력에 한계가 있다. 고온, 고압을 이용한 산분해를 위해 microwave를 이용한 Open Focused

책임저자 : 채정석, jschae@kins.re.kr  
대전광역시 유성구 과학로 62 한국원자력안전기술원 방사능분석실

Microwave Digestion (OFMD)과 Closed Vessel Microwave Digestion (CVMD)이 있다[15-20]. OFMD은 microwave를 이용하여 개방된 용기에 담긴 단일 시료에 집중해서 열을 가하는 방식으로, 토양의 경우 10 g까지 처리할 수 있다. CVMD은 다수의 밀폐된 용기에 담긴 시료를 microwave를 이용하여 동시에 열과 압력을 가하여 산분해하는 방법이다. CVMD의 경우, 다수의 시료를 한번에 분해하지만, 가해지는 압력에 한계가 있어 분해에 이용되는 시료량에 제한(토양의 경우 0.5 g)이 있다. 반면 OFMD 방법은 비교적 많은 양의 시료에 적용이 가능하나, 시료를 하나씩 처리해야 하는 단점이 있다. Fusion fluxer는 알칼리 용융을 위한 장비로, 고온에서 알칼리에 침식되지 않는 백금 도가니에 시료와 알칼리성 용제인  $\text{LiBO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  등을 첨가해 1000°C 이상의 고열로 시료를 용융시키는 방법이다. 이 방법은 30분 이내로 신속하게 시료를 분해할 수 있으나, 도가니에서의 오염과 손질이 문제 될 수 있고 추가 산용해가 필요하다[21].

본 논문은 토양 중 우라늄 동위원소를 알파분광분석하기 위한 시료분해 방법으로 CVMD를 활용하는데 있어서, 시료분해 방법의 최적화를 위한 산의 종류와 양, 분해 시간 및 온도 조건 등을 소개한다. 또한, 비교를 위해서 open vessel, closed vessel을 사용한 분해 방법을 동일한 토양 시료에 대해 적용함으로써 CVMD 방법의 효율성을 보여주고자 한다.

## 2. 재료 및 방법

### 2.1 재료

우라늄 분석을 위해 균질도가 검증된 IAEA-375 토양 (<0.3 mm)을 사용하였고, 우라늄 회수율을 결정하기 위한 tracer로  $^{232}\text{U}$ 를 사용하였다. 분석에 사용된 시약은 모두 GR 등급이며, 비저항 18.2 M $\Omega$ 이상의 탈이온수 (Milli-Q reagent water system, Millipore, Co.)가 사용되었다.

CVMD를 이용한 토양분해를 위해 microwave (Model START D, Milestone, Inc.)와 TFM 용기(SK-10T, Milestone, Inc)를 사용하였고, 이 경우 최대 0.5 g의 토양을 8~50 ml의 산용액과 혼합하여 최대온도 300°C, 최고압력 100 bar의 범위에서 9개의 시료를 동시에 처리할 수 있다. CVMD의 분해효율과 비교하기 위한 실험에서는 용량 150 ml의 PTFE 테프론 용기인 open vessel과, 밀봉 가능한 용량 120 ml의 PFA 테프론 용기(digestion vessel, Savillex, co)인 closed vessel을 사용하였다.

토양 분해 후 UTEVA resin (Eichrom Technologies, Inc.)을 이용해 추출크로마토그래피를 수행하였다. 추출된 용액에 대해서 multi channel power supply를 이용하여 stainless steel disk (직경 2.54 cm)에 U를 전착한 후 alpha spectrometer (Passivated Implanted Planar Silicon, PIPS detector, Canberra Industries, Inc.)를 이용하여 계측하였다.

### 2.2 시료분해

시료 분해방법에 따른 분석효율 비교를 위해, 표준토양 (IAEA-375, <0.3 mm) 0.5 g을 open vessel과 closed vessel에  $^{232}\text{U}$  tracer (1 ml)와 15~18 ml의 혼합산( $\text{HClO}_4$  (48%),  $\text{HNO}_3$  (60%), HF (70%)의 1:1:4 비율)을 이용하여 분해하였다. Open vessel의 경우, 혼합산을 넣고 100~120°C로 가열하여 건조하는 과정을 2~3회 반복하였고, closed vessel은 밀봉하여 130~150°C의 온도로 8시간 이상 가열하는 과정을 2회 반복하였다. CVMD 방법의 경우 표준토양 0.5 g과 tracer 1 g ( $^{232}\text{U}$ : 0.07805 Bq  $\text{g}^{-1}$ )과  $\text{HNO}_3$  (60%), HF (70%)의 혼합산을 사용하였다. CVMD 방법은 고온, 고압을 사용하여  $\text{HClO}_4$  없이도 완전분해가 가능하며,  $\text{HClO}_4$ 를 첨가할 경우 압력이 증가하여 용기 폭발의 위험이 있기 때문에 사용하지 않는다.

CVMD를 이용한 산분해시 HF 사용 양에 따른 분해효율 비교를 위해 HF의 양(0~9 ml)을 달리하여  $\text{HNO}_3$ 와 혼합하여 총부피 10 ml의 혼합산을 시료에 첨가하였다. 준비된 시료는 CVMD를 이용하여 200°C(10°C  $\text{min}^{-1}$ )로 15분간 가열하여 분해한 후 50분간 방랭 하였다. 분해가 완료된 시료는 HF 제거를 위해 증발·건고 후 (1+1) $\text{HNO}_3$ 를 이용하여 비이커로 옮겨 다시 증발·건고한 후 3 M  $\text{HNO}_3$ -0.5 M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 를 첨가해 15 ml 시료를 만들었다. HF 사용량에 따라 녹지 않고 남은 토양 침전물이 발생하며 이는 분해효율을 확인할 수 있는 지표가 되므로, 침전물이 포함되어 있는 15 ml 시료를 원심분리하여 용해된 시료와 토양 침전물을 분리하였다. 추가적으로 5 ml의 3 M  $\text{HNO}_3$ -0.5 M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 를 사용해 2회 원심분리하고 용해된 시료를 완전히 회수하여, 25 ml의 시료를 추출하였다. 침전물에 탈이온수를 넣어 세척한 후 원심분리해서, 시료 회수 후 침전물에 잔류하는 산을 제거하였다. 침전물은 건조 한 후 무게를 측정하여, 분해되지 않고 남은 시료의 비(남은 토양시료 질량/사용된 토양의 질량)를 구하였다.

### 2.3 화학분리

추출크로마토그래피를 위해서 UTEVA resin 약 3~4 ml를 컬럼에 채우고 3 M  $\text{HNO}_3$  15 ml를 통과시켜 컬럼의 산조건을 맞췄다. 시료 분해 후 모아둔 3 M  $\text{HNO}_3$ -0.5 M  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  25 ml 시료에 Ammonium Thiocyanate ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) 용액 한 방울과 Ascorbic 산을 사용하여 철과 우라늄의 산화가를 조정한 후 resin에 통과시켰다. 시료가 완전히 통과하면 9M HCl 5 ml를 resin에 통과시켜 산조건을 바꿔주고, 5 M HCl-0.05 M oxalic acid 20 ml로 Np, Pu, Th을 제거하였다. 0.01 M HCl 20 ml로 U을 용출해서 시료를 모아두고(Fig. 1), 모아둔 시료는 증발건고한 후  $\text{HNO}_3$  1 ml,  $\text{HClO}_4$  1 ml,  $\text{H}_2\text{O}_2$ 를 사용해서 다시 2~3회 증발 건조하여 불순물을 제거하였다.

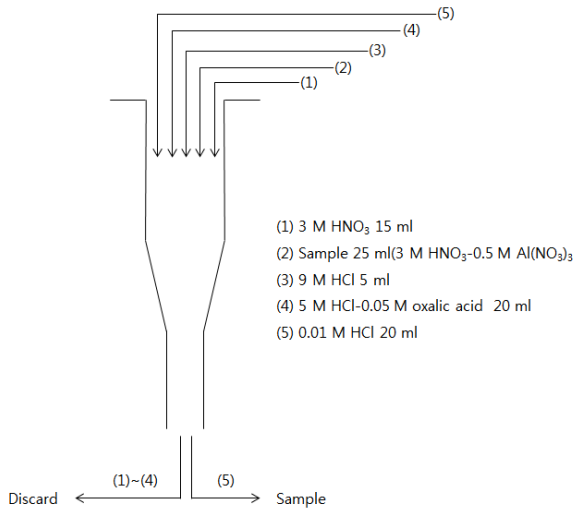


Fig. 1. Separation of uranium isotopes.

### 2.4 전착

화학분리를 마친 후 정확한 계측을 위해서는 알파선의 특성을 고려하여 시료를 얇고, 균일하게 만들어야 한다. 이를 위한 방법으로 감압승화(vacuum sublimation), 직접증발(direct evaporation), 공침(coprecipitation) 및 전기전착(electrodeposition) 등이 있다. 전기전착은 다른 방법과 비교해서 얇고 균일한 시료를 얻을 수 있어 자체 흡수의 문제를 최소화 할 수 있으며, 에너지 분해능이 우수하여 보편적으로 사용 되고 있다. Talvitie(1972)의 방법을 바탕으로 전기 전착하였으며, 전해질 용액으로 NH<sub>4</sub>OH와 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>를 사용하였다[22-24].

전기전착을 위해서 분리된 시료에 10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4 ml를 첨가하고 지시약(0.1% ethyl red) 한 방울을 떨어뜨렸다. 붉은색으로 변한 시료에 15% NH<sub>4</sub>OH를 황색이 되는 시

점까지 넣고(약 1~2 ml), 10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>을 다시 한 방울씩 떨어뜨려 붉은 색이 되는 시점에서 탈이온수 10 ml를 사용하여 pH를 2.0~2.4로 맞춰주었다. 백금 로드를 양극, 전착관을 음극으로 하여 전류를 흘려주어 우라늄 산화물이 양극에서 이온을 형성하여 음극에서 산화물로 환원되도록 하였다. 1 A의 전류를 2시간 동안 가해 전기전착 한 후 버너로 열을 가해 불순물을 제거하고 전착된 산화물을 고정시켰다.

### 2.5 알파분광분석

전착된 시료는 PIPS detector(450 mm<sup>2</sup> active area)를 사용해서 20만초 동안 계측하여 분광분석을 수행하였다(Fig. 2). 검출기 내부 압력은 진공펌프를 사용하여 10<sup>-2</sup> mmHg 이하로 유지하였으며, 시료로부터 검출기까지의 거리를 1 cm로 고정하였다. 시료가 검출기로부터 멀어질수록 거리제곱에 반비례하여 알파선 입사량이 감소되므로 거리가 짧은 것이 검출효율 측면에서 유리하나 검출기 표면 오염과 recoil 효과에 의한 분해능 저하를 고려하여 거리를 정하였다[22].

### 3. 결과 및 논의

CVMD 방법을 이용한 토양분해는 토양시료에 불산이 함유된 소량의 혼합산을 이용하여 시료를 신속히 분해하는 방법이다. 불산 사용량이 증가할수록 용해되지 않고 남은 토양잔류물의 양이 감소하였으나, 불산 사용량이 3 ml 이상이 되면 미분해 잔류물의 양에 차이가 없었다(Fig. 3). 두 번의 반복실험을 통해 0.5 g의 토양을 완전 분해하기 위해서는 3 ml 이상의 불산이 필요함을 확인하였다. 이 양은 토양 중 대부분을 차지하고 있는 SiO<sub>2</sub>가

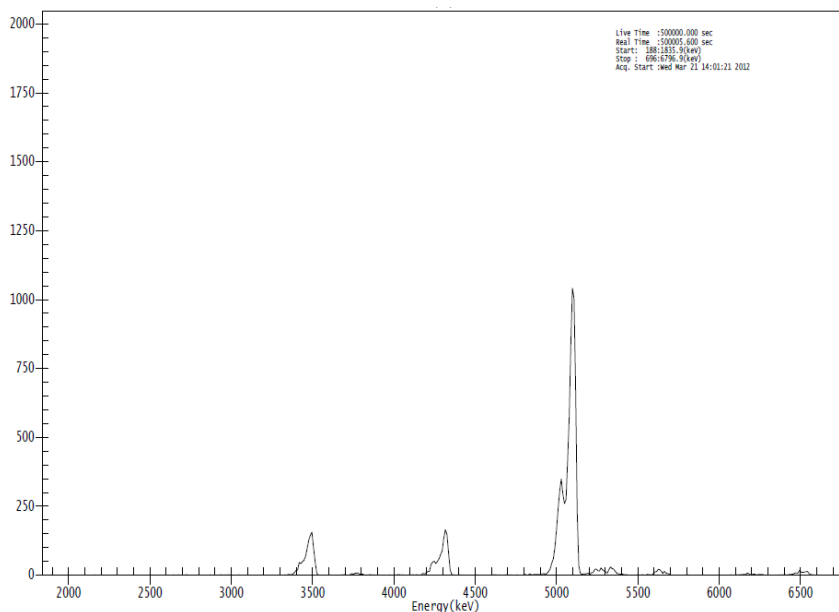


Fig. 2. Spectrum of uranium isotopes using alpha spectrometry.

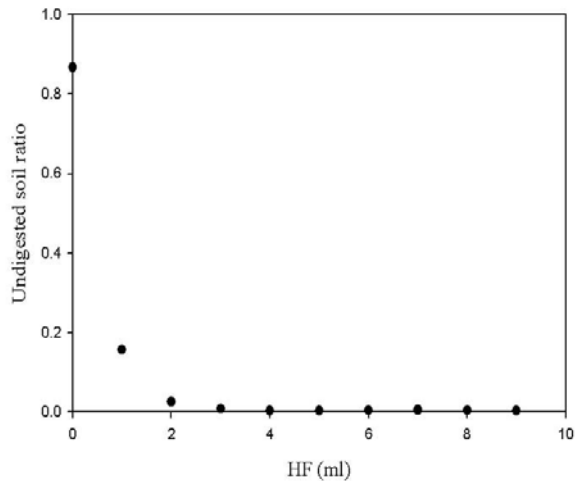
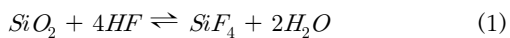


Fig. 3. Ratio of undigested soil to used total soil depended on the volume of HF.

Table 1. Specific Activity of <sup>234</sup>U and <sup>238</sup>U Depended on the HF/HNO<sub>3</sub>

Sample ID	HF (ml)	HNO <sub>3</sub> (ml)	Specific activity (Bq kg <sup>-1</sup> )	
			<sup>234</sup> U	<sup>238</sup> U
MW-1	0	10	13.4±0.4	13.5±0.4
MW-2	1	9	19.3±0.5	20.0±0.6
MW-3	2	8	21.6±0.5	21.7±0.5
MW-4	3	7	23.4±0.8	22.4±0.8
MW-5	4	6	25.6±1.3	26.4±1.4
MW-6	5	5	23.1±0.8	21.7±0.8
MW-7	6	4	22.9±0.6	22.0±0.6
MW-8	7	3	23.2±0.8	23.3±0.8
MW-9	8	2	22.7±0.7	23.5±0.7
MW-10	9	1	21.9±0.7	22.2±0.7

식 (1)의 반응에 의해 기체상의 SiF<sub>4</sub>가 되면서 승화되고, 토양으로부터 각종 무기물과 우라늄 동위원소가 추출되기 위해 필요한 최소의 양이라고 판단된다.



<sup>234</sup>U과 <sup>238</sup>U의 방사능 농도 값 역시 3 mL 이상의 불산을 사용하였을 때 비교적 균일한 결과를 보였고(Table 1), IAEA-375 토양의 참고 방사능 농도 (<sup>234</sup>U: 17~32 Bq kg<sup>-1</sup>, <sup>238</sup>U: 19.0~29.8 Bq kg<sup>-1</sup>, 95% 신뢰구간)를 만족하였다. 이 결과는 3 ml 이상의 불산 사용 시 용해되지 않고 남은 토양의 양이 일정 수준 이하로 유지되는 것과 잘 일치한다. 반면, 불산 사용량이 3 ml 이하가 되면 측정된 방사능농도가 참고 방사능농도 보다 낮아져, 용해되지 않고 남은 토양으로부터 추출되지 않은 <sup>234</sup>U과 <sup>238</sup>U이 존재함을 알 수 있었다.

동일한 토양시료를 이용해 각각 3 ml 이상의 불산을 사용해 microwave로 완전 분해한 시료와 open vessel, closed vessel을 활용하여 분해한 시료의 방사능 농도를 비교한 결과(Fig. 4), <sup>234</sup>U에 대해 각 분해 방법에 따른 방

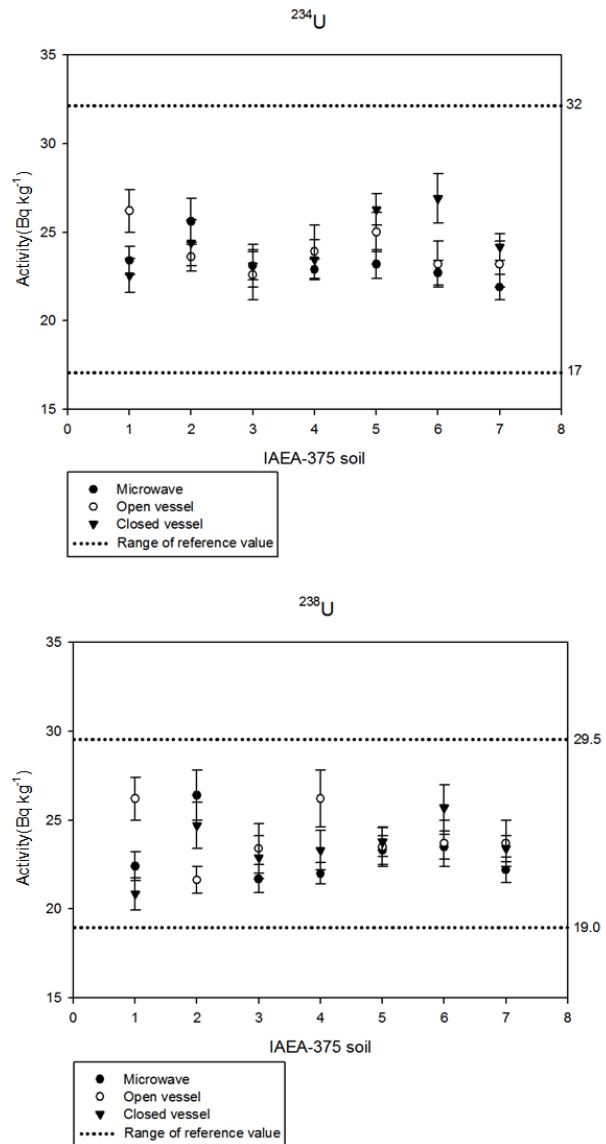


Fig. 4. A comparison of specific activity of <sup>234</sup>U and <sup>238</sup>U according to digestion method.

사능 농도는 microwave: 21.9~25.6 Bq kg<sup>-1</sup>, open vessel: 22.6~26.2 Bq kg<sup>-1</sup>, closed vessel: 22.5~26.9 Bq kg<sup>-1</sup>이며, <sup>238</sup>U은 microwave: 21.7~26.4 Bq kg<sup>-1</sup>, open vessel: 21.6~26.2 Bq kg<sup>-1</sup>, closed vessel: 20.8~24.7 Bq kg<sup>-1</sup> 이었다. 각 분해 방법에 따른 <sup>234</sup>U과 <sup>238</sup>U의 방사능 농도값은 IAEA-375 토양의 참고 방사능 농도 범위에 있으며, 일원분산분석 결과 통계적으로 분해 방법에 따른 유의할 수준의 방사능 농도 차이는 없다. 따라서 토양 중 우라늄동위원소 분석을 위한 전처리 방법으로 microwave를 이용한 토양시료의 분해방법이 신속한 우라늄동위원소 분석을 위한 전처리 방법으로 고려될 수 있다.

#### 4. 결론

알파분광분석을 통한 토양 시료 중 우라늄의 방사능

농도 분석을 위해서는 토양시료의 완전분해가 필수적이다. 다수의 토양시료를 신속히 분석함에 있어, 분해시간을 단축하여 분석의 효율을 높이기 위한 방법으로 CVMD를 사용하였다. CVMD 방법은 소량의 시료와 혼합산을 혼합한 후 microwave를 이용하여 단시간에 시료를 분해하는 방법으로, 0.5 g의 토양 분해를 위해서는 최소 3 ml의 불산을 포함한 혼합산을 가하였을 때, 80분 내에 효과적으로 토양을 분해 할 수 있다. 이는 2~3일의 분해가 필요한 통상적인 분해법(open vessel 및 closed vessel을 이용하는 방법)과 비교하여 분해에 소요되는 전처리 시간을 단축 할 수 있어 효율적이며, 불산 사용을 최소화 하여 시료용해 시 발생할 수 있는 유해 물질의 발생과 접촉을 줄일 수 있는 장점이 있다.

### 참고문헌

- Jia G, Torri G, Innocenzi P. An improved method for the determination of uranium isotopes in environmental samples by alpha-spectrometry. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 2004;262:433-441.
- Yim SA, Han EM, Chae JS, Yun JY. The Improved Method for Precise Determination of Pu Isotope Ratio using MC-ICP-MS. *J. Radiat. Protect.* 2010; 35(3):117-123.
- Rubio Montero MP, Martin Sanchez A, Carrasco Lourtau AM. Isotopic uranium and plutonium analysis by alpha-particle spectrometry. *Nucl. Instr. and Meth. B.* 2004;213:429-433.
- Croudace IW, Warwick PE, Greenwood RC. A novel approach for the rapid decomposition of Actinide™ resin and its application to measurement of uranium and plutonium in natural waters. *Anal. Chim. Acta.* 2006;577:111-118.
- Kiliari T, Pashalidis I. Simplified alpha-spectroscopic analysis of uranium in natural waters after its separation by cation-exchange. *Radiat. Meas.* 2010; 45:966-968.
- Efstathiou M, Kiliari T, Pashalidis I. Uranium analysis in Cypriot groundwaters by total alpha-radiometry and alpha-spectroscopy. *Radiat. Meas.* 2011; 46:626-630.
- Antoniou S, Tsiaili A, Pashalidis I. Alpha radiometry of uranium in surface and ground waters by liquid scintillation counting after separation of the radionuclide by cation exchange. *Radiat. Meas.* 2008;43: 1294-1298.
- Zheng J, Yamada M. Determination of U isotope ratios in sediments using ICP-QMS after sample clean-up with anion-exchange and extraction chromatography. *Talanta.* 2006;68:932-939.
- Weyer S, Anbar AD, Gerdes A, Gowrdon GW, Algeo TJ, Boyle EA. Natural fractionation of <sup>238</sup>U/<sup>235</sup>U. *Geochim. Cosmochim. Acta.* 2008;72:345-359.
- Tome FV, Blanco Rodriguez MP, Lozano JC. Study of the representativity of uranium and thorium assays in soil and sediment samples by alpha spectrometry. *Appl. Radiat. Isot.* 2002;56:393-398.
- Dos Santos RN, Marques LS, Ribeiro FB. Determination of uranium concentrations and activity ratios in silicates by alpha spectrometry: application to the volcanic rocks from the Trindade and Martin Vaz Islands(Brazil). *Appl. Radiat. Isot.* 2002;56:741-750.
- Blanco Rodriguez P, Vera Tome F, Lozano JC. Concerning the low uranium and thorium yields in the electrodeposition process of soil and sediment analyses. *Appl. Radiat. Isot.* 2001;54:29-33.
- Michel H, Levent D, Barci V, Barci-Funel G, Hurel C. Soil and sediment sample analysis for the sequential determination of natural and anthropogenic radionuclides. *Talanta.* 2008;74:1527-1533.
- Greenberg RR, Kingston HM, Watters RL, Jr, Pratt KW. Dissolution problems with botanical reference materials. *Fresenius. J. Anal. Chem.* 1990;338: 394-398.
- Salar Amoli H, Barker J, Flowers A. Closed vessels microwave digestion method for uranium analysis of soils using alpha-spectroscopy. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 2006;273(2):281-284.
- Toribio M, Garcia JF, Rauret G, Pilvio R, Bickel M. Plutonium determination in mineral soils and sediments by a procedure involving microwave digestion and extraction chromatography. *Anal. Chim. Acta.* 2001;447:179-189.
- Mellado J, Llauro M, Rauret G. Determination of Pu, Am, U, Th and Sr in marine sediment by extraction chromatography. *Anal. Chim. Acta.* 2001; 443:81-90.
- Kathryn J. Lamble, Steve J. Hill. Microwave digestion procedures for environmental matrices. *Analyst.* 1998;123:103-133.
- Luisier F, Jose Antonio Corcho Alvarado, Philipp Steinmann, Micharl Krachler, Pascal Froidevaux. A new method for the determination of plutonium and americium using high pressure microwave digestion and alpha-spectrometry or ICP-SMS. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 2009;281:425-432.
- Smith FE, Edward A. Arsenault. Microwave-assisted sample preparation in analytical chemistry. *Talanta.* 1996;43:1207-1268.
- Croudace I, Warwick P, Taylor R, Dee S. Rapid procedure for plutonium and uranium determination in soils using a borate fusion followed by ion-exchange and extraction chromatography. *Anal. Chim. Acta.* 1998;371:217-225.

22. Talvitie NA. Electrodeposition of actinides for alpha spectrometric determination. Anal. Chem. 1972; 44:280-283.
23. Tsai TL, Lin CC, Chu TC. Micro-column solid phase extraction to determine uranium and thorium in environmental samples. Appl. Radiat. Isot. 2008;66:1097-1103.
24. Manickam E, Schraulig S, Tinker RA. Method design and validation for the determination of uranium levels in human urine using high-resolution alpha spectrometry. J. Environ. Radioactiv. 2008;99:491-501.

## Efficient Sample Digestion Method for Uranium Determination in Soil using Microwave Digestion for Alpha Spectrometry

Chang Jong Kim\*, Yoon Hae Cho\*, Dae Ji Kim\*†, Jung Seok Chae†, and Ju Yong Yun\*†

\*University of Science and Technology, †Korea Institute of Nuclear Safety

**Abstract** - Alpha spectrometry has been typically used for determination of the uranium isotopes in soil. For a number of uranium analysis in soil samples, rapid sample digestion with limited quantities of mixed acid containing HF will give a contribution for effective management of uranium analysis. Microwave digestion system is evaluated for rapid sample digestion using reference uranium soil (IAEA-375 soil). For completion of 0.5 g of soil digestion by microwave, 3 ml of HF in a 10 ml of mixed acid is minimum requirement volume for completed soil digestion for 80 minutes. Microwave digestion is timely effective techniques for uranium measurement using alpha spectrometry compared to the other methods (open vessel digestion, closed vessel digestion) due to rapid sample digestion. In addition, it can be reduced the occurrence of hazardous substances by minimizing the amount of HF.

**Keywords** : Microwave, Digestion, uranium, Alpha spectrometry, Soil