

KAERI/TR-3357/2007

소동 오염기기의 표면세정 방법연구

KAERI
2007. 02

한국원자력연구소

제 출 문

한국원자력연구소장 귀하

본 보고서를 [액체금속로설계기술개발] 과제중 "소듐기술개발"
과제의 【소듐 오염기기의 표면세정 방법연구】에 대한 기술보고서로
제출합니다.

2007. 02

주저자 : 김 종 만

공저자 : 최 병 해
: 정 지 영
: 최 종 현
: 김 병 호

요 약 문

소듐을 이용한 실험 장치는 다양한 기기들이 설치되어 운영된다. 이런 기기들은 형상과 구조 등이 다양하며 이에 대한 세정법도 기기의 재질, 구조와 재 활용 여부, 실험 조건 등에 따라 달라져야 한다. 특히, 재활용 기기의 세정은 기기에 손상이 생기지 않도록 적절한 방법과 조건을 찾는 것이 중요하다. 소듐 세정법에 관한 연구는 용매, 용매와 소듐의 반응에 의한 기기의 부식, 반응성 완화, 반응 생성물, 잔류 소듐 정도 및 폐액처리 등이 주요 연구 대상이다.

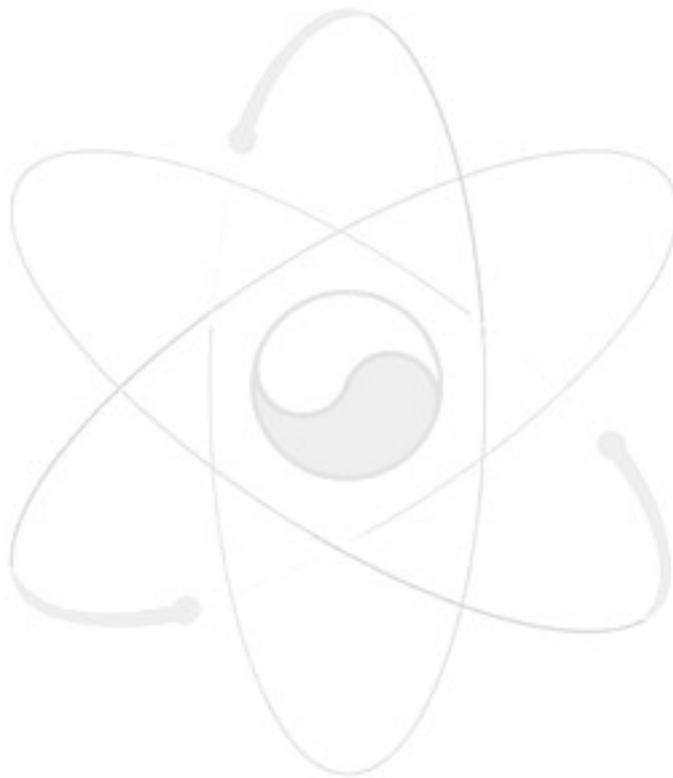
본 보고서는 실험이 완료된 소듐실험장치에서 제거한 불순물정화장치의 세정실험과 재활용기기(벨로즈밸브, 압력계 등)의 형상과 표면을 고려하여 별도의 세정용 시편을 제작하여 N_2 -steam 세정법과 CO_2 기포세정법을 이용한 세정실험 방법과 분석 결과 및 실험 장치에 관한 사항을 기술하였다.

SUMMARY

Sodium test facilities include various types of equipments of which have several shapes and structures. The methods used for cleaning sodium-contaminated equipment depend on the condition, materials, and types of equipment to be cleaned and whether the equipment is to be used. Especially the cleaning method and test condition must be compatible with equipment to be reused to avoid such things as heat or corrosion damage. Studies related to the cleaning agent, the corrosion of the equipment by the reaction of sodium with solvent, the reduction of reactivity, the presence of residual sodium, and the waste treatment are main activities for sodium cleaning.

The cleaning tests of the impurity purification devices dismantled from sodium test loop are performed. Another specimens containing the crevices correspondent to equipments to be reused (bellows valve, pressure gage and the like) are prepared and tested.

This report includes all aspects of cleaning devices and describes the cleaning methods by N_2 -steam and CO_2 bubbling, and their results.



목 차

제 1 장 서론	1
제 2 장 실험의 개요	2
제 3 장 실험장치의 구성 및 실험	3
3-1 실험장치의 구성	3
3-2 실험 및 데이터 측정	9
제 4 장 실험결과 및 고찰	16
부 록 1 실험장치 운전절차서	
참고문헌	

그림 목 차

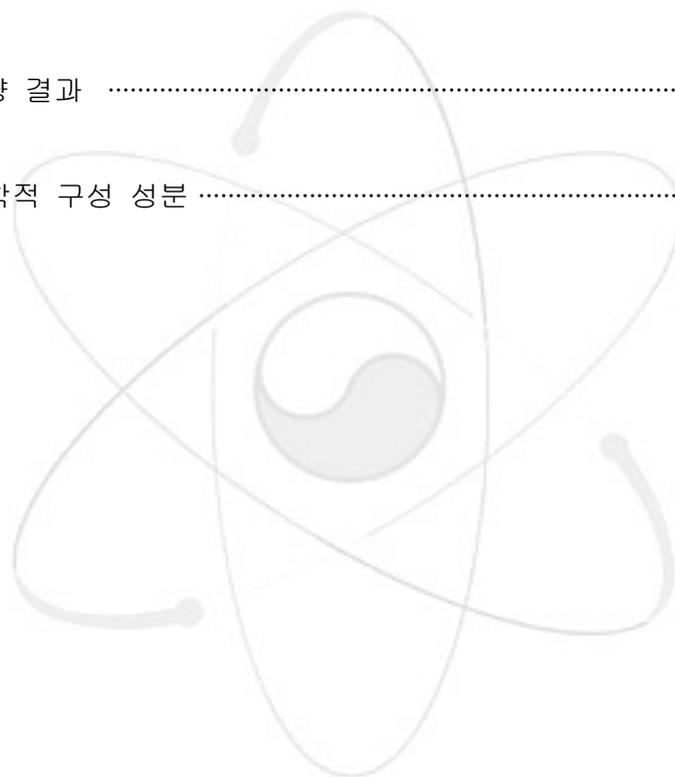
1. 실험장치의 공정도	3
2. 실험장치의 설치도	4
3. 실험부의 구조	5
4. 드레인 탱크 구성도	5
5. CO ₂ Gas Bubbler의 구조	6
6. 스팀발생기의 구조	6
7. 유량계의 구조	7
8. 스팀유량계의 구조	8
9. 수소측정장치의 구조	9
10. 세정전 불순물정화장치의 구조	10
11. 그림 11 세정용 불순물정화장치의 배관 구성도	11
12. 직육면체 시편의 구조와 규격	12
13. 평판형 및 파이프형 시편의 구조	13
14. 가공 후의 시편	14
15. 소듐과 반응 후 건조 시편	14

16. N_2 -steam 세정 완료 시편	15
17. CO_2 기포 세정 완료 시편	15
18. 스팀 주입량 및 수소생성량	16
19. 스팀 주입량 및 소듐제거량	17
20. 불순물정화기의 N_2 -steam 세정실험 결과	18
21. 세정 후 불순물정화장치 절단 사진	19
22. 불순물정화기 N_2 -steam 원소조성분석 결과	19
23. 직육면체 분석시편 Sample 위치	20
24. 마운팅이 완료된 시편	20
25. 직육면체 시편의 P1의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	23
26. 직육면체 시편의 P2의 원소조성분석 결과- N_2 -steam세정	24
27. 직육면체 시편의 P3의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	25
28. 직육면체 시편의 P4의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	26
29. 직육면체 시편의 P4-1의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	27
30. 직육면체 시편의 P5의 원소조성분석 결과- N_2 -steam세정	28
31. 직육면체 시편의 P5-1의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	29
32. 직육면체 시편의 P1의 원소조성분석 결과- CO_2 기포 세정	30

33. 직육면체 시편의 P4-1의 원소조성분석 결과- CO_2 기포 세정	31
34. 직육면체 시편의 P5-1의 원소조성분석 결과- CO_2 기포 세정	32
35. 평판 시편의 Sample 위치	33
36. 평판 시편의 P1의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	34
37. 평판 시편의 P2의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	35
38. 평판 시편의 P1의 원소조성분석 결과- CO_2 기포 세정	36
39. 파이프 시편의 분석위치	37
40. 파이프 시편의 P1의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	38
41. 파이프 시편의 P2의 원소조성분석 결과- N_2 -steam 세정	39
42. 파이프 시편의 P1의 원소조성분석 결과 CO_2 기포 세정	40
43. 파이프 시편의 P2의 원소조성분석 결과 CO_2 기포 세정	41
44. $Na-CO_2$ 반응생성물	42
45. $Na-CO_2$ 반응생성물 열분석결과	42
46. $Na-CO_2$ 반응생성물 원소조성분석 결과	43

표 목 차

1. 스팀발생기의 사양	7
2. 유량계의 사양	7
3. 수소농도별 출력신호	8
4. 시편의 배열	12
5. 시편 무게 계량 결과	13
6. STS304의 화학적 구성 성분	20



제 1 장 서 론

소듐은 다른 원소들과의 반응성이 높고 공기 중 산화나 연소, 물과의 접촉시 쉽게 반응하는 특성을 가지고 있다. 특히, 물과의 접촉 시 격렬한 반응에 의한 고온과 압력이 발생하여 세정시에도 많은 주의가 요구된다. 이러한 소듐의 특성을 고려한 세정법에는 크게 물리적 세정방법과 화학적 세정방법으로 구분되는데, 물리적 세정방법은 소듐을 융점 이상으로 가열하여 소듐을 제거하는 방법으로 이는 대기 중의 산소나 수분과 반응하여 발화의 가능성이 높고 시간이 많이 걸리는 단점 때문에 많이 활용되지는 않지만 복잡한 구조를 가진 기기의 세정에 활용된다. 화학적 세정방법은 소듐과 불활성 가스 이외의 여러 가지 물질과 반응시켜 잔류 소듐을 세정하는 방법이다. 이때 사용되는 대표적인 세정제는 물, 스팀, 알코올, 암모니아, CO_2 등이 있다. 세정 방법의 선정은 대상 기기의 특성과 재활용여부, 환경에 따라 달라진다.

소듐 오염기기의 표면세정은 소듐 환경에서 사용되는 여러 가지 기기들의 구조, 재료특성 등을 충분히 고려하여 세정방법을 결정하여야 한다.

제 2 장 실험의 개요

소듐 오염기기의 표면 세정연구는 소듐 오염기기의 재활용을 위한 소듐 세정 및 관련 제반 실험을 통하여 세정기술을 개발하여 재활용 기기의 안전하고 효율적인 처리와 이를 위한 세정기법/장치개발, 운용 조건의 최적화 등의 개발을 목적으로 하고 있다.

주요 연구내용을 보면,

- 소듐 오염기기의 표면 세정기술 개발
- 세정 후 잔류소듐 분석 및 제거방법 도출
- 소듐 오염 불순물정화장치 세정실험
- 재활용기기 손상방지방법 연구
- CO_2 기포세정법의 반응공정제어
- 소듐처리기술 개발
- Caustic 공정에서 반응성 완화연구
- 반응 특성 해석 및 처리조건의 최적화 등이 있다.

금번 실험은 N_2 -steam 세정법과 CO_2 기포세정법을 이용하여 불순물정화장치와 세정용 시편을 제작하여 실험을 하였으며, 실험에 따른 주요 사항은 아래와 같다.

- 반응기내 수소농도: 4%이내로 유지
- 장치의 구성 및 세정을 위한 불순물정화장치의 재설치시 문제점 등
- 건조증기 혹은 스팀 사용 선택

실험 완료 후 불순물정화기와 세정용 시편 등은 원소조성분석(SEM-EDX)분석을 하였고 CO_2 세정시 발생한 반응생성물은 원소조성분석(SEM-EDX)과, 열분석 기법을 이용하여 분석을 하였다.

제 3 장 실험장치의 구성 및 실험

3-1 실험장치의 구성

그림 1에 실험 장치의 공정도를 나타내었고, 그림 2에 장치의 설치도를 나타내었다. 주요 구성을 보면, 소듐세정제와 시편이 반응하는 실험부와 반응생성물의 저장을 위한 드레인 탱크가 있으며, 스팀을 공급하기 위한 스팀발생기, CO_2 세정시 이용되는 CO_2 Gas Bubbler, 스팀유량계, 가스유량계 등으로 구성되어 있다. 또한 실험부 내부의 반응가스중 수소를 측정하기 위한 수소측정장치와 가스공급시스템 및 데이터 수집 및 저장을 위한 DAS(Data Acquisition System) 등으로 구성되어 있다.

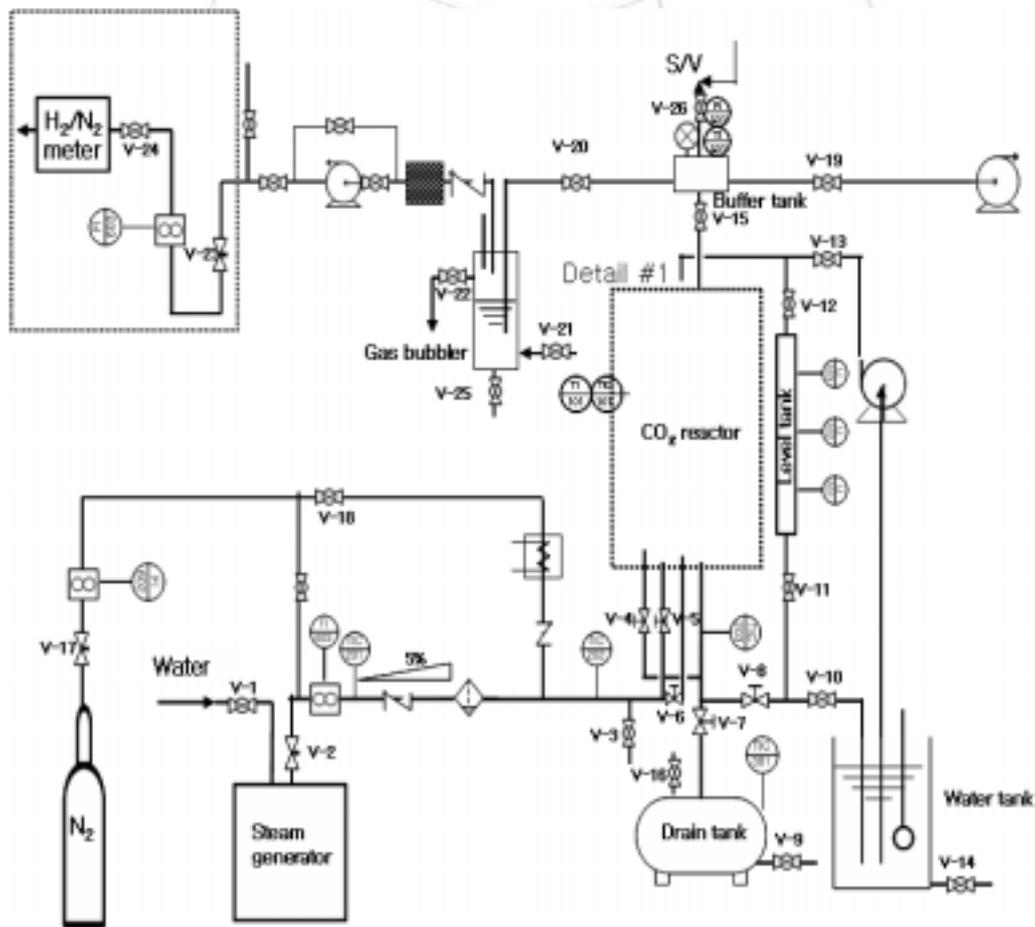


그림 1 실험장치의 공정도



그림 2 실험장치의 설치도

1. 실험부의 구성

실험부는 그림 3과 같으며 재질은 STS304로 규격은 $\varnothing 300 \times L600 \times T5$ 이며 하부에는 CO_2 Gas Bubbler와 연결되어 있다. 실험부는 소듐정제실험장치에서 제거한 불순물정화장치(Cold trap)와 세정용 시편을 세정할 수 있도록 구성하였으며, 내부에는 다공판을 설치하여 가스 인입과 반응생성물의 배출이 용이하도록 하였다.

2. 드레인 탱크

드레인 탱크는 재질은 STS 304로 규격은 $\varnothing 300 \times L400 \times T5$ 로서 그림 4와 같이 구성하였다. 드레인 탱크는 실험부에서 생성된 반응생성물을 저장하며 실험 종료 후 분리하여 저장된 용액은 별도로 처리할 수 있도록 하였다.

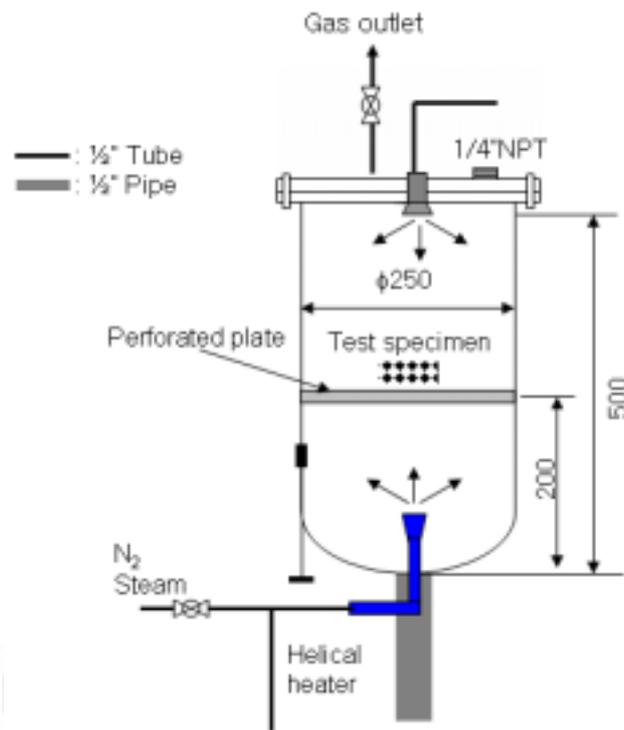


그림 3 실험부의 구조

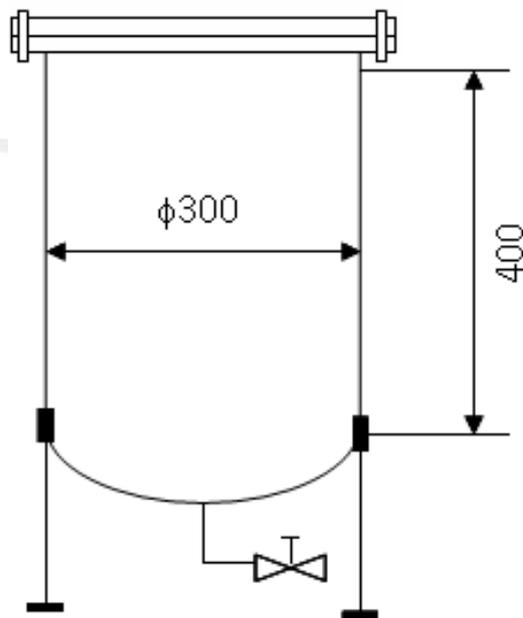


그림 4 드레인 탱크 구성도

3. CO₂ Gas Bubbler

CO₂ Gas Bubbler는 탱크 내부에 카트리지 히터(220V×2P×400w)가 설치되어 있고 온도 조절용 열전대, 수위인디케이터, 가스 배관 등으로 구성되어 있다. 그림 5는 CO₂ Gas Bubbler의 구조를 나타내었다. 내부에는 일정 수위의 물을 저장하고 하부에서 CO₂를 공급하면 물을 통해 CO₂가 기포 형태로 실험부로 공급된다.

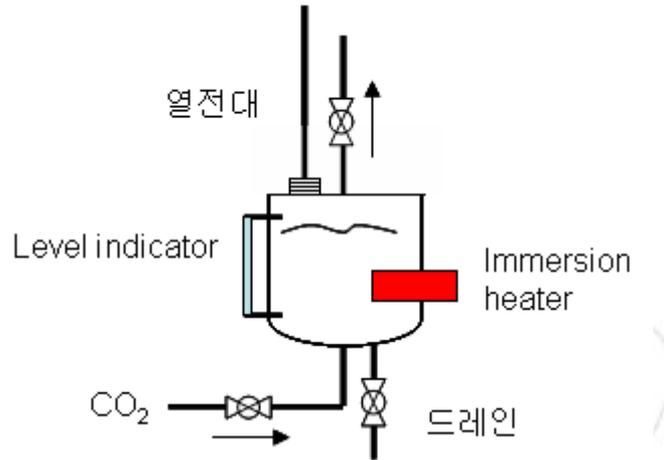


그림 5 CO₂ Gas Bubbler의 구조

4. 스팀발생기

스팀발생기는 그림 6과 같은 구조이며 사양은 표 1에 정리하였다.

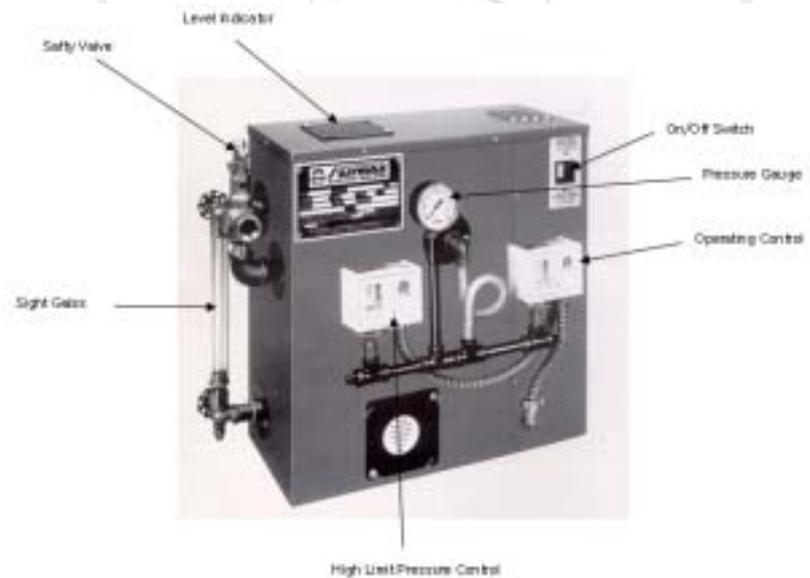


그림 6 스팀발생기의 구조

표 1 스팀발생기의 사양

모델	규격	전원	전류	허용압력
ALFA MBA 20	W690×Dep360×H890	3상 220VAC	48Amps	100psi

5. 가스유량계

유량계는 AALBORG사의 GFM77로서 유량계에 부착되어 있는 LCD를 통해 실제 유량을 확인할 수 있으며 이 유량은 0-5VDC 또는 4-20mA 출력 신호를 전송하며 전송된 신호는 DAS를 통해 컴퓨터에 저장된다. 그림 7은 유량계의 구조를, 표 2는 유량계의 사양을 정리하였다.

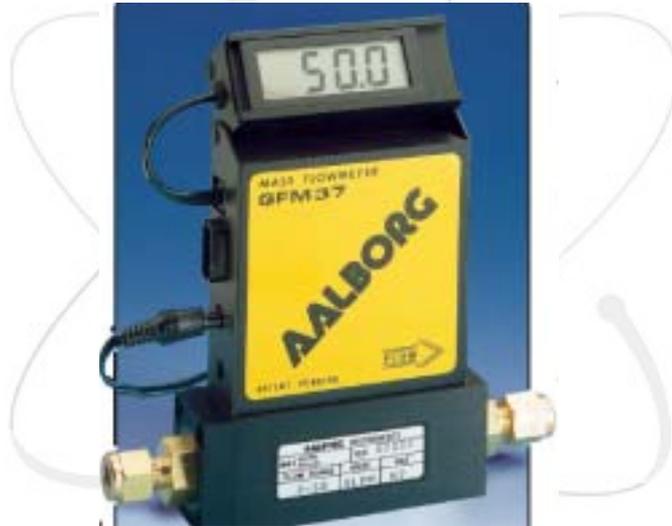


그림 7 유량계의 구조

표 2 유량계의 사양

Accuracy	±1.5% of full scale(온도:15-25℃, 압력:0.4-4.1bars)	
Repeatability	±0.5% of full scale	
Response time	약 2 second	
Output signal	0-5VDC(1000Ω). 4-20mA(250Ω)	
Gas pressure	1000psi(70bars) max, 20psi(1.4bars) optimum	
Connection	3/4" FNPT fitting	

6. 스팀유량계

스팀유량계는 그림 8과 같이 유량계와 인디케이터로 구성이 되어 있으며, 인디케이터에서는 순간 유량과 누적값을 확인할 수 있으며, 신호 출력은 4-20mA로 전송할 수 있으며 이 신호도 DAS를 통해 컴퓨터로 전송된다. 최대 유량은 0.6kg/min이다.



그림 8 스팀유량계의 구조

7. 수소측정장치

수소측정장치는 0-10%의 수소 농도를 측정하며 0%시 0VDC(4mA), 4% 시 0.4VDC(10.4mA), 10%시 1VDC(20mA)의 출력 신호를 송출한다. 그림 9에 장치의 구조를, 표 3에 수소농도별 출력신호를 나타내었다.

표3 수소농도별 출력신호

Percent Hydrogen	Voltage Signal Output (V dc)	Current Signal Output (mA dc)
0	0.0	4.0
1	0.1	5.6
2	0.2	7.2
3	0.3	8.8
4	0.4	10.4
5	0.5	12.0
6	0.6	13.6
7	0.7	15.2
8	0.8	16.8
9	0.9	18.4
10	1.0	20.0

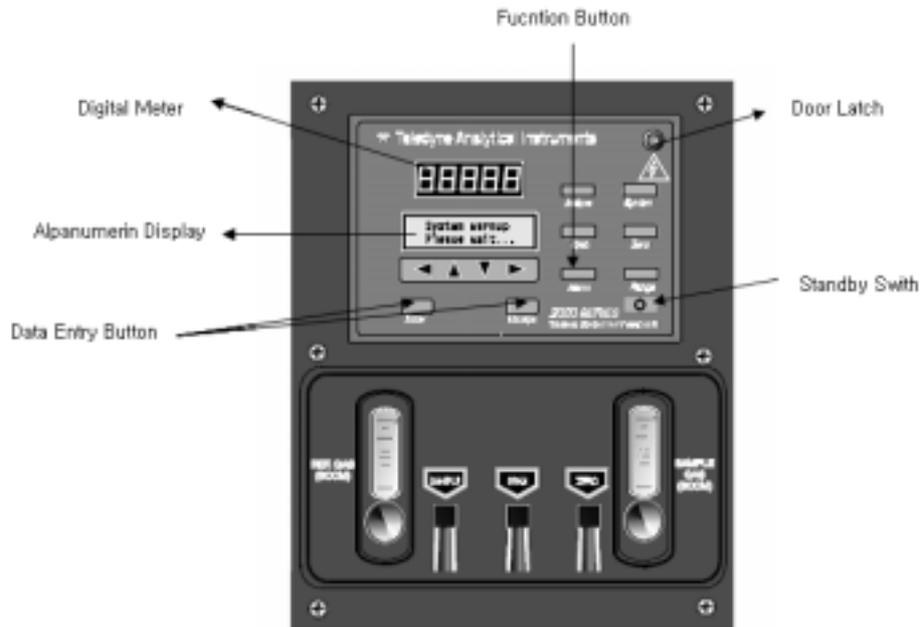


그림 9 수소 측정 장치의 구조

3-2 실험 및 데이터 측정

1. N_2 -steam 세정 실험

N_2 -steam 세정 실험은 기존 소독 실험 장치에서 운용하던 불순물 정화 장치 (Cold trap)의 세정과 세정용 시편 세정 실험을 각각 실시하였다. 불순물 정화 장치와 시편의 세정 방법은 같지만 구조가 다르기 때문에 불순물 정화 장치 세정 실험시는 실험부와 배관을 별도로 구성하여 실험을 하였다.

가. 불순물 정화 장치의 세정

기존 소독 정제 실험 장치에서 사용한 불순물 정화 장치는 $\text{Ø}550 \times 227 \text{mm} \times T5 \text{mm}$ 로 내부에는 Wire mesh가 설치되어 불순물을 필터링하도록 되어 있다. 재질은 STS304이며 내부의 잔존 소독량은 약 18kg 정도로 추정된다. 세정 전 불순물 정화 장치 내부의 소독 및 소독 산화물을 용융 상태로 배출하기 위해 불순물 정화 장치에 설치된 히터를 작동한다. 가열 후 용융된 소독은 드레인 탱크로 배출된다. 배출 후 고온(약 400°C)의 질소 가스를 불순물 정화 장치에 주입하여 미용용 소독과 잔존 소독을 배출한다. 이 작업이 완료가 된 후 본격적인 세정 실험을 수행하였다. N_2 -steam 혼합 가스는 온도를 170°C 정도로 유지하여 서서히 불순물 정화 장치에 주입

시킨다. 이때 혼합가스의 온도가 너무 낮으면 응축수나 수분내의 불순물 등으로 인하여 스팀 유량계의 미세관이 막힐 수 있으므로 온도 조절에 유의해야 한다. 혼합가스가 실험부로 유입되면 수소측정기의 수소농도와 질소 및 스팀의 유량을 점검하여 기록하고, 반응기의 온도와 압력을 기록한다. 이때 발생하는 수소의 농도가 4% 이상이 넘지 않도록 하여 안정된 분위기에서 실험을 수행하는 것이 중요한데 이는 수소 농도가 4% 이상이 되면 대기중 폭발 위험이 있기 때문이다.

그림 10에 세정전의 불순물정화장치의 구조를 나타내었다. 그림 11은 실험부에 장입한 후 하부에 가스와 스팀 공급 배관과 반응생성물의 드레인, 상부의 밴트관 등을 설치하여 세정 실험을 하기 위한 배관부 등을 재구성한 그림이다. 그림에서 보는 바와 같이 불순물정화장치 하부로 스팀을 공급하면 불순물정화장치 내부의 소듐과 반응하여 반응생성물($NaOH$, 불순물 등)은 불순물정화장치 하부의 배관을 통해 드레인 탱크에 저장된다. 실험시 스팀량을 적당량 조절하는 것이 중요한데 이는 스팀의 과다 주입시 급격한 반응을 통한 반응열과 압력의 급증, 열에 의한 재료의 손상 등의 우려가 있기 때문이다. 특히, 재활용기기의 세정시는 기기의 재료 표면이 손상되지 않도록 서서히 반응이 일어나도록 하여야 한다.



그림 10 세정 전 불순물정화장치의 구조

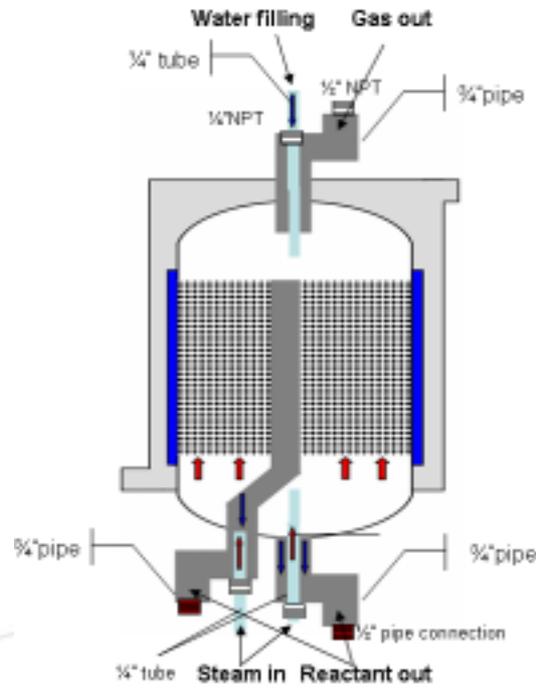


그림 11 세정용 불순물정화장치의 배관 구성도

나. 세정용 시편의 세정

세정용 시편은 직육면체 구조와 평판형, 파이프형 3가지 구조로 제작하였다. 시편은 현장에서 사용되는 기기들의 구조를 고려하였다. 직육면체의 규격은 30mm×30mm×100mm로 외부에 가공한 직선형 홈은 소동용 밸로우즈 밸브의 틈을 고려하여 가공을 하였으며, 원기둥 홈은 $\phi 0.5\text{mm}$, $\phi 1\text{mm}$, 깊이는 5mm, 3mm로 가공하였다. 평판형 시편은 70mm×70mm×5mm이며, 재질은 STS304를 사용하였다. 파이프 시편의 규격은 $\phi 25.4\text{mm}(\text{ID}) \times 100\text{mm}$, SCH40을 사용하였다. 직육면체 시편의 구조와 규격을 그림 12에, 시편의 배치를 표 4에 표시하였다. 평판형과 파이프형 시편의 구조와 규격을 그림 13에 나타내었다.

세정용 시편의 세정실험을 위하여 그림 3의 실험부 내부의 다공판 위에 세정용 시편을 배치하고, 실험부 하부 노즐을 통하여 수증기를 공급한다. 공급된 수증기와 가스는 다공판의 구멍에 놓여진 오염 시편의 소동과 반응한다. 실험부 내부에서 발생한 반응생성물은 실험부의 하부를 통해 드레인 탱크로 저장되도록 하였다. 시편은 가공 직후와 소동 침윤 후의 순수 소동량, 세정 후의 무게를 각각 계량하여 무게 변화를 측정하였다. 표 5는 시편의 무게 계량 결과를 나타내었다.

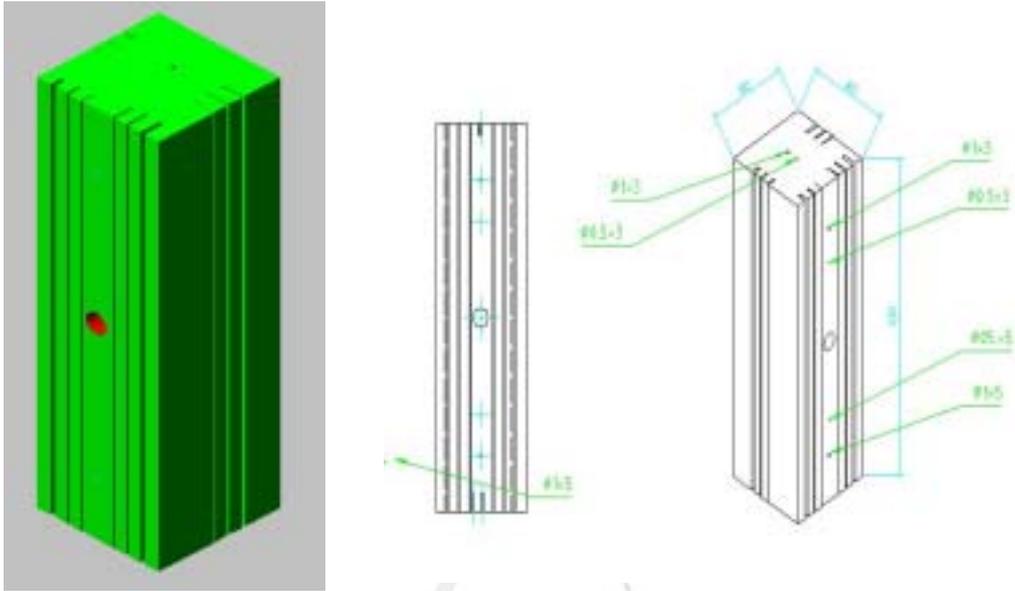


그림 12 직육면체 시편의 구조와 규격

표 4 시편의 배열

위치	Depth(mm)	Wide(mm)	Length(mm)	Diameter(mm)	
Top	3	0.3			
		0.5			
		1			
	5	0.3			
		0.5			
		1			
	3				1
					0.5
					1
5				0.5	
	3	0.3	100		
		0.5	100		
1		100			
Right	5	0.3	100		
		0.5	100		
		1	100		
Upper	3			1	
				0.5	
Bottom	5			1	
				0.5	

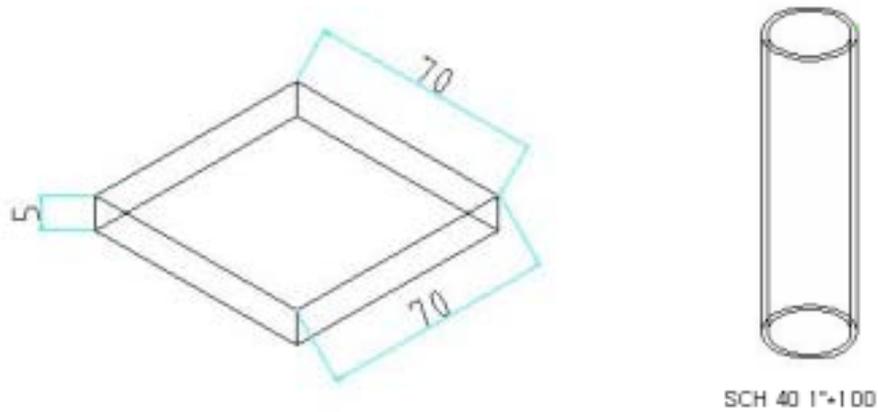


그림 13 평판형 및 파이프형 시편의 구조

표 5 시편 무게 계량 결과

시편명 및 번호		가공 후 (g)	소듐침윤 후 (g)	증가량 (g)	세정 후 무게 (g)	비고
평판형	No 1	194.1	199.6	+5.5	194.1	질소-스팀 세정
	No 2	192.8	193.6	+0.8	192.8	CO ₂ -80℃
	No 3	195	198.6	+3.6	199.2	CO ₂ -40℃
	No 4	194.6				Spare
직육면체	No 1	679.4				Spare
	No 2	680	685.8	+5.8	680	질소-스팀 세정
	No 3	679.7	682.6	+2.9	681.3	CO ₂ -80℃
	No 4	680.3	684.2	+3.9	681.5	CO ₂ -40℃
파이프	No 1	164.6	167	+2.6	165.3	질소-스팀 세정
	No 2	165	165.6	+0.6	165.3	CO ₂ -80℃
Na-CO ₂ 반응생성물 샘플량	1				1g	Na-CO ₂ -80
	2				0.6g	Na-CO ₂ -80

그림 14에 가공 후의 시편 모습을 나타내었으며, 시편 중앙의 나사 구멍은 시편 고정 및 취급시 필요한 손잡이를 고정하는 고정구이다. 그림 15에 소듐과 반응한 후 건조된 시편을, 그림 16에 N₂-steam 세정이 완료된 시편을 나타내었다.

실험 시작 전 가공한 시편은 무게 계량 후 소듐용융조에 약 3시간 정도 침윤시켜서 용융조에서 제거하여 건조시킨 후 소듐 침윤 전후의 무게를 측정하여 소듐량을 확인하였다. 소듐량은 시편별로 다르며, 최소 약 0.6g, 최대 약 5.8g 정도로 측정되었다.



그림 14 가공 후의 시편



그림 15 소듐 침윤 후 건조 시편



그림 16 N_2 -steam 세정 완료 시편

2. CO_2 기포 세정 실험

CO_2 기포 세정 실험은 CO_2 가스가 습윤 상태가 되도록 bubbling tank에서 기포화시켜 실험부 하부를 통해 공급하여 수행하였다. CO_2 기포 세정 실험은 구조와 방법은 N_2 -steam 세정 방법과 동일하다. CO_2 기포 세정 실험의 시편은 N_2 -steam 실험시 사용한 시편과 동일한 구조와 규격의 시편을 사용하였다. CO_2 기포 실험은 Gas bubbler의 기포 온도를 조절하여 40℃, 80℃ 2개 조건과 유량(65l/min)의 1개 조건으로 실시하였다. 그림 17은 CO_2 세정 후의 시편을 나타내었다. 그림에서 보듯이 $Na-CO_2$ 반응 생성물이 시편 표면에 생성되었는데, 이는 $NaCO_3$ 를 비롯한 부산물이며 육안 관찰 결과 잔류 소듐은 보이지 않았다.



그림 17 CO_2 기포세정 완료 시편

제 4 장 실험 결과 및 고찰

소듐에 오염된 기기의 세정 방법은 기기의 유형, 장치의 특성, 기기나 장치의 재활용 여부에 따라 조건을 달리해야 한다. 실험 결과를 세정대상물과 세정 방법에 따라 정리하면 아래와 같다.

1. 불순물정화기의 세정 결과

그림 18은 불순물정화장치 세정실험에 따른 스팀 주입량과 소듐-스팀 반응에 의한 수소생성량 및 반응 시간을 나타내었다. 그림 19와 20에서 보듯이 스팀의 증가에 따라 수소생성량이 증가함을 확인할 수 있는데 이는 스팀 주입량에 따라 반응 정도가 변화함을 의미한다. 초기 스팀 공급 시에는 격렬한 반응을 보이다가 시간이 경과할수록 서서히 반응하여 시간이 경과하면 반응 정도가 미미함을 알 수 있다.

그림 20은 질소와 스팀의 주입 정도에 따른 수소발생량을 나타내었는데 질소와 스팀의 유량을 증가시키면 수소발생량이 증가하고 질소와 스팀의 유량을 감소시키면 수소발생량도 전체적으로 감소됨을 알 수 있다. 또한 질소와 스팀의 유량에 따라 반응시의 온도와 압력이 변화함을 알 수 있다. 질소와 스팀의 유량을 증가하면 실험부 내부에서 반응정도가 심해지고 이에 따라 실험부 내부의 온도와 압력이 동반 상승하며, 유량을 감소시키면 온도와 압력이 동반 하락함을 보여주고 있다. 온도와 압력의 상승은 재활용 기기의 재료 표면에 물리적인 변화를 초래할 수 있는 직접적인 요인이 되는데 실험시에는 이를 고려하여 질소와 스팀의 유량을 적당히 조절하여 실험부 내부의 온도와 압력에 의한 재료 손상이 생기지 않도록 적정점을 찾는 것이 중요하다.

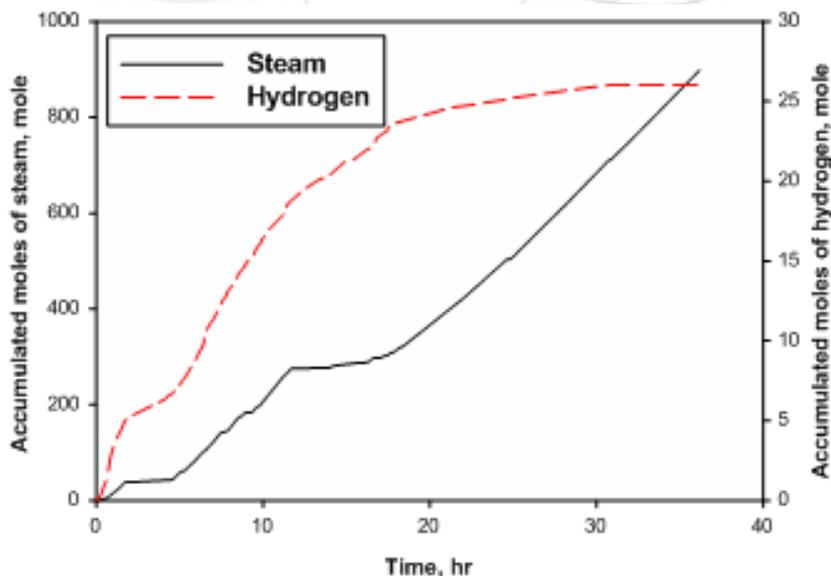


그림 18 스팀 주입량 및 수소생성량

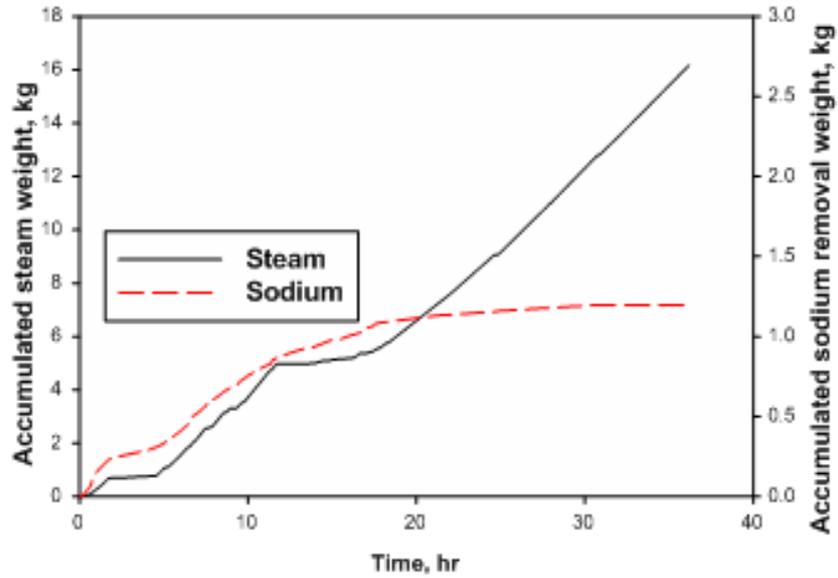


그림 19 스팀 주입량 및 소듐제거량

그림 21은 세정 후의 불순물정화장치를 분석하기 위하여 절단한 내부의 구조를 보여주고 있다. 그림 22는 불순물정화장치의 분석 결과를 나타내었는데 분석 결과를 보면 C, O, Mg, Cr, Mn, Fe, Ni 등과 미량의 Si가 확인되었다. 또한 용기내부의 미반응 소듐이 미량 확인되었는데 이는 용접부의 갭(gap)이나 Wire mesh의 틈에 미량의 소듐이 잔류하고 있는 것으로 확인되었다. 이는 용기의 구조나 특성을 충분히 고려한 세정이 필요함을 의미한다.

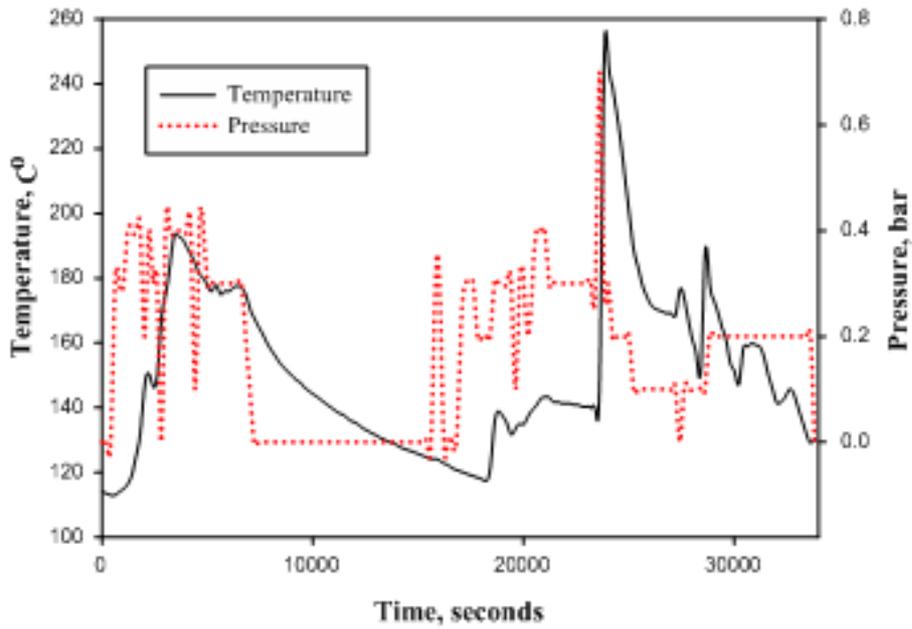
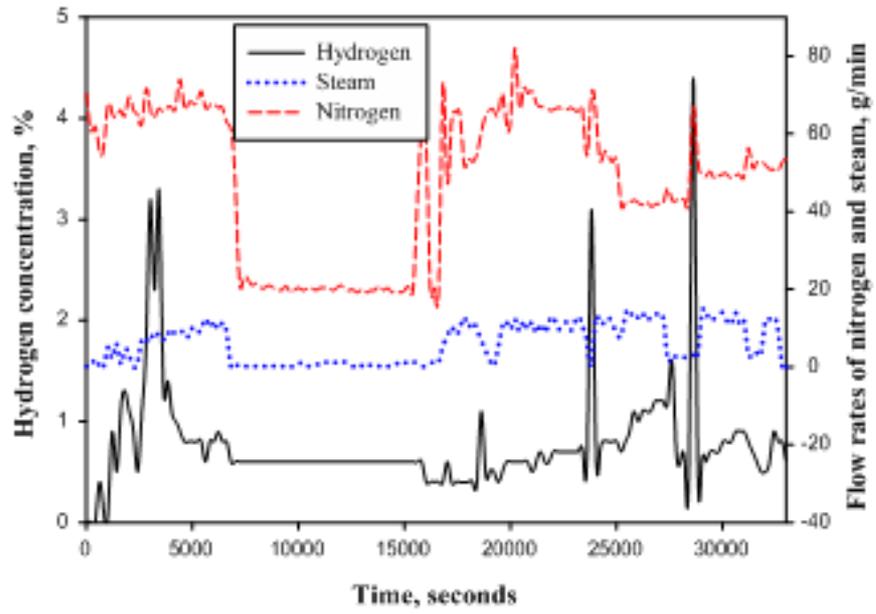


그림 20 불순물정화기의 N_2 -steam 세정실험 결과

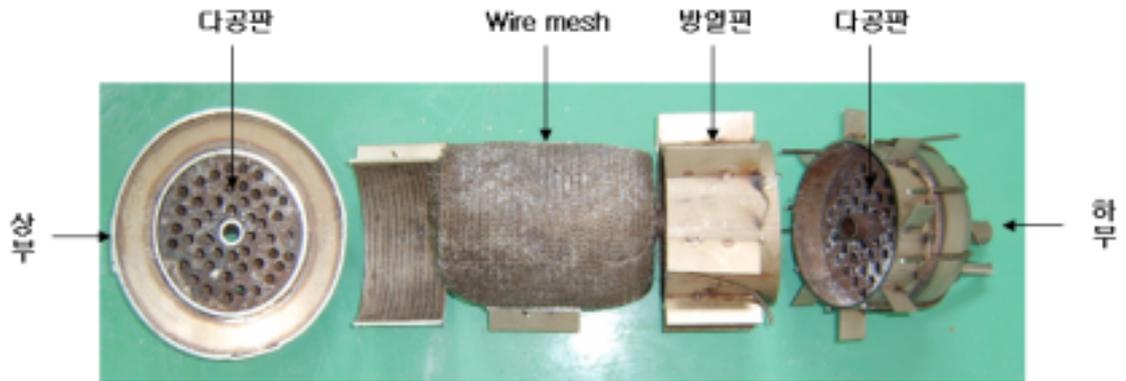


그림 21 세정 후 불순물정화장치 절단 사진

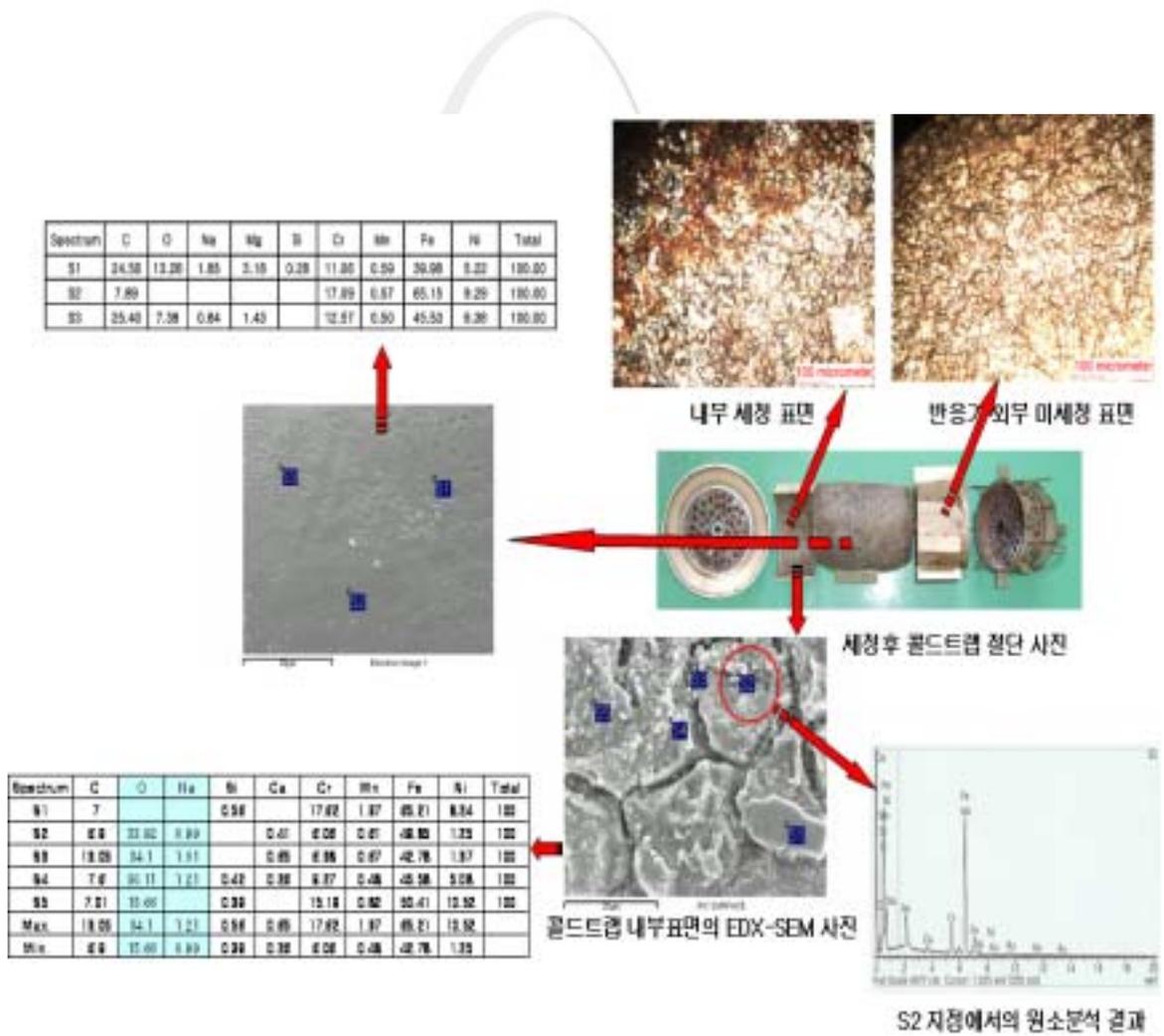


그림 22 N₂-steam 원소조성분석 결과

2. 세정용 시편의 세정 결과

세정용 시편의 재질은 가장 일반적인 강종인 STS304로서 다량의 Ni함유로 Cr계보다 뛰어난 내식, 내열, 저온인성을 가지고 성형가공성과 용접성이 양호하다. 열처리로는 경화되지 않으며 자성은 없는 것으로 알려져 있다. 표 6에 화학적 구성 성분을 나타내었다.

표 6 STS304의 화학적 구성 성분

구분	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
STS304	≤0.08	≤1	≤2	≤0.04	≤0.03	8-11	18-20

가. 직육면체 시편의 세정 결과

직육면체 시편은 그림 23과 같이 분석을 위해 부분별로 절단하여 분석 위치를 나타내었다. 절단된 시편은 마운팅 및 폴리싱(Polishing, $3\mu\text{m}$ - $0.25\mu\text{m}$, 그림 24)을 하였으며 분석 전 골드코팅을 하였다. 분석 전 사전 작업은 동일한 방법으로 모든 세정용 시편에 반복적으로 실시하여 시편을 완성하였다. 시편의 분석은 그림 23에서 보듯이 N_2 -steam 실험의 경우 7개소, CO_2 기포 실험의 경우 3개소에 대해 원소조성분석(SEM-EDX)을 실시하였다.

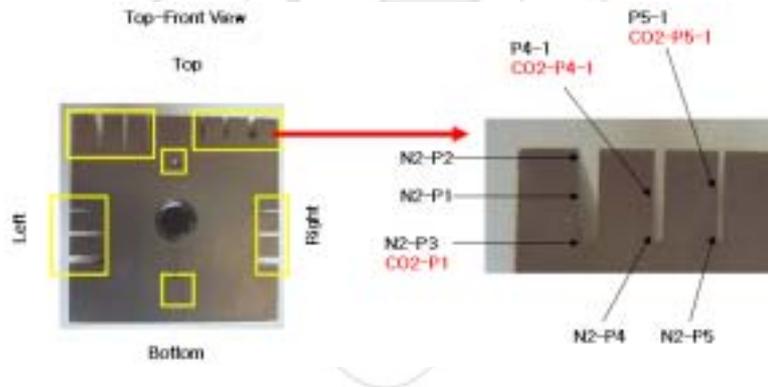


그림 23 직육면체 분석시편 Sample 위치



그림 24 마운팅 및 폴리싱이 완료된 시편

그림 25~31은 직육면체 시편에 대한 N_2 -steam 세정의 분석결과를, 그림 32~34는 CO_2 기포 세정결과를 위치별로 나타내었다.

육면체 시편의 N_2 -steam 세정 후 분석결과를 보면, 대부분의 분석위치에서 Cr, Mn, Fe, Ni 외에 산소가 검출되었다. 이러한 산소의 존재는 $NaOH$ 에 의한 산화부식현상에 기인한 것으로 보인다. 또한 P1, P2, P3, P4, P4-1, P5, P5-1에서 각각 산소가 검출되었는데, 이는 시편의 소듐과 증기와의 반응 생성물인 $NaOH$ 가 crevice표면을 산화 부식시킨 것으로 볼 수 있다. 소듐과 공기(산소)와의 반응에 의해 생성되는 주요 물질과 특성을 보면 아래와 같다.

1) 공기(산소)와의 반응

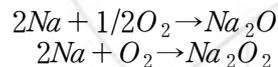
소듐은 공기 중의 산소와 반응하여 아래와 같이 산화소듐(Na_2O)과 과산화소듐(Na_2O_2)을 생성시킨다.

① Na_2O (Sodium monoxide)

Na_2O 는 $250^\circ C$ 이하에서 소듐과 산소와의 산화반응에 의해 형성된다.

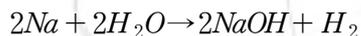
② Na_2O_2 (Sodium peroxide)

Na_2O_2 는 Na_2O 와 O_2 로 분해된다.



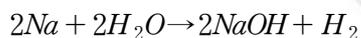
2) 물과의 반응

상온의 소듐은 물과 접촉하면 격렬한 반응을 일으키며 이때, 수산화소듐($NaOH$)을 생성한다.



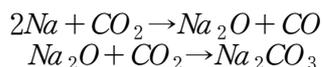
3) 수증기와의 반응

수증기와의 반응은 물과의 반응처럼 격렬한 반응은 없지만 반응생성물은 물과 동일하다.



4) 탄산가스와의 반응

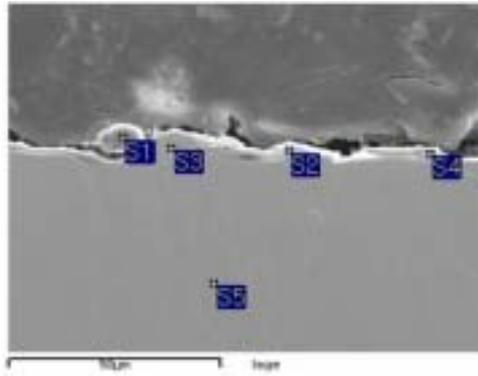
소듐과 탄산가스의 반응은 산화소듐(Na_2O)과 일산화탄소(CO) 등이 생성된다.



직육면체 시편에 대한 N_2 -steam 세정 결과 산소의 발생 정도는 측정 지점에 따라 다소 차이가 있지만 최소 2.55%, 최대 78.59% 정도가 검출되었다. 이는 측정지점 7개소가 유사한 경향을 보이는 것으로 나타났으며 측정 지점별로 검출량의 차이는 측정 시편의 소듐량에 따라 반응정도가 다르기 때문으로 추정된다.

육면체 시편의 CO_2 기포 세정 결과는 그림 33~35에 나타내었다. 그림에서 보듯이 Cr, Mn, Fe, Ni 등의 STS316의 구성 성분이 유사한 정도로 측정되었고, 거의 모든 분석위치에서 잔류소듐이나 부식현상은 볼 수 없었다. 즉, Na_2CO_3 의 생성으로 인하여 세정표면의 재질 약화를 방지한 것으로 보인다. P5-1에서도 산소가 측정되었는데 이는 위에서 언급한 바와 같이 소듐이 습윤의 CO_2 중 수분과 반응한 후 반응생물인 NaOH 가 CO_2 가 반응하여 재질에 안전한 형태의 Na_2CO_3 가 생성된 물질에서 비롯된 것으로 추정된다.

육면체 시편의 세정 결과를 종합해 보면, N_2 -steam 세정의 경우 분석지점 전반에서 산소가 측정되었고 잔류 소듐은 측정되지 않았다. 이는 소듐과 수증기의 반응에 의해 시편의 소듐이 세정되었음을 의미한다. CO_2 세정의 경우에는 잔류 소듐과 산소는 거의 검출되지 않았다. CO_2 기포세정기법과 N_2 -steam 세정기법의 특성을 비교한 결과, N_2 -steam 세정실험에서는 재질 부식현상을 볼 수 있었지만, CO_2 기포세정 실험에서는 재질의 손상이 없었다. N_2 -steam 세정기법은 소듐에 오염된 기기로부터 소듐을 신속하게 처리하는데 유리한 반면에, CO_2 기포세정기법은 재활용하고자 하는 기기의 세정에 유리함을 확인하였다.



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	53.82			46.18		100.00
S2	43.79	10.62		41.35	4.25	100.00
S3		19.69	1.45	70.35	8.32	100.00
S4	15.99	17.02		60.21	6.78	100.00
S5		20.25	1.04	70.92	7.79	100.00
Max.	53.82	20.25	1.45	70.92	8.32	
Min.	15.99	10.62	1.04	41.35	4.25	

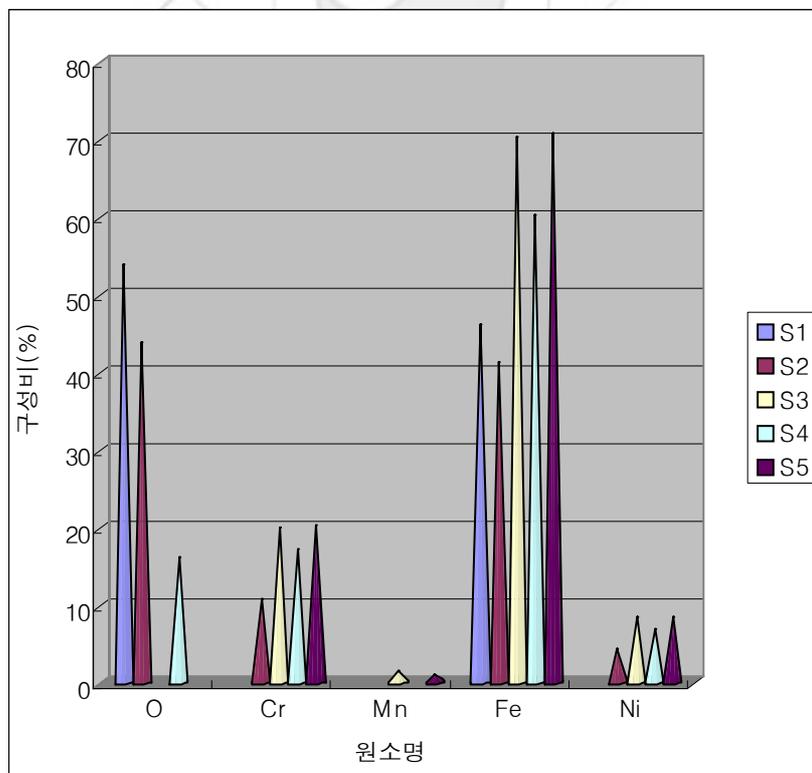
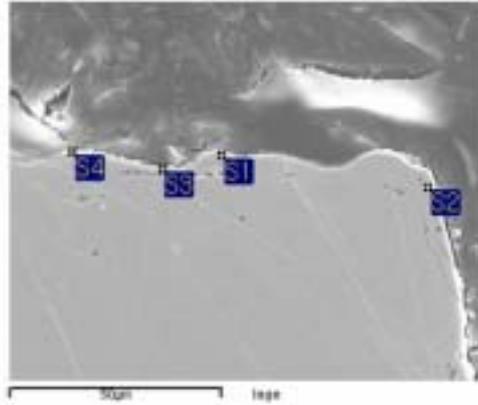


그림 25 직육면체 시편 P1의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	2.55	18.49	1.40	69.32	8.25	100.00
S2		19.79	1.29	71.33	7.60	100.00
S3	5.47	18.33	0.93	67.95	7.32	100.00
S4	31.37	12.66	1.03	49.60	5.14	100.00
Max.	31.37	19.79	1.40	71.33	8.25	
Min.	2.55	12.66	0.93	49.60	5.14	

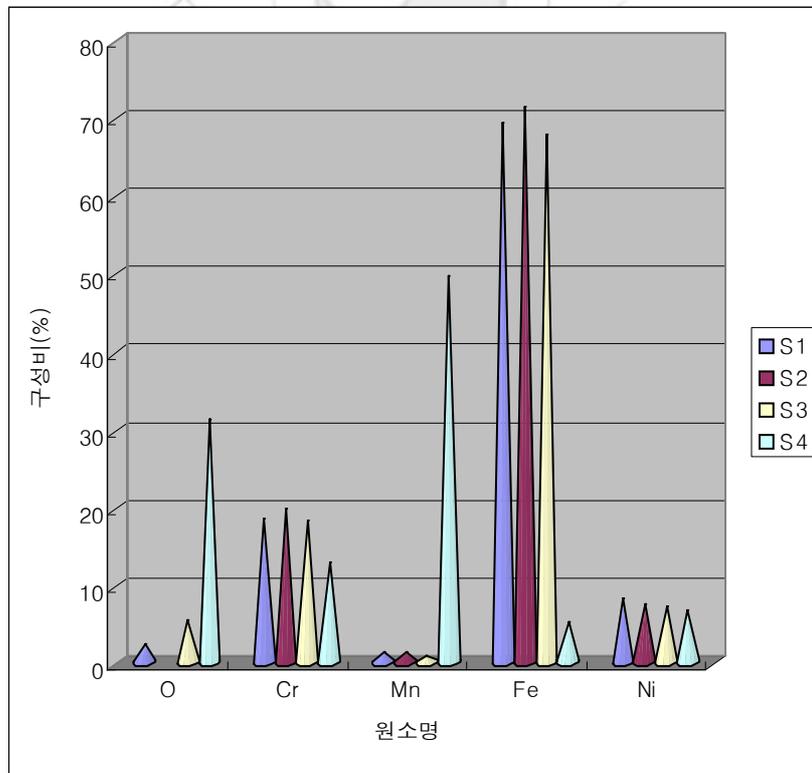
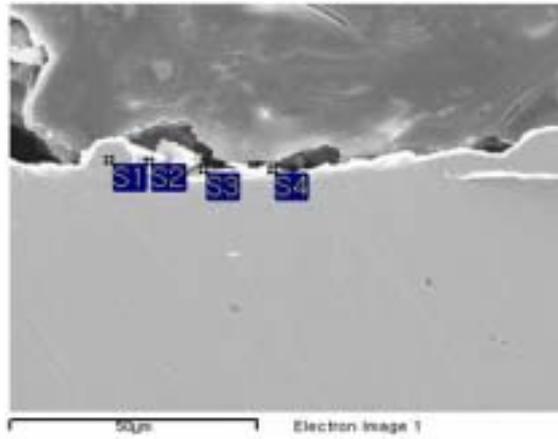


그림 26 직육면체 시편 P2의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1		19.87	1.34	70.91	7.88	100.00
S2	64.94	7.22		27.84		100.00
S3	57.50	8.49		31.47	2.54	100.00
S4	76.77	4.21	0.53	17.16	1.34	100.00
Max.	76.77	19.87	1.34	70.91	7.88	
Min.	57.50	4.21	0.53	17.16	1.34	

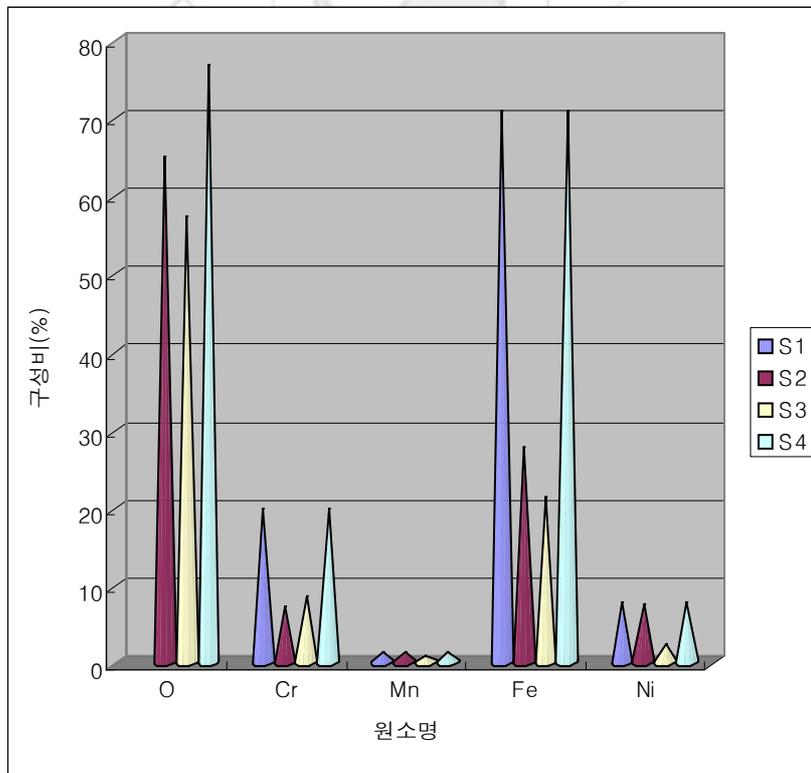
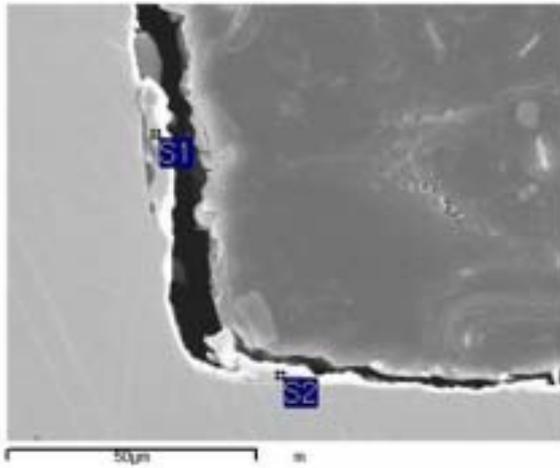


그림 27 직육면체 시편 P3의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1		19.56	1.08	71.50	7.86	100.00
S2	66.50	5.67		26.00	1.83	100.00
Max.	66.50	19.56	1.08	71.50	7.86	
Min.	66.50	5.67	1.08	26.00	1.83	

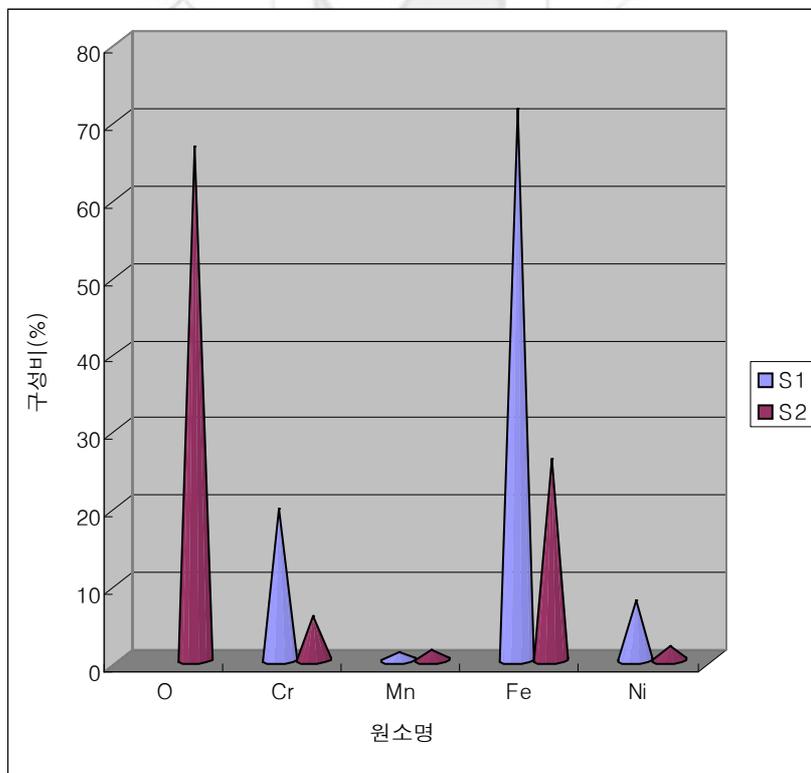
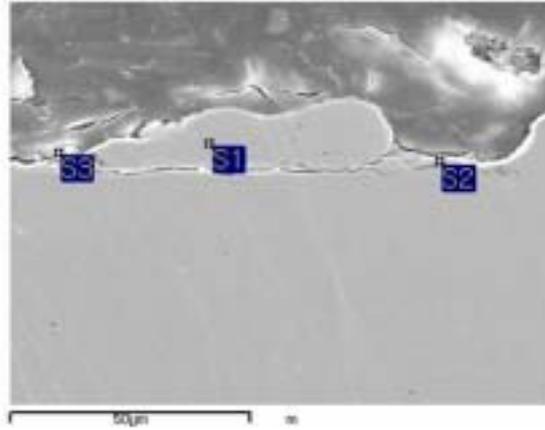


그림 28 직육면체 시편 P4의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1		19.65	1.56	70.69	8.10	100.00
S2	6.11	16.03	1.28	68.38	8.20	100.00
S3	78.59	3.39		18.03		100.00
Max.	78.59	19.65	1.56	70.69	8.20	
Min.	6.11	3.39	1.28	18.03	8.10	

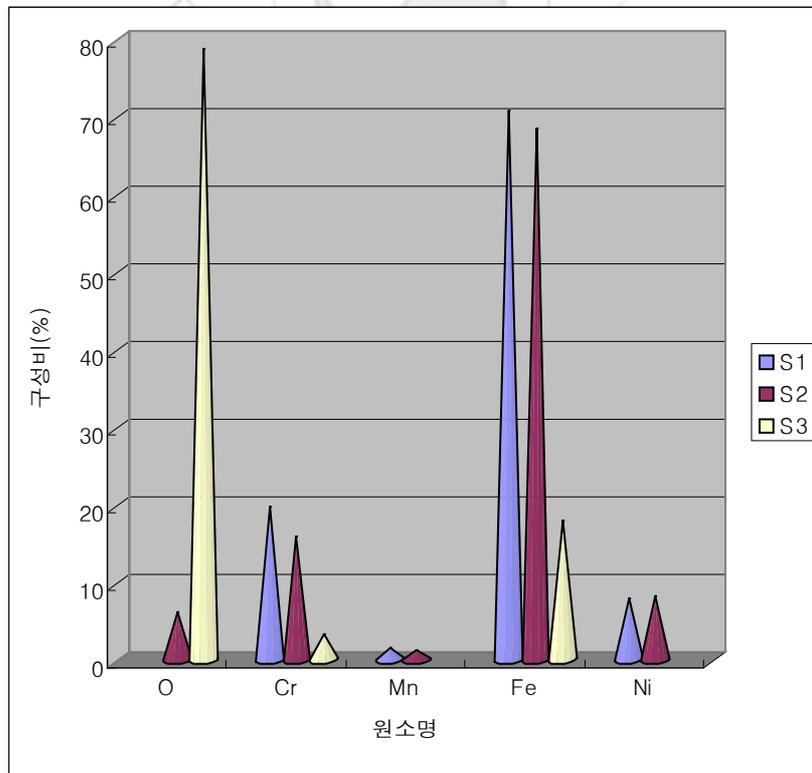
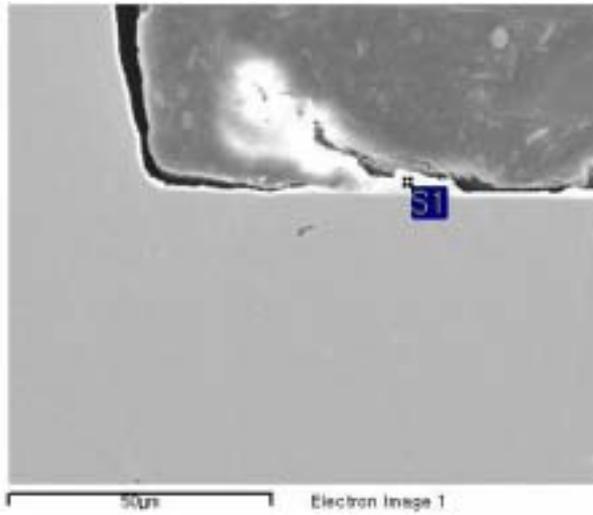


그림 29 직육면체 시편 P4-1의 원소조성분석 결과- N₂-steam 세정



Spectrum	O	Cr	Fe	Ni	Total
S1	77.60	3.75	17.16	1.50	100.00
Max.	77.60	3.75	17.16	1.50	
Min.	77.60	3.75	17.16	1.50	

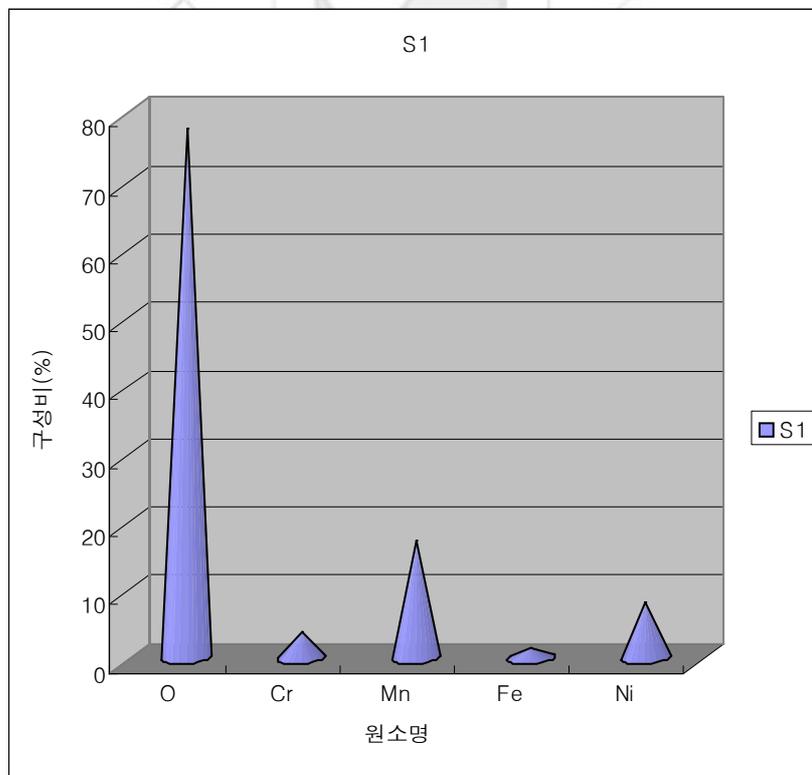
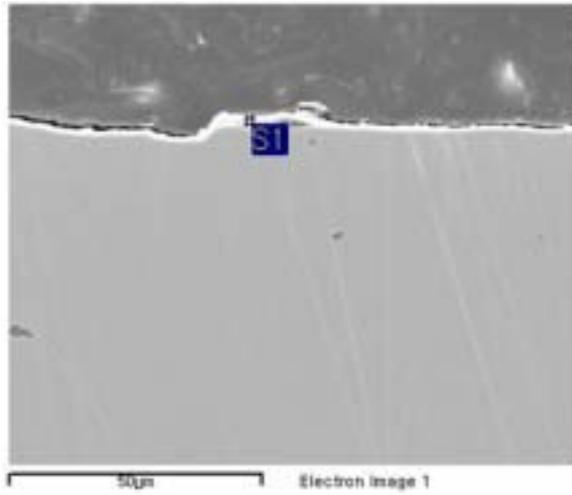


그림 30 직육면체 시편 P5의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	43.79	11.49	1.16	40.31	3.24	100.00
Max.	43.79	11.49	1.16	40.31	3.24	
Min.	43.79	11.49	1.16	40.31	3.24	

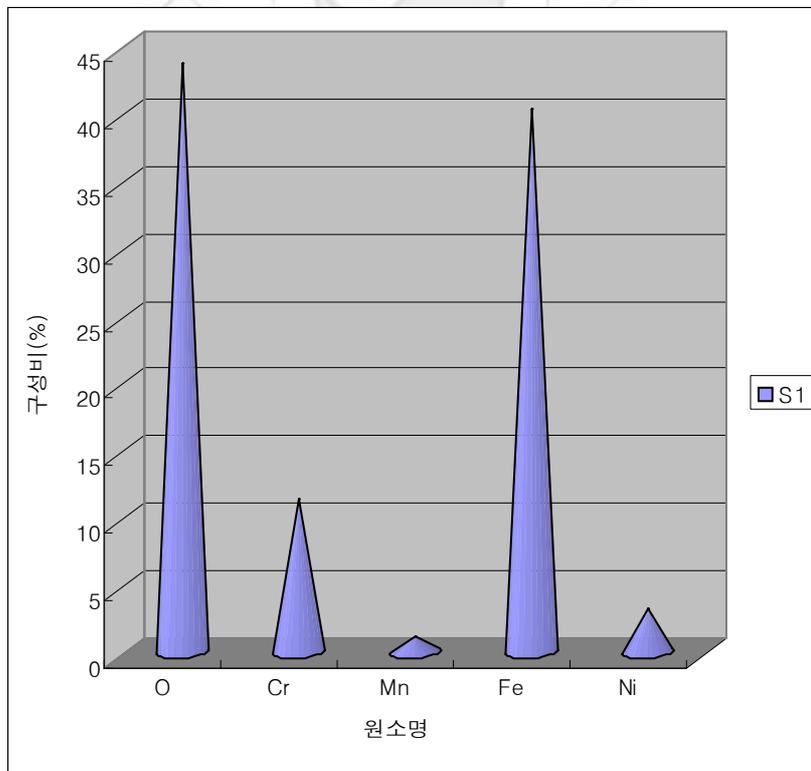
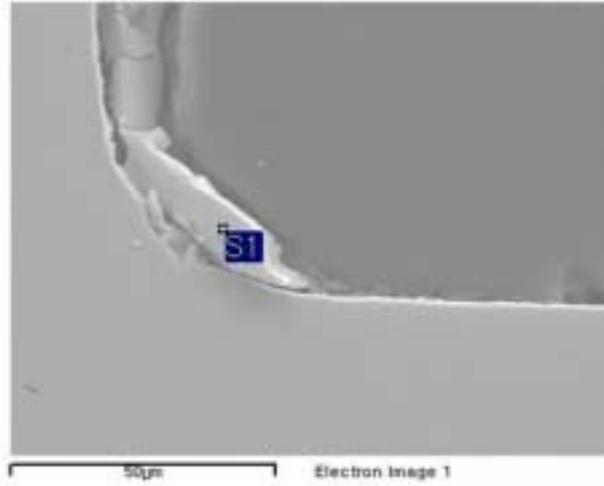


그림 31 직육면체 시편 P5-1의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	20,25	1,49	71,04	7,22	100,00
Max.	20,25	1,49	71,04	7,22	
Min.	20,25	1,49	71,04	7,22	

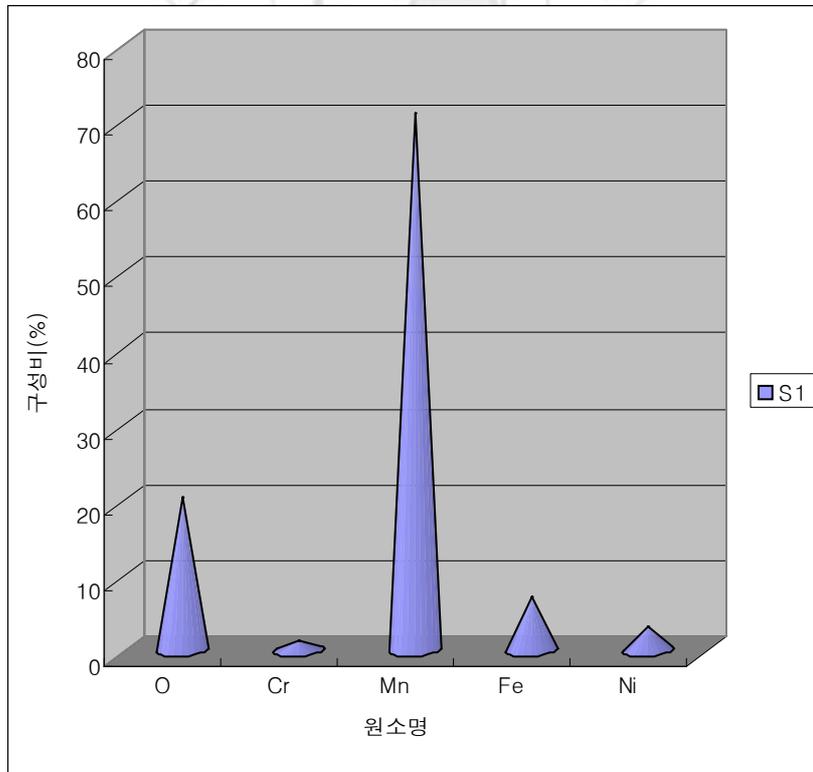
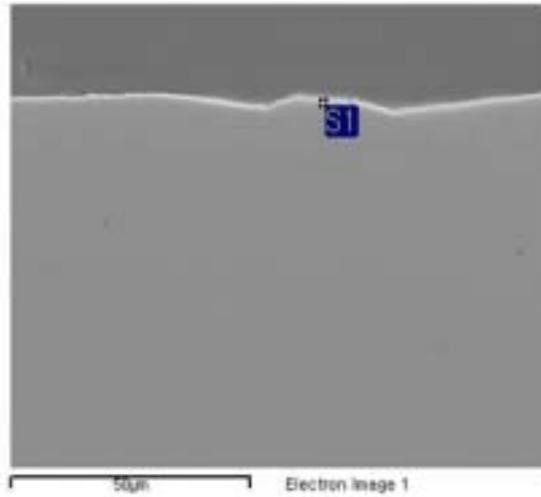


그림 32 직육면체 시편 P1의 원소조성분석결과- CO₂ 기포 세정



Spectrum	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	20.38	1.57	70.31	7.73	100.00
Max.	20.38	1.57	70.31	7.73	
Min.	20.38	1.57	70.31	7.73	

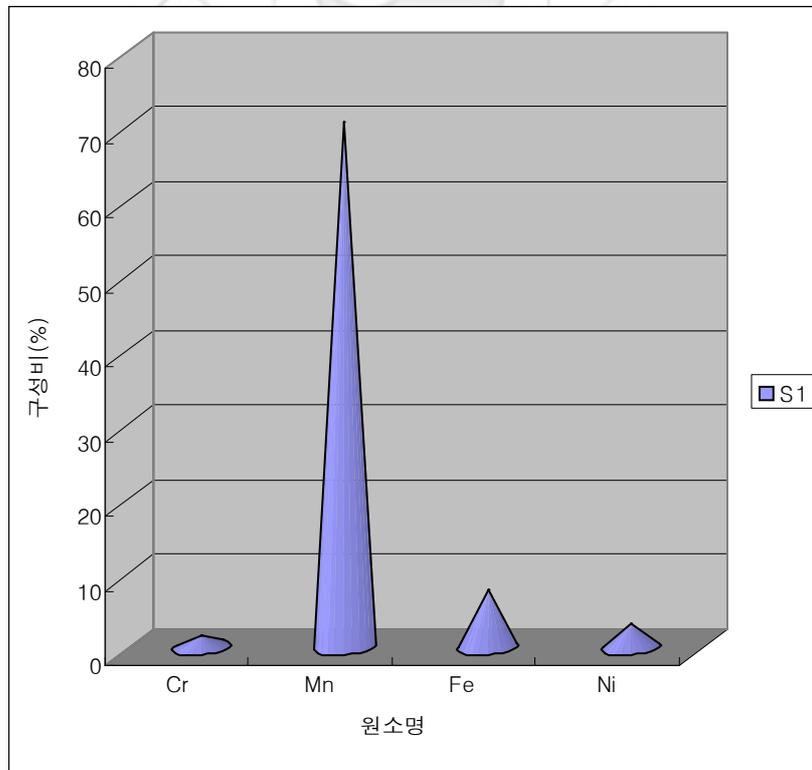
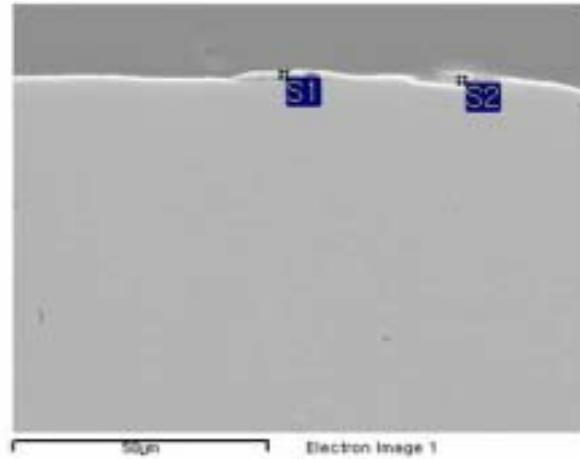


그림 33 직육면체 시편 P4-1의 원소조성분석결과- CO₂ 기포 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	7.52	17.89	1.41	65.25	7.94	100.00
S2		20.28	1.06	71.12	7.55	100.00
Max.	7.52	20.28	1.41	71.12	7.94	
Min.	7.52	17.89	1.06	65.25	7.55	

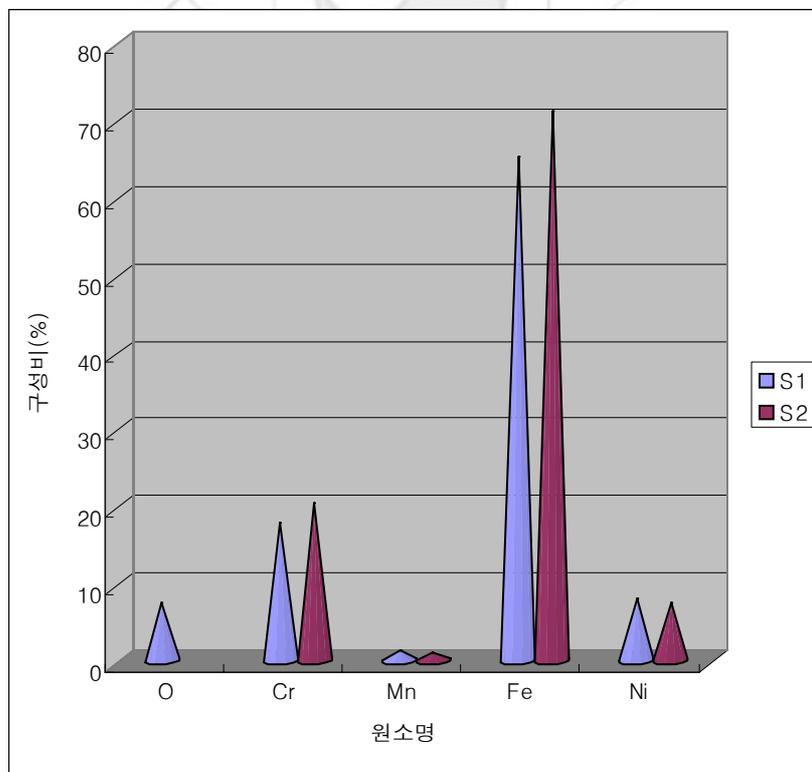


그림 34 직육면체 시편 P5-1의 원소조성분석결과 - CO₂ 기포 세정

나. 평판 시편의 세정 결과

평판 시편 역시 직육면체와 같은 방법으로 N_2 -steam 세정실험 결과 2개소, CO_2 기포 실험 결과 1개소를 원소조성분석을 실시하였다. 그림 35는 시편의 분석위치를 나타내었다.

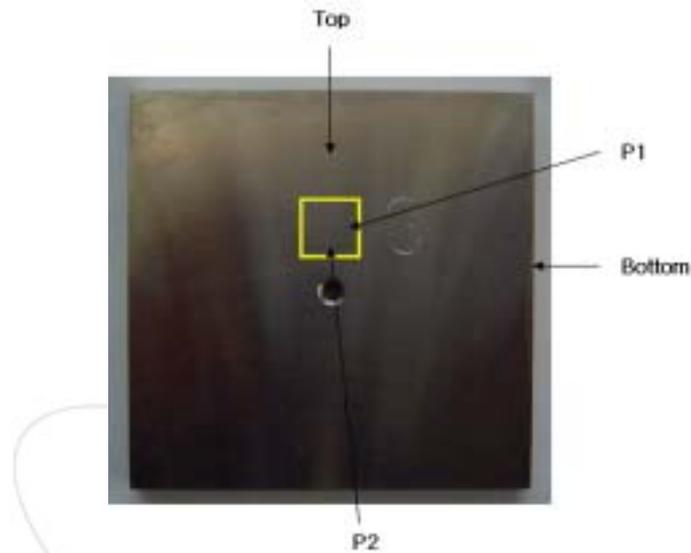
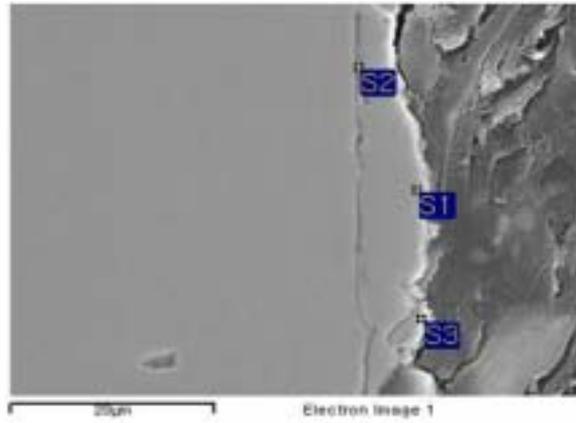


그림 35 평판 시편의 Sample 위치

N_2 -steam 세정 결과는 그림 36~37에 나타내었다. 직육면체 시편과 유사한 결과로서 Cr, Mn, Fe, Ni 등이 검출되었음을 볼 수 있으며, N_2 -steam 세정 시편은 약 5.8g 정도의 세정 대상 소듐이 있었으며 측정 지점 대부분에서 산소가 측정되었다. 측정된 산소의 양은 직육면체와는 다르게 측정 지점에서의 검출량이 유사함을 볼 수 있는데 이는 시편의 형상이 평판으로 소듐이 시편에 고르게 분포되어 소듐과 반응이 일어났음을 의미한다.

CO_2 세정 결과는 그림 38에 나타내었다. CO_2 세정 시편의 세정 대상 소듐은 약 2.9g 이었으며 N_2 -steam 세정 결과와 유사하지만 미량의 Na 성분이 측정되었다. 소듐이 검출된 이유는 CO_2 기포세정법의 최종 생성물인 Na_2CO_3 가 표면에 존재하기 때문이다. 특히, 시편의 불규칙한 부분에 Na 성분이 집중되어 있음을 볼 수 있다.



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1		19,49	1,19	71,17	8,15	100,00
S2	16,06	19,76	1,78	57,52	4,88	100,00
S3	14,23	15,32	1,09	61,98	7,38	100,00
Max,	16,06	19,76	1,78	71,17	8,15	
Min,	14,23	15,32	1,09	57,52	4,88	

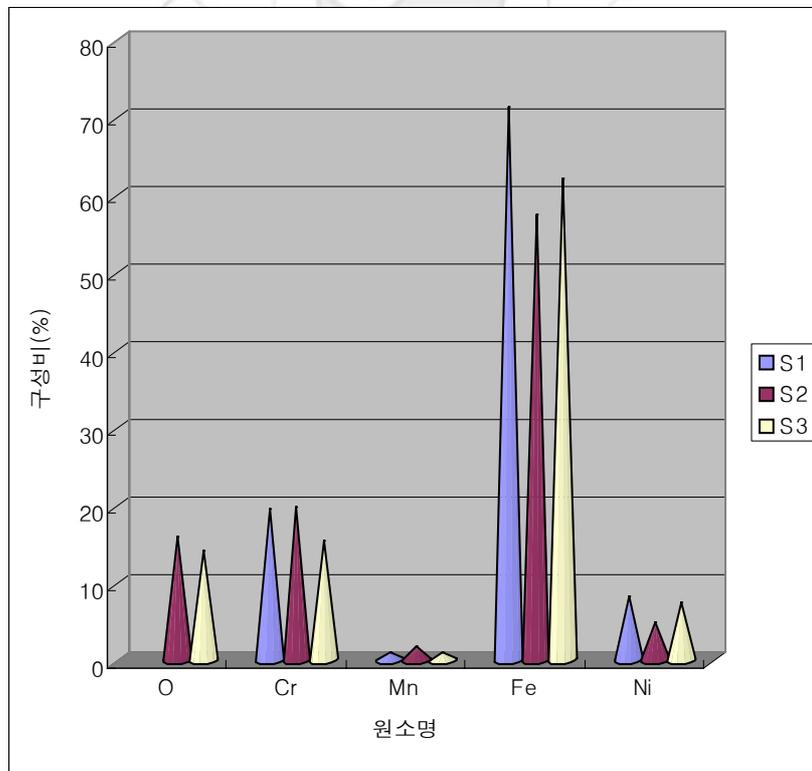
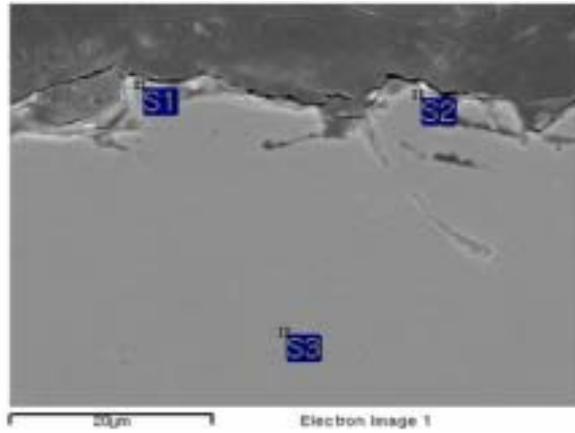


그림 36 평판 시편 P1의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	7.97	17.63	0.92	66.63	6.85	100.00
S2	18.24	16.81	0.91	57.38	6.66	100.00
S3		19.40	1.53	70.89	8.18	100.00
Max.	18.24	19.40	1.53	70.89	8.18	
Min.	7.97	16.81	0.91	57.38	6.66	

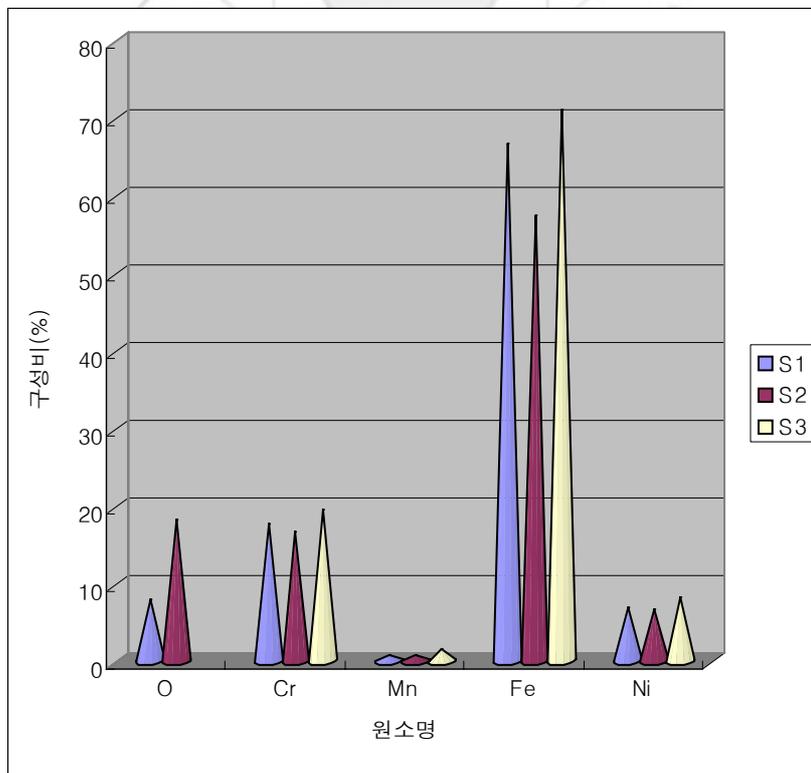
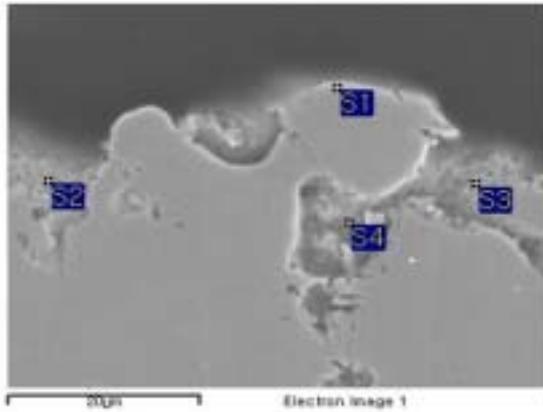


그림 37 평판 시편 P2의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Na	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1			18,92	1,24	71,83	8,01	100,00
S2	20,09	2,37	15,33	1,00	55,32	5,88	100,00
S3	16,67	3,13	15,78	0,96	57,76	5,70	100,00
S4	27,13	4,65	13,61	1,12	48,29	5,19	100,00
Max.	27,13	4,65	18,92	1,24	71,83	8,01	
Min.	16,67	2,37	13,61	0,96	48,29	5,19	

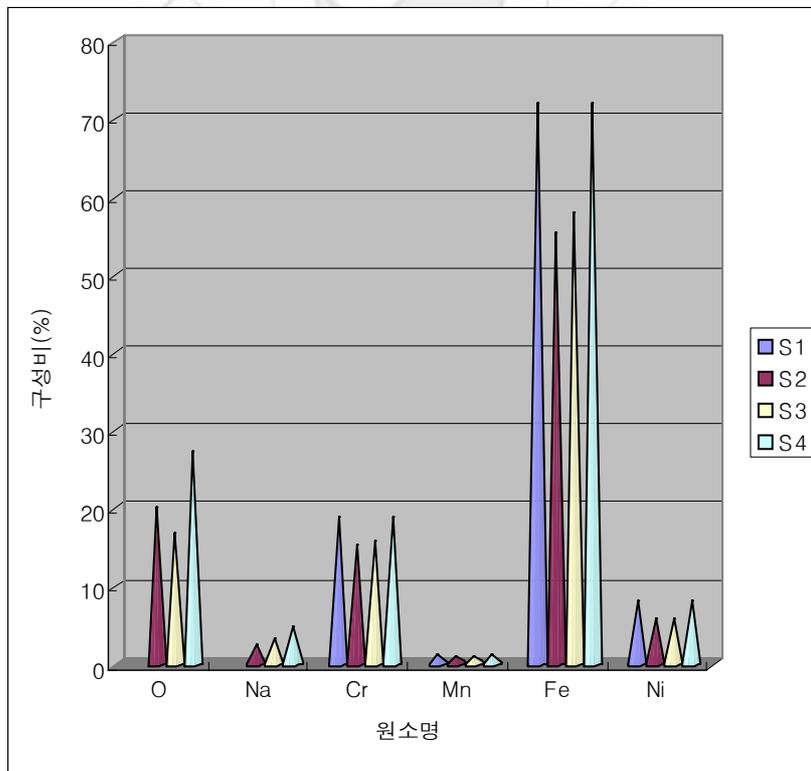


그림 38 평판 시편 P1의 원소조성분석결과- CO₂ 기포 세정

다. 파이프 시편의 세정 결과

파이프 시편의 경우에는 파이프 특성을 고려하여 그림 39와 같이 원주 방향으로 4등분하여 하부를 분석하였다. N_2 -steam 및 CO_2 기포 세정결과 각각 2개소를 원소조성분석을 하였다.

그림 40~41는 N_2 -steam 세정 결과를 표시하였다. 그림에서 보듯이 P1과 P2에서 전체적으로 유사함을 볼 수 있다. 산소의 양은 P2에서 P1에 비해 약 3배 정도가 증가하였는데 이는 파이프의 구조상 잔존 소동이 하부에 밀집되어 있어서 P1보다 P2에서의 반응이 활발했던 것으로 추정된다.

CO_2 기포 세정 결과는 그림 42-43에 나타내었다. CO_2 세정 시편의 세정 대상 소동은 약 0.6g이었으며 이 역시 P1과 P2가 유사함을 볼 수 있으며, P1에 비해 P2에서 미량이지만 산소가 검출되었다.

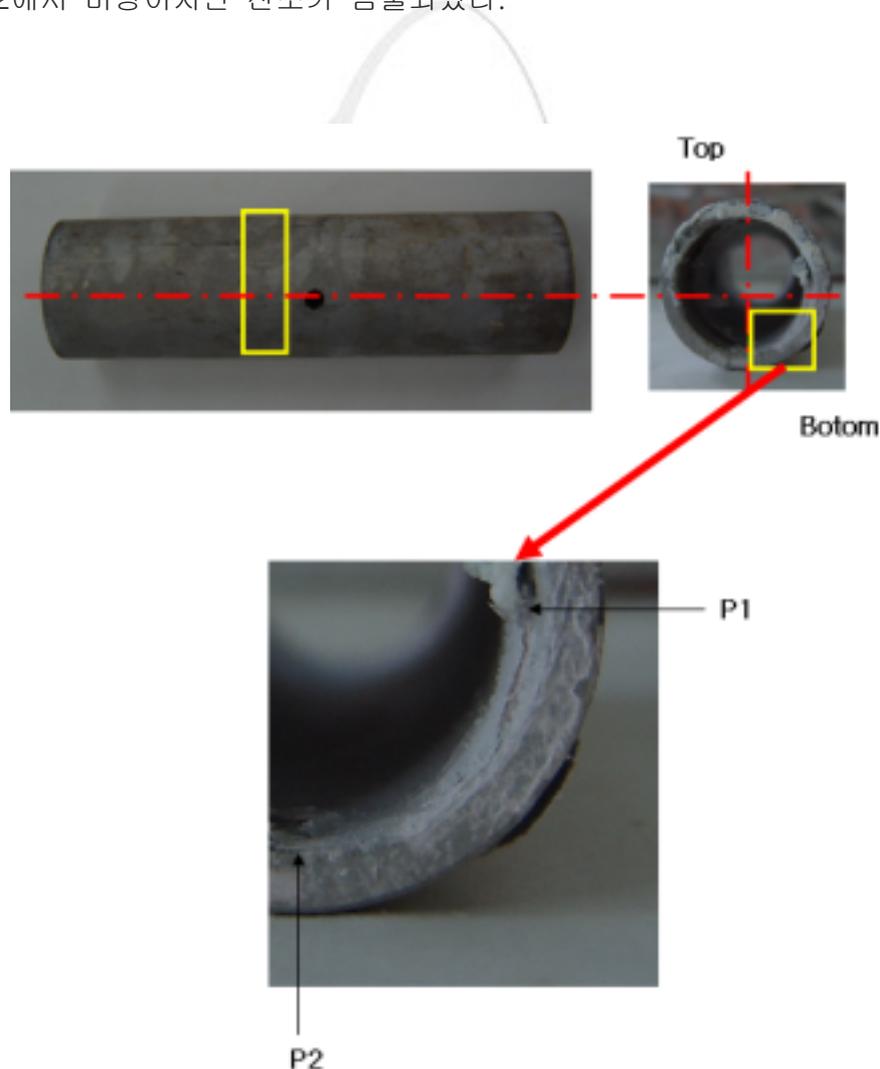
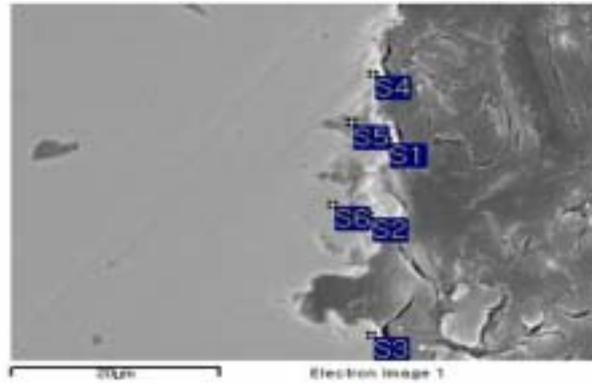


그림 39 파이프 시편의 분석위치



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	7.15	18.06	1.59	65.00	8.20	100.00
S2		20.14	1.33	70.11	8.43	100.00
S3		19.23	1.32	70.34	9.11	100.00
S4	7.98	18.61	1.40	64.27	7.74	100.00
S5		21.62		70.30	8.09	100.00
S6		20.16	1.46	70.24	8.15	100.00
Max.	7.98	21.62	1.59	70.34	9.11	
Min.	7.15	18.06	1.32	64.27	7.74	

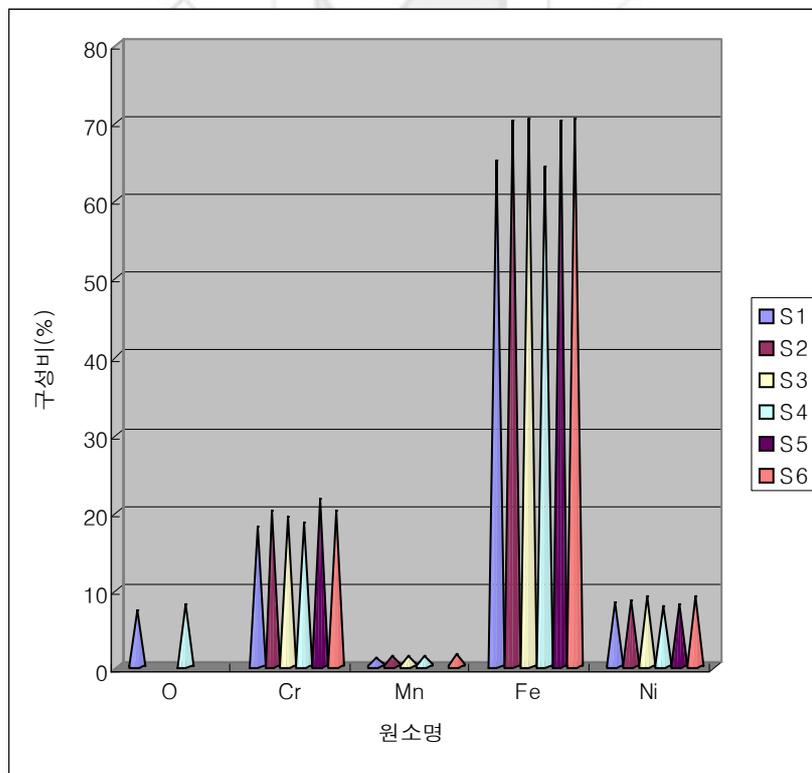
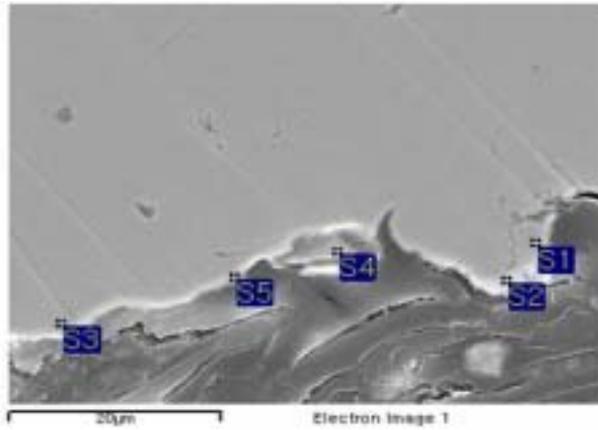


그림 40 파이프 시편 P1의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1		18.82	2.07	69.62	9.48	100.00
S2		18.13	1.86	70.55	9.46	100.00
S3		20.01	1.35	69.26	9.38	100.00
S4	23.09	14.83	1.04	54.26	6.78	100.00
S5	22.28	13.80	1.35	54.82	7.76	100.00
Max.	23.09	20.01	2.07	70.55	9.48	
Min.	22.28	13.80	1.04	54.26	6.78	

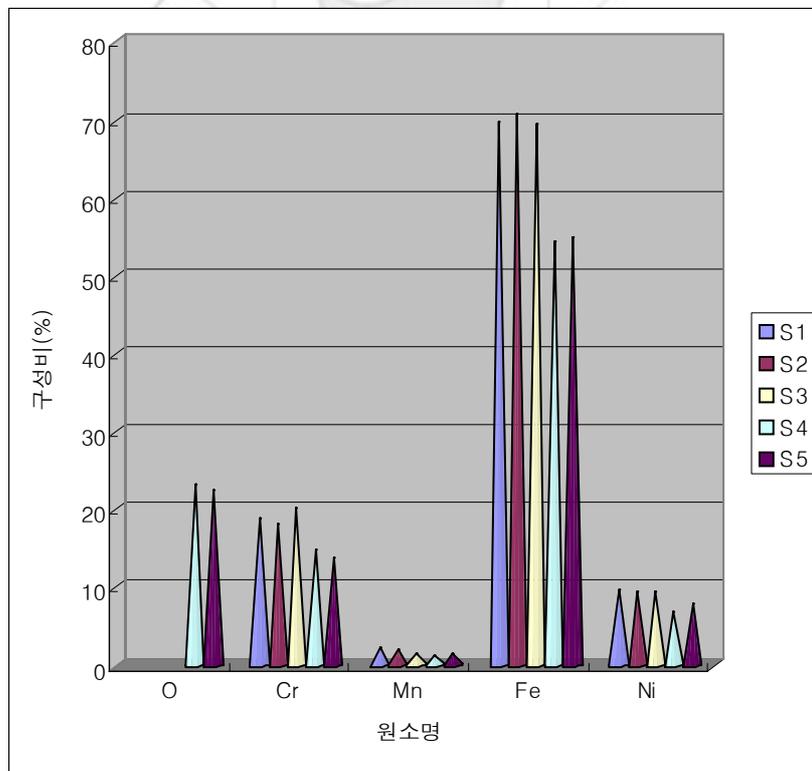
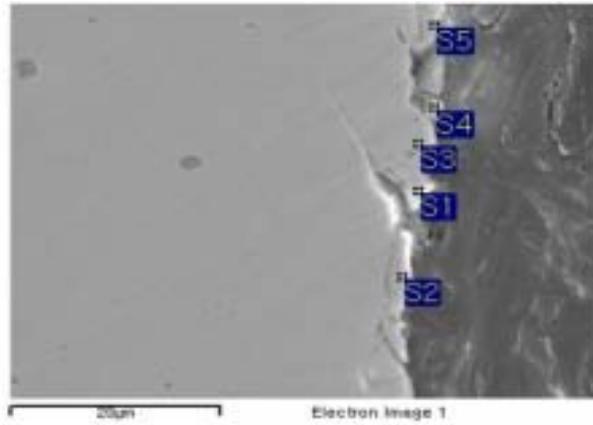


그림 41 파이프 시편 P2의 원소조성분석결과- N_2 -steam 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	6.17	18.06	1.53	65.51	8.73	100.00
S2	7.31	17.75	1.26	64.56	9.13	100.00
S3		19.38	1.93	68.88	9.81	100.00
S4	6.15	18.21	1.80	64.47	9.37	100.00
S5	8.87	17.51	1.23	64.18	8.21	100.00
Max.	8.87	19.38	1.93	68.88	9.81	
Min.	6.15	17.51	1.23	64.18	8.21	

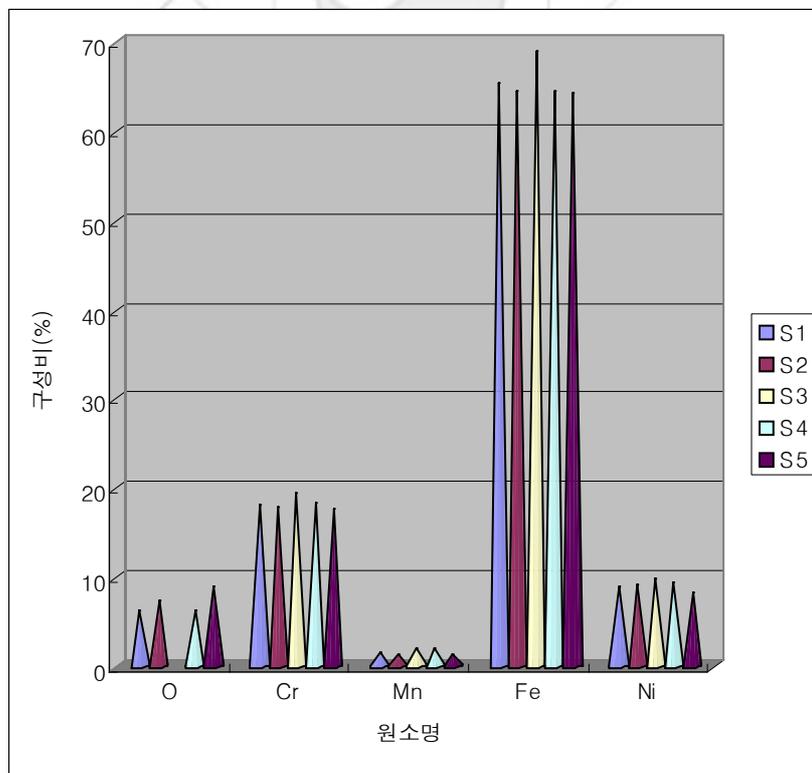
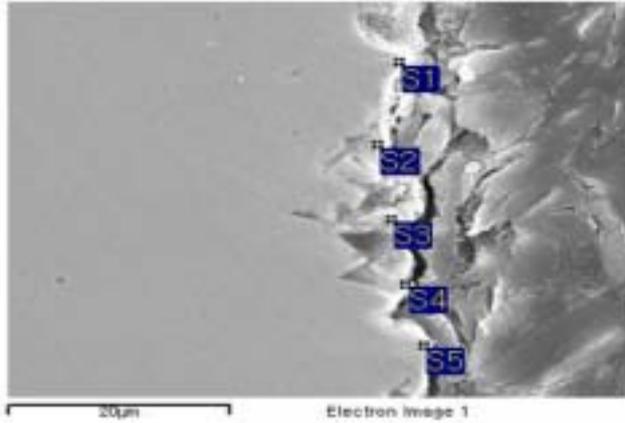


그림 42 파이프 시편 P1의 원소조성분석결과- CO₂ 기포 세정



Spectrum	O	Cr	Mn	Fe	Ni	Total
S1	8.73	18.02	1.38	63.14	8.73	100.00
S2	15.41	16.48	1.48	59.75	6.88	100.00
S3	10.23	17.86	1.46	62.14	8.31	100.00
S4	42.36	9.70	1.62	41.38	4.94	100.00
S5	6.07	18.00	1.56	65.21	9.16	100.00
Max.	42.36	18.02	1.62	65.21	9.16	
Min.	6.07	9.70	1.38	41.38	4.94	

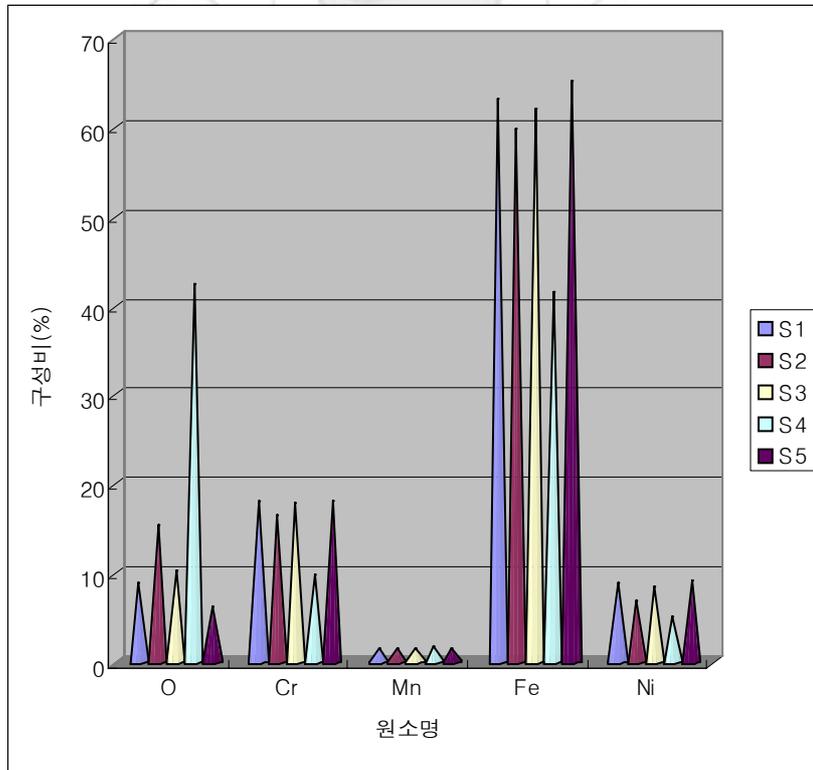


그림 43 파이프 시편 P2의 원소조성분석결과 - CO₂ 기포 세정

라. 반응생성물의 분석 결과

소듐과 물이 반응하면 재질 부식의 원인인 $NaOH$ 가 생성되는데, 이 $NaOH$ 를 CO_2 와 반응시켜 스틸에 안정한 형태인 Na_2CO_3 로 변환시키는 것이 CO_2 기포세정기법의 세정원리이다. 그림 44는 반응생성물을 나타내었고, 이에 대한 열분석 결과를 그림 45에, 원소조성분석 결과는 그림 46에 나타내었다. 그림 45의 세정표면에 침적된 결정을 열분석 결과를 보면 최초의 시료 무게가 약 10.6mg에서 열 반응 후 200℃까지 56.6%(약 5.89—g)의 무게가 감량이 되었으며, 이는 Na_2CO_3 중 CO_2 의 열분해에 기인한 무게 감량으로 볼 수 있다.

원소조성분석 결과는 그림 46에서 보듯이 S1, S2, S3, S4, S5 등 모든 부분에서 C O Na 성분이 검출되었다. 반응생성물의 조성은 C O Na 성분이 측정 위치별로 유사한 비율로 고르게 분포하고 있음을 확인할 수 있다. 또한 열분석 결과의 원소조성비와 원소조성분석 결과를 비교해보면 Na 성분의 조성이 다소 다르게 나타났음을 확인할 수가 있는데 이는 추후 정밀한 실험과 분석이 필요할 것으로 사료된다.



그림 44 $Na-CO_2$ 반응생성물

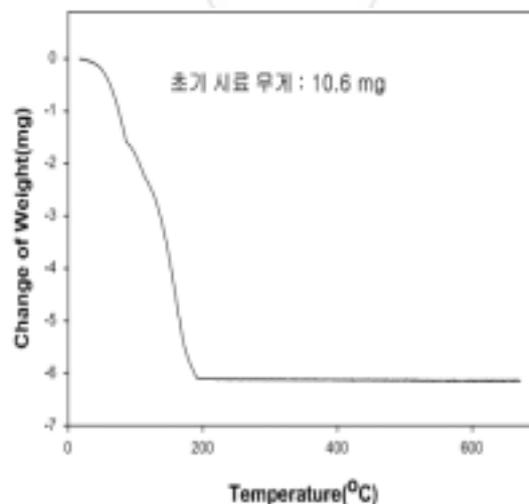
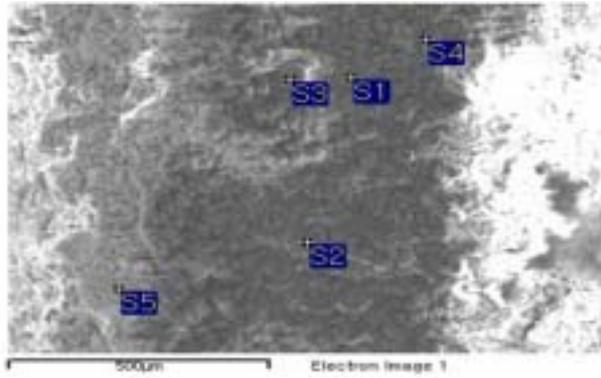


그림 45 $Na-CO_2$ 반응생성물 열분석결과



Spectrum	C	O	Na	Total
S1	20.41	46.12	33.47	100.00
S2	18.27	50.73	31.00	100.00
S3	21.34	49.37	29.29	100.00
S4	17.23	52.63	30.14	100.00
S5	24.74	44.81	30.45	100.00
Max.	24.74	52.63	33.47	
Min.	17.23	44.81	29.29	

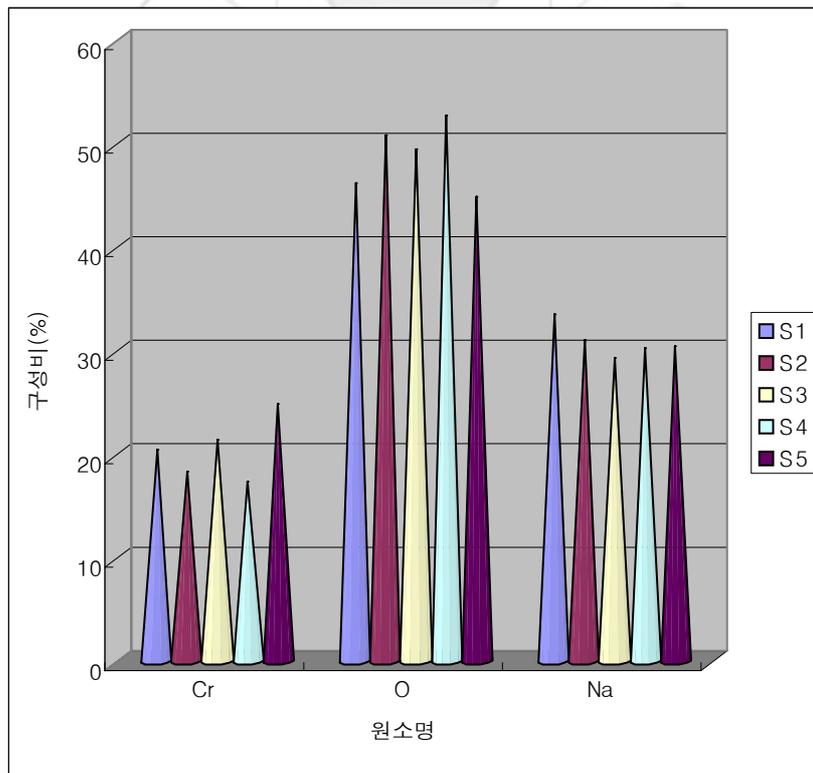


그림 46 $Na-CO_2$ 반응생성물의 원소조성분석결과

소듐 세정 방법은 앞서 언급한 바와 같이 대상물의 구조와 특성 등을 충분히 고려하여야 한다.

금번 실험 결과 불순물정화장치 세정의 경우 분석 결과를 종합해 보면 아래와 같다.

① 표 6의 STS304의 화학적 구성 성분과 세정 후의 시편에 대한 원소조성 분석 결과를 비교한 결과 세정 전과 세정 후의 조성 성분의 변화 정도는 미미하지만 차이가 있는 것으로 나타났다. 즉, 소듐의 반응으로 인한 시편의 원소조성차이는 세정법의 차이에 의한 것으로 보인다.

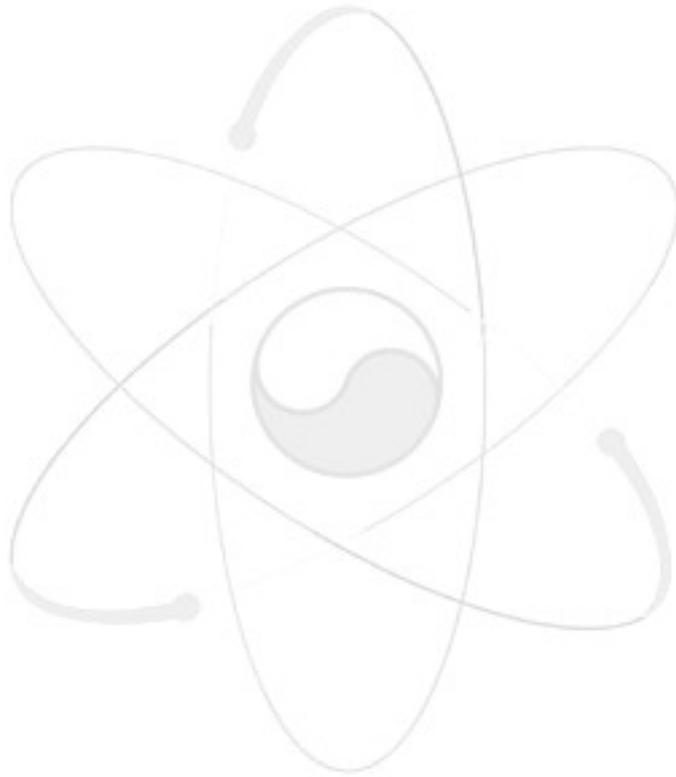
② N_2 -steam 세정실험 표면을 분석한 결과, 소듐-물 반응에 의한 반응열과 반응생성물의 영향에 의하여 생성된 표면산화가 목격되었으며, 표면에 세정되지 않은 미량의 소듐이 잔존하는 것으로 나타났다.

③ N_2 -steam 세정기법과 CO_2 기포세정기법과의 세정특성을 비교한 결과, N_2 -steam 세정실험에서는 재질 부식현상을 볼 수 있었지만, CO_2 기포세정기법을 사용하면 재질의 손상이 없었다. N_2 -steam 세정기법은 소듐에 오염된 기기로부터 소듐을 신속하게 처리하는데 유리한 반면에, CO_2 기포세정기법은 재사용하고자 하는 기기의 세정에 활용할 수 있음을 확인하였다.

④ 세정용 시편의 경우에는 세정 대상 소듐량이 최대 5.8g, 최소 0.6g으로 소듐과 용해제와의 충분한 반응 및 세정 효과와 세정시 일어날 수 있는 여러 가지 현상들을 완벽하게 검증하기에는 미흡한 부분이 있을 것으로 판단된다.

향후 사용 후 기기들에 대한 직접 세정이나, 기기들의 형상을 정밀하게 모사한 시편을 이용한 정밀한 실험이 요구되며 본격적인 세정에 필요한 다양한 방법과 이에 따른 장치 개발도 같이 이루어져야 할 것으로 사료된다.

소듐세정실험장치 운전절차서



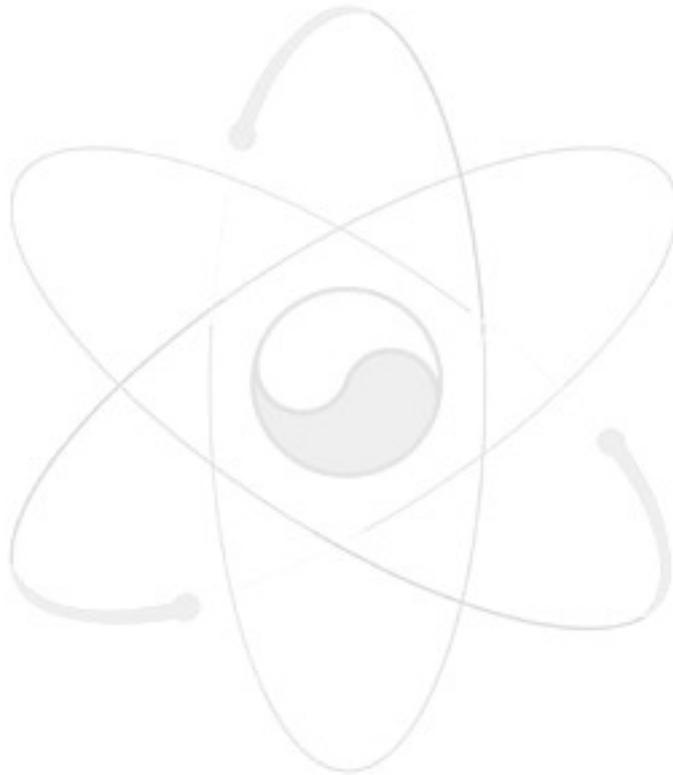
단계	순서	작업내용	비고
1	1. 장치의 점검		
	1	- 장치 전반에 대한 이상유무를 육안 점검한다.	
	2	- 질소 가스를 이용하여 가압 후 누출 여부를 점검한다.	
	3	- 이때 가스 인입 측의 밸브는 모두 개방하고 출구 측의 밸브는 잠근 상태에서 일정 압력을 가압한다.	
	4	- 특히, 가스 배관의 연결부와 실험부 상부의 플랜지 조립부를 중점 점검한다.	
	5	- Cooler와 Gas Bubbler에 물을 보충한다. 쿨러를 작동한다.	
	2. 전원 및 온도 컨트롤러(전기적) 점검		
	6	- 전원을 넣고 전체적인 통전상태를 점검한다.	
	7	- 각종 계기판의 작동여부를 점검한다.	
	8	- 온도 컨트롤러 각각 조작하여 이상 유무를 점검한다.	
	9	- 온도센서의 작동상태를 점검한다. : 가열과 냉각을 반복하여 컨트롤러 지시 온도를 확인한다.	
10	- 유량계의 지시값과 작동 상태를 점검한다.		
11	- 수소측정장치는 Warm up 시간이 약 1시간 정도로 전원 투입 후 지속적으로 관찰하여 정상 상태 여부를 점검한다.		
2	3. 실험의 준비		
	12	- 스팀발생기는 실험 시작 전 Blow Down을 실시하여 스팀발생기 내부의 스케일 등 불순물을 제거하여 수증기유량계로 불순물이 유입되지 않도록 하여야 한다.	
	13	- 배관의 예열은 약 170℃ 정도를 유지하여 충분히 예열하여야 한다. 이는 스팀유량계 배관에서 스팀이 응축되어 유량계 배관 내부에 수분이 응축되는 것을 방지하고 실험부로 물이 유입되는 것을 방지해야 한다.	
	14	- 실험부 상부의 플랜지를 개방하여 내부에 수분이나 응축수의 잔존 여부를 확인 후 충분히 건조시킨다.	
	15	- 배관 온도의 예열이 완료되면 배관 내부로 유입시키면서 배관부 및 실험부 내부를 Flushing 하여 수분을 제거한다.	
16	- 이때, 배관의 온도를 전체적으로 재점검한다.		

단계	순서	작업내용	비고
3		4. 시편의 취급 및 실험부 장입	
	17	- 소듐용융탱크의 온도를 점검하고 내부에 투입된 소듐접촉 시편을 실험부로 장입할 준비를 한다. 시편은 사전에 소듐용융탱크에 장입한 상태이며 장입전 무게를 계량하여 기록한다.	
	18	- 소듐접촉 시편은 용융소듐의 온도를 100℃ 정도로 하고 너무 높지 않도록 한다.	
	19	- 실험부 상부의 플랜지를 개방하고 시편 장입 준비를 한다. 이때, 실험부 내부로 분위기 가스를 유입시켜 대기 중의 산소가 과다하게 유입되는 것을 방지한다.	
	20	- 용융탱크에서 시편을 제거하기 전 탱크 내부를 불활성 가스(아르곤)를 이용하여 커버가스를 충분히 공급하여 탱크 플랜지 개방 시 대기 중의 산소와 시편과의 접촉 시간을 최소화 한다.	
	21	- 용융탱크 상부의 플랜지를 개방하고 소듐에 침윤된 시편을 꺼내 임시보관함에 보관한다. 이때, 소듐이 신체 직접 접촉되지 않도록 주의를 기울인다.	
	22	- 시편의 소듐이 응고되면 조심스럽게 꺼내 무게를 계량하여 소듐량을 기록한다.	
	23	- 계량이 완료된 시편을 실험부에 장입하고 상부의 플랜지를 결합한다.	
4		5. N_2-steam 세정실험	
	24	- DAS를 가동시키고 데이터 획득 준비 및 점검 후 데이터 획득 프로그램을 실행한다.	
	25	- Data log sheet에 초기 실험조건(시간, 온도, 압력, 유량 등)을 기록하고 측정을 시작한다.	
	26	- 실험 중 제어반과 컴퓨터를 통하여 온도와 유량, 압력의 변화를 관찰하고 필요시 data log sheet에 기록한다.	
	27	- 실험부 하부의 드레인 밸브를 잠그고 실험부 상부의 가스 밴트 밸브를 개방한다.	
	28	- 실험의 조건에 따라 질소와 스팀 유량을 산정하여 적정 유량을 조절한다. 실험부 온도 변화를 관찰한다.	
	29	- 수소측정장치에서 지시되는 실험부 내부의 수소발생량을 관찰한다.	

단계	순서	작업내용	비고	
5	30	- 수소발생량이 서서히 증가하다가 반응이 완료되면 수소 발생량이 감소한다.		
	31	- 수소발생량이 “0”에 근접한 상태로 되면 실험이 종료된 상태로 실험부 내부에서 반응이 완료되었음을 확인한다.		
	6. N_2-steam 세정실험의 종료			
	32	- 실험부 내부의 반응이 완료된 것을 확인 후 질소와 스팀 공급 밸브를 닫는다.		
	33	- 가스 밴트 밸브를 개방하여 장치 내부와 실험부의 압력을 외부로 방출한다.		
	34	- 실험부 상부의 플랜지를 개방하여 세정이 완료된 시편을 꺼낸다.		
	35	- 시편의 무게를 계량하고 육안 검사를 하여 세정상태를 확인 후 임시보관함에 보관한다.		
	36	- 실험부의 플랜지를 재조립한다.		
	37	- 가스 및 스팀 공급을 차단한다.		
	38	- 가스 공급 장치의 메인 밸브를 닫는다.		
39	- 장치의 히터 전원을 Off한다.			
40	- 제어반의 메인 전원을 차단한다.			
6	7. CO_2 세정실험			
	41	- 1-3단계의 과정을 동일한 방법으로 수행한다. 이때, 질소 대신 CO_2 를 공급하고 스팀은 공급하지 않는다.		
	42	- CO_2 는 Gas Bubbler 하부의 CO_2 인입관을 통해 실험부로 공급된다.		
	432	- 실험 온도에 따라 CO_2 Bubbler의 온도를 설정하고 온도의 안정화 정도를 관찰한다.		
	44	- DAS를 가동시키고 데이터 획득 준비 및 점검 후 데이터 획득 프로그램을 실행한다.		
45	- Data log sheet에 초기 실험조건(시간, 온도, 압력, 유량 등)을 기록하고 측정을 시작한다.			

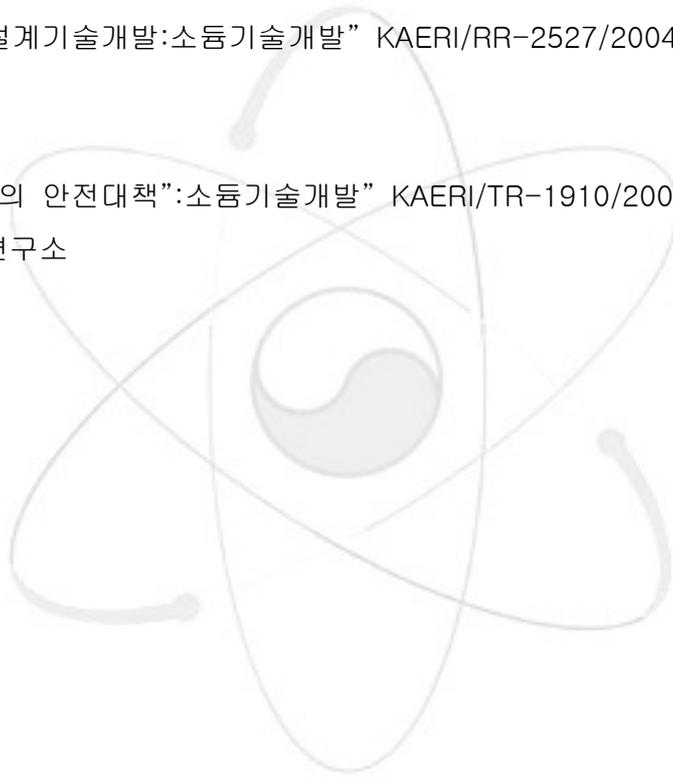
단계	순서	작업내용	비고	
7	46	- 실험중 제어반과 컴퓨터를 통하여 온도와 유량, 압력의 변화를 관찰하고 필요시 data log sheet에 기록한다.		
	47	- 실험부 하부의 드레인 밸브를 잠그고 실험부 상부의 가스 밴트 밸브를 개방한다.		
	48	- 실험의 조건에 따라 질소와 스팀 유량을 산정하여 적정 유량을 조절한다. 실험부 온도 변화를 관찰한다.		
	49	- 수소측정장치에서 지시되는 실험부 내부의 수소발생량을 관찰한다.		
	50	- 수소발생량이 서서히 증가하다가 반응이 완료되면 수소발생량이 감소한다.		
	51	- 수소발생량이 “0”에 근접한 상태로 되면 실험이 종료된 상태로 실험부 내부에서 반응이 완료되었음을 확인한다.		
	52	- 분석을 위해 반응생성물을 적당량 추출하여 시료병에 보관한다.		
	8. CO₂ 세정실험의 종료			
	53	- 실험부 내부의 반응이 완료된 것을 확인 후 가스 공급 밸브를 닫는다.		
	54	- 가스 밴트 밸브를 개방하여 장치 내부와 실험부의 압력을 외부로 방출한다.		
	55	- 실험부 상부의 플랜지를 개방하여 세정이 완료된 시편을 꺼낸다.		
	56	- 시편의 무게를 계량하고 육안 검사를 하여 세정상태를 확인 후 임시보관함에 보관한다.		
	57	- 가스 및 스팀 공급을 차단한다.		
	58	- 가스 공급 장치의 메인 밸브를 닫는다.		
	59	- 실험부의 플랜지를 재조립한다.		
	60	- 장치의 히터 전원을 Off한다.		
61	- 제어반의 메인 전원을 차단한다.			
8	9. 장치의 Shut Down			
	62	- 가스 공급 장치의 메인 밸브를 닫고 장치 내부의 압력을 재 방출 한다.		
	63	- Cooler와 Gas Bubbler의 물을 드레인 한다.		

단계	순서	작업내용	비고
9	64	- 고압가스(질소)를 이용하여 물 배관을 Flushing하여 잔류수를 완전히 방출한다.	
	65	- 스팀발생기를 충분히 Blow Down을 실시한 후 물탱크의 물을 드레인 하고 전원을 차단한다.	
	66	- 장치의 히터 등 전원을 차단한다.	
	67	- 제어반의 메인 전원을 차단한다.	
	68	- 주변의 안전 점검(가스, 전기, 기타 요소 등)을 실시한다.	



참고문헌

- [1] “Capsule Test for Investigating the Sodium–Carbon Dioxide Interaction”
Proceedings of ICAPP '06Reno, NV USA, June 4–8, 2006. 최종현 외
- [2] “액체금속로냉각재기술개발” KAERI/RR-15260-1994/1994. 남호윤 등,
- [3] “액체금속로설계기술개발:소듐기술개발” KAERI/RR-2527/2004, 2004.
한도희 등,
- [4] “소듐 취급시의 안전대책”:소듐기술개발” KAERI/TR-1910/2001, 2001.
한국원자력연구소



서 지 정 보 양 식

수행기관보고서번호	위탁기관 보고서번호	표준 보고서번호	INIS주제 코드
KAERI/TR-3357/2007			
제목/부제	소듐 오염기기의 표면세정연구		
연구책임자 및 부서명	김병호(소듐기술개발)		
연구자 및 부서명	김종만, 최병해, 정지영, 최종현		
발행지	대전	발행기관	한국원자력연구소
발행일	2007. 02.		
페이지	44 페이지	도표	유(0), 무()
크기	26 Cm		
참고사항			
비밀여부	공개(0), 대외비(), _급비밀	보고서종류	기술보고서
연구위탁기관		계약번호	
초록(300단어 내외)			
<p>본 보고서는 실험이 완료된 소듐실험장치에서 제거한 불순물정화장치의 세정실험과 재활용기기(밸로즈밸브, 압력계 등)의 형상과 표면을 고려하여 별도의 세정용 시편을 제작하여 N_2-steam 세정법과 CO_2 기포세정법을 이용한 세정실험 방법과 분석 결과 및 실험 장치에 관한 사항을 기술하였다.</p>			
주제명 키워드(10단어 내외)			
<p>소듐, 소듐세정, 온도, 압력, $Na-CO_2$ 반응생성물, 원소조성분석, N_2-steam 세정, CO_2 기포 세정</p>			

BIBLIOGRAPHIC INFORMATION SHEET

Performing Org. Report No.	Sponsoring org. Report No.	Standard Report No.	INIS Subject Code
KAERI/TR-3357/2007			
Title/Subtitle	Study on surface-cleaning method for sodium-contaminated equipment		
Project Manager and Dept.	B.H. Kim(Sodium Technology)		
Researcher and Dept.	J.M. Kim, B.H. Choi, J.Y. Jeong, J.H. Choi		
Pub.Place	Taejon	Pub.Org.	KAERI
Page	44 P.	Ill.and Tab.	Yes(0), No()
Note			
Pub.Date	2007. 02.		
Classified	Open(0),Outside(),_ _Class	Report Type	T.R
Sponsoring Org.		Contract No.	
Abstract(About 300 words)	<p>The cleaning tests of the impurity purification devices dismantled from sodium test loop are performed. Another specimens containing the crevices correspondent to equipments to be reused (bellows valve, pressure gage and the like) are prepared and tested. This report includes all aspects of cleaning devices and describes the cleaning methods by N_2-steam and CO_2 bubbling, and their results.</p>		
Subject Keywords (About 10 words))	<p>sodium, sodium washing, temperature, pressure, $Na-CO_2$ reaction product, N_2-steam washing, CO_2 bubble washing, SEM-EDX</p>		