

토양 표준시료 제작 및 균일도시험

허동혜^{1*} · 송명환² · 이화용¹ · 변종인² · 김용재^{1,2} · 장병욱^{1,2} · 이지연¹ · 윤주용^{1,2}

¹한국원자력안전기술원 · ²과학기술연합대학원대학교

E-mail: s137hdh@kins.re.kr

중심어 (keyword) : 표준물질(reference material), 제주표층토양, 균일도시험, HPGe

서론

한국원자력안전기술원(KINS)에서는 1997년부터 국내 방사능 분석기관의 기술의 품질 관리, 분석 자료의 신뢰도 향상, 상호 정보 교환 등을 목적으로 국내 방사능 교차 분석을 주관하고 있으며, 이를 위하여 여러 토양 표준시료를 제조하고 있다.

지금까지 국내의 환경방사성 핵종 분석을 위한 토양 표준시료가 제조된 기록은 전무하며 대부분의 기관에서는 외국에서 만들어진 표준시료를 이용하는 실정이다. 그 동안 한국원자력안전기술원의 환경 방사성 핵종 분석용 토양시료의 제조도 국내교차분석용으로 사용될 목적이었기 때문에 70 kg이하의 소규모로 제조되어 왔다. 향후, 교차분석, 분석법 개발 및 분석의 신뢰도 검증 등을 위해서는 다양한 농도 범위의 표준시료의 제조가 요구되고 이를 위해서는 표준시료 제조에 있어서도 보다 정확하고 체계적인 방법들이 확립되는 것이 우선이다. 뿐만 아니라 제조된 표준시료의 균일도는 매우 중요하다.

수 백 kg 이상의 표준시료 제조에는 대용량의 혼합기를 사용하여 한꺼번에 섞어주는 것이 바람직하나 대용량 혼합기는 매우 고가 이므로, 본 연구에서는 약 200 kg의 표준시료를 제조하기 위하여, 약 100 kg 용량의 혼합기와 4분법을 이용한 시료 균질화 방법을 검토하였다. 이를 토대로 앞으로 기관간의 상호교차분석 및 기술교류에 사용될 표준시료를 지속적으로 개발 및 생산할 수 있는 기반을 만들고자 한다.

연구대상시료 및 제작방법

연구 대상 시료는 제주도에서 채취한 약 550 kg의 표층 토양을 시료로 하였으며 건조, 뿌리 등 이물질 제거, 체질, 분쇄 및 혼합의 과정을 거쳤다.

1. 건조

채취해 온 시료는 약 5 kg씩 트레이에 옮겨 담아 나뭇가지, 자갈 등 이물질을 제거한 후 90 °C 건조기에서 48시간 동안 건조 시켰다. 건조 전과 후의 무게를 측정하여 전체 시료의 수분 함량을 구하였다.

2. 이물질제거

건조 후에는 건조 전에 미처 제거하지 못한 나무 뿌리나 자갈과 같은 이물질을 다시 제거하였다. 그러나 건조가 완료된 시료들로부터 미세한 뿌리 등의 이물질을 완벽하게 제거한다는 것은 현실적으로 불가능하기 때문에 다음과 같은 사전 계측을 통하여 제거해야 할 이물질의 최소 크기를 결정 하였다. 이물질을 전혀 제거하지 않은 시료(A), 육안으로 확인되는 이물질을 완전하게 제거한 시료(B), 시료(A)보다 이물질이 많은 #18(1 mm)이상을 모아둔 시료(C), 단계적인 체질 후 #18(1 mm)이하의 시료(D)로 분리하여 밀도 계산 및 감마 분석을 하였다. 그 결과, #18(1 mm)이하의 시료에 포함된 이물질 등은 균일도에 큰 영향을 미치지 않는 것으로 판단되어 그 이상의 체에 남아있는 이물질만을 제거하였다.

3. 체질

다음 단계인 분쇄과정에 적합한 토양 입자를 선별하기 위해 #3(3.35 mm), #10(2.00 mm), #18(1.00 mm)의 체를 사용하여 단계적으로 체질을 한 뒤 추가적인 유기물 제거 작업을 실시하고 자동 입자 선별기(Automatic sieve machine)를 이용하여 1 mm 이하

의 토양을 재선별하였다.

4. 분쇄

분류된 1 mm 이상의 입자크기를 갖는 토양을 범용 분쇄기를 사용하여 1차 분쇄하고 이를 다시 미분쇄기(Pin crusher)를 사용하여 2차 분쇄를 실시하였다. 미분쇄기(Pin crusher)는 1 mm 이상의 토양을 200 µm 이하의 크기로 더 미세하게 갈아준다.

5. 혼합

분쇄된 시료들을 표준물질로 사용하기에 적합한 균일도를 얻기 위해 한 번에 약 100~120 kg 정도를 균일하게 혼합해 줄 수 있는 혼합기(Double Cone Mixer)를 사용하였다. 1차 혼합이 끝난 토양시료는 더 균일하게 섞어주기 위하여 4분법 과정을 실시하여 재혼합하였다. 전체 혼합과정이 끝난 시료는 21 L 용적을 가진 시료 보관용기에 일정량씩 옮겨 담아서 labelling 후 보관한다.



그림 1. 표준시료 제조에 사용된 기기 및 최종 완료시료

결과 및 고찰

제작된 표준시료의 균일도를 알아보기 위하여 각각의 시료 보관용기에서 약 100 g의 시료를 채취하여 U-8 용기(∅2.4×50cm³)에 충전 한 후 HPGe 감마분광분석 시스템을 이용하여 80,000초 측정함으로써

¹³⁷Cs와 ⁴⁰K의 농도를 이용하여 균일도를 평가하였다.

그림 2의 결과에서 보면 ⁴⁰K는 0.7 - 3.5%, ¹³⁷Cs은 0.3 - 1.2%의 편차를 보여주고 있다. 200 kg 이상의 시료를 한 번에 혼합 할 수 있는 장비가 없기 때문에 대안으로 4분법을 통한 균일화 작업이 수행되었으나 완전한 균일화를 얻어내는 데에는 어느 정도 한계가 있었다. 추후 대용량의 혼합기(Double Cone Mixer)를 이용한 추가적인 혼합과정이 이루어진다면 그 편차는 크게 감소 할 것으로 보인다.

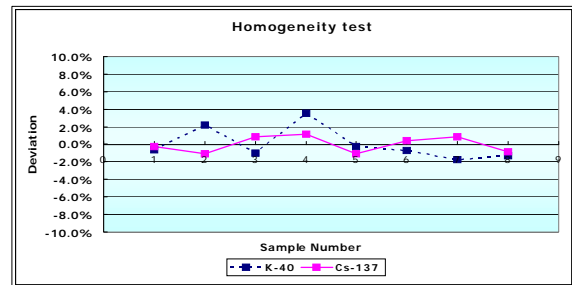


그림 2. ⁴⁰K와 ¹³⁷Cs의 균일도 테스트 결과

결론

한국원자력안전기술원에서 적용해 온 표준토양시료 제조 방법과 국제원자력기구의 표준물질 제조 방법을 토대로 하여 건조, 유기물 제거, 체질, 분쇄, 혼합의 5단계로 표준토양의 표준시료를 제작하였다.

제작된 시료의 균일도 분석 결과, 그 분석의 균일도가 ⁴⁰K는 0.7-3.5%, ¹³⁷Cs은 0.3-1.2%의 편차를 보여주고 있는 것을 보아 향후 대용량의 혼합기(Double Cone Mixer)를 이용한 혼합 과정을 더 거친다면 보다 균질한 표준시료를 얻을 수 있을 것으로 보인다.

이 연구를 통하여 기존의 토양 시료 처리 과정의 절차를 체계적으로 정리하였으며 이 결과가 생산된 토양 표준시료의 질적인 검증 및 평가에 활용되어 지속적으로 표준시료가 제작 될 수 있기를 기대한다.

참고 문헌

1. 한국원자력안전기술원, 2007년도 국내방사능고차분석결과보고서,(2007).
2. IAEA, Reference materials-General and statistical principles for certification,(2006).