

## 음이온수지 흡착 칼럼용리 방법에 의한 요오드 종 분류

최계천, 송병철, 박세교\*, 한선호, 송규석

한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 덕진동 150

\*(주)액트, 대전광역시 유성구 관평동705

[nkcchoi@kaeri.re.kr](mailto:nkcchoi@kaeri.re.kr)

### 1. 서론

최근 원전 내 작업자의 안전과 환경오염원에 대한 제거측면에서 요오드종의 생성과 거동에 대한 관심이 고조되고 있다. 원자로내에서 가용성 염무제에 함유된  $I^-$  음이온은 로내의 고온환경과 방사선장에서 열적 및 방사화학 반응에 의하여 휘발성  $I_2$ 로 산화된다.  $I_2$  생성반응은 로내의 SUMP와 저수조의 환경 즉, pH 와 방사선의 선량을, 온도와 같은 물리화학적 조건에 따라 달라진다. 생성된  $I_2$ 는 가수분해 반응으로  $IO_3^-$ 가 되어 저수조에 재용해 되거나 물 혹은 폐인트 표면에 확산되어 있는 유기오염물과 반응하여 유기요오드(Org-I)를 형성하기도 한다. 이와 같은 요오드의 생성과 거동에 대한 순환계는 휘발성요오드 저감화방안과도 밀접한 관계가 있으며 이와 관련된 요오드의 종분리 기술의 확보가 요구된다.

### 2. 실험

#### 2.1 시약 및 기기.

요오드의 흡착에 사용된 음이온 수지는 Biorad 사 음이온 교환수지(AG 1x2, 50-100 mesh)를 사용하였다.  $KIO_3$ ,  $KI$ 는 순도 99.9%,  $CH_3I$ 는 99.5%의 Aldrich 사 제품을 사용하였다. 화학적 회수율을 결정하기 위한  $I^-$ 요오드 측정에는 DIONEX사의 이온크로마토그래프를 이용하였으며 기기의 측정조건은 표 1에 나타내었다.

#### 2.2 요오드 흡착 및 분리

칼럼에 50ml의 이온수를 통과 시켜 씻어내고 용출액과 세척액은 total Iodate와 Organic Iodine의 결정을 위해 포집 해 놓는다. 칼럼의 수지에 남아있는 Iodide는 100ml의 2.0 M  $NaNO_3$ 를 2ml/min.의 유속으로 용리시켜 포집한 후 측정하였다. 포집용액의 pH를 2로 조절한 후 0.3 M

$NaHSO_3$ 용액을 가하여  $IO_3^-$ 이온을  $I^-$ 로 환원시킨다. 그것을 가능한 빨리 이온교환수지 칼럼에 통과시켜 용출액을 포집하여 유기 요오드를 측정하였다.

### 3. 결론

#### 3.1 이온 크로마토 그라피에 의한 요오드 측정

시료용액 100  $\mu L$ 를 취하여 분리관에 주입시키고 용리액으로 0.08 M  $NaCl$  용액을 0.1 mL/min.의 흐름속도로 흘려 보내면 Fig. 1에서 보는 바와 같이 약 2분 후  $HSO_3^-$ 의 피크가, 3분 후  $NO_3^-$ 의 피크가 나타났다. 끝 이어 6분 후에는  $I^-$ 의 피크가 나타나므로 용액 속에 함유되어 있는 여러 성분에 방해를 받지 않고 정량할 수 있음을 알 수 있었다.

#### 3.2 $I^-$ 와 $IO_3^-$ 및 유기 요오드의 종 분리

AG-1 음이온 수지에 대한 다양한 음이온의 친화도를 보면  $I^-$ 와  $IO_3^-$ 의 친화력은 아주 다르며, 보통 음이온 교환수지에 유기요오드(Thyroxine, protein 결합 요오드)는 흡착을 하지 않거나 혹은 이온수에 쉽게 용리되는 성질을 이용하여  $I^-$ ,  $IO_3^-$  그리고 유기 Iodine 등을 분리하였다. 음이온 교환수지에 물과 묽은 산(0.2 M  $NaNO_3$ )으로 세척, 로딩하면  $I^-$ 는 음이온 수지에 강하게 흡착되어 수지내에 잔류하고  $IO_3^-$ 와 유기 요오드는 용리액으로 용출되어 나온다. 수지내에 흡착되어 있는  $I^-$ 를 진한 산(2.0 M  $NaNO_3$ )으로 용출시켜 분리하였다. 비이커에 포집된 용리액에 산을 가하여 pH를 2로 조절하여 용액속의  $IO_3^-$ 를  $I^-$ 로 전환시킨 다음 새로운 음이온 칼럼에 충진하고 묽은 산(0.2 M  $NaNO_3$ )을 이용하여 용리시키면  $IO_3^-$ 에 해당하는  $I^-$ 는 칼럼내에 잔류되고 유기요오드는 수지에 잔류하지 않기 때문에 용출액으로 용리된다.

Table 1. Ion chromatographic conditions for the analysis of iodide

Parameter	Condition of system
System	Dionex Series 4500i
Analytical column	Dionex IonPac AS4A-SC (4×250 mm, 20 $\mu\text{eq}/\text{column}$ )
Guard column	Dionex IonPac AG4A-SC (4×50 mm)
Eluent	0.8 M NaCl
Flow rate	1.0 mL/min.
Sample loop	50 $\mu\text{L}$
Detection wavelength	UV 226 nm.

#### 4. 참고문헌

- [1] E. H. P. Cordfunke and R. J. M. Konings, *Journal of Nuclear Materials*, 152, 301-309(1988).
- [2] Yves Bichsel and Urs von Gunten, "Determination of Iodide and Iodate by Ionchromatography with postcolumn reaction and UV/Visible detection", *Anal. Chem.*, 71, 34-38(1999).
- [3] Xiaolin, H. Dahlgaard, B. Rietz, U. Jacobasen, S. P. Nielsen and A. Aarkrog, *Anal. Chem.*, 71, 2745-2750 (1999).

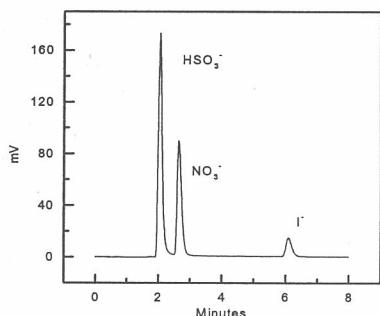


Fig. 1. Ion chromatogram of iodide in 0.1 M NaHSO<sub>3</sub>

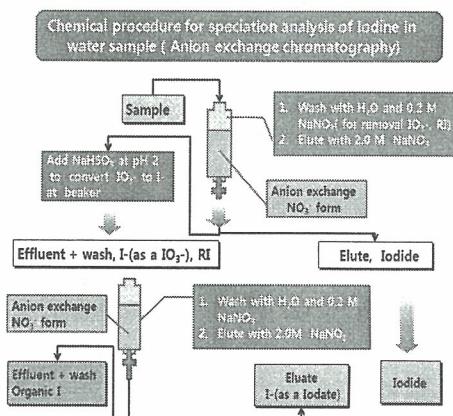


Fig. 2. Chemical procedure for speciation analysis of iodine in water sample