

LiLuO₂ 화합물의 제조 및 결정구조 분석

박양순, 하영경, 송규석

한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 대덕대로 1045

nvspark@kaeri.re.kr

1. 서론

산화물핵연료의 리튬환원공정에서 희토류 원소의 산화물에 대한 생성자유에너지(ΔG_f°)가 리튬산화물의 생성자유에너지보다 작기 때문에 희토류 산화물은 환원되지 않고 리튬산화물과 상호 반응하여 복합 산화물(LiREO₂)을 형성하는 것으로 보고된바 있다[1]. 이때 핵연료 금속의 희수에 영향을 미칠 수 있는 희토류의 복합 산화물이 생성되기 위해서는 Li₂O가 임계농도 이상이어야 한다는 결과도 보고되었다[2]. 그런데 LiLuO₂ 화합물의 경우, 결정상에 대한 정확한 자료가 알려져 있지 않아 생성된 화합물이 LiLuO₂ 화합물일 것으로 추측하였다.

본 연구에서는 Li₂O와 Lu₂O₃ 시약을 혼합하고 고온에서 가열하여 LiLuO₂ 화합물을 제조한 후, X-선 회절패턴을 측정하여 이전의 리튬환원공정 실험생성물이 LiLuO₂ 화합물임을 확인하고자 하였다. 또한, 제조한 LiLuO₂ 화합물의 결정구조를 분석하고자 하였다.

2. 실험

LiLuO₂ 화합물을 제조하기 위하여 Li₂O (99.5%, Alfa Aesar) 시약과 Lu₂O₃ (99.99%, Aldrich) 시약을 몰(mole) 비율 1:1, 2:1로 각각 균일하게 혼합하고 전기로에 넣어 1100°C에서 약 1시간동안 가열하였다.

생성된 화합물을 갈아서 고운 분말로 만든 후, X-선 회절기(모델 D5000, SIEMENS)로 회절패턴을 측정하였다. 측정 시 X-선 빔(CuK α) 발생기의 전류는 40 mA(40 kV)로 조절하였고, Ni 필터를 사용하여 CuK β 선을 제거하였으며, 검출슬릿은 0.1 mm 폭을 사용하였다. 간격별 측정시간은 1 sec. / 0.02° 로 조절하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1에 보이는 회절패턴은 Li₂O 시약과 Lu₂O₃ 시약을 몰비 2:1로 혼합하여 1100°C에서 약 1시간동안 가열하여 얻은 생성물에 대한 측정결과이다. 이때 몰비를 2Li₂O : 1Lu₂O₃ 로 혼합한 이유는 1:1로 혼합하였을 때 LiLuO₂ 패턴뿐만 아니라 반응하지 않고 남아있는 과량의 Lu₂O₃ 화합물에 대한 패턴이 검출되었기 때문이다. Lu₂O₃ 화합물 전체를 반응시키기 위해 Li₂O 화합물을 과량 혼합하여 가열한 결과, LiLuO₂ 화합물에 대한 X-선 회절패턴만 얻어졌다. 이때 혼합시료를 담았던 백금용기와 덮개에 부식흔적이 있는 것으로 보아 가열하는 중에 Li₂O 화합물이 휘발되었거나 백금용기와 반응한 것으로 판단된다. 실험에서 얻은 LiLuO₂ 패턴은 리튬환원공정 실험에서 얻은 패턴[2]과 일치하였으므로 리튬환원공정 실험에서 얻은 생성물이 LiLuO₂ 화합물임을 확인할 수 있었다.

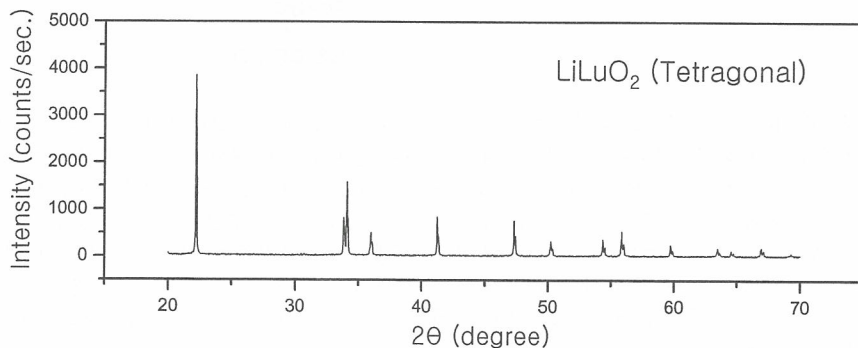


그림 1. LiLuO₂ 화합물에 대한 X-선 회절 스펙트럼

본 연구에서 생성한 LiLuO_2 화합물의 X-선회절 패턴은 이미 알려져 있는 LiYbO_2 패턴과 매우 유사한 경향을 보이므로 LiYbO_2 결정구조로부터 유도한 결과, 같은 body-centered tetragonal 격자구조를 갖는 것을 확인하였다.

4. 결론

리튬환원공정 실험에서 얻은 화합물이 LiLuO_2 임을 확인하고 결정구조에 대한 정보를 얻기 위하여 Li_2O 시약과 Lu_2O_3 시약을 혼합하고 1100°C 에서 1시간 동안 가열하여 LiLuO_2 화합물을 제조한 후 X-선 회절분석을 수행하였다. 생성된 화합물의 회절패턴이 리튬환원공정 실험에서 얻은 화합물의 회절패턴과 일치하였으며, 패턴분석을 통해 body-centered tetragonal 격자구조를 갖는 것을 확인하였다.

참고문헌

1. J.P. Ackerman and C.C. McPheeters (1995): Advanced waste forms from spent nuclear fuel. CONF-950919-11.
2. S.C. Oh, S.B. Park, S.S. Kim, J.B. Do, and S.W. Park (2003): A study on the reaction characteristics of rare earth oxides with lithium oxide in LiCl molten salt. Proceeding of the Korean radioactive waste society. Vol. 1, No. 2, November.