

## 폐유기물 중 TBP 및 우라늄 함량 분석을 위한 시료 전처리

최광순, 표형열, 김시내, 김현정, 한선호  
 한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 덕진동 150  
[nkschoi@kaeri.re.kr](mailto:nkschoi@kaeri.re.kr)

### 1. 서론

TBP (tri-n-butyl phosphate)는 사용후핵연료에 존재하는 우라늄이나 플루토늄을 재사용할 목적으로 PUREX 공정에서 사용하는 추출제이다. 또한 TBP는 우라늄 화합물에 불순물로 존재하는 금속원소들을 우라늄으로부터 분리하기 위하여 용매추출법이나 추출크로마토그래피에서 많이 쓰이고 있다. TBP는 질산매질에서 우라늄과  $UO_2(NO_3)_2 \cdot (TBP)_2$  형태의 착물을 형성하며, 질산농도가 6 M일 때 TBP와 우라닐 이온의 분배계수가 최대값을 갖는다. TBP는 분해하여 DBP (dibutyl phosphate)나 MBP (monobutyl phosphate)가 생성되며 suppressed 전도도 검출기를 사용하여 IC (ion chromatography)로 이들의 함량을 측정할 수 있다. 한편 phosphonic acid  $\{R^I RO^II PO(OH)\}$ 는 evaporative light scattering 방법과 IC를 이용하여 측정할 수 있다. 본 연구는 ICP-AES로 TBP를 함유한 폐유기물 중 TBP 함량을 측정하기 위하여 유기물을 완전히 분해하지 않은 상태에서 TBP 함량 측정방법을 확립하고자 하였다. 또한 TBP 폐액에 존재하는 우라늄 함량을 측정하기 위한 시료전처리 방법도 검토하였다.

### 2. 실험 및 결과

ICP-AES로 도데칸과 같은 유기용매에 존재하는 TBP 함량을 측정하기 위하여 황산과 과산화수소를 이용한 습식방법으로 유기물 시료를 완전히 분해하여 수용액으로 전환하여야 한다. 그러나 시료를 완전히 분해할 때 시간이 많이 소요되므로 시료 모두를 완전히 파괴하지 않고 일부분만 수층으로 역추출하여 수층에 존재하는 인을 측정함으로써 TBP 함량을 측정할 수 있는 방법을 검토하였다. 먼저 유기용액과 증류수를 일정비율로 혼합한 다음 추출시간에 따라 수층에 존재하는 TBP

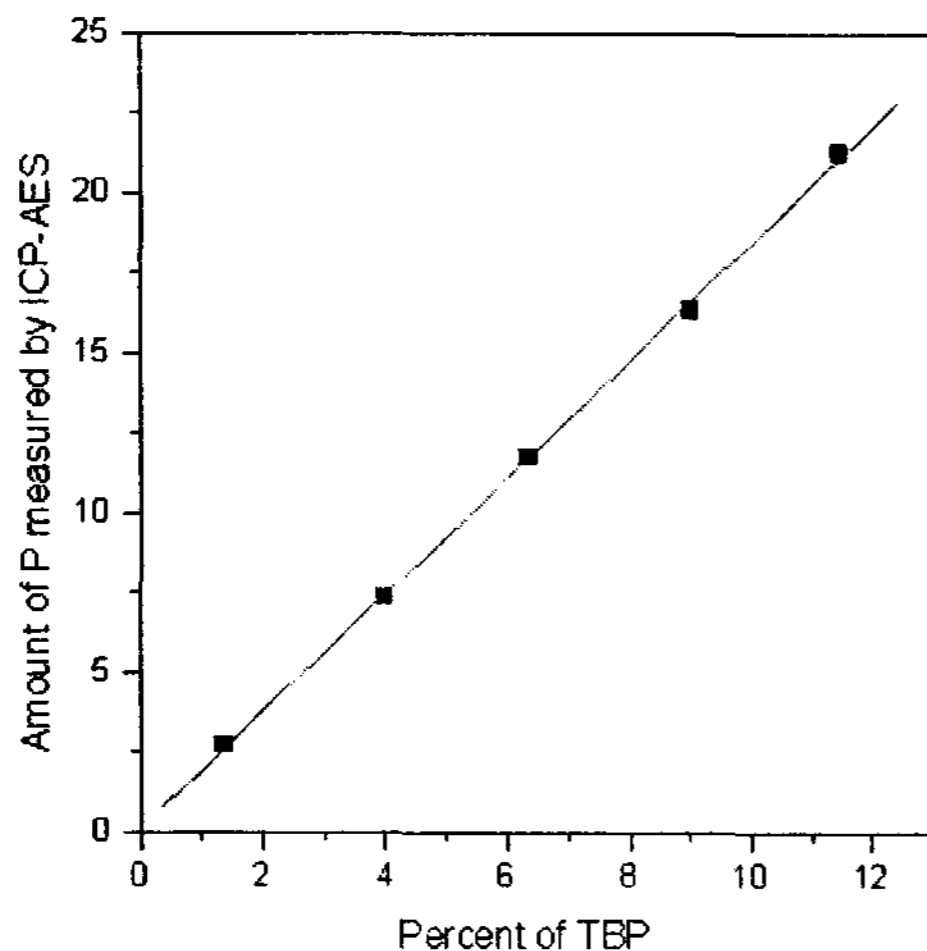


Fig. 1. Correlation between amount of P measured by ICP-AES and percent of TBP

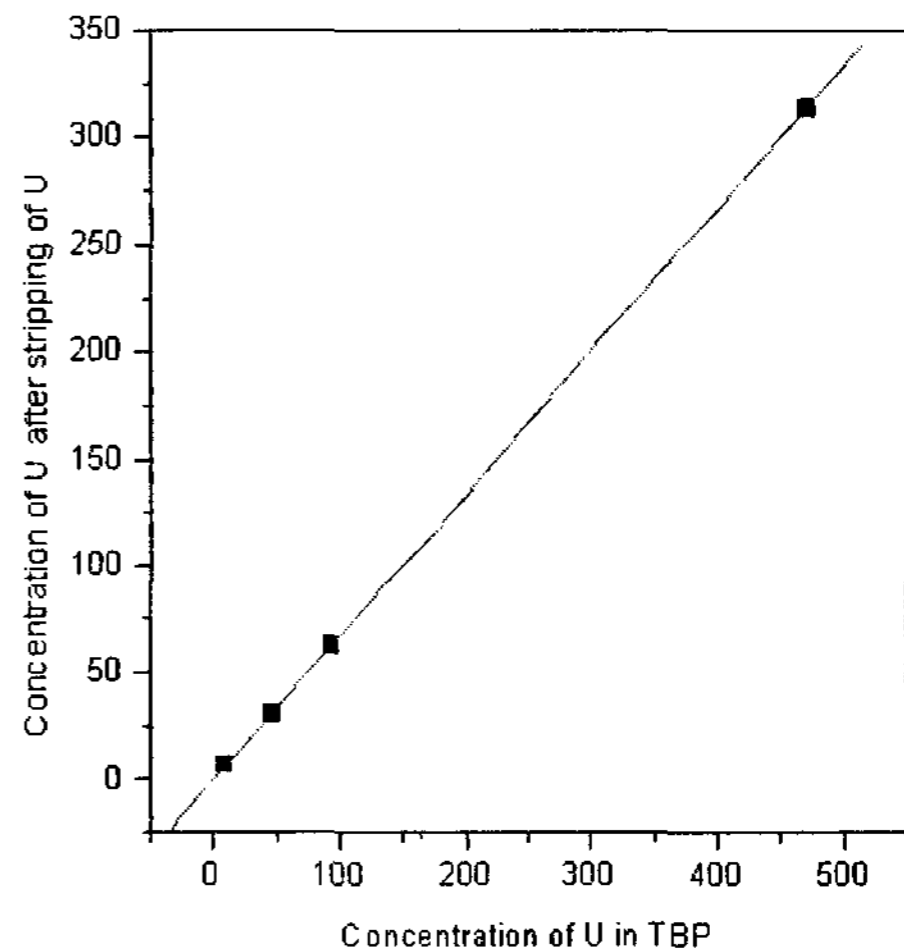


Fig. 2. Correlation between concentration of U after stripping of U and concentration of U in TBP

의 양을 알아보기 위하여 추출시간을 5, 10, 30 및 60분으로 변화시키면서 P를 측정하여 추출시간에 따라 TBP가 수층으로 이동되는 정도를 조사하였다. 그 결과 5, 10, 30 및 60분일 때 수층에서

인의 농도는 3.3, 3.5, 3.1, 및 3.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 로 추출시간이 10배 이상 증가하여도 추출시간은 크게 영향을 미치지 않았다. TBP 1 mL는 물 165 mL에 녹으므로 함량을 알고 있는 TBP양과 증류수를 일정 비율로 혼합한 다음 수층에 존재하는 인의 양을 ICP-AES로 측정하여 함량을 알고 있는 TBP 양과 ICP-AES로 측정한 인의 양과의 사이에 상관관계가 있는지 조사하였다. 그 결과 그림 1에 나타내었듯이 도대칸 매질에서 TBP 양이 1~10% 범위일 때 ICP-AES로 인을 측정한 결과, 상관계수가 0.9997로 직선성이 양호하였다. 즉 습식방법으로 유기용액 시료를 분해하지 않고 증류수와 유기용액 시료를 혼합한 다음 수층에 존재하는 인을 측정함으로써 TBP 함량을 알 수 있었다.

한편 TBP와 같은 폐유기 용액에 존재하는 우라늄 함량을 측정하기 위하여 역시 황산과 과산화수소를 이용한 습식방법으로 유기물을 완전히 분해하고 측정하여야 한다. 그러나 시료를 완전히 분해하려면 시간이 많이 소요되므로 시료를 완전히 파괴하지 않고, 일부분만 수층으로 역추출한 다음 ICP-AES로 측정함으로써 이 처리 방법의 신뢰성을 검토하였다. 먼저 유기용액과 증류수 (1:10, v/v)를 1회 역추출할 때 수층용액으로 0.1 M 질산보다 증류수를 사용할 경우 우라늄 탈착 효율이 2.6배 좋았다. 100% TBP만 사용하여 우라늄을 추출한 TBP 용액을 증류수로 역추출한 다음 우라늄을 측정하였다. 그 결과 그림 2에 나타내었듯이 100% TBP에 존재하는 우라늄 양이 10 ~ 500  $\mu\text{g}/\text{mL}$  범위일 때 수층에 존재하는 우라늄 양과 TBP에 존재하는 양의 상관관계는 0.9999로 직선성이 매우 양호하였다. 따라서 TBP 폐액에 용매가 없다면 시료를 완전히 분해하지 않고 증류수로 탈착하여 우라늄 함량을 측정할 수 있었다. 추후에 유기용매 종류에 따라 그리고 유기용매 함량에 따라 증류수로 역추출한 다음 우라늄을 측정한 결과와 완전히 용해하고 측정한 결과 사이에 상관관계가 있는지 실험할 계획이다.

### 3. 결론

유기용액에 존재하는 TBP 함량은 시료를 완전히 분해하지 않고 ICP-AES로 인을 측정함으로써 TBP로 환산하여 그 양을 알 수 있었다. 또한 100% TBP 폐액인 경우에도 시료를 완전히 분해하지 않고 증류수로 역추출하여 우라늄 함량을 측정할 수 있었다.