

## TBP에 의한 지르코니움과 하프니움의 추출분리에 미치는 몇가지 인자들의 영향

조광혁, 한경찬

위대한 수령 김일성 동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자들은 우리 나라의 현실이 요구하는 문제를 연구하여야 하며 우리 인민에게 필요한것을 만들어 내기 위하여 노력하여야 합니다.》(《김일성전집》 제35권 374페이지)

지르코니움(Zr)과 하프니움(Hf)의 다단추출분리에서 원료용액의 Zr농도, Hf함량, 추출단수, 세척단수는 제품의 순도와 생산량에 큰 영향을 미친다. 그러나 선행연구[2-4]에서는 이 인자들의 영향을 구체적으로 고찰하지 않았다.

론문에서는 TBP(린산트리부틸에스테르)를 리용하여 염산+질산용액으로부터 Hf함량이 0.01%이하인 Zr를 다단추출분리할 때 우와 같은 인자들이 미치는 영향을 고찰하고 적합한 분리조건을 논의하였다.

### 실험 방법

기구로는 다단추출장치를, 시약으로는 TBP(공업순), 분석순의 염산, 질산, 암모니아수, 옥시염화지르코니움(Zr속의 Hf함량 2%), 탈이온수를 리용하였다.

원료용액으로는 혼산(염산+질산, 물질량비 1 : 1)의 농도가 6mol/L인 옥시염화지르코니움용액(Zr속의 Hf함량 2%) 또는 이 용액과 추출잔액을 혼합한 용액(Zr속의 Hf함량 2% 이상)을 리용하였다.

Zr와 Hf의 추출분리는 다음과 같이 하였다. 다단추출장치에서 원료용액과 추출용매(50% TBP-케로신용액)를 맞흐름식으로 공급하여 Zr를 추출하였다. 그리고 세척용매(5mol/L 혼산)로 추출액을 씻어낸 다음 역추출용매(탈이온수)를 공급하여 추출액으로부터 Zr를 역추출하였다. 원료용액과 추출용매, 세척용매, 역추출용매의 공급속도비는 1 : 2 : 1 : 1로 하였다.(그림)

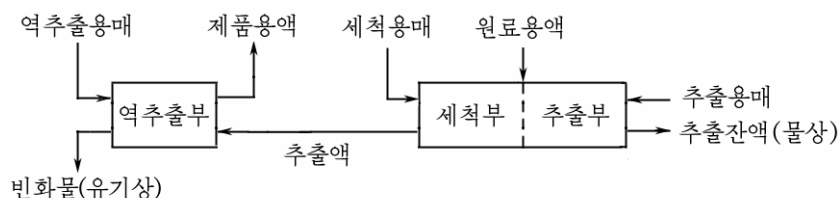


그림. Zr와 Hf의 다단추출분리공정도

원료용액의 Zr농도와 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도, Zr에 포함되어있는 Hf의 함량은 선행연구[1]의 방법으로 산화지르코니움을 분리하여 에네르기 분산형X선분석기를 장비한 주사전자현미경(《JSM-6610A/EDX》)으로 결정하였다.

## 실험결과 및 고찰

원료용액의 Zr농도의 영향 원료용액의 Zr농도와 추출 및 세척단수, 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도, 추출잔액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량사이의 관계는 표 1과 같다.

표 1. 원료용액의 Zr농도와 추출 및 세척단수, 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도, 추출잔액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량사이의 관계

| 원료용액의 Zr<br>농도/(g·L <sup>-1</sup> ) | 추출<br>단수 | 세척<br>단수 | 제품용액으로부터 얻어<br>지는 Zr의 순도/% | 추출잔액속의 Zr에 포함<br>되어있는 Hf의 함량/% |
|-------------------------------------|----------|----------|----------------------------|--------------------------------|
| 60                                  | 7        | 4        | 99.99                      | 18.6                           |
| 80                                  | 7        | 4        | 99.99                      | 20.1                           |
| 90                                  | 7        | 4        | 99.95                      | 18.5                           |
| 100                                 | 9        | 6        | 99.99                      | 24.5                           |

원료용액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량 2%

표 1로부터 추출단수가 7이고 세척단수가 4인 경우에 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도를 99.99%로 보장하자면 원료용액의 Zr농도가 80g/L이하여야 하며 원료용액의 Zr농도가 100g/L인 경우에는 추출단수와 세척단수를 각각 9, 6으로 늘여야 한다는것을 알 수 있다. 그것은 원료용액의 Zr농도가 높아짐에 따라 Hf에 대한 Zr의 분리결수가 작아지기때문이다. 표 1로부터 또한 추출잔액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량은 18%이상이라는것을 알 수 있다.

원료용액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량의 영향 원료용액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량과 추출 및 세척단수, 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도, 추출잔액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량사이의 관계는 표 2와 같다.

표 2. 원료용액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량과 추출 및 세척단수, 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도, 추출잔액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량사이의 관계

| 원료용액속의 Zr에 포함<br>되어있는 Hf의 함량/% | 추출<br>단수 | 세척<br>단수 | 제품용액으로부터 얻어<br>지는 Zr의 순도/% | 추출잔액속의 Zr에 포함<br>되어있는 Hf의 함량/% |
|--------------------------------|----------|----------|----------------------------|--------------------------------|
| 2                              | 7        | 4        | 99.99                      | 21.7                           |
| 5                              | 7        | 5        | 99.99                      | 23.2                           |
| 10                             | 7        | 5        | 99.96                      | 24.9                           |
| 20                             | 7        | 6        | 99.97                      | 26.1                           |
| 30                             | 8        | 8        | 99.99                      | 31.4                           |

원료용액의 Zr농도 70g/L

표 2로부터 원료용액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량이 높아짐에 따라 추출단수와 세척단수를 더 늘여야 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도를 99.99%로 보장할 수 있다는것을 알 수 있다. 그것은 원료용액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량이 높아지는 경우에도 역시 Hf에 대한 Zr의 분리결수가 작아지기때문이다. 그러므로 추출잔액을 원료용액으로 다시 리용하는 경우에는 추출단수와 세척단수를 더 늘여야 한다.

## 맺 는 말

1) 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도를 99.99%로 보장하자면 원료용액속의 Zr에 포함되어있는 Hf의 함량이 2%이고 추출단수가 7, 세척단수가 4인 경우에 원료용액의 Zr 농도가 80g/L이하여야 하며 원료용액의 Zr농도가 100g/L인 경우에는 추출단수와 세척단수를 각각 9, 6으로 늘여야 한다.

2) 추출잔액을 원료용액으로 다시 리용하는 경우에 제품용액으로부터 얻어지는 Zr의 순도를 99.99%로 보장하자면 추출단수와 세척단수를 더 늘여야 한다.

## 참 고 문 헌

- [1] 김일성종합대학학보 화학, 65, 1, 110, 주체108(2019).
- [2] G. Pandey; Hydrometallurgy, 163, 61, 2016.
- [3] 吕标起 等; 稀有金属, 32, 6, 286, 2008.
- [4] 林振汉; 稀有金属快报, 26, 1, 93, 2007.

주체109(2020)년 10월 5일 원고접수

## **Influences of Some Factors on the Extraction Separation of Zirconium and Hafnium by TBP**

*Jo Kwang Hyok, Han Kyong Chan*

In the case that Zr is separated with the purity of 99.99% by the multistage extraction using TBP from HCl+HNO<sub>3</sub> solution, it is necessary to increase the number of extraction stage and washing stage with increasing of Zr concentration of the raw material solution and the content of Hf included in Zr.

Keywords: zirconium, hafnium, separation