

1980年度 研究報告書

# 安全措置 및 核燃料加工分析

Safeguards on Nuclear Materials and  
Chemical Analyses for Fuel Fabrication

# KAERI

韓國에너지研究所

# 提 出 文

韓國에 너지研究所長 貴下

이 報告書를 1980年度 研究報告書로 提出합니다.

課題名 : 安全措置 및 核燃料 加工分析

1981年 1月 31日

研究責任者 김 강 진 (安全管理室)

研究員 서 인 석

신 장 수

표 형 열

박 순 달

박 호 준

## 要 約

核物質이나 피복재 중에서 극미량으로 존재하는 boron 을 日常分析 하기 위한 分析方法을 開發하기 위하여, methylene blue 와 benzoin 을 使用하여 각각 흡광 및 형광방법으로 시도하였다. 두 방법 모두 實驗上의 여러가지 어려움이 노출되었으나 대체로 解決 되었으므로 boron 의 微量分析에 活用할 수 있으리라 본다.

Pyrohydrolysis technique 으로 uranium matrix 중의 fluoride 를 유리 시켜 ion selective electrode 로 여러 번 測定을 해 본 結果,  $\pm 10\%$  以內에서 理論値와 잘 일치하는 實驗條件을 찾았으므로 核物質中의 微量 fluoride 分析에 活用할 수 있다.

이미 確立된 方法으로 bellium의 日常分析에 應用하고 있는데 每月 定期的으로 監視한 結果, beryllium coating室의 大氣는 安全한 狀態로 나타나고 있다.

강철층의 C, Ni, Si, Cr 및 Mn 을 精量분석한 結果 specific-ation과 比較的 잘 一致하였다.

전환공정에서 나오는 廢液中の  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  回收問題를 解決하기 위한 基礎調査를 했는데,  $\text{NH}_3$  와  $\text{NO}_3$  를 따로 처리하는 것이 바람직하며 實用 可能的한 여러 方法을 복합적으로 應用해야 할 것으로 판단되었다.

끝으로 上半期中에 行한 safeguards 관련 業務를 마지막 部分에 要約하였다.

## SUMMARY

Spectrofluorimetry with benzoin and spectrophotometry with methylene blue have been tried to develop a routine analytical method of determining trace amount of boron in nuclear and cladding materials. Both methods may be utilized for the boron micro-analysis although many technical difficulties are still expected.

A satisfactory procedure by a pyrohydrolysis technique is established and applicable to the determination of fluoride in nuclear materials with ion selective electrode after separation from the uranium matrix.

Beryllium in the Be-coating laboratory has been monthly monitored and its contamination stays well below the maximum permissible concentration.

Five constituents C, Ni, Si, Cr, and Mn in stainless steel samples are analyzed and found to agree relatively well within the specification.

A preliminary survey on the possible recovery of  $\text{NH}_4 \text{NO}_3$  from the liquid waste of the uranium conversion process reveals that it is more practical to recover  $\text{NH}_3$  and  $\text{NO}_3$  independently rather than to treat the liquid waste directly to obtain in the

## 目 次

I. 結 論 .....	3
II. 序 論 .....	5
III. Methylene blue 를 利用한 Zircaloy 中の Boron 분석 .....	7
IV. Benzoin 을 利用한 low-alloy steel 中の Boron 분석 .....	15
V. Pyrohydrolysis 에 의한 $UO_2$ 中の Fluoride 含量 .....	21
VI. 강철 中の C, Ni, P, Si, Cr 및 Mn 분석 .....	27
VII. 전환공정 的 廢棄物中 $NH_4NO_3$ 의 처리에 관한 基礎調査 .....	28
VIII. Beryllium 日常分析 .....	37
IX. 核物質 安全措置 業務 .....	38
參考文獻 .....	43

## 表 目 次

表 1. 回收率 試驗 II 의 結果 .....	25
表 2. 各種 $UO_2$ 中の fluoride 含量 ( 반응시간 : 30 分 ) .....	26
表 3. 鋼鐵 中の 成分元素 分析結果 .....	27
表 4. 저울 눈금의 보정 결과 .....	38
表 5. 搬入核物質 現況 .....	39

## 그 립 目 次

그림 1. Standard curves for boron - methylene blue complex .....	14
그림 2. Calibration curve for B - Benzoin Complex .....	18
그림 3. Pyrohydrolysis Apparatus .....	22
그림 4. Fluoride 含量에 따르는 回收率의 變化 .....	24
그림 5. Westinghouse fuel fabrication plant 의 Ammonia 회수 공정도 .....	30
그림 6. Resin 을 利用한 Ammonia 回收 工程圖 .....	32
그림 7. Tapered column dimensions. ....	33
그림 8. Schematic of the tapered columnar denitrification system ..	34
그림 9. Ammonia 回收를 위한 實驗圖 .....	35

## I . 結 論

1. Zircaloy - 4 中에 들어 있는 微量의 boron 을 methylen blue 로서 흡광분석하는 節次를 開發하여 Zircaloy - 4 의 品質管理에 기여할 수 있도록 하였다. boron 의 含量이 正確히 알려져 있는 Zircaloy - 4 標準物質이 없어서 이 方法의 正確度나 精密度를 試驗하기에는 어려움이 있다. 使用하는 기구 일체를 polyethylene 이나 teflon 재질로 대치하면 좀 더 contamination 을 줄여 blank level 을 낮출 수 있을 것으로 판단된다.

2. Benzoin 을 利用하여 형광화학 方法으로 Zircaloy-4 試料中의 boron 含量을 시도해 본 結果 낮은 回收率과 낮은 precision 으로 좀 더 많은 試驗 段階를 거쳐야 日常分析에 活用할 수 있으리라 생각된다.

3.  $UO_2$  분말 또는 sintered pellet 중의 미량 fluoride 를 pyrohydrolysis technique 으로 유리시켜 ion - selective electrode 로 測定하는 方法을 開發하여 fluoride 의 일상분석에 活用할 수 있도록 하였다.

4. Uranyl nitrate 를 ADU로 전환하는 工程에서는 pH 9 정도인 1.1 N  $NH_4NO_3$  가 든 廢液이 나오고 있는데 文献調査와 초보 단계의 基礎實驗을 해 본 結果, 다음과 같이 본문에서 言及한 方法들을 약각 修正하고 複合적으로 活用해야 할 것으로 판단된다.

즉,  $NH_4NO_3$  용액을 効果적으로 처리하기 위해서는 우선  $NO_3^-$  를

anaerobic denitrification 으로 처리한 후 남은  $\text{NH}_4\text{OH}$  용액을 증류하여 상당량의  $\text{NH}_3$  를 먼저 회수하고, 남아있는  $\text{NH}_3$  를 Amberite IRC-50 수지에 통과시켜, 이를 monoammonium phosphate 가 많은 용액으로 용리하고 용리된 액을 다시 증류함으로써  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  용액을 완전히 處理할 수 있을 것으로 판단된다.

5. 가공시설의 beryllium coating 室内의 공기중에 들어 있는 beryllium 을 주기적으로 채취, 분석하여  $0.10 - 0.30 \mu\text{g}/\text{m}^3$  範圍의 結果를 얻었으므로 最大 許容濃度가  $2.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$  에 비추어 보면 現在의 공기오염은 安全한 狀態라 할 수 있다.

6. 核物質 安全措置 技術은 現在의 水準과 수행범위에서 한층 向上되어 收入하는 核物質을 効果적으로 점점할 수 있어야 한다.



## Ⅱ . 序 論

본 研究課題는 核燃料 加工工程에서 使用되는 核燃料나 피복재중에 미량으로 存在하는 成分에 대한 分析方法을 開發하여 이들 物質에 대한 品質管理에 기여하는 것을 目的으로 하고 있다. 1980 年中에는 특히 boron, fluoride 의 分析方法의 開發에 努力을 기울였다.

열중성자에 대한 흡수단면적이 대단히 큰 boron 의 허용한계 濃度는 약 0.5 ppm 으로써 이러한 미량의 boron 정량은 매우 어려운 課題中的 하나이다. Zircaloy 중의 boron 분석에는 보편적으로 methylene blue 와  $BF_4^-$  와의 錯化合物을 spectrophotometry 로 정량하거나 methyl borate 를 증류하여 benzoin 과 이루는 錯化合物을 형광분석하는데 이들 두가지 方法을 모두 시도하여 보았다. 이밖에 emission spectrograph 을 利用하여 半定量하는 것도 기구가 갖추어지면 活用할 수가 있다.

核物質이나 材料物質 중에 들어 있으면 부식이 原因이 되는 fluoride 나 chloride 는 대체로 pyrohydrolysis technique 으로 matrix로부터 유리시켜 ion-selective electrode 를 使用하거나 spectrophotometry 로 定量하고 있는 실정이다. 이 方法은 比較的 빠른 時間内に 固体 matrix로부터 分離가 可能하며 쉽게 測定할 수 있는 장점이 있다. 수십 ppm 정도의 미량 성분인 경우에는 10% 以内로 相對誤차를 줄일 수 있다.

Uranyl nitrate 용액으로부터 ADU를 만들 때 1.1 N  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  용액이 배출되는데 수질오염을 막고 lagoon에서의 수분의 증발 속도를 촉진하기 위하여는 이를 제거하여야 한다.  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 를 회수함으로써 이 문제를 해결하기 위한 基礎調査를 해 본 結果,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 를 직접 回收하는 實用的인 方法은 아직 参照할 만한 것이 없었고 다만 樹脂를 使用하여 20% 용액으로 농축시켜 回收하는 方法이 發表되어 있는 정도이다. 따라서  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 의 직접 회수는 여러가지 어려움이 예상되므로  $\text{NH}_3$  회수와 nitrate의 處理 問題를 각각 別 途로 調査・檢討하였다.

끝으로 安全措置 業務를 簡略히 紹介하였다.

### Ⅲ. Methylene blue를 이용한 Zircaloy 중의 Boron 분석

#### 1. 요약

Zircaloy 피복재 중에 극미량으로 존재하는 Boron 은 시료용해에 사용되는 HF와 反應하여  $\text{BF}_4^-$ 를 형성한다. 이  $\text{BF}_4^-$ 는 Methylene blue와 푸른색의 錯化合物을 이루는데 1, 2-dichloroethane으로 이 錯化合物을 抽出하여 파장 660 mm에서 吸光度를 測定함으로써 Boron정량을 할 수 있다. Boron의 濃도가  $25 \mu\text{g} / \text{liter}$  이상이면 測定이 可能하다.

#### 2. 실험 및 결과

Nuclear grade의 Zircaloy-4 중에는 0.5ppm 이하의 B이 存在해야 한다. (ASTM B353 基準) 이러한 미량의 B를 測定할 수 있는지 여러가지 시험을 행하여 보았다. 可能的 한 plastic이나 polyethylene 또는 quartz로 된 기구들만 사용하여 boron의 오염을 방지하였다.

#### 가. 시 약

##### 1) Boron 표준용액

시약급 boric acid 0.5716 g을 1 l로 만들고 다시 이 용액을 10 배 희석한다. ( $10 \mu\text{g} / \text{ml}$ )

2)  $\text{BF}_4^-$  표준용액

Boron 표준용액 ( $10 \mu\text{g B}/\text{ml}$ )  $50\text{ml}$  에 5% HF 용액  $5\text{ml}$  가하여  $500\text{ml}$  로 만든후 24 시간 방치한다. ( $1 \mu\text{g B}/\text{ml}$ ) 이 용액은 6 개월간 安定하다.

3) Methylene blue 용액, 0.001 M

$3.73 \text{g}$  을 증류수로써  $1 \ell$  로 만든 다음 10 배 희석하여 어두운 곳에 보관 使用한다.

4) 표준  $\text{BF}_4^-$  blank 용액

$50\text{ml}$  의 증류수를 polyethylene 병에 넣고 5% HF 용액  $5\text{ml}$  가하여 24 시간 방치한후  $500\text{ml}$  로 묽혀서 使用한다.

5) 0.1 M  $\text{KMnO}_4$  용액

6) 4% ammonium iron (II) sulfate 용액

使用直前に 製造한다.

나. 시험 A

1) 실험절차

- 시료 : Zircaloy-4, 0.6907g
- Conc. HF 20 drop 과 conc.  $\text{H}_2\text{O}_2$  2 drop 으로 溶解한후  $100\text{ml}$  로 만들고 그중  $10\text{ml}$  씩 取하여 6개의 plastic 병에 넣는다.
- Boric acid 표준용액을 0, 1, 2, 3, 4, 5.  $\mu\text{g}$  添加하고 4% Fe (II) 溶液  $2\text{ml}$ ,  $\text{KMnO}_4$  1 drop, 0.001 M Methylene blue  $5\text{ml}$ , 1, 2, - dichloroethane  $25\text{ml}$  를 차례로 가하고 2 분간

혼든 다음 유기층을 分離한다.

- 유기층에 부유물이 있어서 5 배 묽힌 다음 吸光度를 測定했다.

## 2) 結果

測定結果 試料중의 Boron의 濃度는 30 ppm 정도로 나타나 specification 보다 너무 많은 값을 보여준다. 이런 結果는 유기층내에 存在했던 부유물로 인한 防害가 크게 作用했으리라 판단된다. 또 과잉의  $H_2O_2$  나 Fluoride 도 防害를 한것으로 보아야 하겠다.

### 다. 시험 B

- 試料 : Zircaloy - 4 , 1.0306 g
- 50 ml 의 증류수, 5 N  $H_2SO_4$  50 ml , Conc. HF 1 ml
- Conc.  $H_2O_2$  10 drop 을 차례로 가하고 溶解
- 試料를 溶解하기 위해 너무 많은  $H_2O_2$  를 使用하였기 때문에 과잉의  $H_2O_2$  를 破壞하기 위해 넣어 준  $KMnO_4$  의 過多로 인하여 plastic 병의 壁에 黄色의 物質로 입혀졌기 때문에 實驗을 중단.

### 라. 시험 C

- 試料 : Zircaloy-4 , 2.4654 g
- 물 50 ml , HF 0.5 ml 씩 3 차례 , 5 N  $H_2SO_4$  40 ml , Conc  $H_2O_2$  5 drop 을 가하여 試料溶解
- 시험 A와 같은 方法으로 分析 (단 Boron 표준용액은  $BF_4^-$  로

만든것을 使用)

## 2) 結果

16ppm 이하로 역시 Specification 보다 높은 결과인데 濃度の 차이에 따라 吸光度의 차이가 너무 적었으므로 따라서 오차가 크리라 예상된다.  $\text{BF}_4^-$  를 만들어서 standard 로 添加하였지만 充分한 時間동안 방치해 주지 않았기 때문에 아마도  $\text{BF}_4^-$  생성이 完全하지 않았던 것으로 판단된다.

마. 시험 D

### 1) 實驗節次

- 試料 : Zircaloy - 4, 2.1037
- $\text{H}_2\text{O}$  20ml,  $5\text{NH}_2\text{SO}_4$  20ml, conc. HF 0.5 ml 씩 5 회,  
conc.  $\text{H}_2\text{O}_2$  2 drop 을 가하여 試料溶解
- 증류수로 100 ml 로 만든다.
- 그 중 5 ml 를 取하여 boron 標準溶液을 가한 다음  $5\text{NH}_2\text{SO}_4$  10ml, 5% NaF 5 ml 를 가하고 증류수로써 35 ml 되게 한 다음 5 시간 방치
- 1%  $\text{KMnO}_4$  2 drop, 4% Fe (II) 溶液 3.5 ml, 0.001 M Methylene blue 3 ml, 1, 2 - dichloroethane 25ml 를 차례로 가한다.
- 2 분간 혼든후 유기층을 分離하여 測定한다.

### 2) 結果

약 6 ppm 으로 specification 보다 거의 10 배에 해당하는 높은 값이다. 유기층에 부유물이 存在했는데 이를 제거해야 할 것으

로 판단되었다.

#### 바. 시험 E

시험 D의 問題點 補完하기 위하여 유기층을 filter paper로 여과하고  $\text{KMnO}_4$ 와  $\text{Fe}(\text{II})$  溶液을 새로이 만들어 사용해 보았다.

結果는 약 5ppm의 結果로 시험 D의 그것과 비슷한 값이다.

이 方法으로 얻은 吸光度는 비교적 높은 값을 주고 있으므로 boron 標準溶液의 濃度を 10 倍정도 희석한 것을 使用함으로써 微量性分 分析에 좀 더 接近할 수 있을 것으로 판단된다.

### 3. 結 論

上記 實驗結果를 토대로 다음과 같은 實驗節次를 確定하여 Zircaloy-4와 NBS 標準物質 No 361, low alloy steel 中の boron 分析에 應用하여 보았다.

#### 가. Zircaloy - 4 實驗節次

- 1) 250 ml polyethylene beaker에 무게를 단 試料 10g를 넣고 2.5N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  20 ml 가한다. (Note 1)
- 2) 증류수 50ml 가한다음 50% HF를 방울방울 떨어뜨려 20 ml 를 가한다. (Note 2)
- 3) hot plate에서 가열 ( $60^\circ\text{C}$ ) 교반하면서 conc.  $\text{H}_2\text{O}_2$  를 2 - 4 방울 가하여 試料를 完全 溶解시킨다. (Note 3)
- 4) 24 시간 이상 방치한 다음 100 ml 로 묽혀서 試料溶液으로 使用한다.

- 5) 위 試料溶液 5 ml 를 5 개의 200 ml polyethylene 병에 각각 넣고  $\text{BF}_4^-$  標準溶液을 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ml 를 각각 가하고  $\text{BF}_4^-$  blank 溶液을 2.0, 1.5, 1.0, 0.5, 0 ml 를 순서대로 넣는다. 또 하나의 200 ml polyethylene 병에는  $\text{BF}_4^-$  blank 溶液을 2.0 ml 넣는다.
- 6) 각각에 증류수를 가하여 50 ml 로 부피를 맞춘다.
- 7) 각각에 0.1 M  $\text{KMnO}_4$  1 방울씩 가해서 환원성 물질을 산화시켜 pink 빛을 띄게 한 후 4%  $\text{Fe}(\text{II})$  溶液 2 ml 를 가해 殘量의  $\text{KMnO}_4$  의 酸化性を 安定시킨다.
- 8) Methylene blue 3 ml 가한다.
- 9) 1, 2 - dichloroethane 25 ml 로 가하여 뚜껑을 닫고 Wrist action shaker 로 2 분간 흔들여 준다.
- 10) 30 分 방치한다.
- 11) 분액여두를 使用하여 유기층을 분리해내고 여과지 (Toyo, Qualitative 2) 를 사용하여 유기층내의 부유물을 걸러낸다.
- 12) 1, 2 - dichloroethane 溶液을 blank 로 하여 660 nm 에서 吸光度를 測定한다.

Note 1.  $\text{BF}_4^-$  전환반응때 溶液의 酸度を PH 0.7 ~ 1.0 으로 맞추어 주어야 한다.

Note 2. 反應이 격렬하여 튀지 않도록 주의한다.

Note 3.  $\text{H}_2\text{O}_2$  는 試料의 溶解速度를 빠르게 하고 철을 酸化시키며 揮發性 boron 化合物의 증발을 막아준다.



#### 4. 結果 및 考察

上記 實驗節次에 따라서 Zircaloy - 4 試料에 대하여 5回 測定한 平均값을 표준곡선 그림 1에 나타내었다. 試料溶液에 Standard addition하여 얻은 직선의 기울기를 確認하기 위하여 blank에 對하여 同一한 實驗을 한 結果를 함께 표시하였다.

표준곡선으로 부터 구한 Zircaloy - 4 試料중의 boron의 濃度는 0.25 ppm이다. 이는 ASTM에 規定되어 있는 0.5ppm보다도 낮은 값이므로 比較的 신빙성이 있는 結果로 생각된다. 이 方法을 定確히 시험해 보기 위하여는 boron의 全量이 定確히 알려져 있는 Zircaloy - 標準物質이 있어야 하는데 現在로는 이러한 標準物質이 없다. 다만 꼭 같은 材質은 아니나 NBS SRM-361, low-alloy steel 중에 든 boron의 含量이 30 ppm으로 알려져 있어 이 SRM을上記 節次에 따라 測定하였더니 specification과 10% 이내에서 일치하는 좋은 結果를 보여 주었다. 단 試料를 녹일때 HF대신 NaF를 사용하였다.

위의 분석절차는 Zircaloy - 4, SRM이 開發되기 전까지는 Zircaloy - 4 중의 boron 定量에 活用해도 무방한 것으로 보여진다. 使用하는 기구 일체를 polyethylene으로 代置하면 좀 더 contamination을 줄여 吸光度의 blank level이 줄어들 것으로 판단된다.

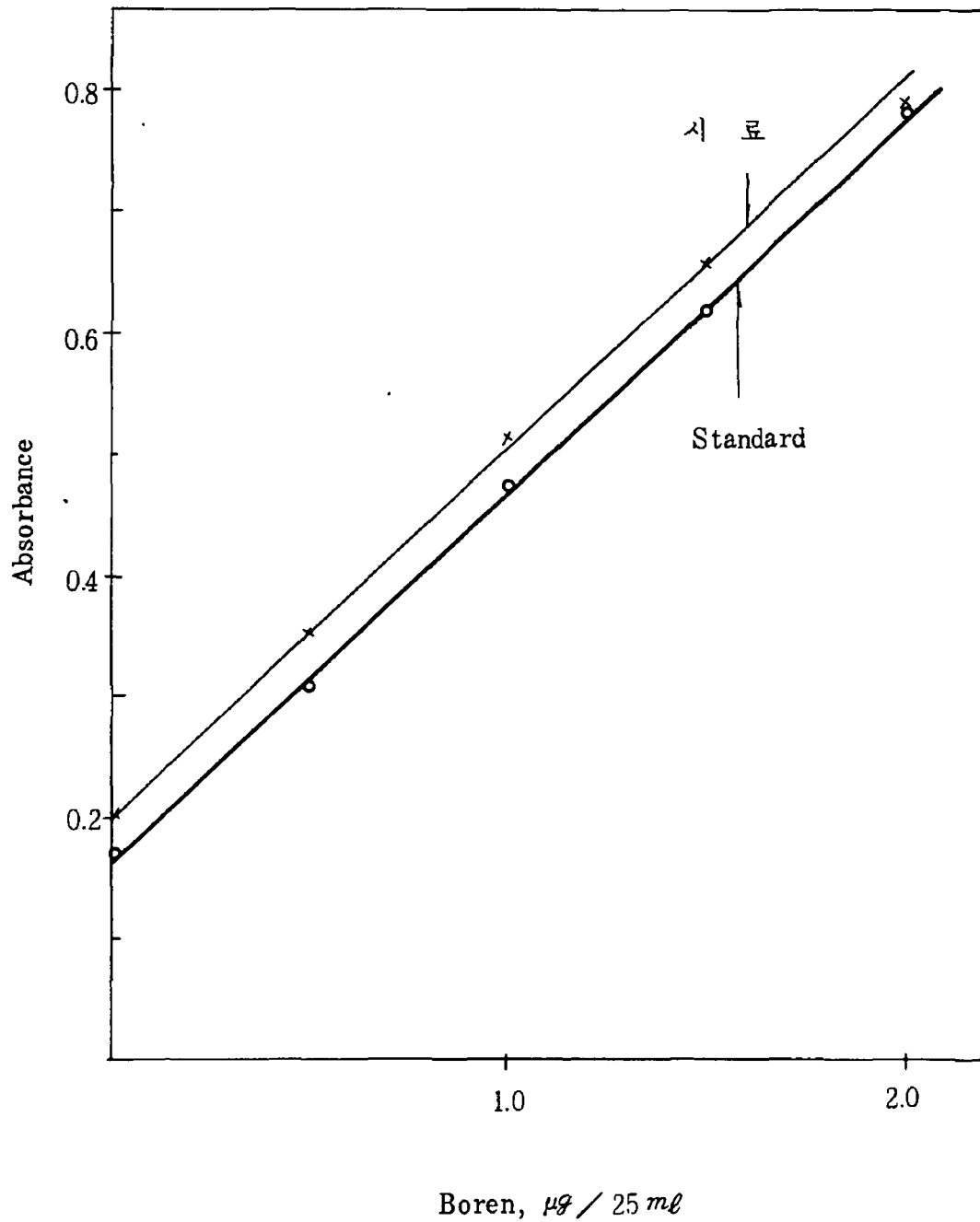


그림 1. Standard curves for boron-methylene blue complex

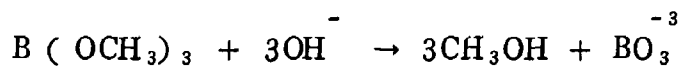
## IV. Benzoin 을 利用한 low - alloy steel 中の boron 分析

### 1. 要 約

Borate 는 酸性溶液中에서 methanol 과 反應시키면 아래와 같이 65 °C에서 끓는 methyl borate 가 얻어진다.4)



Methyl borate 를 蒸溜하여 alkali 溶液에 받으면 다음식과 같이 加水分解한다.



알콜을 날려 보낸 다음 glycine buffer (PH 12.8) 내에서 安定하게 存在하는 benzoin 과의 1 : 1 complex 를 파장 366nm에서 excitation 시키고 400 - 550nm 영역에서 螢光을 測定함으로써 濃度を 決定한다.5, 6)

### 2. 實 驗

가. 시약 및 기구

- 1) Spectrofluorimeter
- 2) 재 蒸溜된 methyl alcohol
- 3) Benzoin (0.5%) : 2.5g Benzoin + 500ml Et OH
- 4) Glycine buffer (PH 12.8)
- 5) Standard boron 溶液

$\text{H}_3\text{BO}_3$  0.5716g 을 1ℓ 의 물에 녹인 溶液을 다시 희석하여 使用한다.

나. 실험순서

1) Calibration curve 作成

1. 1 ml 의 boron standard 溶液 0r, 0.5r, 0.8r, 1.0r, 1.5r 를 각각 25ml volumetric flask 에 넣는다.
2. 0.5 ml 의 증류수를 넣고
3. 약 15 ml 의 Ethanol 을 가한다.
4. 0.5 ml 의 glycine buffer (PH 12.8) 를 넣는다.
5. 3 ml 의 0.5 % Benzoin 溶液을 가한후 Ethanol 로 눈금까지 채운다.
6. Benzoin 가한 5 분후에 Spectrofluorimeter 로 366 nm 에서 excitation 시켜 400 ~ 550 nm 영역에서 scan 하여 螢光강도를 測定한다.

2) Sample 처리

1. 0.1g 의 low - alloy steel 試料를 100ml quartz flask 에 넣는다.
2. 5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5ml 를 가한다.
3. 환류냉각기를 (reflux) 부착하여 sample 이 녹을때까지 교반시키면서 약하게 열을 가해준다.
4. 식힌다음 35 % H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2-3 방울을 가해 다시 교반 가열한다.
5. boiling chip 과 40ml 의 methanol 을 가한다.
6. 수 ml 가 남을때까지 distillation 한다.
7. flask를 ice water 에 식히고 30 ml methanol 과 새로운

boiling chip 을 넣은 후 다시 distillation 한다.

8. HCl 로 distillate 를 PH7 이 되게 한다.
9. 잘 섞어서 적외선 램프 위에서 乾固시킨다.
10. Residue 를 1.5 ml 의 증류수에 녹인후 補正曲線作成의 순서에 따른다.

(주의 : 乾固된 것을 蒸溜水로 完全히 녹이지 않고 에탄올을 가하면 비누화 (saponification) 현상으로 침전이 형성되어 현탁해진다.)

### 3. 結果 및 考察

가. 366 nm 에서 excitation 시키고 400 ~ 550nm 영역에서 fluorescence 를 測定하여 標準溶液으로부터 구한 補正曲線은 그림 2 와 같다. 最終 25 ml 중에 2 $\mu$ g의 boron 濃度範圍에서 比較的 再現性이 좋을 직선을 얻을 수 있었다.

나. 乾固時의 損失防止實驗

乾固시킬때의 損失을 check 알아보기 위하여 다음과 같은 실험을 하였다.

a) 10 $\mu$ g / ml standard 溶液 1 ml 에 0.05 N NaOH 溶液 10 ml 를 가하고 methanol 40 ml 를 가한후 HCl 로 PH5.2 에 맞춘후 乾固시켜 실험하였다.

- 結果는 回收率 32%로써 酸性medium에서 H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>는 乾固 과정에서 상당한 loss 가 일어나는 것으로 생각된다.

b)  $10 \mu\text{g}/\text{ml}$  standard 溶液  $1 \text{ ml}$  에  $0.05 \text{ N}$  NaOH 溶液  $10 \text{ ml}$  ,  
 methanol  $40 \text{ ml}$  를 加한후 乾固하여  $\text{H}_2\text{O}$   $1.5 \text{ ml}$ , glycine buffer  
 $0.5 \text{ ml}$  , 약  $15 \text{ ml}$  의 ethanol 을 加한후 HCl-EtOH 溶液으로 PH  
 $9.5$  정도에 맞추어 실험하였다.

- Boron 은 전혀 검출되지 않았으며 HCl-Et OH 溶液으로  
 PH  $9.7$  정도에 맞춘다는 것이 계속 PH 가 변함으로써 용  
 이하지가 않았다. 전혀 detection 되지 않은 것이 아마도  
 PH 의 影響인것 같다.

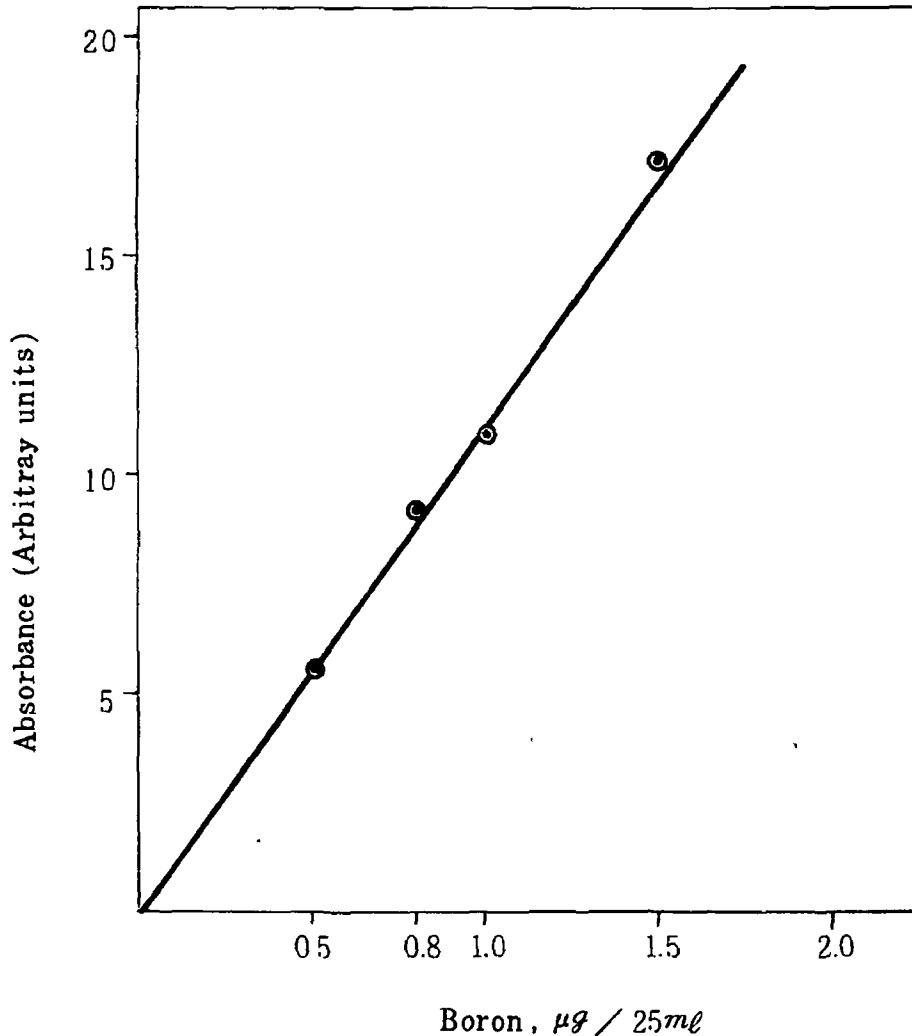


그림 2. Calibration curve for B - Benzoin Complex

c)  $10 \mu\text{g} / \text{ml}$  溶液  $1 \text{ml}$  에  $0.05 \text{N NaOH}$   $10 \text{ml}$ , methanol 를  $40 \text{ml}$  를 넣고 乾固시킨후  $0.33 \text{N HCl}$  溶液  $1.5 \text{ml}$  를 가한후 순서에 따라 실험하였다.

(HCl 은 NaOH 와 당량수를 맞춰주기 위하여  $0.33 \text{N}$  로 만들어 使用)

- $90\%$  回收되었으며 같은 실험을 다시 해본 결과  $92.5\%$  回收되었다.

위의 結果로 보아 酸性 매질에서  $\text{H}_3\text{BO}_3$  는 乾固되는 동안 揮發해 버리는 것으로 간주되며 alkali medium에서 salt 로 存在하여야만 乾固과정에서 loss 를 막을 수 있는 것으로 보인다. 그러나 alkali medium에서 乾固시킬때 NaOH가 분말화 되기 때문에 乾固가 다 끝나갈때 포집되어 있던 물로 因하여 튀는 현상이 발생하므로 이를 방지하여야 損失을 최소로 할 수 있을 것 같다.

#### 다. 回收率檢討

위의 실험방법의 回收率과 再現性を 檢討하기 위하여 標準物質 NBS SRM-361, low - alloy steel 를 使用하여 실험해 본 結果는 다음 표와 같다.

이 結果는  $1 \mu\text{g}$  미만의 boron 에 대한 回收率은  $52 \pm 4.2\%$  ( $95\%$  limit) 로 나타나 損失에 대한 補正을 해주면 極微量의 boron 분석에 活用할 수 있으리라 판단된다.

Present, $\mu g$	found, $\mu g$	recovery, %
0.76	0.36	47
0.76	0.35	46
0.86	0.50	58
0.86	0.45	52
0.86	0.44	51
0.87	0.47	54
0.87	0.48	55



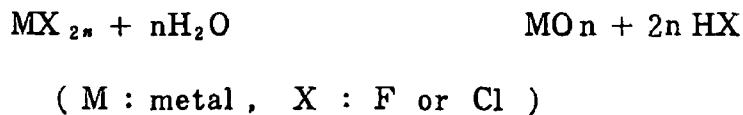
## V. Pyrohydrolysis에 의한 UO<sub>2</sub> 중의 Fluoride 정량

### 1. 序 言

核物質이나 材料物質中에 存在하는 Fluoride 는 濕氣를 含有한 不活性 氣體 ( 아르곤 , 질소 혹은 공기 ) 분위기에서 Pyrohydrolysis 技術을 使用하여 HF 상태로 固體와 分離한 다음 Fluoride selective electrode 로써 測定하는 方法이 普遍的으로 많이 使用되고 있는 事實이다. 이 方法은 比較的 빠른 時間內에 固體 Matrix 로부터 分離가 可能하며 쉽게 測定할 수 있는 長點이 있다. 수십 ppm 정도의 微量成分인 경우에는 10% 이내로 相對誤差를 줄일 수 있다.

Pyrohydrolysis 시키면 Chloride 는 HCl 形態로 固體와 分離되는데 Chloride selective electrode 를 쓰든가, 혹은 Hg(SCN)<sub>2</sub> 에 의한 Spectrophotometry 가 주로 測定에 이용되고 있다.<sup>10)</sup>

Pyrohydrolysis 過程은 다음 式으로 表示할 수가 있다.

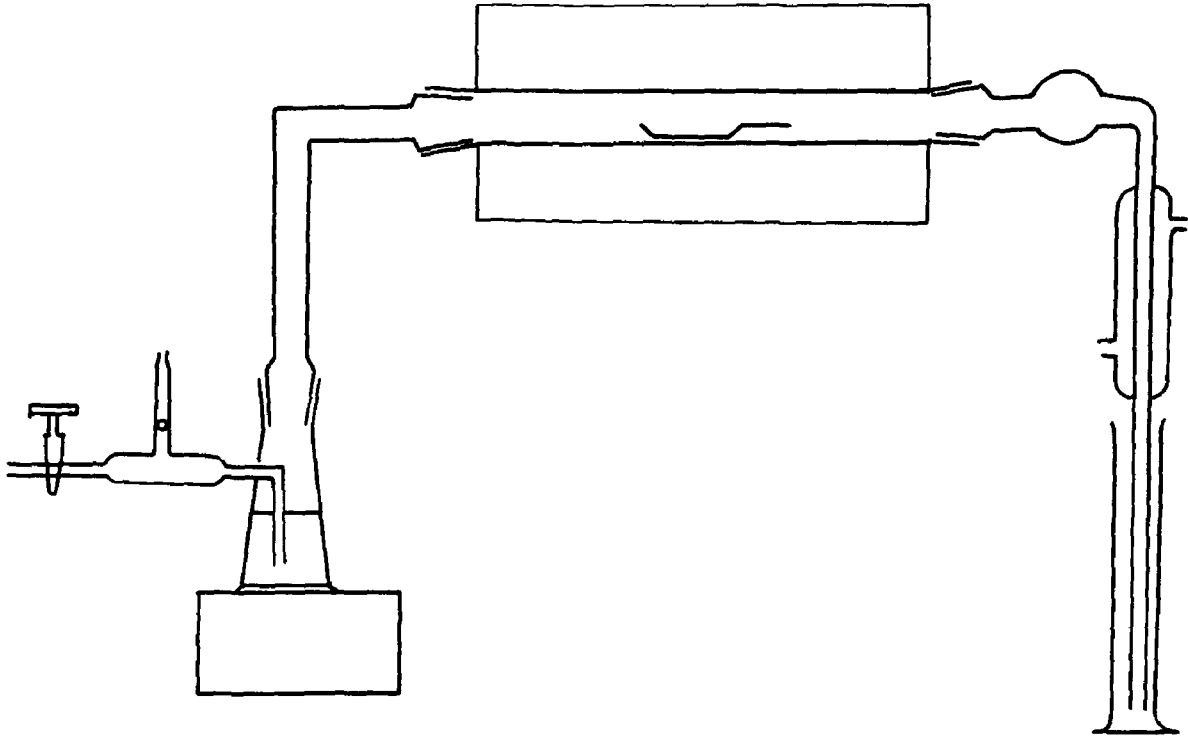


여기서는 Fluoride 를 Pyrohydrolysis 方法으로 日常的 分析技術로 活用하기 위하여 행한 여러가지 實驗結果를 간단히 要約한다.

## 2. 實 驗 및 考 察

### 가. Apparatus

그림 3에 Pyrohydrolysis 装置를 간단하게 表示하였다.



- |                                |                        |
|--------------------------------|------------------------|
| A : Flow Rate Control Stopcock | F : Combustion Furnace |
| B : Flow Meter                 | G : Reactor Tube       |
| C : Hot Plate                  | H : Combustion Boat    |
| D : Water Source               | J : Collection Vessel  |
| E : Connectors                 | K : Condensor          |

그림 3. Pyrohydrolysis Apparatus

### 나. 實 驗 條 件

- 1) Accelerator 로써  $U_3O_8$  4 g 씩 使用
- 2) Trapping 용액 :  $CH_3COOH$  1cc 를 2ℓ 짜리 Volumetric flask 에

가하고  $\text{CH}_3\text{COOK}$ 로 pH 7.0 으로 맞춘 다음 부피를 맞춘다.

- 3) 水温 :  $70^\circ\text{C}$
- 4) Furnace 温度 :  $900^\circ\text{C}$
- 5) Carrier gas : 공기

#### 다. 回收率 試驗 I

$\text{U}_3\text{O}_8$  56g 을 NaF 12.7 mg 과 잘 섞어서 만든 fluoride 標準試料 一定量에다 accelerator 를 넣어서 回收率 試驗을 행한 結果를 그림 4 에 表示하였다. fluoride 의 含量에 따른 回收率의 變化를 表示한 위 그림으로부터 實驗誤差를  $\pm 10\%$ 로 잡을 경우에는 대체로  $70\ \mu\text{g}$ 까지는 比較的 定量이 可能하다고 하겠으나 그 以上の fluoride 含量에 대해서는 回收率이 상당히 낮아진다고 말할 수 있다.

위에서 使用한 標準試料은 과량의  $\text{U}_3\text{O}_8$  과 미량의 NaF 를 섞었으므로 fluoride 가 均一하게 分布되어 있지 않고 部分的으로 濃度 分布의 差異가 클 可能性이 크다. 이런 觀點으로 보면 위에서 얻은 結果는 아마도 이러한 非均一度를 나타내는 것으로 생각된다.

이 사실을 立證해 보기 위하여 좀 더 均一하게 fluoride 를 첨가하는 方法을 擇하여 다음의 試驗을 행해 보았다.

#### 라. 回收率 試驗 II

$10^{-2}\text{M}$  NaF 一定量을 4g 의  $\text{U}_3\text{O}_8$  accelerator 에 가하여 水分을 없애기 위하여 말린 다음, fluoride 回收 試驗을 행한 結果는 表 1 에 수록하였다.

비슷한 反應條件에서 행한 두개의 試驗중에서 試驗 II 쪽이 훨씬

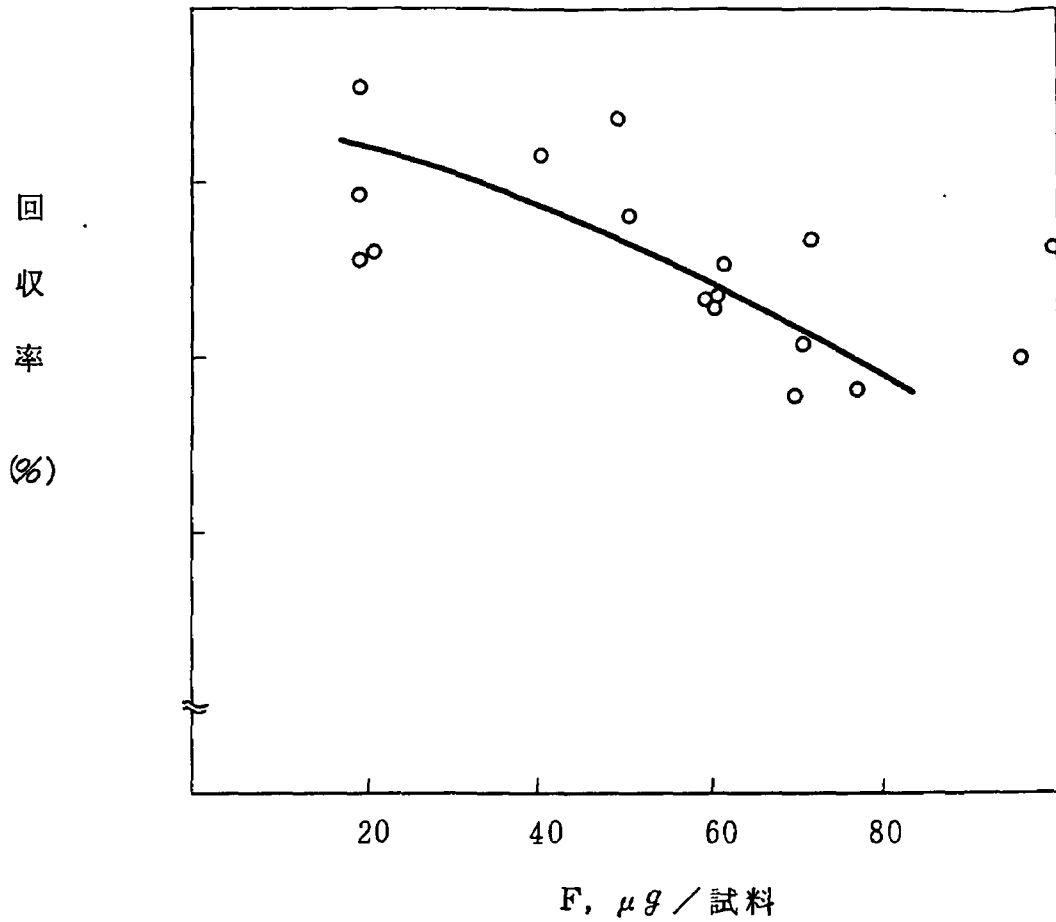


그림 4. Fluoride 含量에 따르는 回收率의 變化

만족스러운 結果를 보여주고 있다. 使用한 fluoride의 量도 回收率 試驗Ⅱ에서 더 많았지만 實際 넣어준 값과 比較하여 實驗誤差 範圍內에서 상당히 근사한 값을 주는 것으로 미루어 보아 fluoride를 섞는 方法이 더 나은 것임을 立證해 준다고 하겠다. 아울러 回收率 試驗條件으로 fluoride의 日常分析에 利用하여도 무방할 것으로 判斷된다.

表 1. 回收率 試驗 II 의 結果

回 数	反應時間 (分)	added ( $\mu g$ )	found ( $\mu g$ )	回收率 (%)
1	15	190	190	100
2	15	190	181	93
3	15	190	185	98
4	15	190	185	98
5	15	190	185	98
6	15	95	95	100
7	15	95	104	110
8	15	95	104	110

平均:  $101 \pm 12(26)\%$

마. 試料 分析

지금까지 調査해 온 方法을 여러 種類의  $UO_2$  powder 에 適用하여 본 結果를 表 2 에 수록하였다. 表의 試料는 수입처로 區分하였고 sintered pellet 은 RBU, depleted  $UO_2$  로 부터 만든 試料이다. 대체로 specification 에 맞는다고 하겠으나 fluoride 의 양이 많은 경우에는 回收率이 떨어지는 경향을 볼 수가 있다.

表 2. 각종 UO<sub>2</sub> 중의 fluoride 정량 ( 반응시간 : 30 分 )

試 料 名	found ( $\mu g$ )	선 적 자 료 ( $\mu g$ )
RBU, natural	29.3 , 30.0	58 max
RBU, depleted	25.3 , 24.5	58 max
B & W	15.3 , 14.2	20
Argonne	10.6 , 11.0	-
Sintered pellet	2.4 , 2.4	-

## Ⅵ. 鋼鐵中の C, Ni, P, Si, Cr, Mn 分析

鋼鐵의 成分元素들 中에서 C, Ni, P, Si, Cr, Mn 을 ASTM E 350 - 74 와 E353-73 의 方法에 따라 分析하였다. 各 元素에 대한 分析節次는 앞으로 使用에 對備하여 便覽으로 만들어 두었다. 實驗結果는 表 3 에 要約했는데 대체로 specification 내에 일치하는 값을 보여주고 있다.

表 3. 鋼鐵中の 成分元素 分析結果

元 素	S U S 420 J 2			SUS 304 L	
	Specification <sup>1)</sup> (%)	實 驗 置 (%)		Specification <sup>1)</sup> (%)	實 驗 置 (%)
		Type 1	Type 2		
C	0.26 - 0.40	0.13	0.51	0.03 max	0.01
Si	1.00 max	1.04	1.73	1.00 max	0.66
Mn	1.00 max	0.80	0.09	2.00 max	0.44
P	0.40 max	0.03	0.04	0.40 max	0.06
Ni	0.06 max	0.18	0.05	9 - 13	8.9
Cr	12 - 18	16	12	18 - 20	18

1) CRC Handbook of Chemistry and Physics, 53rd ed., 1F 131.

## VII. 轉換工程의 廢棄物 中 $\text{NH}_4\text{NO}_3$ 의 處理에 關한 基礎調查

### 1. 序 論

本 基礎調查는 40 kgU/hr 의  $\text{U}_3\text{O}_8$  를 處理하는 轉換工場에서 uranyl nitrate 를 ammonium diuranate (ADU) 로 轉換시킬때 약 1.1 N  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  溶液 305.6 l/hr 가 排出되고 있으므로, 이의 水質 汚染問題를 解決하고 Lagoon 에서의 蒸發速度를 促進하기 위하여는 이를 除去해야 한다.

$\text{NH}_4\text{NO}_3$  는 1g 이 0.5 ml 의 물, 0.1 ml 의 끓는 물에 溶解될 수 있으며, 210 °C에서 分解되어  $\text{H}_2\text{O}$  와  $\text{N}_2\text{O}$  를 生成하고 爆藥, 성냥 및 肥料로써 使用되고 있다.<sup>11)</sup>

本 業務를 遂行하기 위하여 文獻調查 外에 硝安工場(南海化學)을 見學하였는데, 硝安工場에서는 廢水에서의  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  回收 問題를 遂行하지 않고 있었는데, 이는  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  의 溶解度가 상당히 크기 때문에 結晶으로 回收하기 위해서 蒸發·濃縮하는 경우, 回收 原價가 지나치게 많이 들기 때문인 것으로 생각된다.

$\text{NH}_4\text{NO}_3$  를 直接 回收하는데 대한 實用的인 方法은 아직 參照할 만한 文獻이 없었으며, 樹脂를 使用하여 20% 溶液으로 濃縮시켜 回收하는 方法이 發表되어 있는 정도이다.<sup>12)</sup>

이런 점으로 미루어 볼때  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  의 直接 回收는 여러 難點이 豫想되었으므로 암모니아의 回收와 nitrate 의 處理問題를 각각 별



도로 調査·檢討하였다.

## 2. 本 論

### 가. 암모니아 回收 檢討

uranium hexafluoride 를 加水 分解시킨 다음, 암모니아를 添加하여 ADU의 沈澱을 만드는 課程에서 나오는 廢液 中에는 數 10g/l 정도의 암모니아가 含有되어 있다. 이러한 廢液에 알카리 토금속의 酸化物 및 水酸化物을 1種 혹은 2種 以上 添加하면 廢液 中의 弗素이온을 除去할 수 있을 뿐만 아니라, uranium 成分도 共沈 除去할 수 있고, 沈澱시킨 후에 蒸溜하므로써 암모니아의 回收가 可能하다. 다음 表는 이 方法을 利用하여 ADU 濾過液 250 ml에 Ba(OH)<sub>2</sub> 23g 을 加하고 80°C에서 減壓 蒸溜한 結果(가)와 酸化칼슘 2g 酸化 마그네슘 2g 을 加하고 2時間 攪拌한 후 濾過하고 濾過液을 90°C에서 上壓 蒸溜하여 얻은 結果(나)를 보인 것이며,<sup>13)</sup> 그림 5는 Westinghouse의 核燃料 加工工場에서 使用하는 工程圖를 나타낸 것이다.<sup>14)</sup>

實施番號	分析額의 種類	分 析 值		
		U (mg/l)	F (g/l)	NH <sub>3</sub> (g/l)
나.	處 理 前	0.9	7.7	28.6
	處 理 後	0.005	0.06	0.4
가.	處 理 前	0.45	7.5	28.6
	處 理 後	0.002	0.097	0.4

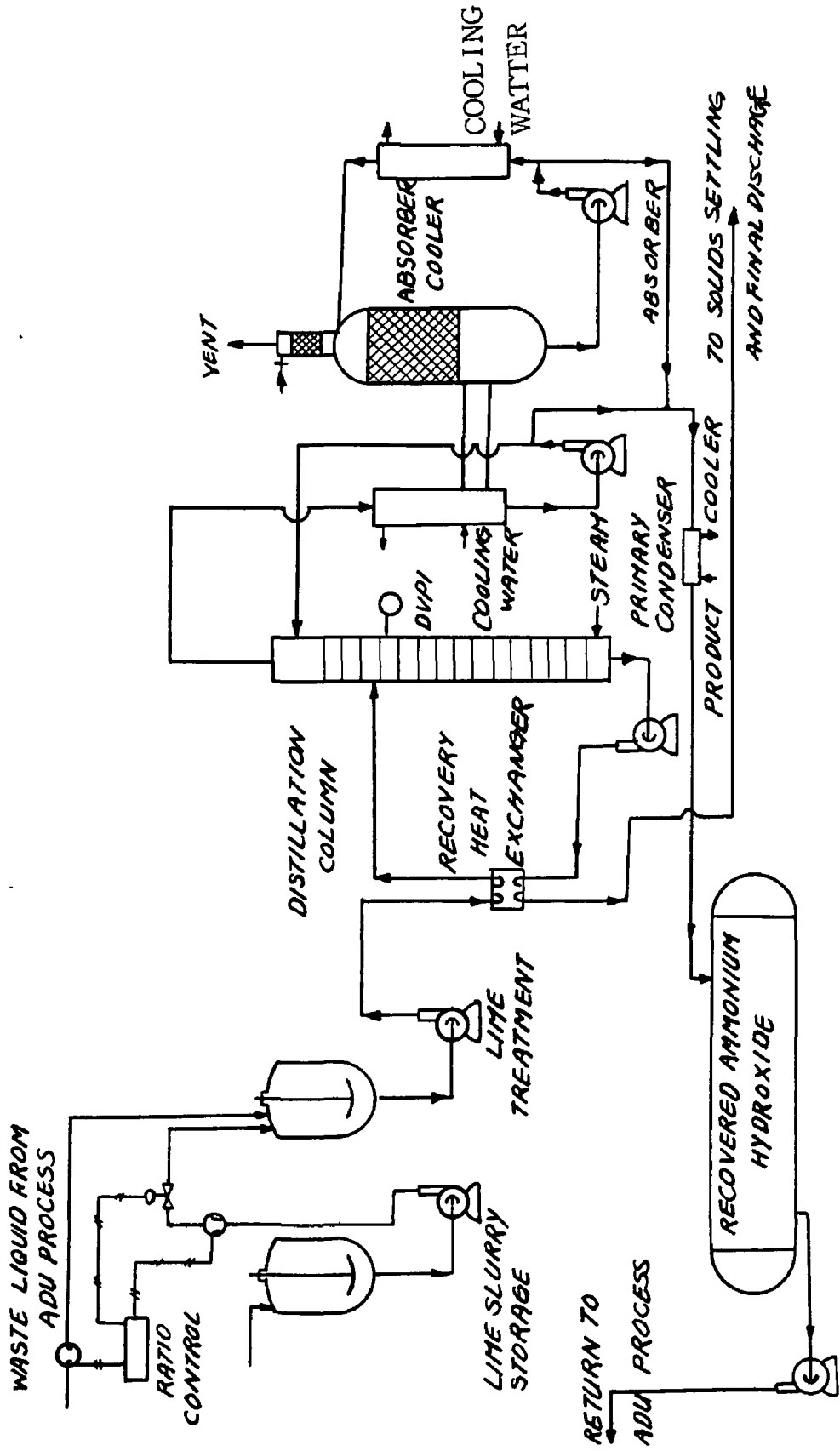
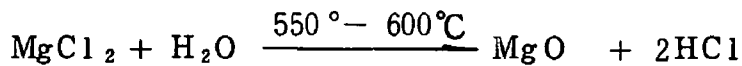


그림 5. Westinghouse fuel fabrication plant의 Ammonia 회수 공정도

한편, ammonium chloride 溶液에서는 다음 化學 反應式과 같은 過程으로 암모니아를 回收하고 있다.

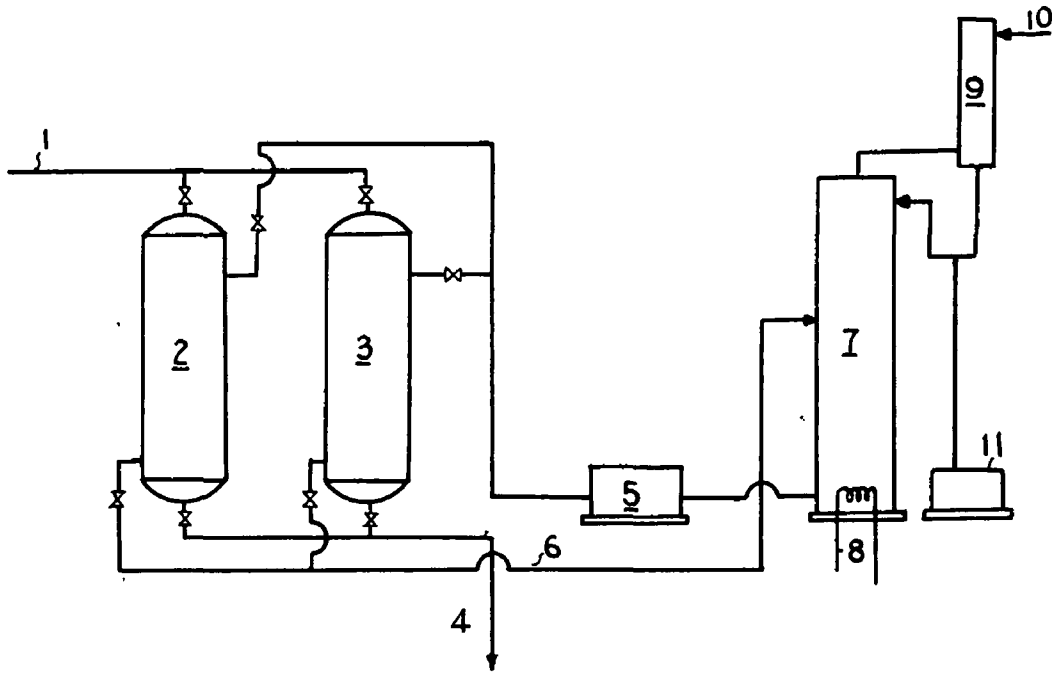


이 方法은 Solvay 工程에서 쓰는 CaO 대신 MgO 를 使用하므로써 MgO가 계속 循環되므로 solvay 工程에서 處理가 困難하던 CaCl<sub>2</sub> 의 問題를 解決하였다. (15,16)

또한 濃도가 300 ~ 20,000mg/ℓ 인 암모니아 溶液으로부터 암모니아를 回收할 때는 陽이온 交換 樹脂, Amberite IRC-50 에 암모니아를 吸着시킨 다음, monoammonium phosphate (10g/100cc) 와 diammonium phosphate (3g/100cc) 의 混合溶液으로 溶離 시킴으로써 diammonium phosphate 가 많은 溶液으로 만든 후, 蒸溜하여 NH<sub>3</sub> 를 回收한다. 溶液 中の 암모니아는 約 92%가 樹脂에 吸着되며 溶離液을 10 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup> 樹脂容積의 速度로 6時間 흘려주면 이의 約 67%가 溶離된다. 그림 6 은 이의 工程度를 나타내고 있다. (17,18)

나. Nitrate 處理 review (19,20,21)

nitrate 化合物은 溶解성이 크기 때문에 廢液으로부터 nitrate 形態로 回收하기란 經濟的이지 못하므로, 이를 嫌氣性 脫 질산이온 法 (anaerobic denitrification) 을 使用하여 處理할 수 있다. 大都市로 부터의 廢水나 農業廢水에서는 250 mg NO<sub>3</sub>/ℓ 를 넘지 않기 때문에 1g NO<sub>3</sub>/ℓ 以上の 廢水에 對해서는 研究가 별로 활발하

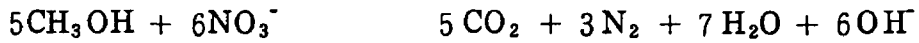


- 1 : Waste water inlet
- 2, 3 : Resin " Amberite IRC 50" operated alternatively
- 4 : Effluent outlet
- 5 : Mancoammonium phosphate reservoir
- 6 : Ellution solution circuit
- 7 : Distilation chamber
- 8 : Heating element
- 9 : Ammonia gas (distilated) tower
- 10 : Water supplying pipe
- 11 : Aqueous ammonia reservoir

그림 6. Resin 을 利用한 Ammonia 回收 工程圖

지 못한 반면에, 肥料나 爆藥工場 및 核週期로부터 生成되는 廢水에는 상당히 高濃度의  $\text{NO}_3$  가 廢棄되므로 이를 處理하기 위하여 最近 比較的 활발한 研究가 進行되고 있다. 특히 C.W. Francis와 C.D. Malone 은 微生物을 利用하여  $\text{UO}_2$  加工 工場과 再處理工場

에서 廢水되는 nitrate 를 處理하기 위하여 2 ~ 3 mm의 無煙炭 粒子 를 그림 7 과 같은 Tapered column 에 넣고 實驗하였다. 이 實驗에 는 0.6 g CH<sub>3</sub>OH / g NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 의 炭素를 供給하여 주어야 하는데 이때 의 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 分解式은 다음과 같다.



이 方法은 核燃料 加工工場에서 使用되고 있으며, 매일 5 metric

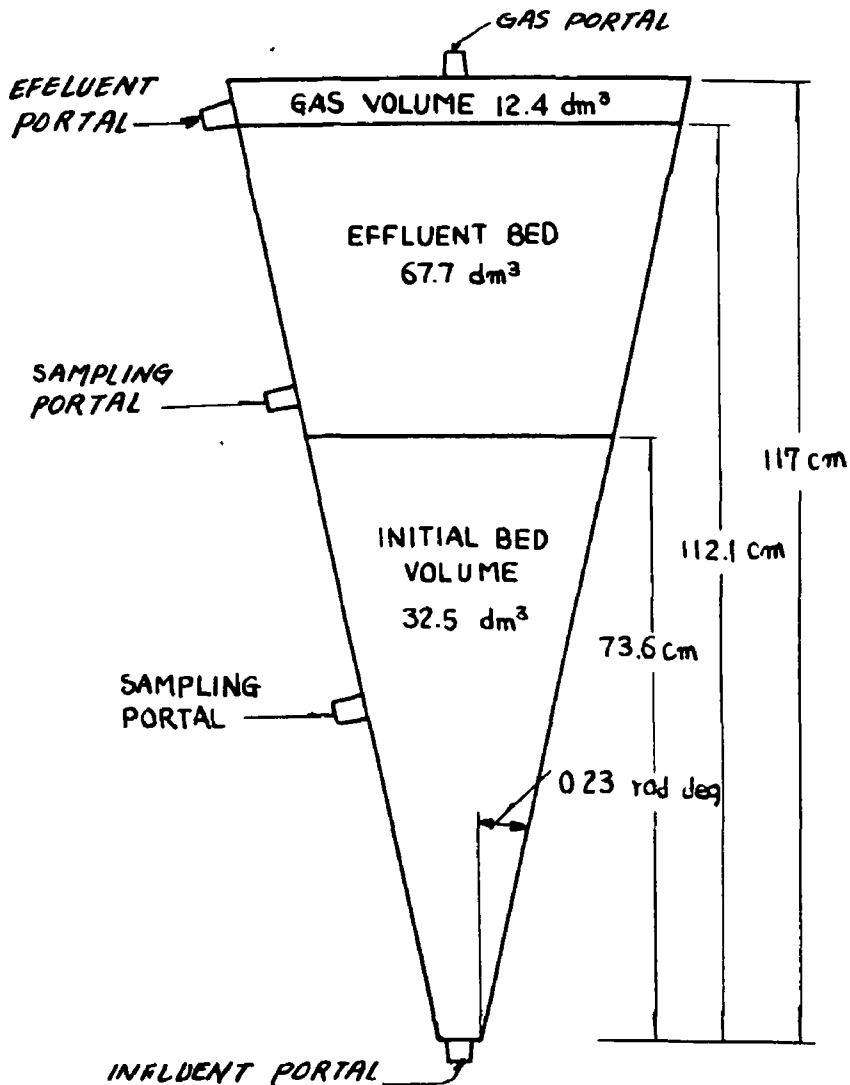


그림 7. Tapered column dimensions.

ton 程度의 nitrate 를 廢棄하는 工場에서는 脫 질산이온 速度를 1 g NO<sub>3</sub>/m<sup>3</sup>/초로 할 때 57.9 m<sup>3</sup>의 bed volume 이 必要하다. 이 實驗에 의하면 効率的인 引入溶液 (Influent )의 濃度는 0.5 ~ 5 g NO<sub>3</sub>/ℓ로서, 本 調査의 對象인 1.1 N NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> 溶液 ( 6.2 g NO<sub>3</sub>/ℓ )의 경우 約 20 倍 稀釋해야만 이 方法의 適用이 可能할 것이다. 이 實驗의 工程圖는 그림 8 과 같다.

#### 다. 基礎 實驗

工業用 ammonium nitrate 176g 을 2ℓ의 蒸溜水에 녹여 찌꺼기를 걸러낸 후, Amberite IRC - 50 陽이온 交換樹脂에 通過시켜 보았다. 이때의 ammonium nitrate 溶液은 約 1.1 N (pH 8.9) 정도로서 이 溶液이 樹脂를 通過할 때 암모니아 氣體로 인하여 樹脂 内部로부터 氣泡가 形成되어 樹脂層 위로 噴出되므로 樹脂에 의

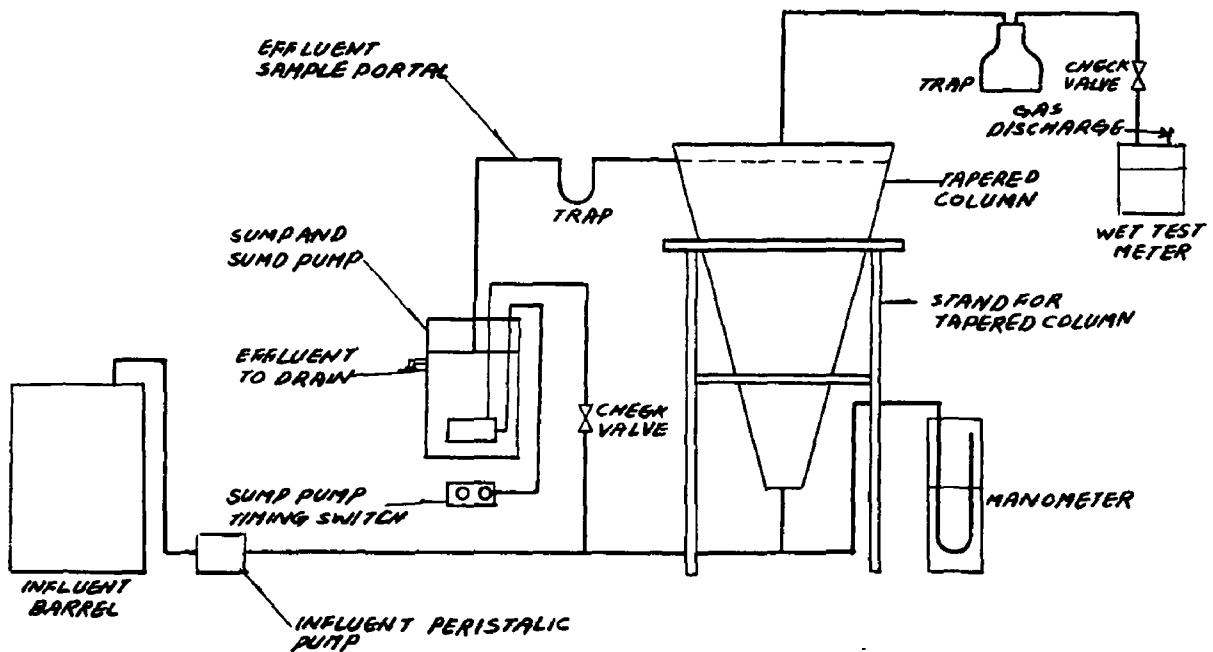
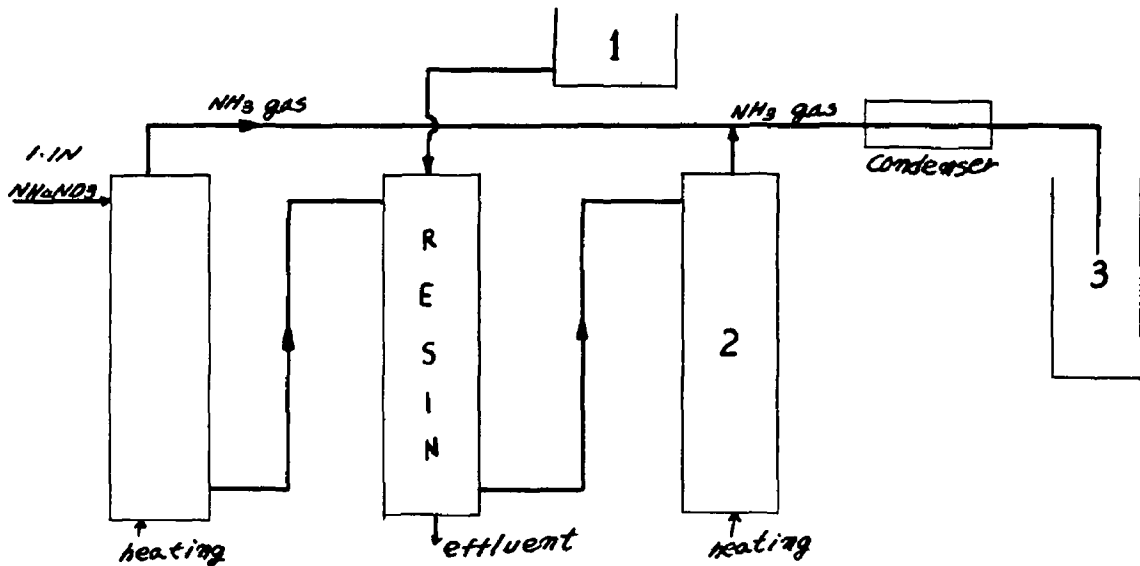


그림 8. Schematic of the tapered columnar denitrification system

한 吸着이 不可能하였다. 이 原因이 溶液의 濃度가 너무 濃한 때  
 문인 것으로 판단하고, 이 溶液에 MgO를 過量 넣어준 후 heating  
 tape 를 使用하여 加熱하면서 Compressor 로 空氣를 불어 넣  
 어 가능한 限 많은 ammonia 를 蒸溜한 後에 (約 2時間 程度)  
 溶液을 濾過한 다음 樹脂에 通過시켜 보았다. 그러나, 여러번의 實  
 驗中 大部分 樹脂 内部의 암모니아 氣體 發生으로 인한 噴出現象  
 이 계속되었다. 따라서 樹脂에 通過시키기 前에 前 處理過程이  
 必要한 것으로 判斷된다. 이 基礎 實驗에 使用한 實驗圖는 그림  
 9 와 같다.



1. Monoammonium phosphate rich 溶液
  2. Diammonium phosphate rich 溶液
  3. Ammonia water veceiver
- ※ 1 KW heating tape 을 使用하여 加熱하였음.

그림 9. Ammonia 回收를 위한 實驗圖

### 3. 考 察

$\text{NH}_4\text{F}$  溶液인 경우  $\text{CaF}_2$  의 沈澱이 생기므로全體 液性은 fluoride 가 沈澱됨에 따라 鹼基性으로 移動해 갈 것이기 때문에 암모니아 生成이 容易하여 蒸溜 效果가 클 것이나,  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  溶液에서는  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  가 沈澱되지 않으므로 암모니아가 蒸溜됨에 따라 pH 가 낮아질 것이고, 따라서  $\text{CaO}$  가 溶解되어  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  가 점점 많이 생기므로 이의 處理가 問題시 된다.

$\text{NH}_4\text{Cl}$  溶液인 경우에는 生成되는  $\text{MgCl}_2$  가  $550 \sim 600^\circ\text{C}$  의 水蒸氣와 接觸하여  $\text{MgO}$  와  $\text{HCl}$  을 生成하는데, 이때의  $\text{HCl}$  은  $\text{HNO}_3$  에 비하여 훨씬 溶解度가 작기 때문에  $\text{MgO}$  의 生成을 방해하지 않지만  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  에서는  $\text{HNO}_3$  의 큰 溶解度가全體 液性を 酸性化할 것이므로  $\text{MgO}$  가 生成될 수 있을지 疑問이다.

樹脂를 使用하는 경우도 基礎 實驗에서 나타난 바와같이 溶液을 前 處理해야 할 必要가 있으며, 여기에  $\text{CaO}$  나  $\text{MgO}$  를 使用할 경우  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  이온이 ammonia 와 함께 樹脂에 吸着될 것이므로 monoammonium phosphate 가 많은 溶液으로 암모니아만 選擇적으로 溶離시킬 수 있을지의 與否와, 한번 使用한 樹脂를 그때마다 re-conditioning 해야 하는 번거로움이 豫想된다.



## VIII. Beryllium 日 常 分 析

人體에 有害한 beryllium이 作業環境을 汚染시키고 있는가를 監視하기 위하여 核燃料 加工施設内の Be coating室에서 filter paper (Whatman No. 41)로 採取한 空氣 試料中の 極微量 Be를 standard addition 方法을 利用하고 spectrofluorimetry에 의해 每月 주기적으로 分析하였다. 이에 관한 實驗節次는 지난 해 研究結果 報告書 79 T-1006에 상세히 記述되어 있다.

月別로 分析한 結果는 다음과 같다.

月	空 氣 試 料 量 , $m^3$	Be 濃 度 , $\mu g / m^3$
1	49.4	0.10
4	49.1	0.25
5	111.6	0.30
6	88	0.15
9	172.6	0.08
10	180.3	0.11
11	57.2	0.17
12	92.1	0.21

Be를 取扱하는 作業場内の 最大 許容濃度 (maximum permissible concentration)는  $2.0 \mu g / m^3$ 이므로 現在의 Be coating室內는 安全한 作業環境이라고 할 수 있다.

## IX. 核物質 安全措置 業務

### 가. G.M. Platform scale 구입

도입하는 核物質에 대한 선적자료를 檢討하기 위해 저울과 보정용 추를 購入하여 標準研究所로부터 檢定을 받았다.

#### 1) Scale 의 特性

Model 302 ; 3,000 kg Capacity ; Sensitivity 100 g ; 이탈리아製品

#### 2) 보정용 추

國內 製作品으로써 10 kg 짜리 1個, 20 kg 짜리 1個, 50 kg 짜리 4個를 購入하여 標準研究所에 依頼해서 檢定을 받았는데 그 결과는 表 4 에 表示하였다.

表 4. 저울눈금의 보정결과

추 의 번 호	검 정 값 (kg)	측 정 값 ± 표 준 편 차 (kg)	상 대 오 차 (%)
1	49.964	49.94 ± 0.02	0.048
2	49.981	49.95 ± 0.02	0.062
3	50.003	49.93 ± 0.02	0.15
4	49.964	49.96 ± 0.02	0.08
5	20.013	-	-
6	9.999	-	-
2 + 4	99.945	105.05 ± 0.03	0.10
1 + 2 + 3 + 4	199.912	199.95 ± 0.02	0.019
1 + 2 + 3 + 4 + 5 + 6	229.924	229.91 ± 0.03	0.006

3) 저울의 보정

네개의 50 kg 짜리 추를 각각 15회 測定하여 얻은 平均 무게를 基準으로 하여 저울눈금 100 kg, 200 kg, 및 230 kg에 대한 보정을 시도하여 보았다. 表 4 에 50 kg 짜리 추에 대한 測定資料와 추를 適切히 조합하여 저울눈금을 보정한 結果도 함께 수록하였다.

나. 核物質의 計量 및 報告

1) 核物質의 반입

금년중에 반입된 核物質의 現況은 表 5 와 같다.

2) 核物質의 移動

금년중에 加工施設內的 貯藏所로부터 工程區域으로 移動된 核物質의 量은 다음과 같다.

表 5. 搬入 核物質 現況

種 類	搬 入 量 (kg U)	U - 235 濃 縮 度	輸 入 處	搬 入 月 日
Depleted UO <sub>2</sub> powder	877.234	0.719 %	西獨(RBU)	6 11
Enriched UO <sub>2</sub> powder <sup>1)</sup>	78.272	3.174 %	西獨(RBU)	6. 11
Depleted UF <sub>4</sub> powder	47.9	0.2 %	프 랑 스	10. 10

1) gross weight 는 確認하였음.

Depleted UO<sub>2</sub> powder : 223.045 kg

Natural UO<sub>2</sub> powder : 804 g

### 3) 安全措置 免除

질량분석기의 보정용으로 美國 NBS에서 搬入한 濃縮  $U_3O_8$  5g을 核武器 非擴散 條約 및 安全措置에 관한 規定 第36條(a) 項에 依據하여, IAEA에 免除申請하여 承認을 받았다.

### 4) 報告書 作成

搬入된 核物質과 安全措置 免除된 核物質에 대한 物資在庫變動書와 物資在庫 調査의 結果를 토대로 物質収支報告書(MBR)와 物資在庫目錄(PIL)을 作成하여 科學技術處를 통해서 IAEA에 提出하였다.

### 다. 放射線 作業자에 대한 放射線 等級分類

放射性 物質, 核物質, 放射線源 및 核物質 製造原料를 取扱하는 作業從事者에 對하여, 每月 各 該當 室로부터 推定等級을 提出받아서 翌月 初에 等級分類 基準에 따라 等級을 確定하여 通報하였다.

### 라. 物資在庫 調査 (Physical inventory)

분소내에 있는 全 核物質에 대한 物資在庫調査를 實施한 結果는 다음과 같다.

Entry	U (kg)	U-235 (g)
Book inventory	14946.172	46520.8
Physical inventory	14935.072	46468.0
MUF	11.100	62.8

結果는 電算處理되어 있고 이를 위한 核物質의 形態에 따라 使用한 code 와 核物質이 位置한 場所 code 는 지난 해 研究結果報告書 79 T - 1006 에 要約되어 있다.

#### 마. Lubricant 中の Uranium 分析

核燃料 加工施設의 centerless grinder 에 使用되는 lubricant 중에 들어 있는 uranium 量을 推定하기 위하여 Arsenazo III 에 의한 uranium 分析方法을 擇하여 實驗하였다. 試料를  $H_2SO_4 : HNO_3 : HClO_4 = 1 : 1 : 1$  의 혼산으로 여러번 處理하여 유기물을 完全히 除去한 다음, 0.1 M TOPO (in benzene) 으로 浴媒抽出하여, Arsenazo III 를 넣어 발색시킨 것을 655nm에서 흡광도를 測定한다. uranium 標準溶液과 比較함으로써 lubricant 중에 든 uranium 濃度を 計算한 結果 約  $15 \mu g / ml$ 의 濃도가 얻어졌다.

빈 면

## 参 考 文 献

1. L. Pasztor and J.D. Bode, Anal. Chem., 32, 277(1960).
2. E. Sudo and S. Ikeda, Japan Analyst, 17, 119 F (1968).
3. D.F. Boltz and J.A. Howell, Colorimetric Determination of Nonmetals, 2nd ed., Chapter 1, 1977
4. H. I. Schleisinger, H. C. Brown, D.L. Mayfield, and J.R. Gilbreath, J. Am. Chem. Soc., 75, 213(1953).
5. C.E. White, A. Weissler and D. Busker, Anal. Chem., 19, 802(194 F ) .
6. C. E. White and D.E. Hoffman, Anal. Chem., 29, 1105(1957)
7. J. C. Warf, W.D. Cline and R.D. Telebaugh, Anal. Chem., 26, 342(1954).
8. C. E. Plucinski, BNWL - 601, 1968.
9. L. G. Bruton, Anal. Chem., 43, 579(1971).
10. I.M. Kolthoff and P.J. Elving (ed), Treatise on Analytical Chemistry, Part II, Vol 7, P413 (1961).
11. The Merck Index, 9th ed., P74 (1976).
12. E. C. Bingham, Recent Developm. Ind. Pollut. Contr., Proc. Annu. Northeast Reg. Antipollut. Conf., 4th, 104(1971).
13. Jpn. Patent, 7235199(1972).
14. T. J. Crossley, Chem. Eng. Prog., 72, 81(1976).
15. U. S. Patent, 2823981(1956).

16. U. S. Patent, 3792153(1974).
17. U. S. Patent, 2707671(1955).
18. U. S. Patent, 2707670(1955).
19. W.K. Johnson and G. J. Schroepfer, J. Water Pollut. Contr.  
Feb., 86, 1015(1964).
20. C.W. Francis and M.W. Callahan, J. Environ. Qual., 4, 153  
( 1975) .
21. C .W. Francis and C.D. Malone, Prog. Water Tech., 8,  
687 ( 1977 ) .



安全措施 및 核燃料加工分析

---

1981年 3月 日 印刷  
1981年 3月 日 發行

發行人 車 宗 熙  
發行處 韓國 에너지研究所  
서울市道峰區孔陵洞170-2  
☎ (433) 2081 ~ 9

---

印刷所 株 新 進 商 事  
☎ 73-1344 74-1344

분수넘는 사치남비 우리살림 파탄온다