

EPMA를 이용한 증기발생기 내부 침적물 분석

The analysis of the deposit on inner steam generator by EPMA

유병욱, 정양홍, 김도식, 백승재, 김기하, 주용선, 박남홍, 이종현
한국원자력연구소, 대전광역시 유성구 덕진동 150

요 약

경수로형 원자로의 증기 발생기 내부에 방사화 된 침적물을 smear paper로 시료를 채취하여 핵종 분석 및 화학조성을 분석하였다. 상용발전소의 증기 발생기 외부에서 발견된 고 준위 방사성 물질의 화학 조성 분석은 극미세 성분분석기(EPMA)를 이용하였다. 본 시험에 사용한 EPMA(Electron Probe Micro Analyzer, SX-50R, CAMECA, Paris, France)는 고 방사능을 띤 조사 핵연료 및 재료 시험을 수행할 수 있도록 기기의 시편 stage 주위를 납과 텅스텐으로 차폐하여 시편의 방사능 세기가 3.7×10^{10} Bq 까지 시험 가능한 기기이다. 방사화 된 침적물은 smear-paper로 문질러 침적물의 시료를 그림 1과 같이 채취하였다. 고준위 방사선을 띤 시료의 시편 작업은 그림 2와 같이 조사재시험시설 (KAERI, IMEF)에 설치한 글로브 박스(glove box)에서 smear paper에 접촉된 시료의 일부분을 EPMA 기기의 시편 홀더에 silver paint로 두껍게 입힌 후 그 위에 접촉하였다. 시료를 접촉한 후, carbon coating을 100Å로 시도하였으나 전자빔의 산란현상인 charging이 심하여 500Å으로 coating 하였다. 준비한 시편을 그림 3과 같이 납으로 만든 운반용기(cask)로 이송하여 시험기기에 장착했다. 시험시편을 금속성 물질과 비금속 물질과의 밀도차이에 의해 형성되는 BSE (Back scattered Image) 기능으로 시료의 표면을 관찰하여 시험부위를 찾으려 했으나, 그림 4에서 보는 것과 같이 먼지나 기름 등에 의해 묻혀져 금속성 물질을 찾을 수가 없었다. 이러한 시편은 시료 자체가 워낙 작을 뿐만 아니라, BSE 사진에서도 시료를 분간하기 어려워 시험부위를 찾는 데 많은 시간이 소요되었다. 또한 시료가 허공에 떠 있는 형상이므로 입사전자빔의 전도도가 시편 홀더에 이르는 시간 등의 복합적인 문제로 시료를 코팅하는데 어려움이 많았다. 시험 조건에 적합한 부위 (약 3~10 μm 크기)를 찾기 위해 일정한 방향으로 Image Tracing을 실시하여 그림 5와 같이 약 10 μm 크기의 시험부위를 찾아 산소 퍼텐셜에 대한 분포를 확인했다. 그림의 3개 시료 중 왼쪽 시료는 Fe를 주성분으로 하는 시료이고, 가운데와 오른쪽은 Si, Ca, O 등의 물질로서 금속 시료에 대한 시험시편으로는 부적당하여 정량시험은 하지 않았다. 표 1에 핵종 분석한 자료를 나타내었다. Fe가 주성분인 왼쪽 시료의 조성은 P 0.059, Mn 0.015, Fe 32.8, Cr 2.29, Ni 23.68, Cu 0.27, O 39.27 wt%였다. 시험 결과 증기 발생기의 세관(U-tube) 재료인 인코넬과 튜브를 제외한 부분에 사용된 저합금강의 조성과 상당한 차이를 나타낸다. 이는 시험 시편의 표면 기울기와 산화정도의 차이가 기인하기 때문으로 사료된다. smear paper로 채취된 분석 시료의 정확한 조성을 확인하기 위해서는 충분한 양의 시료를 시험하여 그 평균값으로 결과를 도출해야 할 것으로 판단한다.

결 론

1. 경수로형 원자로의 증기발생기 내부에 방사화된 침전물 분석에 대한 시험절차 및 기술을 개발하였다.
 - 시료의 채취방법으로는 현장의 접근성을 고려할 때 문지름방법(smear method)이 가장 유용한 방법임.
 - 분석시험 중 시험결과에 영향을 미치는 방전현상(charging)을 방지할 수 있는 전도성물질(silver paint)의 도포두께는 약 500 Å이 최적조건임.
2. 증기발생기 내부 침전물 시험 시편의 정량분석 결과는 다음과 같다.
 - Fe 32.8, Cr 2.29, Ni 23.68, O 39.27 wt%의 화학조성
 - 본 침전물에 대한 조성결과는 세관(U-tube)의 재질인 인코넬(Inconel600)과 주변 재료인 저합금과의 화학조성이 일치하지 않음.