

## $\alpha$ -스펙트르법에 의한 동굴탄산염침전물의 년대결정방법

리명혁, 남광원, 강룡일

위대한 령도자 김정일동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《력사유적에 대한 발굴사업은 유물을 찾아내는것으로 그쳐서는 의의가 없습니다. 발굴된 유물이 은을 내도록 하자면 유물을 옳게 정리하고 그에 대한 분석과 종합을 잘하여야 합니다.》(《김정일전집》 제3권 124페이지)

구석기시기 인류는 자연동굴을 거처지로 정하고 생활하였다. 동굴유적에서는 유물과 관련이 있는 탄산염침전물이 흔히 발굴된다.

우리는 동굴탄산염침전물의 년대결정을 위하여 U와 Th의  $\alpha$ -스펙트르측정체계를 확립하였다.

### 1. 탄산염침전물에서 U 및 Th의 분리

수산화물침전법에 의한 불순원소의 제거 중유석류의 동굴탄산염침전물은 비교적 순수하고 불순물이 적는데 주로 Ca, Mg,  $\text{CO}_3^{2-}$  과 기타 미량의 Fe 등을 포함하고있다.[1, 2]

$\alpha$ -스펙트르를 측정하자면 불순원소들을 제거하고 U와 Th를 순수하게 얻어내야 한다.

Fe의 수산화물은 일정한 pH에서 침전물을 형성하는데 이때 U 및 Th는 공침되면서 Ca, Mg와 갈라진다.

U 및 Th의 회수률에 미치는 pH의 영향은 표 1과 같다.

표 1에서 보는바와 같이 pH가 6~8일 때 U와 Th는 대부분 침전된다. 이로부터 pH를 7로 선정하였다. 또한 공침시킬 때 Fe의 양에는 거의 관계되지 않았다.(표 2)

표 1. U 및 Th의 회수률에 미치는 pH의 영향

원소	pH	회수률/%	원소	pH	회수률/%
U	4~5	13.6	Th	4	77.3
	5~6	88.4		5	91.7
	6~7	97.0		6	95.3
	7~8	99.5		8	95.3

표 2. U 및 Th의 회수률에 미치는 Fe의 량

$\text{FeCl}_3/\text{mg}$	U회수률/%	Th회수률/%
5	96	95
15	93	92
25	97	100
35	99	97

표 2에서의 수값차이는 측정오차와 관련된다. 일반적으로  $\text{FeCl}_3$  25mg으로  $2 \cdot 10^{-3}\%$ 의 U 및 Th를 완전히 공침시킬수 있다.

이온교환법에 의한 U와 Th의 분리 염산매질에서 U는 선텔기성음이온교환수지를 통과할 때  $\text{Cl}^-$ 과 착음이온을 형성하면서 이온교환수지에 흡착된다. 그러나 Th와 기타 불순물들은 류출액으로 나간다.[3]

우라늄용액을 AG×1형선텔기성음이온교환수지로 통과시키면서 HCl농도와 류출액의 속도, 탈착액의 체적에 따르는 U의 흡착 및 탈착량을 결정하였다.(그림 1-4)

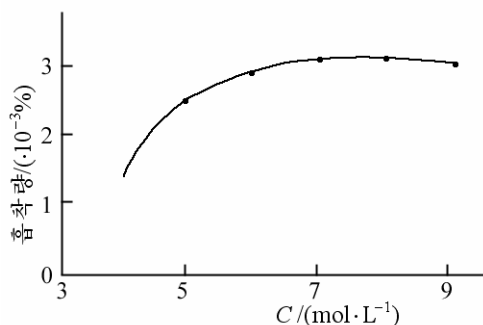


그림 1. HCl농도에 따르는 U의 흡착량

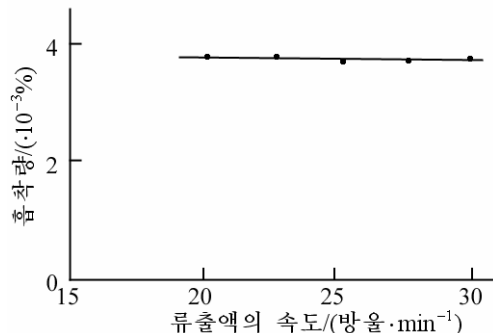


그림 2. 류출액속도에 따르는 U의 흡착량

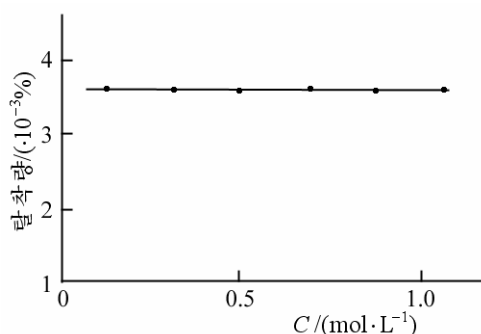


그림 3. HCl농도에 따르는 U의 탈착량

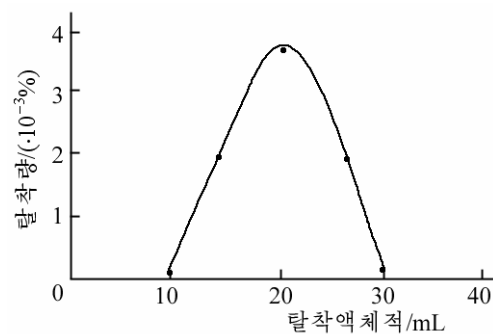


그림 4. 탈착액의 체적에 따르는 U의 탈착량

그림 1-4에서 보는바와 같이 U는 HCl용액의 농도가 6mol/L이상일 때 90%이상 흡착되며 1mol/L이하에서 탈착액을 30mL로 할 때 전부 탈착된다.

실험결과로부터 U와 Th의 분리공정을 그림 5와 같이 세웠다.

## 2. $\alpha$ -스펙트르측정

$\alpha$ -방사성시편제작 U용액을 증발건조시키고 여기에 물 1.5mL, 브롬그레솔그린 1방울, 0.02mol/L EDTA 2방울, 초산암모늄 5방울, 0.2mol/L 테놀트리플루오로아세톤(TTA) 2mL를 넣은 다음 교반하고 원심분리하였다.

한편 내경이 1.2cm인 금속고리에 Al박막을 씌우고 가열기우에서 가열하면서 그우에 원심분리한 유기상용액을 떨어뜨려 증발시키는 조작을 반복하여 U시편을 만들었다.

Th용액을 증발건조시키고 0.1mol/L HNO<sub>3</sub>을 넣은 다음 가열한 후 증류수로 체적이 2mL

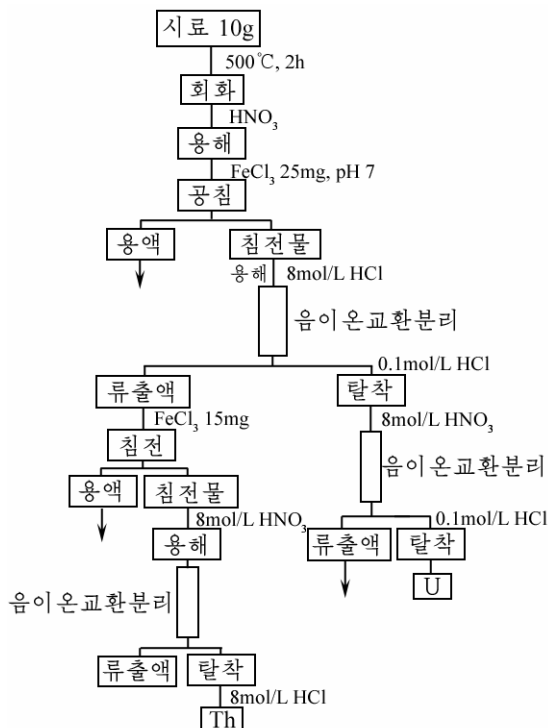


그림 5. U와 Th의 분리공정도

되게 맞추었다. 여기에 0.2mol/L TTA 1mL를 넣고 교반, 원심분리한 다음 우와 같은 방법으로 Th시편을 만들었다.

$\alpha$ -스펙트르측정 U 및 Th의  $\alpha$ -스펙트르는 Si(Au)반도체검출기를 결합한 1 024통로진폭분석기로 측정하였다.  $\alpha$ -스펙트르메터의 구성도는 그림 6과 같다.

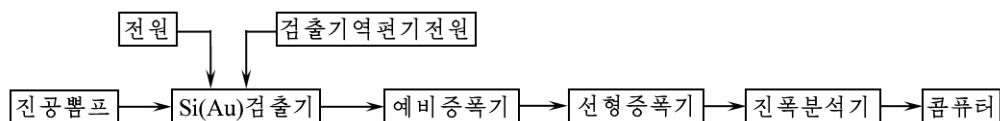


그림 6.  $\alpha$ -스펙트르메터의 구성도

검출기(《GM-20》, 동작면적 300mm<sup>2</sup>)의 분해능은 5.15MeV~27keV이다. 시편과 검출기 사이의 거리는 약 6mm, 진공도는 6~7Pa로 보장하였다.

U 및 Th시편을  $\alpha$ -스펙트르메터의 진공함에 넣고 진공을 보장한 다음 역편기전압을 조절하고 측정하였다. Si(Au)검출기의 신호를 예비증폭기, 선형증폭기로 증폭한 다음 A/D변환기를 통하여 진폭분석을 하였다.

선형증폭기의 선형시상수와 증폭결수를 조절하여 신호대잡음비가 최소로 되면서도 봉우리들이 잘 분리되도록 하였다.

수값처리 즉 스펙트르봉우리탐색, 계수값의 총계, U 및 Th의 방사능비값, 년대오차 등은 프로그램에 의하여 자동적으로 처리되고 현시된다.

탄산염침전물에 포함된 U 및 Th의  $\alpha$ -스펙트르는 그림 7과 같다.

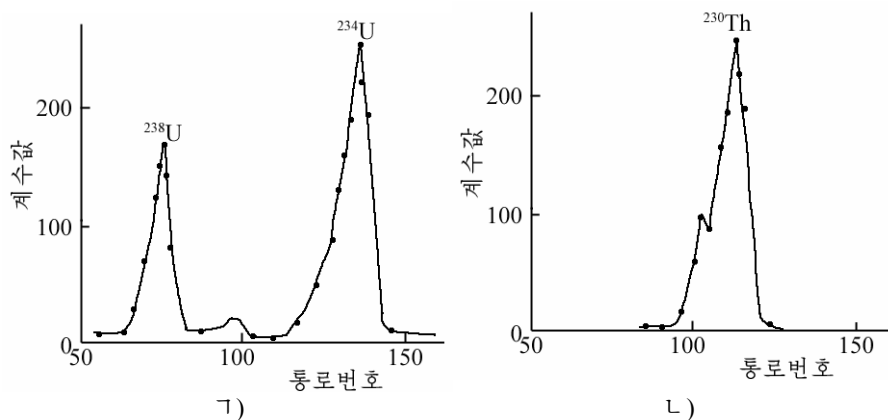


그림 7. U(7a) 및 Th(7b)의  $\alpha$ -스펙트르

그림 7에서 보는바와 같이 U 및 Th의 봉우리들이 잘 분리되었다.

U와 Th의  $\alpha$ -스펙트르로부터 동굴탄산염의 년대를 결정할수 있다.

## 맺 는 말

탄산염침전물에서 U 및 Th의 화학분리공정을 확립하였다.

염산매질에서 흡착산도 8.0mol/L, 탈착산도 0.1mol/L, 탈착액의 체적 30mL, 류출액속도 1방울/s의 조건에서 센염기성음이온교환수지에 통과시키면 U와 Th를 분리할수 있다.

분리한 U와 Th의  $\alpha$ -스펙트르로부터 동굴유적의 년대를 결정할수 있다.

## 참 고 문 헌

- [1] G. M. Henderson et al.; *Geochimica et Cosmochimica Acta*, **65**, 16, 2757, 2001.
- [2] 沈冠军; 贵州大学学报, **8**, 2, 114, 1991.
- [3] 樊中玲; 煤炭技术, **29**, 9, 139, 2010.

주체105(2016)년 1월 5일 원고접수

## **Dating Method of the Cave Carbonate Deposit by $\alpha$ -Spectrometry**

*Ri Myong Hyok, Nam Kwang Won and Kang Ryong Il*

We made chemical separating progress of U and Th from carbonate deposit.

When the adsorbing acidity is 8.0mol/L, the desorbing acidity is 0.1mol/L, the volume of desorbing liquid is 30mL and the effluent rate is 1drop/s, U and Th can be separated by hard-basic anion exchange resin in HCl medium.

We can date the cave site from  $\alpha$ -spectrum of separated U and Th.

Key words: carbonate deposit,  $\alpha$ -spectrometry, dating