

^{131}I 추적자를 이용한 모사시료 내 표준 ^{129}I 에 대한 회수율의 주기적 검증

최계천, 송병철, 연제원, 송규석
한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 대덕대로 1045
nkcchoi@kaeri.re.kr

1. 서론

저준위 ^{129}I 시료를 분리하고 정량하는 방법에는 여러 가지 기술이 적용될 수 있다. 특히 극미량의 ^{129}I 를 정량하기 위해서는 복잡한 화학적 분리방법을 이용하여, 공존하는 다른 방해 핵종들로부터 분리 정제해야 하기 때문에 전처리 과정을 통한 요오드의 분리공정이 선행되어야 한다. ^{129}I 를 분리하고 회수하는 공정에는 시료의 유형에 따라 흡착, 휘발, 산화 등에 의한 이유로 분리 및 회수단계에서 많은 손실이 예상되므로, 각 단계별로 요오드 회수율을 결정하여 보정해 줄 필요가 있다. 또한 다양한 유형의 시료에 포함되어 있는 요오드를 정량하기 위하여 시료의 특성과 유사하게 모사된 시료를 이용하여 표준 ^{129}I 의 회수율을 주기적으로 시험하여 보정해 주어야 한다.

본 실험에서는 시료의 전처리 단계에서 ^{131}I 를 이용하여 각 단계별 요오드 회수율을 측정하였으며, 표준 ^{129}I 의 분리 및 회수, 측정에 이르는 전 과정에서 회수율을 주기적으로 검증하여 분석방법에 대한 신뢰도를 확보하였다.

2. 본론

2.1 ^{131}I 추적자를 이용한 각 단계별 요오드 회수율 보정

산성매질에서 용해된 시료 중의 I^- 는 용해과정 중에 IO_3^- 로 대부분 산화 되고 이것을 환원제를 첨가하여 I_2 로 환원시킨 후 비극성 용매인 사염화탄소로 추출하였다. 추출단계에서 회수율을 검증하기 위하여 추출 전 ^{131}I 추적자를 첨가한 후 추출 전 후의 ^{131}I 를 측정하였다. 2회 추출하여 합산하여 계산한 결과 83.6 % (RSD, 3.6%)의 회수율을 나타내었다. 추출된 I_2 를 I^- 로 역추출하기 위하여 유기층의 일부를 취하여 0.1M NaHSO_3 를 가하여 역추출 단계에서의 회수율을 측정한 결과 89.4% (RSD, 1.7%)의 회수율을 나타내었다.

2.2 ^{129}I 의 β emitter 측정시 ^3H 의 영향

^{129}I 의 방사능 측정 시 방사성 시료 중에 쉽게 존재할 수 있는 ^3H 의 β 선이 ^{129}I 의 β 선 측정에 미치는 영향을 조사하였다. 표준 ^3H 와 ^{129}I 를 각각의 vial에 넣고 매질 내 ^3H 를 증발건고 후 재용해 시킨 것과 증발건고 과정을 거치지 않고 측정한 결과와 비교하였다. 시료의 전처리 과정 없이 측정한 결과 ^{129}I 의 회수율은 35%를 나타내었다. ^{129}I 4.36 $\text{Bq}/^{129}\text{I}$ 과 50 $\text{Bq}/^{129}\text{I}$ 의 ^3H 를 함께 첨가한 후 증발건고 시키고 재용해한 후 측정한 결과 4.38 $\text{Bq}/^{129}\text{I}$ 의 방사능이 검출되었으며 용액중의 ^{129}I 의 회수율은 99% 이상을 나타내었다.

2.3 표준 ^{129}I 에 대한 회수율의 주기적 검증

방사성폐기물의 종류에 따라 시료의 전처리방법을 각각 다르게 적용하게 된다. 각각의 시료를 전처리할 때 첨가된 표준 ^{129}I 의 회수율을 측정하여 얻어진 결과들을 시험횟수 대비 회수율의 경향을 나타내었다. 시험회수가 증가함에 따라 회수율도 증가함을 나타냈으나 상대적 편차는 초기상태보다 비교적 크게 나타났다.

3. 고찰

다양한 시료 중에 함유된 요오드를 분석하고자 할 때 신뢰도를 확보하기 위하여 표준 ^{129}I 에 대한 회수율을 주기적으로 검증 하였다. 시료 중에 함유되어 있는 요오드의 분리를 위하여 각 단계별 회수율을 추적자를 이용하여 측정하였다. 추출단계에서의 회수율은 83.6 % (RSD, 3.6%), 역추출단계에서 추출율은 89.4 % (RSD, 1.7%)의 회수율을 나타내었다. ^{129}I 의 방사능 측정 시 방사성시료 중에 존재하고 있는 ^3H 의 β emitter가 ^{129}I 의 β 선 측정에 미치는 영향을 조사하였고, 50 Bq/ml 의 ^3H 는 영향을 미치지 않았다. 표준 ^{129}I 에 대한 회수율의 주기적 검증에서 회수율은 평균 64~76% (n=97) 범위였다.

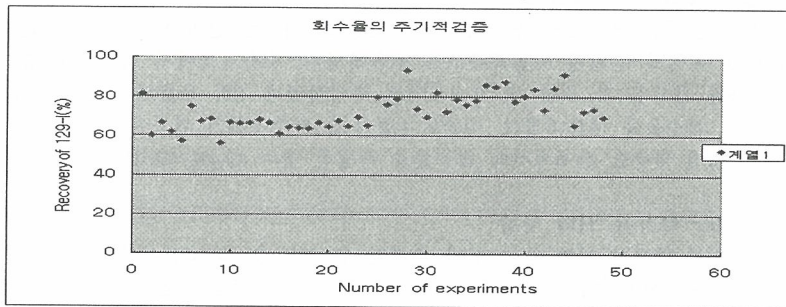
Table 1. Recovery of iodine in simulated waste sample by extraction with CCl₄

Amount of ¹³¹ I CPS/mL					
Calcul ¹³¹ I	1 st . Ext	Yield(%)	2 nd . EXT	Yield (%)	Total(%)
31,5	25.3	80.3	1.8	5.7	86.0
	24.2	76.8	2.5	7.9	84.7
	20.8	66.0	3.9	12.3	78.3
	24.9	79.0	2.0	6.3	85.3
				Ave.(RSD)	83.6(3.6)

Table 2. Analytical results of iodine in simulated sample on the back extraction with 0.1 M NaHSO₃

Amount of ¹³¹ I CPS/mL		
Estimated	Measured	Recovery, (%)
28.7	29.6	88.5
	25.8	90.2
	25.0	87.6
	26.2	91.4
	Total recovery(%)	89.4 (RSD,1.7)

Table 3. The periodic verification for the recovery rate of the standard ¹²⁹I



참고문헌

1. N. Boukis and E. Henrich, Radio Chimica Acta, 54, 103-108 (1991).
2. N. Boukis and E. Henrich, Radio Chimica Acta, 55, 37-42 (1991).
4. N. Lavi, Journal of Radioanalytical Chemistry, 20, 41-49 (1974).
5. D. M. Ivak, LA. Waldman, "Iodine and Cesium in oxide fuel pellets and Zircaloy-4 cladding of irradiated fuel rods", (LWBR Development Program) WAPD-TM-1394, (1979)