

방사성물질 미세표면분석을 위한 주사전자현미경  
개조 및 차폐형 글로브박스 설계

SEM Modification and Shielded Glove Box Design for  
Micro-surface Analysis of Radioactive Materials

서기석, 방경식, 구정희, 구대서, 박성원

한국원자력연구소  
대전광역시 유성구 덕진동 150

요 약

한국원자력연구소에서는 금년 초에 처음으로 차폐형 글로브 박스 내부에 주사전자현미경을 설치하였다. 주사전자현미경은 방사성물질을 취급하기 위하여 개조되었으며, 차폐형 글로브 박스에서는 주사전자현미경을 작동하게 될 것이며, 또한 방사성물질인 시편의 코팅과 저장을 하게 될 것이다. 여기서는 방사성물질의 표면분석에 앞서 차폐형 글로브 박스 내에 주사전자현미경의 설치 및 일반시편에 대한 표면분석에 대하여 설명하였다.

Abstract

The Scanning Electron Microscope(SEM) installation in the shielded glove box was performed for the first time at KAERI early in this year. The SEM was modified for handling the radioactive materials. The shielded glove box will be used for SEM operation as well as storing and coating the specimen. This paper describes the SEM installation in the shielded glove box and the first experiences through the surface analysis of a general materials prior to the surface analysis of the radioactive materials.

1. 서 론

원자력발전소의 원자로에서 연소되어 방출되는 사용후핵연료는 연소중 기계적, 물리적 성질이 변화하게 되며, 연소도에 따라 핵연료의 특성이 변화하게 된다. 사용후핵연료의 특성을 분석하는 방법에는 비파괴시험, 파괴시험, 기계적 및 물리적 특성시험 등이 있으며, 파괴시험에서는 금속조직분석 시스템(Metallography System)과 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope) 등을 사용하여 미세조직 및 재질분석 등을 수행하고 있으며, 주사전자현미경은 금속조직분석 시스템보다

향상된 표면분석을 수행할 수 있다. 주사전자현미경을 사용한 미세조직분석은 부식, 손상 및 분열 등 기본 구조에 대한 자료를 준비하는데 있어서 중요한 역할을 수행하며, 입자(grain)크기, 동공(pore)크기 및 분열기체의 기포(bubble)크기 등을 분석할 수 있다.

일반 실험실에서 사용하는 주사전자현미경은 방사성물질의 시편에 대해서는 사용할 수 없다. 따라서, 사용후핵연료 및 조사시편과 같은 방사성 시편을 취급하기 위한 주사전자현미경은 차폐 또는 격납된 공간에 설치되어야 하며, 주사전자현미경 내부에 포함된 검출기(detector) 및 내부 구조물은 방사선의 영향을 받지 않도록 개조되어야 하며, 사용자의 방사선피폭을 방지하기 위하여 원격조작이 가능하여야 한다.

차폐 또는 격납시설에 주사전자현미경을 설치할 경우 가장 우선적으로 선행되어야 하는 조건은 방사성시편의 시험 시 방사능으로부터 사용자의 안정성이 보장되어야 하는 것이다.

다음으로는 가장 적합한 분석결과를 획득할 수 있도록 주사전자현미경을 개조하여야 하며, 개조는 가장 단순하도록 하여야 한다. 또한 주사전자현미경의 유지 및 보수가 용이하여야 한다.

사용자의 안전성을 보장하기 위해서는 먼저 방사선방어규정(Radiological Protection Regulations)에서 요구하는 기준에 적합하도록 차폐 또는 격납 시설을 설계하여야 하고, 주사전자현미경의 내부를 적절히 차폐시켜야 한다.

한국원자력연구소의 조사후시험시설에 있는 핫셀(Hot Cell)은 미세표면분석을 위한 금속조직분석 시스템만을 갖추고 있다. 따라서, 보다 향상된 표면분석을 수행하기 위하여 이차전자검출기(Secondary Electron Detector), 반사전자검출기(Backscattered Electron Detector) 및 EDX(Energy Dispersive X-ray System)을 갖추고 있는 주사전자현미경을 적용하였다.

조사후시험시설에 설치되어 있는 핫셀에는 주사전자현미경을 설치하기 위한 공간이 마련되어 있지 않기 때문에 별도의 차폐시설인 글로브 박스를 제작하였으며, 자르기(cutting), 윤내기(polishing) 및 부식 동판술(etching)과 같은 시편의 준비는 금속조직분석을 위한 준비와 동일한 방법으로 기존의 핫셀에서 수행하게 될 것이다.

## II. 주사전자현미경의 개조 기준

주사전자현미경 모델 선택에 앞서 분석을 수행하기 위한 시편의 기준 선량률 및 차폐시설을 결정하기 위하여 먼저 외국의 사례<sup>1)~6)</sup>들을 조사하였으며, 이들 내용은 표 1과 같다. 외국에서는 접촉면에서 0.5 Sv/h에서 1.26 Sv/h에 이르는 기준 선량률을 적용하고 있었다. 우리 나라에서는 처음으로 주사전자현미경을 방사성 물질을 분석하기 위해 적용하였기 때문에 시편의 방사능 기준 선량률을 접촉표면에서 0.5 Sv/h로 결정하였으며, 사용후핵연료 시편이라고 가정하면 연소도 50 GWD/MTU, 냉각기간 3년, 농축도 5% 및 무게 0.17gr을 기준으로 7.4 GBq로 평가된다.

차폐 또는 격납시설에 설치하여 방사능 물질의 미세표면을 분석하기 위한 주사전자현미경은 사용자의 방사능 피폭을 방지하기 위하여 원격으로 조작되어야 하며, 유지 및 보수가 용이하여야 하고, 본래의 기능을 유지하기 위하여 각종 검출기 및 내부 구조물이 방사성 시편의 영향을 받지 않아야 한다. 따라서, 주사전자현미경의 개조사항으로서는

- 방사성 시편의 영향에 의한 기능 감소 및 손상을 방지하기 위한 시료실(Specimen Chamber) 내의 각종 검출기(SED, BED, EDX) 및 내부 구조물의 차폐

- 사용자의 방사능 피폭을 방지하기 위하여 방사성 시편을 올려놓는 시료실을 포함하고 있는 전자총(Electron Gun)을 글로브 박스 내에 설치하기 위하여 전자총과 제어대(Control Unit)를 분리
- 조종장치(Manipulator)를 이용하여 주사전자현미경의 시료실 스테이지(Stage)에 시편을 쉽게 설치할 수 있도록 시료실을 개조
- 차폐된 글로브 박스 내에 설치되는 전자총의 주요 기능들을 원격으로 조정하기 위한 시료실 스테이지의 동력화

등에 초점을 맞추었으며, 주사전자현미경 모델의 선택시 이러한 사항들이 가능한 약간의 개조만으로 가능한 모델을 선택하는 것이 바람직하다.

PHILIPS XL-30 모델은 전자총과 제어대의 분리가 쉽고, 시료실 스테이지가 동력화 되어 있으며, 시료실 내부 크기가 매우 크기 때문에 조종장치를 사용하여 시편을 쉽게 취급할 수 있기 때문에 선택되었다.

표 1. 외국의 방사성 물질 분석을 위한 주사전자현미경 시설

	차폐 또는 격납시설	주사전자현미경 개조내용	비 고
PNL	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 핫셀A : Polishing &amp; Mounting</li> <li>• 핫셀B : Cleaning &amp; Coating</li> <li>• 크림셀(Clamshell) : 전자총설치               <ul style="list-style-type: none"> <li>- SUS 골격위에 10cm의 납</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 전자총과 제어대 분리               <ul style="list-style-type: none"> <li>- Spring-Mounted Table 위에 전자총 설치</li> </ul> </li> <li>• Specimen Stage의 동력화</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 모델 : JSM-35C</li> <li>• 필라멘트 교체               <ul style="list-style-type: none"> <li>- 크림셀</li> </ul> </li> <li>• 시편운반 : Cask</li> </ul>
BNL	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 핫셀A : Cleaning &amp; Mounting</li> <li>• 핫셀B : Coating</li> <li>• 핫셀C : 전자총 설치               <ul style="list-style-type: none"> <li>- 12인치 두께의 Steel Plate</li> <li>- Roof, Side Wall : Fixed</li> <li>- Rear Wall : Movable</li> <li>- Containment Box 설치</li> <li>- Manipulator 설치</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 전자총과 제어대 분리               <ul style="list-style-type: none"> <li>- Isolated Block 위에 전자총 설치</li> <li>- Stage Door 변경 : Draw type ⇒ Hinge Type</li> </ul> </li> <li>• Specimen Stage의 동력화</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 모델 : JEOL 6100</li> <li>• 시편운반 : Cask 또는 Air-Tube Conveyor</li> </ul>
INEL	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 핫셀A : 시편저장 및 Coating</li> <li>• 핫셀B : 전자총 설치               <ul style="list-style-type: none"> <li>- 2.44m(L)×1.83m(W)×3.66m(H)</li> <li>- 0.915m 두께의콘크리트</li> <li>- Intercom System 설치 : 핫셀과 제어방사이의 통화</li> <li>- Manipulator 설치</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 전자총과 제어대 분리</li> <li>• Specimen Stage 내부 차폐</li> <li>• Pan &amp; Zoom 기능의 카메라 설치</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 모델 : JEOL 840</li> <li>• 시편운반 : Transfer Drawer</li> </ul>
ORNL	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 핫셀 : 전자총 설치               <ul style="list-style-type: none"> <li>- 3.3m(L)×1.8m(W)×0.9m(T)</li> <li>- 핫셀벽의 설비들을 위한 구멍</li> </ul> </li> <li>전자총 : <math>\phi 20\text{cm}</math></li> <li>Utility Line : <math>\phi 15\text{cm}</math></li> <li>- Manipulator 설치</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 전자총과 제어대 분리               <ul style="list-style-type: none"> <li>- Vibration Isolator위에 전자총 설치</li> </ul> </li> <li>• Specimen Stage의 동력화</li> <li>• Star Wheel 설치               <ul style="list-style-type: none"> <li>- 필라멘트와 Aperture의 제어</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 모델 : AMRAY 1200B</li> </ul>

### III. 차폐된 글로벌 박스 설계

사용후핵연료 및 조사된 방사성 물질의 미세표면분석을 수행하기 위한 주사전자현미경은 사용자의 방사능 피폭을 방지하기 위해 차폐 또는 격납시설에 설치되어야만 한다. 따라서, 차폐시설로서 차폐된 글로벌 박스를 설계하였다.

차폐된 글로벌 박스의 설계에 있어서 적절한 차폐재 및 차폐체의 두께를 결정하는 것은 중요하다. 따라서, 차폐된 글로벌 박스에 대한 방사능 세기는 사용후핵연료 시편 6개를 기준으로 총 44GBq을 기준으로 하였으며, 차폐재로는 납과 탄소강을 고려하였으며, 차폐체의 두께는 ANISN code를 사용하여 계산하였다. ICRP-60 권고사항에 따른 차폐계산결과 그림 1에서와 같이 납은 약 8.5cm, 탄소강은 약 16.5cm로 계산되었다.

차폐된 글로벌 박스는 내부에 설치되는 주사전자현미경의 전자총과 외부에 설치되는 제어대에 연결되는 많은 설비 선(utility lines) 및 각종 설비(코터, 방사선 계측기, 초음파 세척기 등) 선들을 위한 많은 창구(port)들을 필요로 하며, 복잡한 형상을 가지고 있기 때문에 차폐재로서 탄소강을 선택하였다.

차폐된 글로벌 박스 내부에는 방사성 시편을 분석하는 공간으로부터 오염이 확산되는 것을 방지하기 위하여 두 개의 지역으로 분할하였으며, 핫셀로부터 글로벌 박스로 시편을 운반하는 수송 용기를 위한 용기 접속 창구를 설계하였고, 시계 확보를 위한 납유리, 원격조종을 위한 조종장치 및 유지 및 보수를 위한 문들을 설계하였다.

### IV. 결과 및 토의

#### 1. 주사전자현미경 개조

주사전자현미경은 앞에서 기술한 내용에 따라 개조되었다. 방사선의 영향을 감소시키기 위해 이차전자검출기의 아크릴레이트 전도체(acrylate conductor)는 글라스 라이트(glass light) 전도체로 변경하였으며, 초박막창(Super Ultra Thin Window)을 가지고 있는 EDX는 베릴륨(Be) 원도우 시준기(collimator)를 부착하였다.

전자총을 차폐된 글로벌 박스 내에 설치하기 위하여 전자총과 제어대를 연결해 주는 전기선, 설비선 및 냉각수 호스 등은 약 6m로 늘렸으며, 그림 2에서와 같이 시료실 문의 열림 공간은 조종장치를 사용하여 시편을 쉽게 취급할 수 있도록 20cm에서 30cm로 확장하였고, 격납통을 설치하기 위한 공유영역을 확보하기 위해 전자총 기둥(column)의 높이를 2cm에서 5cm로 증가시켰다. 주사전자현미경과 격납통 사이에는 누설을 방지하기 위하여 알루미늄 틀(frame)을 제작하여 시료실 외부에 부착하였다.

LaB6 필라멘트의 주사 여과(scan filtering)시스템은 전기선의 연장에 따른 잡음(noise)을 감소시키기 위해 FEG 여과시스템으로 변경하였으며, 시편용 표준 받침대(holder) 대신에 방사성시편을 위한 특별한 받침대를 제작하였다.

골드코터와 카본코터로 구성된 VG Mictotech사의 SC7610 Sputter Coater는 비전도성 시편의 코팅을 위해 준비되었다. 각 코터는 캐비닛 집합체(cabinet assembly), 진공 시스템 및 챔버(chamber)로 구성되어 있다. 이들 중 진공시스템 및 챔버는 방사성 물질을 코팅하기 때문에 차폐된 글로벌 박스 내에 설치되어야만 하므로 그림 3에서와 같이 개조되었다. 진공 시스템과 챔버

를 설치하기 위한 별도의 캐비닛이 제작되었고, 글로브 박스 외부에 놓이게 되는 본래의 코팅 시스템과 연결하기 위해 설비 선들은 60cm에서 4m로 연장되었다.

## 2. 차폐된 글로브 박스 제작

차폐된 글로브 박스는 차폐벽, 납유리, 2개의 조종장치, 격납통, 유지 및 보수를 위한 3개의 문 및 시편 운반용기 접속창구(cask adapter) 등으로 구성되어 있으며, 전체적인 크기는 넓이 2.07m, 폭 2.62m, 높이 2.62m이다.

글로브 박스의 차폐벽은 두께 17cm인 탄소강판으로 제작하였으며, 정면, 측면 및 지붕판넬은 볼트 및 연결 판넬로 상호 연결되어졌으며, 뒷벽은 주사전자현미경의 유지 및 보수를 수월하게 하기 위해 전동식으로 움직일 수 있도록 제작되었다.

납유리 및 2개의 조종장치는 주사전자현미경 사용자가 시료실 문을 열고 시편을 삽입하는 등의 일련의 작업을 위한 시계 확보 및 원격조작을 수월하게 하는 것을 돕도록 글로브 박스 정면에 설치하였다. 그림 4는 차폐된 글로브 박스의 개요도를 보여주고 있다.

격납통은 조명 및 시계확보를 위한 알루미늄 틀을 가진 강화유리로 제작하였다. 격납통과 주사전자현미경의 접속 공유영역은 주사전자현미경 가동시 진동을 방지하기 위해 약 1cm 가량 들려지는 시료실 받침대의 상하 움직임을 수용하고, 격납통의 누설을 방지하기 위하여 주름잡힌 고무틀로 연결하였다. 오염된 물질이 외부로 빠져나가지 못하도록 격납통 내부는 부압을 유지하기 위하여 압력계(manometer)를 설치하였을 뿐만 아니라 격납통의 입출구에 고성능 필터(HEPA filter)를 설치하였다. 또한 격납통 내부의 지지 층에는 고준위 시편으로부터 나오는 방사선을 차폐하기 위한 납으로 된 시편 저장랙을 설치하였다. 지붕판넬의 내부 상층에는 조명이 설치되어있다.

적절한 유지 및 보수를 위해 3개의 문이 준비되었다. 뒷문은 주사전자현미경의 설치 및 해체를 할 수 있도록 전동식 모터를 사용하여 충분히 열리도록 되어있으며, 글로브를 사용하여 시료실 스테이지(stage)를 취급할 수 있도록 넓이 60cm의 문을 좌측벽에 설치하였고, 주사전자현미경의 냉각수위를 조절 및 방진시스템을 점검을 위해 정면 하단부에 문을 내었다.

## 3. 일반시편 분석 및 토의

위와 같이 설계 제작한 차폐된 글로브 박스 내에 개조된 주사전자현미경을 설치하고 일반시편을 분석하였다. 시편은 UO<sub>2</sub>, Inconel 690, Stainless Steel 304 및 347 등에 대해 배율 4,000배에서 100,000배에 이르기까지 분석하였으며, 이들 일반시편을 통한 분석결과 주사전자현미경 및 코터의 개조는 잘되었다고 판단되며, 글로브 박스의 설계 또한 적절하다고 생각된다.

그림 5는 UO<sub>2</sub>시편과 Inconel690 시편의 영상을 보여주고 있다. 일반 시편에 대한 분석을 수행한 결과 주사전자현미경은 저배율에서는 선명한 영상을 얻을 수 있었지만 100,000배 이상의 고배율에서는 진동 및 잡음으로 인한 떨림 현상으로 인해 선명한 영상을 얻기가 힘들었다. 따라서, 주사전자현미경과 글로브 박스내의 격납통 지지대를 약간 떨어뜨려 이런 현상을 다소 완화시키기는 하였지만 여전히 떨림 현상은 남아있었다. 이러한 현상은 차폐된 글로브 박스 내를 부압으로 유지하기 위한 통풍장치의 소음으로 인한 현상으로 판단되며, 향후 수행하게될 방사성 시편의 분석에 앞서 고배율에서의 선명한 영상을 얻기 위해 이러한 소음을 줄이는 것이 중요하며, 앞으로의 해결

과제로 생각된다.

### 참고문헌

- [1] PNL, "Shielded Analytical Instruments for Characterization of Highly Radioactive Materials", PNL-5862, 1986.
- [2] BNL, "A Fully Shielded & Analytical Scanning Electron Microscope for the Examination of Radioactive Materials", EMAG-91, 1991
- [3] INEL, "Operation of a Scanning Electron Microscope in a Hot Cell", DE88-006775, 1987.
- [4] ORNL, "Scanning Electron Microscope Facility for Examination of Radioactive Materials", ORNL/TM-9451, 1985.
- [5] SRL, "Contained Scanning Electron Microscope Facility for Examining Radioactive Materials", DE86-012928, 1986.
- [6] CDNG, "Laboratories Chauds et Télémanipulations de La C.E.E." CEA-CONF 5723, 1981.

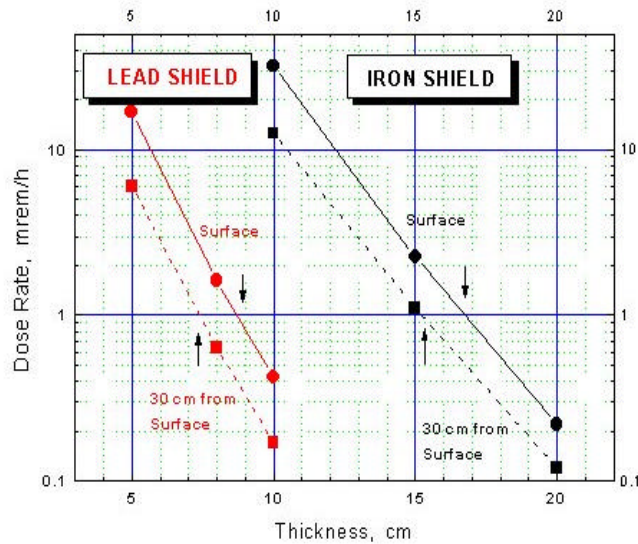


그림 1. 방사선량에 따른 차폐재의 두께



가. 전자총 기둥 높이의 증가



나. 시료실 공간의 확장

그림 2. XL-30 주사전자현미경 개조.

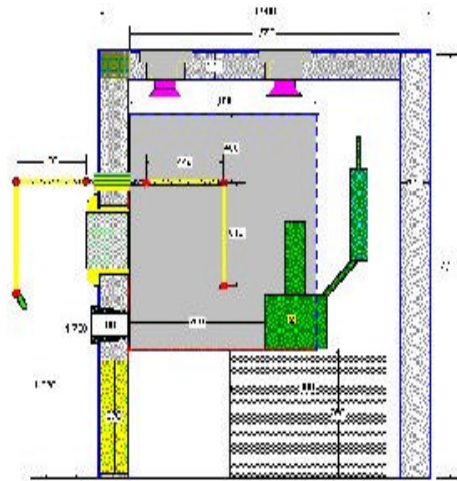


가. 개조 전

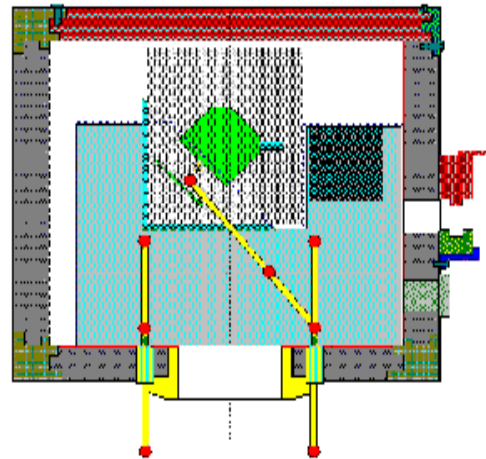


나. 개조 후

그림 3. SC7610 Sputter Coater의 개조

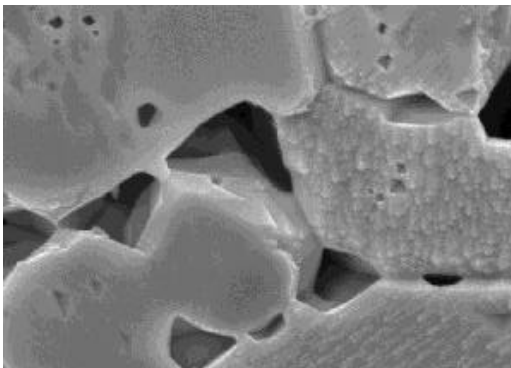


가. 단면도

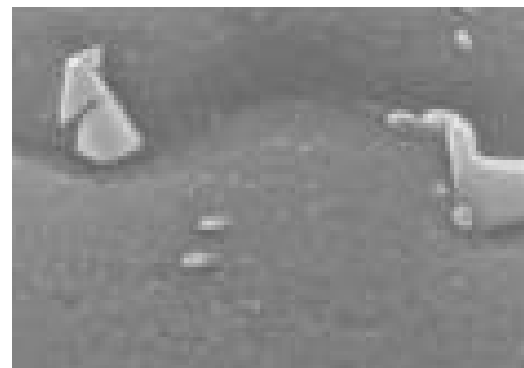


나. 평면도

그림 4. 차폐된 글로브 박스의 개요도.



가.  $UO_2$  (2만배, Etching/Gold Coating)



나. Inconel 690 (4만배, Etching/Gold Coating)

그림 5.  $UO_2$  및 Inconel 690의 미세표면구조.