

## 시멘트 고화체 중 Sr-90 분석을 위한 시료 전처리

표형열, 김영복, 최광순, 한선호, 송규석  
 한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 덕진동 150번지  
 nhypvo@kari.re.kr

시멘트 고화체 중의 Sr-90 분석을 위한 시료 전처리 방법을 실험을 통하여 확립하였다. 시멘트 고화체 중의 Sr-90 과 같은 베타방출 핵종을 분석하기 위해서는 고화체 시료를 건조, 분쇄, 산처리, Sr-90 분리 및 LSC 를 이용한 Sr-90의 방사능 측정을 해야 한다. 이를 위하여 인수 고화체 시료를 전 처리 하기 전, SRM 1887a portland cement 를 사용하여 여러 산 처리 방법을 통하여 각 원소들의 회수율을 알아보았다.

SRM 시료를 통하여 얻은 조건을 참조하여 실제 고화체 시료 5g 씩 3회의 7개 시료들을 전 처리하여 ICP-AES 를 통하여 각 원소들의 회수율을 비교하였다.

또한, 전처리 후 Sr 분리에 Sr-resin (Eichrom)를 이용하기 위해서는 Sr-resin 사용 시 많은 영향을 주는 칼슘의 량을 미리 알아야 한다. 이를 위하여 시멘트 고화체 중 50% 가까이 함유되어 있는 칼슘 량을 반 정량적으로 알아내기 위한 방법을 확립하였다.

### 1. 전처리 방법

A) SRM (1887a) 5g을 취해서 250 mL 유리 비커에 담고서 질산 10mL / 염산 10mL를 첨가하고 70°C 열판 위에서 3시간 가열 후 원심 분리하여 불용물질(주: SiO<sub>2</sub>)를 제거한 다음 ICP-AES 를 측정하여 시료성분의 침출 율을 알아 본 결과 60% 정도를 유지하였다.

B) SRM (1887a) 5g을 취해서 250 mL 유리 비커에 담고서 질산 15mL / 염산 20mL를 첨가하고 70°C 열판 위에서 3시간 가열 후 원심 분리하여 불용물질(주: SiO<sub>2</sub>)를 제거한 다음 ICP-AES 를 측정하여 시료성분의 침출 율을 알아 본 결과 80% 이상이었다..

C) 실제 시멘트 시료 5g을 취해서 B) 방법으로 전처리 후 ICP-AES 로 성분을 측정하여 동일시료를 완전 용해하여 얻은 결과 와 비교하였다. (table. 1 참조)

Table 1. 침출율(%) 결과

	Ca	Al	Fe	Mg	Sr
A (SRM)	61.1	65.8	55.6	66.3	59.2
B (SRM)	81.8	84.9	80.6	86.6	87.2
C (시료)	78.6	81.8	85.0	86.2	-

D) 실제 고화체 시료 5g 씩 3회, 3개 시료들을 전 처리하여 ICP-AES 를 통하여 각 원소들의 회수율을 비교하였다. 그 결과 3개 시료들의 회수정도가 10% 미만의 차이를 보였다. (table. 2 참조)

Table 2. 시료의 침출비교 결과

	Ca ( % ± RSD)	Fe ( % ± RSD)	Mg ( % ± RSD)	Sr (µg/g ± RSD)
A	16.4 ± 8.5	0.81 ± 11	1.06 ± 8.5	142 ± 8.5
B	18.6 ± 4.3	0.91 ± 6.6	0.77 ± 3.9	161 ± 6.1
C	19.7 ± 8.1	1.21 ± 8.3	1.73 ± 8.1	243 ± 7.0

## 2. 시멘트 침출용액 중의 칼슘 성분 반정량 방법

전처리 후 Sr 분리에 Sr-resin (Eichrom)를 이용하기 위해서는 Sr-resin 사용 시 Sr 흡착에 많은 영향을 주는 칼슘의 양을 미리 알아야 한다. 이를 위하여 시멘트 고화체 중 50% 가까이 함유되어 있는 칼슘 양을 반정량적으로 알아내기 위한 방법을 확립하였다.

그림 1과 같은 원심 분리관에 portland 시멘트와 같은 조성(5g 시료 / 침출액 40mL)의 Al, Fe, Mg, K를 넣고 Ca 량만 10, 30, 50, 70, 100 mg로 변화시켜 넣고 증류수로 용량이 5 mL 되게 한 후 두 방울의 암모니아 용액을 첨가하여 흔들어서 pH를 8-9 정도로 유지하고 5mL 5% 암모늄 옥살산을 넣고 흔들고 원심분리하면 용액속의 칼슘의 양에 따라 아래 사진과 같은 침전물의 차이를 보인다. 이를 이용하여 고화체 시료 침출용액 중의 칼슘 양을 반정량하여 Sr 분리 시 필요한 Sr-resin의 양을 추정할 수 있다.

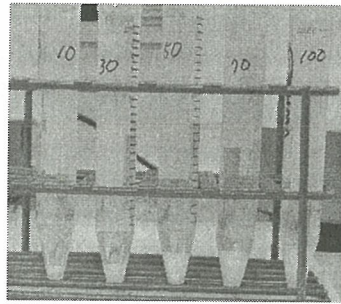


Figure 1. Ca 함량에 따른 침전물

## 3. 결론

원자력 발전소에서 발생된 폐수지, 농축폐액, 등과 같은 방사성 폐기물을 고화시킨 시멘트 고화체 중의 Sr-90 분석을 위한 시료 전처리 방법과 시멘트 고화체 침출액 중의 칼슘량을 반정량하여 Sr-resin을 사용하여 Sr-90 분리를 할 때 Sr-resin 사용량을 정하도록 하였다. 시멘트 고화체 내의 핵종 분석하기 위하여 산 침출법을 적용하였다. 산 침출 방법은 모의시료로 수회의 시행착오와 반복적인 실험으로 혼합산 비, 시료 량, 산 분해 온도조건 설정과 표준물을 이용한 회수율 확인으로 핵종분석을 위한 시료 전처리 방법을 확립하였고, 이를 실제 동중 시료에 적용하였다.

## 4. Reference

1. Alexandra Tsolakidou, Jaume Buxeda I Garrigos, Vassilis Kilikoglou, *Analytica Chimica Acta* 474 (2002) 177-188.
2. D.N. Papadopoulou, G.A. Zachariadis, A.N. Anthemidis, N.C. Tsirlganis, J.A. Stratis, *Analytica Chimica Acta* 505 (2004) 173-181.
3. Paul J. Lamothe, Terry L. Fries, and Jerry J. Consul, *Anal. Chem.*, Vol. 54 (1986) 1881p.
4. A. Agazzi and C. Pirolab, *Microchem. J.*, Vol. 67, (2000) 337p.
5. R. F. Crow, W. G. Hime and J. D. Connolly, *PCA Res. Dev. Lab.* 9, 60 (1967).
6. "Standard test methods for chemical analysis of hydraulic cement" ASTM C114-09 (2009)
7. "Sr-90 determination in water & milk samples" (Eichrom Europe, Lesley Robertson)