

중성자방사화분석법에 의한 전자소재용 고분자수지의 불순물 분석법연구

윤윤열* · 조수영 · 이길용 · 양명권 · 심상권 · 정용삼*
한국지질자원연구원, 지하수지열연구부
한국원자력연구소 하나로 이용연구팀
(2004. 6. 10 접수, 2004. 7. 16 승인)

Trace impurities analysis of the electronic polymer resins by neutron activation analysis

Yoon Yeol Yoon*, Soo Young Cho, Kil Yong Lee, Myung Kwon Yang,

Sang Kwon Shim 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 Jun. 10, 2004, Accepted Jul. 16, 2004)

요 약 : 전자소재의 원료물질 혹은 보호물질에 사용되는 고분자수지내에 포함된 U, Th 이들의 붕괴산물인 딸핵종과 같은 방사성 불순물이 있는 경우 전자소재의 오작동을 일으키는 주 요인으로 알려져 있으며, Na, Cl, Fe 등과 같은 이온성 불순물은 소재의 수명을 단축시키는 것으로 알려져 있어 극미량 무기불순물의 정확한 분석이 필요하다. NAA의 경우, 위와 같은 분석의 문제점인 시료전처리가 필요하지 않은 비과괴 분석이 가능하여 가장 적합한 분석법으로서 고분자수지중의 극미량 불순물 분석을 위한 시료 전처리법과 최적 분석방법을 개발하였다. 이 방법을 사용하여 전자소재의 밀봉보호재로 널리 이용되고 있는 에폭시수지와 페놀수지중의 극미량 무기 불순물을 분석기술을 개발하였으며, 그 결과 U, Th과 이온성 불순물인 Cl, Fe, Na 외에 20가지의 미량 무기불순물을 분석할 수 있었다.

Abstract : When the polymer was used for the guard raw materials of electronic device, the content of U, Th and their daughter nuclides were known as a factor of soft error. Because emitted alpha ray could be caused of mis-operation. And ionic impurities such as Cl, Fe, Na could shorten the device life-time. For the analysis of trace impurities in the polymer, neutron activation analysis(NAA) and ICP/AES have been studied. To improve the accuracy and sensitivity of the trace and ultratrace metallic impurities in the epoxy and phenol polymer, sample pretreatment method and optimum analytical condition

★ Corresponding author

Phone : +82+(0)42-868-3654 Fax : +82+(0)42-863-9404

E-mail : yyyoon@kigam.re.kr

of NAA were developed. Using the above method, U, Th and other 23 trace impurity elements were analyzed.

Key words : neutron activation analysis, epoxy, phenol, trace impurity analysis

1. 서 론

산업의 발전에 따라 고분자 제질종의 금속성 불순물에 대한 정밀분석요구가 점차 증대되고 있다.¹ 그 중 최근 전자 소재에 사용되는 고분자수지들의 전기, 전자적 특성 및 기계적, 열적 특성은 소재 자신의 물리화학적 성질에 따라서 좌우되지만 소재에 함유되어 있는 미량 혹은 극미량의 불순물에 의해서도 매우 큰 영향을 받는다.^{2,4} 전자소재산업에서 고분자수지의 커다란 용도는 EMC (Epoxy Molding Compound) 제조라 할 수 있으며, 이는 전자소재를 외부의 환경으로부터 보호하기 위해 사용되는 밀봉 재료이며, 고분자 수지는 실리카 (70 ~ 90 %)와 함께 사용되는 주원료 (20 ~ 30%)로 EMC의 내열성, 내균열성과 같은 물리적인 기능을 향상시키는 기초 원료이다. 전자소재의 고집적화에 따라 소재내에 함유된 불순물들은 EMC의 전기특성 절연특성의 성능 저하와 방사성동위원소의 함유에 따른 반도체 칩 회로의 오 동작의 원인물질로 알려져 있으며, 소자의 소형화, 대용량화에 따라서 이들 불순물에 대한 규제가 ppb 미만까지 점차 엄격해지고 있다.⁵ 국내 EMC 업계에서는 대부분의 원료를 국외로부터 수입에 의존하고 있으며, 현재까지 국내에서는 이의 고감도 ($\mu\text{g}/\text{kg}$ 급) 측정 기술이 개발되어 있지 못하여 품질검사 또한 수입국에 의존하고 있는 실정이다. 이는 WTO 체제하에서 또 하나의 (TBT)로 작용하고 있으며 이를 극복하고 관련 산업의 국제경쟁력 강화를 위해서는 이들 불순물의 함량을 국제규격이하까지 정확하게 측정 할 수 있는 시험평가기술의 개발이 필요하다. 플라스틱 소재에 함유된 미량 (mg/kg 급) 불순물은 현재까지는 회화장치를 부착한 AAS^{6,7} 또는 ICP/MS를 주로 사용해 왔으나 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 급의 불순물 측정에는 한계점에 도달해 있다.⁸ 플라스틱시료의 경우, 유기용매에는 잘 용해되나 ICP-AES와 AAS에서 사용하는 무기용매에는 용해되지 않기 때문에 시료를 회화(ashing)시킨 후 잔류물을 무기용매로 용해시키는 복잡한 전처리과정이 필요하며 XRF의 경우에는 상용화된 표준물질이 없기 때문에 분석기관 자체에서 표

준물을 제작하여 고온에서 glass bead를 만들거나 고압에서 pellet 형태로 제조하는 전처리 과정이 필요하다. 그러나 이와 같은 복잡한 전처리과정은 불순물의 오염이나 관심성분의 손실을 초래하여 분석의 정확도를 떨어트리는 요인이 되고 있다. 반면 NAA는 시료를 중성자조사용기에 넣고 중성자를 조사 (irradiation)시키고 조사된 시료를 관심성분에 따라서 1회 혹은 3회의 방사선을 측정함으로써 전 분석이 끝나므로 전처리과정이 매우 간단하고 절대분석이 가능하여 매트릭스가 같은 표준물질이 필요 없어 가장 적절한 분석법이라 할 수 있다.^{8,13} 그러나, 이와 같은 분석과정의 단순성과 정확성의 장점에도 불구하고 지금까지 널리 사용되지 못했던 것은 플라스틱을 중성자에 조사시켰을 때 발생하는 기체 (수소 및 메탄)에 의해 시료용기가 파손되기 때문에 용기에 비해 소량의 시료를 사용하여야 하고 시료량의 감소는 분석감도 및 정확도를 떨어트리는 요인이 될 수 있기 때문이었다. 또한 대형시료의 경우 실험용기에 넣을 수 있도록 조각으로 부스러뜨려야 하며 이 과정은 불순물의 오염경로가 될 수 있었다.⁸

최근, 당 연구팀에서 EMC의 주 원료인 실리카소재에 함유된 극미량의 U, Th와 같은 알파방출 불순물과 Na, Cl 등의 이온성불순물에 대한 분석법이 확립되었으며, 본 연구에서는 같은 맥락에서 EMC에 널리 사용되고 있는 에폭시 수지와 페놀 수지에 함유된 이들 불순물의 분석을 위한 NAA 분석기술을 개발하고자 하였다. 본 연구에서 액체질소를 이용한 냉동파쇄기술을 개발하여 시료조각을 만드는 과정에서 불순물오염을 최소화하였고 시료용기를 2중으로 하고 내부 용기의 상단에 pin hole ($\phi < 0.5 \text{ mm}$)을 만들어 주고 외부용기는 기계적 강도 및 압력에 견디는 HDPE로 만들어 파손을 방지함으로써 기존의 문제점들을 해결할 수 있었고 이 방법을 이용하여 플라스틱소재에 함유된 극미량 (ppb 급)의 무기성분을 정확히 분석할 수 있는 고정밀 분석체계를 확립할 수 있었다.

2. 실험

2.1. 시료준비

에폭시 및 페놀수지는 EMC 제조회사로부터 구하였고, 커다란 덩어리 형태의 원료들을 소형화하여 중성자 조사용기에 들어갈 수 있는 크기로 만들어 주기 위하여, 액체질소에 30분 동안 담근 후 꺼내어 미리 세척하여 보관중인 깨끗한 polyethylene (PE) 봉지에 넣고 acetal 망치를 이용하여 잘게 부수었다.

파쇄된 시료는 각각 단반감기 핵종 분석용은 2 g, 중·장반감기 핵종의 분석을 위해서는 10 g 씩을 취하여 내부용기에 넣고 뚜껑의 위 부분에 구멍을 만들었다. 절대분석에서 함량계산을 위해 필요한 중성자선속 측정용 monitor는 Au (Au/Al alloy wire : 0.1274% of gold, R/X, USA)와 Co (Co/Al alloy wire : 1% of cobalt, Degusa, FRG)로서 내부 시료용기의 측면에 감싸주는 형태로 부착하여 중성자선속의 차이에 의한 분석 불확도를 최소화하고자 하였으며 이 내부 용기를 중성자조사 용기에 넣었다.

NAA 분석법과 일반적인 분석법의 차이점을 알기 위해 ICP 분석을 동시에 실시하였다. 시료의 전처리를 위해 30 g의 시료를 취해 150 mL 백금도가니에 넣고 프 로판 버너를 사용하여 용해시킨 후 증발 건조시켜 1차 회화시켰다. 회화된 시료를 다시 전기로에서 650 °C로 10 시간동안 2차 회화시켜 유기물을 완전히 날려버렸다. 회화된 시료는 질산, 불산 황산 용액을 사용하여 용해시킨 다음 질산용액으로 녹여 ICP 또는 AAS로 측 정을 하였다.

2.2. 중성자조사 및 분석조건

시료들의 중성자조사는 원자력연구소 실험용 원자로 인 HANARO의 수동 공기압이송장치 설비를 이용하였으며, 실험시의 열 및 열의 중성자선속은 각각 1.8×10^{13} 과 $7.5 \times 10^{11} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 이었다. 단반감기 핵종의 분석을 위한 시료는 1 분간 중성자 조사하였고, 중 장반 감기 핵종의 분석용 시료는 30분간 중성자 조사하였다. 단반감기 핵종의 분석감도 및 분석성분을 최대화하기 위하여 중성자조사 후 5, 40, 120분의 3회를 반복 측정 하여 성분별 최적 냉각조건 (cooling condition)을 구하였다. 중반감기 핵종의 경우는 중성자조사 2 일 후에 시료 를 측정하여 감마선 스펙트럼을 모았으며, 20 일간 방치 하여 중반감기 핵종을 소멸시킨 후 장반감기 핵종의 감

마선 스펙트럼을 모았다. 감마선 스펙트럼은 HPGe 검출기 (FWHM ; 1.7 keV at 1332 keV, 상대계측효율; 25%, EG&G Ortec, USA) 를 이용하였으며 측정시간은 단반감기 핵종의 경우 200 초, 중반감기 핵종은 2,000 초, 그리고 장반감기 핵종은 5,000 초였다. Table 1에 NAA 실험 조건과 냉각시간에 따라 측정된 핵종들을 나타내었다. γ -선 스펙트럼의 분석은 gamma vision (EG&G Ortec., USA)을 사용하였다. 시료에 함유되어 있는 무기 불순물 들의 함량은 분석방법 보정이 포함되어 있는 단일비교 체법 (SCM-IF)을 이용하였다. 전자소재용 고분자수지의 NAA 분석과정을 Fig. 1에 나타내었으며, ICP에 의한 분석과정은 Fig. 2에 나타내었다.

Table 1. Analytical conditions for the detection of nuclides

weight	Tirad	Tcool	Tcount	nuclides
2 g	1 m	5 min	200 s	²⁷ Al, ⁶⁶ Cu, ²⁸ Mg, ⁵¹ Ti, ⁵² V,
		40 min	500 s	⁴⁹ Ca, ³⁸ Cl
		120 min	500 s	⁵⁶ Mn
10 g	30 m	2 day	2,000 s	¹¹⁵ Cd, ⁸² Br, ⁴² K, ¹⁴⁰ La, ²⁴ Na,
		20 day	5,000 s	⁶⁵ Ni, ²³⁹ Np(U), ¹⁵³ Sm, ¹⁴¹ Ce, ⁶⁰ Co, ⁵¹ Cr, ¹⁵² Eu, ⁵⁹ Fe, ²³³ Pa(Th), ¹²⁴ Sb, ⁸⁵ Sr, ⁶⁵ Zn

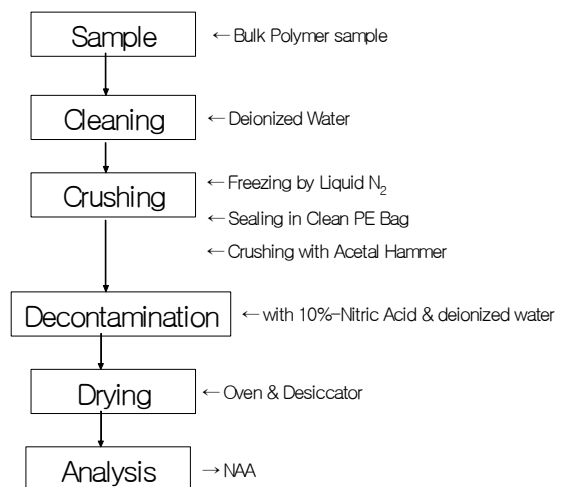


Fig. 1. NAA procedure for the analysis of impurities in Epoxy and Phenol resin.

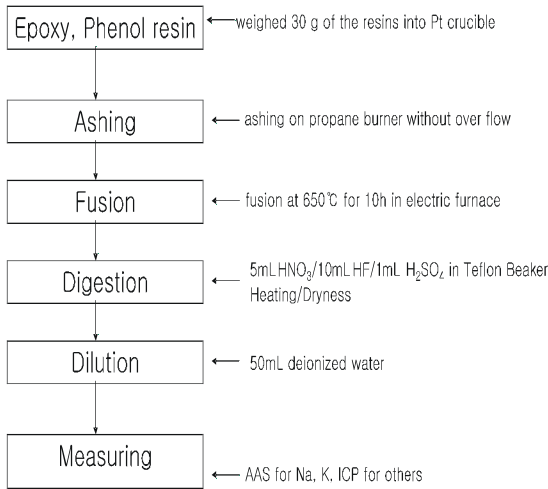
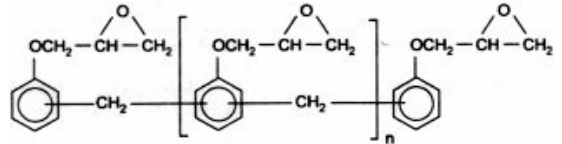


Fig. 2. Analytical procedure for the analysis of impurities in epoxy and phenol resins by ICP/AES.

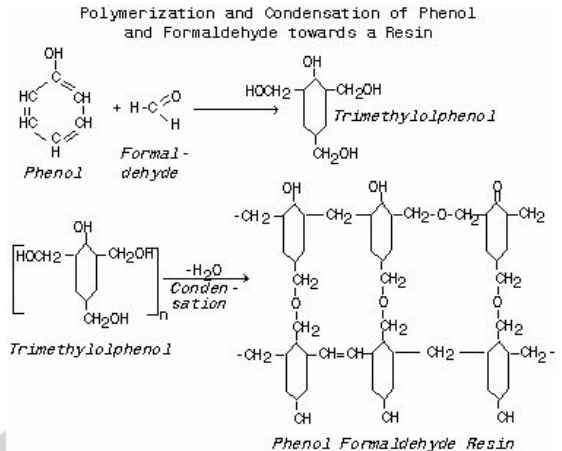
3. 결과 및 논의

3.1. 시료전처리 및 시료용기

에폭시수지와 페놀수지는 실리카와 함께 EMC 전자소재의 밀봉재료로 널리 사용되며, 이 경우 이들 수지에 함유되어 있는 불순물들중 전자소재의 기능에 영향을 주는 U, Th과 같은 α선 방출불순물과 전자소재의 수명단축의 요인이 된다고 알려진 Na, Cl, Fe 등의 이온성 불순물은 그 함량이 엄격히 제한되고 있어 정확한 분석이 요구되고 있다. 이러한 불순물들을 분석하기 위해 시료의 전처리 과정을 최소화한 NAA 분석법을 확립하였다. NAA의 분석조건은 실험대상 시료의 주성분에 대한 정보가 가장 중요하다. Fig. 3에 전자소재에 가장 일반적으로 사용되고 있는 Novolac type의 에폭시수지 (a)와 페놀과 포름알데히드의 축중합반응에 의해서 만들어지는 페놀포름알데히드수지 (b)의 구조를 나타내었다. 에폭시 및 페놀수지의 구조를 보면 주성분인 C, H, O로 구성되어 있다. Table 2에는 에폭시 및 페놀수지의 주성분 원소와 분석이 필요한 주요 불순물들의 핵적자료 (nuclear data)를 정리하였는데, 이 핵적자료는 NAA 실험조건결정을 위한 필수요소이다. 이 표에서 알 수 있듯이 분석대상 시료인 고분자수지의 주성분원소인 C, H, O는 중성자와의 반응후 생성핵종의 대부분이 안정동위원소이거나(²H, ¹³C, ¹⁷O) 감마선을 방출하지 않고 (³H, ¹⁴C, ¹⁹O) 만이 방사성핵종으로 감마선을 방출하지만 반감기가 초



(a) Novolac type Epoxy resin



(b) Phenol formaldehyde from phenol and formaldehyde

Fig. 3. Most popular used epoxy resin(a) and phenol resin(b) in IC (Integrated Circuit).

Table 2. Nuclear data of the important impurities of polymers used in electronic materials

Important Element	Produced Nuclide	Cross Section(barn)		Emitted γ-energy	Half-life
		Thermal	Epithermal		
H	² H	0.322	0.149	-	stable
	³ H	0.00053	0.00023	no γ	12.3 yr
	¹³ C	0.0034	0.0015	-	stable
C	¹⁴ C	0.0009	0.0013	no γ	5736 yr
	¹⁷ O	0.00018	0.00027	-	stable
	¹⁹ O	0.00016	0.00094	197 keV	27 sec
Na	²⁴ Na	0.53	0.34	1368 keV	15 h
Cl	³⁸ Cl	0.428	0.213	1642 keV	37.2 m
K	⁴² K	1.46	1.42	1524 keV	12.4 h
Br	⁸² Br	2.69	48	554 keV	35.4 h
Fe	⁵⁹ Fe	1.15	1.7	1099 keV	44.6 d
Th	²³³ Pa	7.4	72.4	311 keV	27 d
U	²³⁹ Np	2.7	275	277 keV	2.35 d

Table 3. Analytical results of NIST 1632b coal SRM by NAA

Element	NIST	NAA	Variance (%)	Element	NIST	NAA	Variance (%)
Al,%	0.86±0.02	0.90±0.04	5.2	La	5.1	5.4±0.5	5.6
As	3.7±0.1	3.9±0.1	3.4	Mn	12±1	13±1	2.2
Ba	68±2	69±4	2.7	Na,%	0.052±0.001	0.053±0.002	2.3
Br	17	18±2	5.8	Rb	5.1±0.1	5.4±0.3	6.5
Ca,%	0.20±0.01	0.21±0.01	3.3	Sb	0.24	0.25±0.02	2.1
Ce	9	9.7±1.1	8.1	Sc	1.9	1.9±0.3	1.2
Cl	1300	1300±16	1.7	Sm	0.87	0.90±0.09	2.9
Co	2.3±0.2	2.3±0.1	2.1	Sr	100	110±23	11
Cr	11	12±2	8.9	Ti,%	0.045±0.002	0.046±0.002	2.1
Cs	0.44	0.46±0.03	4.9	Th	1.3±0.1	1.4±0.2	6.2
Eu	0.17	0.18±0.02	7.4	U	0.44±0.01	0.48±0.08	10
Fe,%	0.76 ±0.05	0.77±0.08	1.2	V	14	16±2	13
Hf	0.43	0.47±0.04	10	Zn	12±1	13±2	5.5
K,%	0.075±0.003	0.076±0.005	1.1				

단위로 분석하고자하는 주요 불순물에 비해 매우 짧기 때문에 주성분원소에 의한 분석방해는 무시할 수 있다. 고분자수지는 방사선에 조사시키면 먼저 C-C 결합의 분해가 일어나고^{14,15} 다음 탄소에서 C-H 결합의 분해가 일어나게 된다. 그 결과 수소 및 메탄이 생성되며 이들 기체의 생성은 소재의 종류 및 중성자조사조건에 영향을 받게 되며 공기중의 산소에 의해 촉진된다.^{16,17} 이렇게 생성된 기체는 시료용기 내압을 상승시키고 결과적으로 시료용기가 파손되는 요인이 된다. 시료용기 파손 방지를 위하여 Bode¹²가 시도하였던 불활성기체의 시료용기내 주입이나 시료용기의 체적에 비해 소량의 플라스틱시료만을 넣어 용기파손을 방지하고자 하였던 방법에는 여러 가지 실험 자료가 필요하며 제약점이 있다고 판단하였다. 즉, 시료를 넣은 후 용기내부의 공기를 불활성기체로 치환시키려면 vacuum glove box 내부에서 용기 밀봉까지를 마쳐야 하는데 이것은 매우 번거로운 실험과정이 될 것이며, 또한 용기의 체적에 비해 소량의 시료를 넣는 것은 중성자조사용기의 크기에 제한이 있기 때문에 시료의 사용량이 감소하고 또한 중성자조사시간을 최소화하는 것은 결과적으로 분석감도를 저하시키는 요인이 될 수 있다. 본 연구에서는 2 중 용기를 사용하고 내부용기의 상단에 방사선에 의해 생성되는 기체가 빠져나갈 수 있는 구멍 ($\phi < 0.5\text{mm}$)을 만들어 주고, 외부용기는 압력에 충분히 견딜 수 있는 고밀도 폴리에틸렌(HDPE ; High Density Polyethylene)제의 비교

적 두꺼운 중성자조사용기를 제작하여 사용함으로써 중성자조사에 의한 용기파손을 방지할 수 있었다.

3.2. 중성자방사화분석

무기성분 분석을 위한 플라스틱 표준물질은 상용화되어있지 않아 분석법의 정확도 검증을 위해 플라스틱 수지와 같은 탄소함량이 많은 NIST coal fly ash 표준 물질을 분석한 결과를 Table 3에 나타내었다. 분석된 27종의 성분중 Sr과 V를 제외한 대부분의 원소들이 인중 값과 10% 이내의 오차범위 안에서 일치함이 확인되어 그 결과로부터 NAA 분석조건에 적합성을 확인할 수 있었다.

에폭시수지와 페놀수지, 그리고 참고로 국내기업에서 제작한 전자소재의 밀봉재료인 EMC를 NAA와 ICP/AES를 사용하여 분석한 결과를 Table 4에 나타내었다. 표의 분석값은 NAA 분석값을 나타내었으며 NAA로 분석이 곤란한 원소들은 ICP 값을 나타내었다. 이 분석 결과를 보면, NAA를 사용하여 Al, Br, Ca, Cd, Ce, Cl, Co, Cr, Cu, Eu, Fe, K, La, Mg, Mn, Na, Ni, Sb, Sm, Sr, Th, Ti, U, V 및 Zn의 25종의 원소를 분석하였고 ICP/AES를 사용하여 Al, Be, Ca, Cd, Cu, Fe, Li, Mg, Nb, Ni, P, Pb, Sr, Ti 및 V의 15종의 원소를 AAS로 Na, K를 분석하였다. NAA와 ICP 분석결과에서 ICP를 사용한 경우 복잡한 시료전처리 과정이 많아 시료의 회화 및 용해과정중 오염 및 손실등의 요인에 의해 3번의

Table 4. Analytical results of impurities in epoxy, phenol resin and EMC by NAA and ICP(mg/kg)

element	phenol	epoxy	EMC	method	element	phenol	epoxy	EMC	method
Al	1.10	0.75	1400	NAA/ICP	Mg	0.72	0.11	76.0	NAA/ICP
Be	<0.1	<0.1	<0.1	ICP	Mn	0.13	0.03	6.20	NAA
Br	7.29	0.43	3620	NAA	Na	1.21	3.30	8.86	NAA/AAS
Ca	43.0	0.78	11.0	NAA/ICP	Nb	<0.01	<0.01	<1	ICP
Cd	<1	<1	1.70	NAA/ICP	Ni	0.69	0.17	<0.1	NAA/ICP
Ce	0.03	0.03	0.05	NAA	P	0.26	2.30	<0.1	ICP
Cl	0.47	62.0	0.43	NAA	Pb	10.1	0.09	0.50	ICP
Co	0.02	0.02	<0.1	NAA	Sb	0.85	0.75	3100	NAA
Cr	0.50	0.15	<1	NAA	Sm	0.00005	0.00004	0.01	NAA
Cu	0.07	0.06	0.12	NAA/ICP	Sr	0.07	<0.01	<0.01	NAA/ICP
며	0.02	0.02	0.06	NAA	Th	<0.0011	<0.0013	<1	NAA
Fe	13.0	1.80	19.0	NAA/ICP	Ti	0.24	0.14	2.80	NAA/ICP
K	0.20	0.21	<10	NAA/AAS	U	<0.026	<0.011	<1	NAA
La	0.0011	0.02	0.05	NAA	V	0.02	0.04	<0.1	NAA/ICP
Li	<0.01	<0.01	0.01	ICP	Zn	0.31	0.32	0.34	NAA

의 반복 실험결과 극미량 불순물의 경우 20%가 넘는 상대편차를 나타내었다. 분석결과에서 에폭시수지에는 Cl, 그리고 페놀수지에는 Ca과 Fe이 수십 ppm급으로 함유되어 있으며, 이들 수지와 실리카와 같은 무기물을 첨가하여 제작한 EMC에는 수천 ppm급의 Al, Br, Sb이 함유되어 있었다. 고용량 전자소재에서의 이온성 불순물 (Na, K, Cl, Fe)의 규제치는 5 ppm이며, α-방출 불순물 (U, Th)의 규제치는 1 ppb 정도인 점을 고려할때⁵ 에폭시수지는 Cl이, 페놀수지에서는 Fe만이 규제치 이상으로 함유되어 있다. 그러나 EMC의 경우는 Cl을 제외하고는 이들 주요 불순물 성분들의 함량이나 분석감도가 규제치보다 높음을 알 수 있다. 다른 불순물들은 에폭시수지나 페놀수지에서 거의 ppb까지 분석이 가능하였으나, EMC에서는 수천 ppm급의 불순물들로 인하여 바탕값이 높아져 몇 가지 성분을 제외하고는 ppm 이하의 성분은 분석하기가 곤란함을 알 수 있었다. U과 Th의 경우 다른 불순물과 함께 분석하기 위하여 사용한 HANARO 공기압 이송장치에서는 이전의 실리카 미분체 실험결과와 같이 규제치에 미치는 분석감도를 얻지 못하였다.¹⁸ 따라서 고분자 시료의 경우에도 실리카와 마찬가지로 HANARO HTS (hydraulic transfer system) 중성자 조사장치를 사용하면 규제치미만의 분석감도를 얻을 수 있을 것이다.

참고 문헌

1. Japan Analytical Science Society, "Handbook of Polymer Analysis", 106, 1985.
2. S.J. Parry, "Activation Spectrometry in Chemical Analysis", vol 119, 196-209, J.D. Winefordner ed. John Wiley and Sons, Inc., New York 1991.
3. R. Caletka, R. Hausbek, V. Krivan, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, **120** 319-327 (1988).
4. IAEA-TECDOC-564, Practical Aspects of Operating a NAA Laboratory, IAEA, Vienna, 20-33, 1990.
5. S.Y. Yang, Korea Semiconductor Co. Ltd, *private communication*.
6. E.L. Henn, *Anal. Chim. Acta*, **73** 273-281(1974).
7. M. Takenaka, Y. Yamada, M. Hayashi, H. Endo, *Anal. Chim. Acta*, **336** 151-156(1996).
8. E.W. Haas, H. Schnabel, R. Hofmann, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, **168** 403-412(1993).
9. K.Y. Lee, S.K. Shim, Y.Y. Yeol, Y.S. Chung, G.H. Lee, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, **241** 129-134 (1999).
10. K.Y. Lee, S.K. Shim, Y.Y. Yeol, M.K. Yang, "Development of the precise method for plastic materials by the use of NAA", KAERI/CM-

- 374/99, KAERI 2000.
11. M. Kobayashi, *J. Poly. Sci.*, **17** 293-297(1979).
 12. P. Bode, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, **167** 361-367 (1993).
 13. G.E. Aardsma, P. Jagam, J.J. Simpson, *J. Radioanal. Nucl. Chem.*, **111** 111-116(1987).
 14. T.S. Dunn, B.J. Epperson, H.W. Sugg, V.T. Stannet, J.L. Williams, *Radi. Phys. Chem.*, **14** 625-634(1979).
 15. B. Ranby, J.F. Rabek, "ESR spectroscopy in polymer research", 260, Springer Verlag, New York, 1977.
 16. K.D. Ranor, J. Luszkyt, K.U. Ingold, *J. Org. Chem.*, **53** 5220-5225(1988).
 17. A. Hegazy, T. Seguchi, K. Arakawa, S. Machi, *J. Appli. Poly. Sci.*, **26** 1361-1372(1981).
 18. K.Y. Lee, S.K. Shim, M.K. Yang, J.T. Park, S.Y. Kim, S.Y. Cho, S.Y. Yang, S.S. Seo, "Study of standard analytical method for the analysis of trace impurities in the silica fine particle for EMC", MOCIE, 2003.

K C I