

방사성 핵종분석을 위한 페이온교환수지 전처리

손세철, 표형열, 최광순, 김영복, 박용준, 송규석
 한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 대덕대로 989번길 111
 nscsohn@kaeri.re.kr

1. 서론

베타 방사선을 방출하는 방사성 핵종들에 대한 핵종별 방사능 양을 정량적으로 측정하기 위해서는 핵종별 개별 분리가 필수적으로 우선되어야 한다. 본 연구에서는 원자력발전소에서 발생하는 페이온교환수지 시료를 대상으로 비휘발성 방사성 핵종을 분석하기 위한 전처리 방법에 대해 검토하였다. 시료의 전처리는 페이온교환수지 일정량을 취하여 open vessel 및 closed vessel microwave acid digestion 방법과 칼럼을 이용한 산 침출법으로 처리하는 방법에 대해 각각 검토하였다. 또한, 최적의 전처리 방법을 실제 시료에 적용하고, 페이온교환수지 시료내의 베타선 방출 핵종들을 개별 분리하는데 활용하였다.

2. 본론

2.1 Open vessel-microwave 산처리

이온교환수지 (Dowex 50Wx2, 100~200 mesh)를 (0.5~1.0)g 취하여 HNO₃와 HCl 비율 변화에 따른 산분해 정도를 측정하였다.

2.2 Closed vessel-microwave 산처리

이온교환수지 (Dowex 50Wx2, 100~200 mesh)를 (0.2~0.3)g 취하여 HNO₃과 H₂O₂를 일정량 첨가하고, 마이크로웨이브 출력을 400 W, 550 W, 600 W 및 650 W로 올리면서, 최대 출력시간도 5분에서 20분까지 조절하여 산분해 정도를 측정하였다.

2.3 산 침출법에 의한 산처리

유리 칼럼(규격: $\Phi = 8$ mm, length = 150 mm, Fig. 1 참조)을 만들어 건조 시료 5 g 정도를 취해 증류수로 적신 후 유리 칼럼에 넣고, 50 mL의 4 M HCl, 50 mL의 10 M HNO₃, 50 mL의 H₂O를 차례로 통과시켜 수지에 흡착되어 있는 물질들을 탈착시켰다. 원전에서 가져온 페이온교환수지 시료들은 특별한 경우가 아니면 음이온과 양

이온교환수지가 혼합되어 있으며, 이들 시료도 동일한 방법으로 전처리하였다. Table 1에는 혼합 이온교환수지의 성분분석 결과 예를 나타냈다.

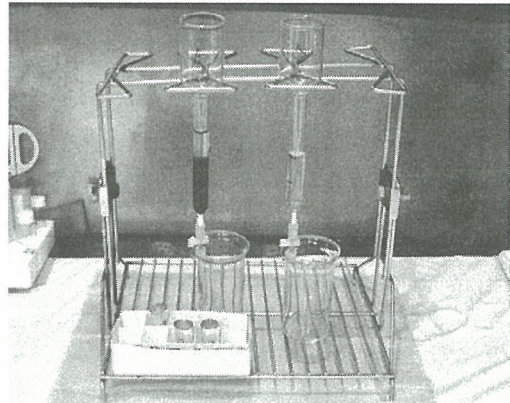


Fig. 1. Glass column for acid extraction.

Table 1. Elemental analysis results of mixed ion exchange resin.

Element	Used		Unused	
	AVE.	RSD(%)	AVE.	RSD(%)
Ca	19.0*	2.6	58	59
K	3.9*	10	-	-
Mg	10.0*	3.7	3.9*	0.6
Na	22.0*	4.1	-	-
Co	0.9	16	4.1	63
Fe	778	78	15	20
Ni	3.0	33	4.6	28
Zn	14	26	17	80

(n=4, unit: $\mu\text{g/g}$, * mg/g)

2.4 회수율 측정

산 침출 방법의 회수율 정도를 측정하기 위하여 원전에서 인수한 폐혼합이온교환수지 5 g 정도를 120 °C에서 6시간 동안 건조시킨 후 약 1 g

을 3 회 취해 각각을 플라스틱 LSC 용 vial에 넣고 감마선 분광분석을 수행한 후 회수율 측정을 위해 Ni, Re, Sr을 첨가하였다. 이 시료를 유리 칼럼에 넣고 산 침출 방법을 적용하여 증류수, 염산, 질산, 증류수로 순서대로 처리한 후 ICP-AES와 감마 분광기로 측정된 값을 비교하였다.

2.5 시료 전처리방법 평가

Open vessel-microwave를 이용한 산처리 방법의 경우에는 혼합산에서 HNO₃과 HCl의 비율 변화 시 HCl이 많아지면 거품 발생으로 시료용해 용액의 일부가 산 증기 배출구로 배출되고, 시간이 많이 소요되는 단점이 있었으며, 시료 일부가 바닥에 남는 경우가 발생하여 이온교환수지 시료의 용해에는 적합하지 않음을 알 수 있었다.

Closed vessel-microwave를 이용한 산처리 방법의 경우에는 이온교환수지 시료 중에서 분해하기가 가장 어려운 혼합 이온교환수지도 완전 용해가 가능하였으며, 산처리 시간이 비교적 짧고 시약의 소비가 적으며 완전 용해가 가능한 방법이었다. 그러나 시료의 양이 (0.05~0.1)g 정도로 적어야지만 산 분해시 발생하는 NO_x, CO₂ 및 H₂O 등으로 인한 마이크로웨이브 압력용기 내부의 압력 상승을 줄여 용기의 폭발을 막을 수 있다는 단점이 있었다.

산 침출법에 의한 산처리 방법의 경우에는 시료 (5~10)g 정도를 처리 할 수 있는 장점이 있으며, 흡착원소들의 탈착정도를 미리 흡착시킨 Ni, Sr 및 Re을 ICP-AES 측정하여 확인한 결과, Ni, Re, Sr의 회수율이 모두 90 % 이상임을 확인할 수 있었다.

Table 2. Recovery test results of mixed ion exchange resin using ICP-AES.

Sample wt. (g)	Recovery (%)		
	Ni	Re	Sr
7.41	121	90	104
8.45	127	91	105
7.98	127	92	106
Aver±SD	125±3.5	91±1.0	105±1.0

Table 3. Recovery test results of mixed ion exchange resin using γ -spectrometry.

Sample	Recovery (%)			
	Co-60	Cs-137	Mn-54	Sb-125
A	90	99	82	93
B	85	93	77	87
C	91	99	83	82

3. 결론

페이온교환수지에 흡착되어 있는 방사성 핵종들을 분석하기 위한 최적의 전처리 방법을 확립하기 위한 연구를 수행하였다.

Open vessel-microwave를 이용한 산처리 방법과 closed vessel-microwave를 이용한 산처리 방법은 과량의 산용액을 사용해야 하는 단점과 전처리 시료를 소량으로 사용해야 하는 이유로 페이온교환수지 전처리에는 적합하지 않음을 알 수 있었다.

산 침출법에 의한 산처리 방법의 경우에는 첨가원소의 회수율 분석과 실제 시료 중의 감마선 방출핵종에 대한 산 침출 전 후의 방사능을 측정하여 침출 여부를 검토한 결과, 페이온교환수지에 흡착된 원소들을 90 % 이상을 침출할 수 있는 결과를 나타냈다.

따라서 본 연구를 통해, 산 침출법을 적용하는 방법이 최적의 전처리 방법임을 알 수 있었으며, 이 방법을 적용한 결과, 베타선 방출 핵종을 분리하는데 적용성이 매우 좋은 것을 알 수 있었다.

4. 감사의 글

본 연구는 교육과학기술부의 출연금 주요사업의 일환으로 수행하였습니다.

5. 참고문헌

- [1] EPA Method 3051A "Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils".
- [2] EPA Method 3052 "Microwave assisted acid digestion of siliceous and organically based matrices".