

이온 선택성 전극에 의한 표준 AgI 중 I⁻의 정량

최계천, 송병철, 한선호, 손세철, 박용준, 송규석
한국원자력연구원, 대전광역시 유성구 대덕대로 1045
nkcchoi@kaeri.re.kr

1. 서론

요오드제거에 사용되는 Zeolite 중 13 X-분자체(molecular sieve) zeolite는 무기 흡착체 중에서 가장 우수한 것으로 알려져 있다. 특히 AgX(99% exchanged)는 섭씨 500도 이상의 고온에서도 요오드에 대한 흡착성능이 우수하며, 유기 요오드에 대한 AgX의 흡착성능은 활성탄에 비해 최소 20배 이상 높고, 고온의 조건에서도 비연소성으로서 요오드의 흡착효율에 영향을 주지 않기 때문에 사용후핵연료 재활용 시설의 배출기체 제어에 유용하게 적용할 수 있다.

본 연구에서는 사용후핵연료의 고온 산화(voloxidation) 시 배출 기체에 함유된 요오드의 흡착 제거를 위해 사용되고 있는 Ag-exchanged-zeolite의 무기흡착체에 흡착된 AgI 중 I⁻의 분리 및 정량을 위하여 표준 AgI-zeolite를 제조하였다. 음이온수지에 무기체 중의 요오드를 흡착시킨 후 칼럼용리방법으로 분리하였으며, 이온 선택성 전극으로 용리액중의 비방사성요오드를 정량하여 AgI-zeolite 농도를 결정하였다.

2. 본론

2.1 실험

¹²⁹I의 흡착을 위해 사용된 음이온 수지는 Bio rad 사 음이온 교환수지(AG 1x2, 50-100 mesh)를 사용하였다. KIO₃, KI는 순도 99.9%, CHCl₃는 99.5%의 Aldrich 사 제품을 사용하였고, 환원제로서 NH₂OH·HCl와 역 추출제로서 NaHSO₃ 등을 사용하였다. 화학적 회수율을 결정하기 위한 요오드 측정에는 Iodide 이온선택성 전극(1800, WTW GmbHM, germany)을 이용하였다. 방사선 요오드의 계측에는 저에너지 감마선 분광분석기(Coaxial type, HPGe detector (GMX60-83, AMETEK ORTEC)를 이용하였다.

2.2 요오드 흡착 및 분리

시료로부터 요오드의 분리 후 추출된 용액을 음이온교환 수지 2.5 g, KI(1000 ug/mL) 1.0 mL, pH 7 phosphate 완충용액 20 mL를 가한다음 12시간 흡착시킨다. 이것을 지름 $\phi = 0.8$ cm 폴리에칠렌 칼럼에 충진시키고 20 mL의 증류수를 2회에 걸쳐 씻어준 다음, 0.2 M NaNO₃와 2.0 M NaNO₃를 가하여 분리하였다.

3. 결론

3.1 이온선택성 전극에 의한 요오드 측정

이온 선택성 전극을 이용하여 I⁻의 표준검정곡선을 작성하였다. 요오드의 분리 및 측량 과정에서 Cl⁻, Br⁻, SO₃²⁻ 등의 방해이온에 대한 영향을 측정한 결과 측정농도의 1×10^3 배까지는 영향을 주지 않았다.

3.2 AgI 중 I⁻의 분리

I⁻와 IO₃⁻, Cl⁻, Br⁻, F⁻ 이온들의 음이온 수지에 대한 친화력의 차이를 이용하여 I⁻ 종을 분리하였다. I⁻는 음이온 수지에 강한 흡착력을 가진 반면에 IO₃⁻, Cl⁻과 Br⁻ 등 기타 할로겐 원소는 상대적으로 약한 흡착력을 가진다. 칼럼에 0.2 M NaNO₃를 가하여 용리시켜 친화력이 강한 I⁻를 수지에 흡착시키고 친화력이 약한 IO₃⁻ 및 기타 음이온은 용리액으로 포집하여 분리하였다. 수지에 흡착되어 있는 I⁻를 2.0 M NaNO₃로 용출시켜 분리하였다. 비이커에 포집된 용액에 산을 가하여 pH를 2로 조절하여 용액속의 IO₃⁻를 I⁻로 전환시킨 다음 새로운 음이온 칼럼에 충진하고 0.2 M NaNO₃를 가하여 수지에 함유된 음이온을 제거한다. 용리액은 버리고 칼럼의 수지에 흡착되어 있는 I⁻ (IO₃⁻로서)를 2.0 M NaNO₃로 용출시켜 초기용액과 합한 후 추출 및 역추출하여 측정하였다. 그림 1에 분리과정을 나타내었다.

3.3 AgI중 I의 정량

추출용액에 AgNO_3 를 가하여 AgI 침전물을 만든 다음 AgI ppt를 50ml 원심분리관으로 옮기고 2000rpm으로 5분간 원심분리 후 침전물을 저온 건조하여 무게를 측정하여 화학수율을 결정하였다. 저에너지 감마 분광기(Low energy gamma spectroscopy)를 이용하여 방사성 요오드를 계측하였으며 표준 AgI -zeolite에 대한 방사성 요오드의 회수율은 88.9 %를 나타내었다.

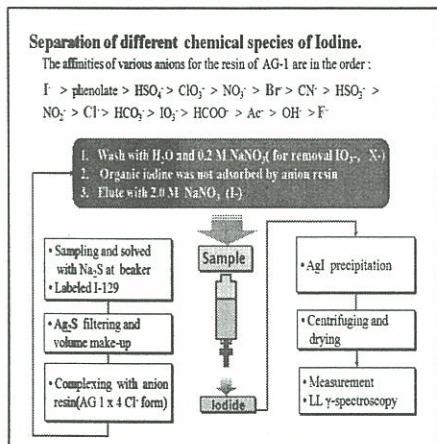


Fig. 1. Chemical separation procedure for AgI -zeolite in iodide by column elution method

4. 감사의 글

본 연구는 교육과학기술부 원자력연구개발사업의 일환으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

5. 참고문헌

- [1] A. G. Evans, "Effect of service aging on iodine retention of activated charcoal" ERA report CONF-760822, Aug. 1976.
- [2] R. A. Lorenz, S. R. Manning and W. J. Martin, "The behaviour of highly radioactive iodine on charcoal in moist air" ERDA Report CONF-760822, Aug. 1976.