

우라늄산화물중 Cs의 전자탐침 미세분석

박 순 달* · 조기수 · 김 원 호
한국원자력연구소 원자력화학연구팀
(2001. 2. 17 접수)

Electron Probe Micro Analysis of Cs in UO_2

Soon Dal Park*, Kih Soo Joe and Won Ho Kim

Nuclear Chemistry Research Team, KAERI, P.O. Box 105, Yusong, Taejeon, 305-600, Korea
(Received February 17, 2001)

요 약 : 우라늄산화물중 Cs의 전자탐침 미세분석시 우라늄에 의한 방해와 몇 가지 Cs 화합물의 Cs L_{α} X-선 세기 안정도를 측정하였다. Cs 화합물 중 CsI의 Cs L_{α} X-선 세기가 가속전압과 결정의 종류에 관계없이 가장 높았다. 빔전류량 100 nA 사용시 Cs L_{α} X-선 세기는 측정시간이 경과함에 따라 감소하였으며, X-선 세기의 감소율은 가속전압과 빔전류량에 비례하였으나 빔직경에 반비례하였다. UO_2 시편에 함유된 Cs의 전자탐침미세분석시 LiF결정의 Cs L_{α} X-선 파장을 사용하면 우라늄에 의한 방해를 제거 할 수 있었다.

Abstract: In this paper it was described on the interference effect of uranium to analyze Cs in UO_2 by Electron Probe Micro Analysis(EPMA) and the beam stability of Cs L_{α} X-ray intensity for some Cs compounds. According to the experimental results, the CsI showed the highest L_{α} X-ray intensity among the tested Cs compounds at the experimental condition; 15~30 kV of accelerating voltage and PET, LiF crystal. When 100 nA of beam current was applied to Cs compounds, Cs L_{α} X-ray intensity was continuously decreased with increasing time. The decreasing rate of Cs L_{α} X-ray intensity was directly proportional to the applied beam current and accelerating voltage but inversely proportional to the applied beam size. It was found that uranium interference can be prevented by using Cs L_{α} X-ray wavelength of LiF crystal for Cs analysis in UO_2 by EPMA.

Key words : EPMA, WDS, Cs, UO_2

1. 서 론

원자로 내에서 핵분열에 의해 생성된 여러 가지 형

태의 핵분열 생성물은 핵연료의 여러 부위에 분포하게 된다. 휘발성 핵분열 생성물과 핵분열 생성기체중 일부는 핵연료 조직으로부터 방출되어 핵연료 붕의 봉내 압력을 증가시키고 전형적인 UO_2 조직을 미세한 기공과 기포가 발생한 다공성 조직으로 변화시켜 핵연료의 성능을 떨어뜨린다. 특히 핵분열 생성물은 사용후핵연료에 불균일하게 분포되어 있으며, 핵연료의 연소도에

★ Corresponding author
Phone : +82+(0)42-868-2442, Fax : +82+(0)42-868-8148
E-mail : nsdpar@kaeri.re.kr

따라 다른 분포특성을 가지는 것으로 알려져 있다.^{1,5}

핵분열 생성물중 Cs은 핵분열 생성율이 높을 뿐만 아니라 반감기가 긴 고에너지의 감마선을 방출하는 ¹³⁷Cs을 함유한 매우 유독한 물질이다. 금속 Cs은 끓는 점이 670°C이고, 1200°C 이상에서는 기체로 존재하므로 원자로 내에서 Xe과 비슷한 배출거동을 보이는데 UO₂ 매질에서 용해도가 낮아 배출율이 높다. 또한 고준위 핵폐기물 저장시 냉각수와 결합 핵연료피복관의 접촉은 Cs과 같은 유독성 물질을 용출 시킬 수 있으므로 핵폐기물의 처리, 처분에서도 매우 유의해야 할 물질이다. 이와 같은 Cs의 특성 때문에 핵연료의 전주기에서 Cs은 매우 중요한 핵분열 생성물로 취급된다. 특히 하나의 사용후핵연료에서 마이크로 미터 단위의 공간 분해능으로 측정된 Cs의 방사상 분포는 핵분열 생성기체인 Xe과 함께 휘발성 핵분열 생성물 및 핵분열 생성기체의 배출거동 규명에 중요한 자료가 된다.^{1,2, 6-7}

고방사성 시료인 사용후핵연료의 핵분열 생성물 정량분석 및 방사상 분포 측정에는 1 μ m 이하의 공간 분해능을 가진 전자탐침 미세분석기가 매우 유용하다.^{6,12} 전자탐침 미세분석기에 의한 사용후핵연료의 분석에는 기기의 방사선 차폐, 적절한 표준물질 선정, M line X-선 질량흡수계수의 불확실성 및 시편의 다공성 등 몇 가지 해결해야 할 문제점이 있으며 이러한 문제점을 해결하기 위한 연구 예가 발표되어 있다.^{6,9}

사용후핵연료중 Cs의 전자탐침 미세분석시 문제점은 Cs의 특성상 적절한 표준물질 선정, 전자빔에 의한 Cs X-선 세기의 안정도 및 우라늄에 의한 방해 등이다. Cs은 알칼리원소로 전자탐침 미세분석용 순수 금속표준물질을 구할 수 없으며 전자빔에 의해 열 손상을 입기 쉽고 전자빔 조사시간에 따른 Cs 이온의 이동으로 Cs X-선 세기가 불안정하게 된다. 또한 우라늄 매질에서 미량의 Cs 분석시 우라늄 X-선에 의한 방해를 받을 수 있다. 이러한 요인들은 특히 사용후핵연료와 같이 Cs 농도가 수 % 이하로 존재하는 시료의 분석시 분석결과의 신뢰도를 감소시킬 수 있다.^{1,7,10}

본 연구에서는 몇 가지 Cs 화합물을 선정하여 빔전류, 빔직경 및 가속전압에 따른 Cs X-선 세기의 안정도를 평가하였으며 PET, LiF 결정으로 우라늄 매질에 미량으로 함유된 Cs 분석시 우라늄 X-선에 의한 방해 정도를 측정하여 Cs의 전자탐침 미세분석시 최적 분석조건을 제시하고자 하였다.

2. 실험방법

2.1. 시약 및 기기

Cs 표준시편은 Merck사의 고순도 CsI, CsBr, CsCl, Cs₂SO₄ 적당량을 무게 달아 막자사발에서 충분히 혼합한 후 지름 10 mm, 깊이 2 mm의 형판에 넣어 압력 3톤으로 가압하여 원형으로 만든 것을 일본전자주식회사의 JFC 탄소증착기로 탄소증착하여 사용하였다. 탄소증착 두께는 JEOL사의 7801 16615를 기준으로 하여 시편과 함께 백색 타일에 DP 오일을 점적한 타일을 탄소코팅기에 넣어 탄소코팅층의 두께를 20 nm 되게 조절하였다. 전자탐침미세분석에는 일본전자주식회사의 JXA 8600 전자탐침 미세분석기에 부착된 PET, LiF 결정의 파장분산형 X-선 분광기를 사용했다.

2.2. 가속전압 및 Cs 화합물에 따른 Cs L α X-선 세기

가속전압을 15~30 kV로 변화시키면서 PET, LiF 결정으로 CsI, CsBr, CsCl, Cs₂SO₄ 표준물질에 대해 빔전류량 30 nA, 측정시간 10초로 Cs X-선의 피크파장과 바탕파장에서 X-선 세기를 측정하여 ZAF법으로 매질보정 하였다. PET, LiF결정에서 Cs화합물에 따른 피크파장은 Cs의 엑스선 세기가 가장 큰 파장으로 하여 Cs의 X-선 세기(P)를 측정하였고 바탕파장은 피크파장의 상, 하 파장에서 X-선 세기가 가장 낮은 파장을 선택하여 Cs 화합물의 바탕세기(B)를 측정하여 신호 대 잡음비(P/B)를 계산했다. X축을 가속전압, y축을 신호 대 잡음비(P/B)로 하여 가속전압에 따른 신호 대 잡음비(P/B) 변화를 측정하였다.

2.3. Cs L α X-선 세기의 안정도 측정

CsI, CsBr, CsCl, Cs₂SO₄ 표준시편에 대해 PET 와 LiF 결정으로 가속전압 15, 25 kV, 빔전류량 10, 30, 50, 100 nA 및 빔직경 1, 60 μ m로 변화시키면서 각 Cs 화합물에 대해 측정시간 약 300 초까지 10 초 단위로 Cs L α X-선 세기를 측정하여 측정시간에 따른 Cs L α X-선 세기의 변화를 고찰하였다.

2.4. Cs 분석시 우라늄 X-선의 방해

2.4.1. UO₂ 소결체 시편에 대한 Cs L α X-선 세기측정

Cs이 함유되지 않은 순수한 가압경수로용 UO₂ 소

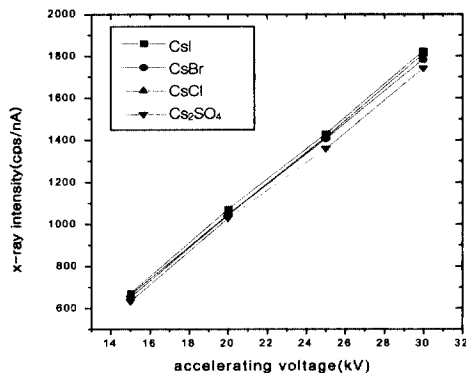
결체를 0.25 μm 까지 연마한 후 탄소코팅을 시키지 않고 PET, LiF 결정의 Cs $L\alpha$ X-선 피크 파장에서 X-선 세기를 측정하여 우라늄 매질에 함유된 Cs 분석시 우라늄 X-선의 방해를 측정하였다. 연마한 UO_2 소결체의 각기 다른 임의의 위치에서 가속전압 15, 20, 25, 30 kV, 빔전류량 30 nA, 빔직경 60 μm , 측정시간 50초에서 PET, LiF 결정으로 5회씩 X-선 세기를 측정하여 평균값을 사용했다.

2.4.2. UO_2 매질에 함유된 Cs 분석

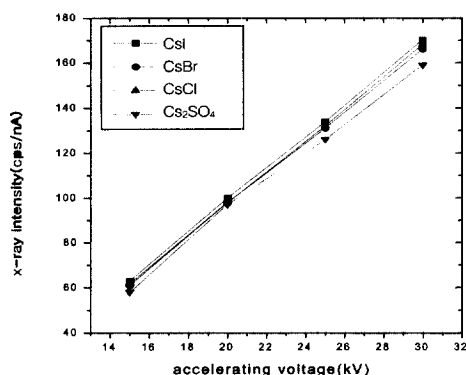
시약급의 Merck사 CsI를 막자사발로 충분히 분쇄한 후 Cs이 중량비로 2, 4, 7 wt% 정도 되게 CsI와 UO_2 분말을 무게 달아 소형 ball mill로 96 시간 동안 분쇄, 혼합하였다. 이 혼합물을 지름 10 mm, 깊이 2 mm의 형판에 넣고 압력 3톤으로 가압하여 원형으로 만들어 건조시킨 후 데시케이터에 보관하였다. 이 시료를 파장분산형 X-선 분광기의 PET와 LiF 결정으로 Cs의 정량분석을 하였다. 측정조건은 가속전압 15, 20, 25, 30 kV, 빔전류량 30 nA, 빔직경 60 μm , 측정시간 50초로 각기 다른 임의의 위치에서 5회씩 X-선 세기를 측정하여 평균값을 사용했다.

2.4.3. Cs 유리 표준물질 분석

파장분산형 X-선 분광기의 PET, LiF 결정으로 Cs이 0.634wt% 함유된 일본전자주식회사의 JEOL 780112726의 Cs 유리 표준물질을 사용하여 PET, LiF 결정에 따른 Cs 분석결과를 고찰하였으며 우라늄매질에 함유된 Cs 분석결과와 비교하였다. 측정조건은 가속전압 20 kV, 빔전류량 30 nA, 빔직경 60 μm , 측정시간 30초로 각기 다른 임의의 위치에서 5회씩 X-선 세기를 측정하여 평균값을 사용했다.



(a) PET



(b) LiF

Fig. 1. Cs $L\alpha$ X-ray intensity of Cs compounds as a function of accelerating voltage. beam current=30 nA, measuring time=10sec.

3. 결과 및 고찰

3.1. Cs 화합물의 종류와 가속전압에 따른 Cs $L\alpha$ X-선의 세기 변화

가속전압 15, 20, 25, 30 kV, 빔전류량 30 nA, 측정시간 10초, 빔직경 60 μm 의 조건으로 실험실에서 제조

Table 1. Correction factors of Cs compounds at 25 keV, 40 degree of take-off angle

Compound	[Z]	[A]	[F]	[ZAF]	wt % of Cs	Correction factor of Cs
CsI	1.006	0.989	1.000	0.994	51.15	0.5146
CsBr	1.029	1.043	0.998	1.071	62.45	0.5829
CsCl	1.052	1.035	1.000	1.090	78.94	0.7245
Cs ₂ SO ₄	1.099	0.992	1.000	1.090	73.45	0.6740

한 CsI, CsBr, CsCl 및 Cs₂SO₄ 표준시편에 대해 PET와 LiF 결정으로 Cs L α X-선 세기와 바탕세기를 측정 후 매질보정한 Cs의 X-선 세기를 Fig. 1에 도시하였다. PET 및 LiF 결정으로 가속전압 15~30 kV에서 동일 표준시편에 대해 5회씩 측정된 X-선 세기의 상대오차는 $\pm 3\%$ 이내였다.

어떤 원소의 X-선 세기는 사용한 가속전압, 범전류량 이외에 시료의 밀도(D), 조성원소의 형광산출계수(ω), 이차형광효과와 같은 매질효과에 영향을 받으므로 측정된 X-선 세기는 원소의 조성비에 비례하지 않는다.⁸⁻¹¹ 따라서 사용한 가속전압에 따라 Cs 화합물의 Cs 보정계수를 ZAF법으로 구하였으며 Table 1에 가속전압 25 kV일 때 ZAF법으로 구한 보정계수를 나타내었다. 이 보정계수로 각 Cs 화합물로 측정된 Cs의 L α X-선 세기를 보정하여 순수한 Cs 표준물질의 L α X-선 세기로 환산하였다.

Fig. 1에 알 수 있는 바와 같이 Cs L α X-선의 바탕세기를 제외한 알짜 X-선 세기는 15~30 kV 범위에서 가속전압에 비례하였다. X-선 발생율은 일정 범위에서 가속전압과 X-선의 에너지의 비인 과전압(U)에 비례하지만 과도한 가속전압은 X-선 발생깊이 증가에 따른 특성 X-선의 자체흡수현상으로 X-선 발생율이 떨어지는데 이것은 시편의 평균 밀도에 영향을 받는다.^{9,11} 본 연구에 사용한 Cs 화합물 가운데 CsI의 Cs L α X-선 세기가 PET, LiF 결정에서 가장 높은 X-선 세기를 나타내었다.

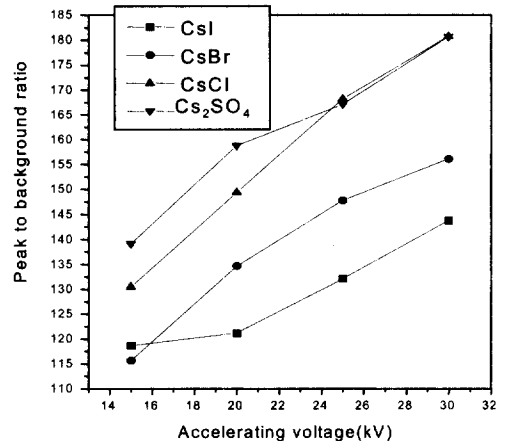
ZAF 보정한 L α X-선 세기를 비교해보면 할로겐족 Cs 화합물인 CsCl, CsBr 및 CsI는 최고 2% 정도의 오차를 가지지만 산화물인 Cs₂SO₄로 측정된 Cs L α X-선 세기의 ZAF 보정치는 CsI로 측정, 보정한 L α X-선 세기의 약 95% 정도로 할로겐 화합물에 비해 높은 오차를 나타내었다. 이와 같은 결과는 ZAF 보정의 한계이며 정량분석시 정확한 정량분석을 위해서는 실제 시료조성과 비슷한 조성의 표준물질 사용이 매우 중요한 요소임을 암시한다.^{9,10}

PET, LiF 결정에 따른 Cs L α X-선 세기는 Cs 화합물에 따라 다르지만 PET가 LiF 보다 약 10~11배 높은 X-선 세기를 나타내었다. 이것은 전자탐침 미세분석기의 Take Off Angle(TOA)이 45° 일 때 결정격자 크기 2d=8.742 Å인 PET 결정에서 Cs L α X-선의 피크과장 위치가 92.54 mm로 결정격자 크기 2d=4.0267 Å인 LiF의 201.12 mm 보다 표준시편에 근접해 있으며

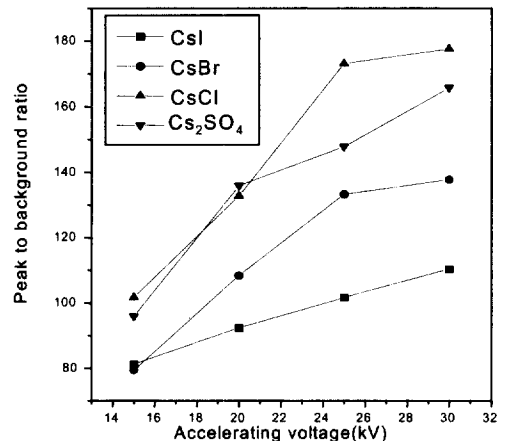
로 X-선 계측효율이 높을 것이다.¹³

3.2 가속전압 및 결정에 따른 신호 대 잡음비

Fig. 2에 CsCl, CsBr, CsI 및 Cs₂SO₄ 표준물질에 대해 PET, LiF 결정의 Cs L α X-선 과장에서 측정된 Cs L α X-선의 알짜세기(P)와 각 화합물의 Cs L α X-선 과장 상, 하의 바탕과장에서 측정된 X-선 세기(B)와의 비(P/B)를 y축, 가속전압을 x축으로 도시한 신호 대 잡음비(P/B)를 나타내었다.



(a) PET



(b) LiF

Fig. 2. Cs L α X-ray peak intensity to background intensity ratio of Cs compounds as a function of accelerating voltage. beam current=30 nA, measuring time=10 sec.

Fig. 2에서 알 수 있는 바와 같이 Cs L α X-선 알짜세기와 바탕세기의 비인 신호 대 잡음비(P/B)는

PET, LiF 결정 모두 CsCl이 가장 높았으며, Cs₂SO₄의 신호 대 잡음비(P/B)도 CsCl과 비슷한 값을 보였다. 이것은 CsCl, Cs₂SO₄로 Cs L α X-선 바탕세기 측정시 이 Cs 화합물의 구성원소가 방해하지 않음을 나타낸다. 그러나 Cs L α X-선 알짜세기가 가장 높은 CsI의 신호 대 잡음비(P/B)는 본 연구에 사용한 네 가지 Cs 화합물중 낮은 신호 대 잡음비(P/B)를 나타내었다. 이것은 CsI에서 1의 L α X-선 피크파장이 Cs L α X-선 피크파장과 근접해 있으며 따라서 Cs L α X-선 바탕세기 측정시 바탕세기를 증가시키는 요인이 되는 것으로 생각된다. CsCl, CsBr, CsI 및 Cs₂SO₄ 화합물들의 신호 대 잡음비(P/B)는 측정에 사용한 결정의 종류에 관계없이 15~30 kV의 범위에서 가속전압에 비례하였다.

3.3. Cs L α X-선 세기의 안정도

CsI, CsCl 및 Cs₂SO₄ 화합물에 대해 가속전압 15, 25 kV, 빔직경 1, 60 μ m, 빔전류량 10, 30, 50, 100 nA의 측정조건에서 LiF 결정으로 측정된 Cs L α X-선 세기의 시간에 따른 변화를 그림 3~5에 나타내었다.

그림 3~5에서 보는 바와 같이 Cs 화합물의 종류에 관계없이 빔전류량 50 nA 이상에서는 Cs L α X-선의 세기가 측정시간이 증가함에 따라 감소하며, 가속전압이 클수록 감소율이 커지는 경향이였다. 빔직경 60 μ m 사용시 빔직경 1 μ m에 비해 Cs L α X-선 세기의 감소율이 작았다. CsI는 CsCl에 비해 Cs L α X-선 세기의

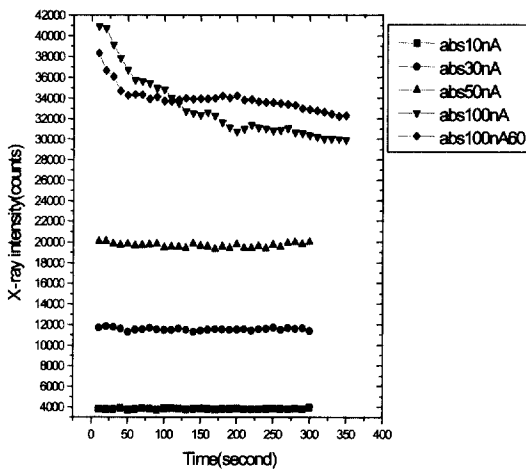
안정도가 높았으며 Cs₂SO₄는 할로젠 Cs 화합물에 비해 Cs L α X-선 세기의 안정도가 감소하였다. 그러나 빔전류량 30 nA 이하에서는 모든 Cs 화합물에서 가속전압에 관계없이 Cs L α X-선의 세기가 측정시간 약 300초 이상에서도 안정되었다.

Cs는 열전도가 상온에서 0.4 W/Cm K 이하로 매우 낮으며 녹는점과 비등점이 각각 28 $^{\circ}$ C, 669 $^{\circ}$ C이다.¹⁴ 따라서 이와 같이 열전도도가 낮은 Cs 화합물의 전자탐침 미세분석시 전자빔에 의해 시편의 국부적인 온도가 상승하게 되며 25 kV, 250 nA로 분석할 때 CsI 시편의 온도는 100 $^{\circ}$ C 이상이 된다는 보고가 있다.^{3,5}

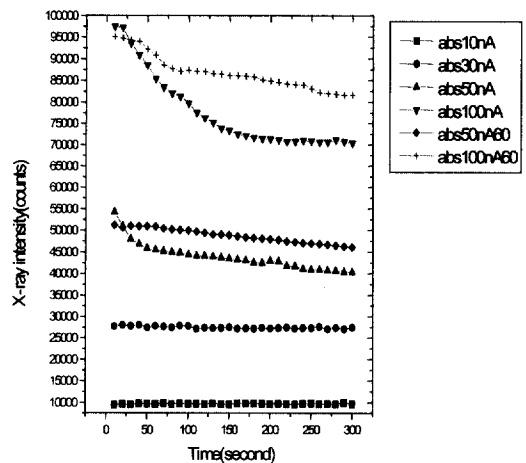
알카리 원소들의 전자탐침 미세분석시 X-선 세기의 불안정 메커니즘은 가속전자가 시편의 코팅층과 충돌할 때 시편의 특성에 따라 일정 깊이에서 머물게 되며 이때 시편 표면에서 비결합 산소의 방출과 함께 정전기장이 형성되어 양이온으로 하전된 알카리 이온들이 시편 내부로 이동된다. 이러한 전자빔에 의한 알카리 이온의 이동은 유리와 같은 무정형 시편에서 Na, K 등의 전자탐침 미세분석을 어렵게 한다.^{8,9, 13}

알카리 원소 X-선 세기의 불안정은 전자탐침 미세분석시 사용하는 빔전류량, 빔직경, 시편의 결정구조(결정형, 무정형), 알카리 원소의 원자번호 및 가속전압등에 따라 다르다. 일반적으로 전류밀도가 낮을수록 알카리 원소 X-선 세기의 안정도는 좋은 편이다.^{8,9, 13}

공유결합의 산화물은 비교적 전자빔에 강하기 때문에 전자탐침 미세분석용 표준물질로 추천되고 있다.⁹



(a) 15 kV



(b) 25 kV

Fig. 3. Time dependence of Cs L α X-ray peak intensity of Cs on the CsCl compound.

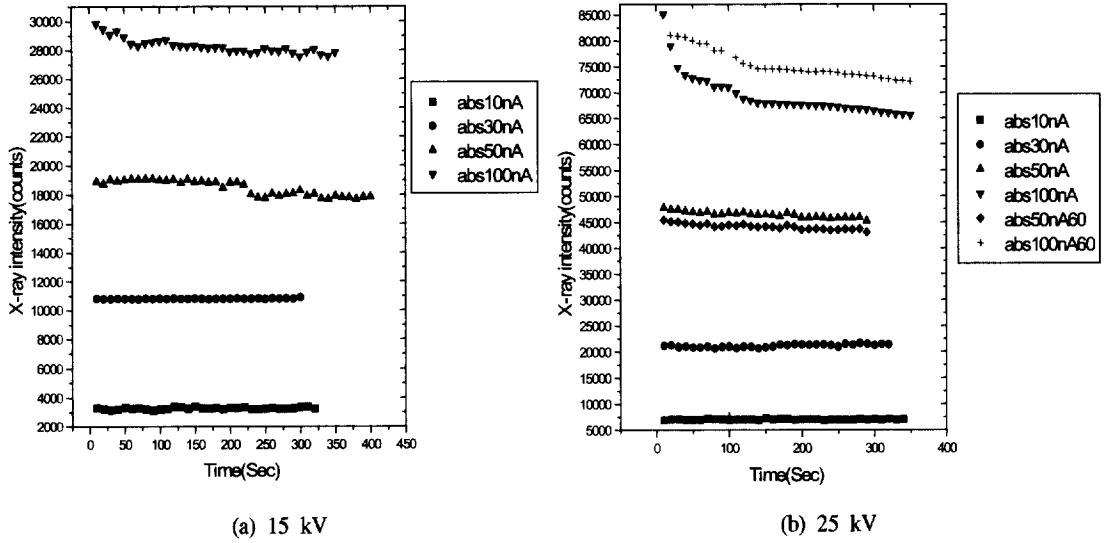


Fig. 4. Time dependence of Cs $L\alpha$ X-ray peak intensity of Cs on the CsI compound.

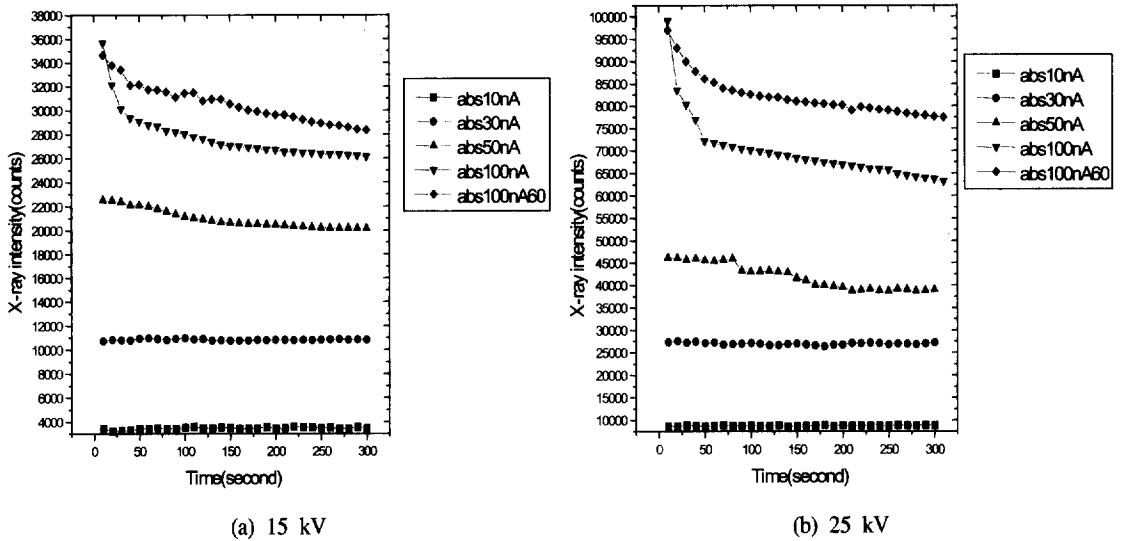


Fig. 5. Time dependence of Cs $L\alpha$ X-ray peak intensity of Cs on the Cs_2SO_4 compound.

그러나 Cs은 이러한 표준물질을 구할 수 없으므로 전자탐침 미세분석기에 의한 Cs의 정량분석시 적절한 Cs 화합물을 선택하여 가능한 가속전압을 낮추고 빔직경을 크게 하여 빔전류밀도를 낮추며 X-선 측정시간을 줄이는 것이 좋을 것이다.^{3,5} 본 연구결과 Cs L α X-선 세기의 측정시간에 따른 감소율은 Na, K의 그것에 비해 작았으며 측정에 사용한 빔전류량 및 가속전압에 비례하고 빔직경에는 반비례하는 경향을 보였다.

3.4. Cs 분석시 우라늄 X-선의 방해

실제 사용후 핵연료중 Cs 분석시 문제점은 Cs의 농도가 수 wt% 이하로 미량 함유되어 있으며 이때 우라늄의 X-선에 의한 방해가 있을 수 있다는 것이다.^{1,6} 따라서 이와 같이 우라늄이 80% 이상 함유된 매질에서 미량의 Cs 분석시 우라늄에 의한 방해를 검토하여 분석에 사용할 결정의 종류와 파장을 선택해야 한다.

본 연구에서 Cs을 함유하지 않은 순수한 가압경수로용 UO₂ 소결체를 LiF, PET 결정으로 Cs L α X-선 파장에서 X-선 세기를 측정된 결과를 Table 2, 3에 나타내었다. PET 결정으로 UO₂ 시편에 대해 Cs L α 파

장 위치인 92.44 mm에서 측정된 X-선 세기와 CsI 표준시편 사용시 바탕세기 측정 위치인 89.68, 98.20 mm에서 측정된 X-선 세기비는 가속전압에 따라 1.08~1.20 범위였으며 가속전압에 비례하여 증가하는 경향을 보였다.

또한 LiF 결정으로 같은 UO₂ 소결체에 대해 Cs L α X-선 파장 위치인 201.12 mm에서 측정된 X-선 세기와 Cs X-선 바탕세기 측정 위치인 205.2, 197.2 mm에서 측정된 X-선 세기의 비는 0.98~0.99 범위였다.

실험결과를 종합해보면 우라늄매질에 함유된 Cs 분석시 PET 결정을 사용하면 Cs L α X-선의 파장이 우라늄 AM3 X-선 파장에서 벗어난 범위가 $\Delta L=0.27$ mm 정도로 LiF의 $\Delta L=0.59$ mm보다 근접해 있으므로 우라늄 AM3 X-선에 의한 영향을 받아 Cs 분석시 양의 오차를 가져 올 수 있다. 따라서 UO₂ 매질시료에 함유된 미량의 Cs 분석시 LiF 결정을 사용하여 Cs L α X-선 파장에서 분석하는 것이 보다 정확한 분석결과를 줄 수 있을 것이다. 사용후핵연료중 Cs 분석시 LiF결정을 사용하여 Cs L β X-선 파장에서 분석한 예가 있지만² L β X-선 파장의 X-선 발생율은 L α X-선

Table 2. X-ray intensity on pure UO₂ pellet specimen at Cs L α position and its background position with PET crystal (30 nA, measuring time=50 sec, probe diameter=60 μ m)

EO(kV)	X-ray count at Cs L α position (A)	Background count position (B)	(A)/(B)
15	857	795	1.08
20	1031	944	1.09
25	1175	1058	1.11
30	1467	1206	1.22

Table 3. X-ray intensity on pure UO₂ pellet specimen at Cs L α position and its background position with LiF crystal (30 nA, measuring time=50 sec, probe diameter=60 μ m)

EO(kV)	X-ray count at Cs L α position(A)	Background count at position (B)	(A)/(B)
15	344	347	0.99
20	361	365	0.99
25	375	383	0.98
30	390	395	0.99

Table 4. Cs analysis result of Cs contained UO₂ pellet specimen (25 kV, 30 nA, measuring time=50 sec, probe diameter=60 μ m)

Cs(wt%) by PET crystal(A)	Cs(wt%) by LiF crystal(B)	(A)/(B)
2.08	1.90	1.09
4.22	4.00	1.06
6.84	6.59	1.04

과장에 비해 X-선 발생율이 매우 낮기 때문에 우라늄 매질에 함유된 미량의 Cs 분석시 빔전류량을 과도하게 높여야하는 문제점이 있다.

3.5. UO₂ 매질에 함유된 Cs 분석

Cs로 Cs을 약 2, 4, 7% 정도 함유한 UO₂ 펠렛을 제조하여 PET, LiF 결정으로 Cs 분석한 결과를 Table 4에 나타내었다. Table 4에서 보는 바와 같이 Cs의 함유율에 따라 PET 결정으로 Cs을 분석한 결과가 LiF 결정으로 Cs 분석한 결과보다 약 1.04~1.09배 높은 값을 보였으며 Cs 농도에 반비례하였다. 이와 같은 결과는 앞에서 기술한 바와 같이 PET 결정을 사용하여 우라늄매질에 함유된 미량의 Cs을 분석할 때 우라늄 X-선에 의한 방해로 나타낸다.

이와 같은 우라늄 X-선에 의한 Cs 분석시 방해로 확인하기 위해 PET, LiF 결정으로 Cs을 함유한 유리 표준물질의 Cs을 분석하였다. PET, LiF 결정으로 측정 한 Cs 농도는 각각 0.647, 0.643%로 실제 표시된 Cs 농도 0.634% 보다 약 1.01~1.02 배 높은 값을 보였다. 또한 Cs 분석결과 PET/LiF비는 1.001 이었으며 PET 결정으로 측정시 LiF보다 약 1% 높게 검출되었다. PET에 의한 Cs 측정결과가 LiF보다 약 1% 정도 높은 값을 보였지만 우라늄 매질에서와 같이 높지는 않았다.

이와 같은 결과로부터 우라늄 매질에 함유된 Cs을 PET 결정으로 측정시 분명히 우라늄 X-선에 의한 방해가 있음을 알 수 있었다.

4. 결 론

Cs 화합물중 CsI의 Cs X-선 세기가 가속전압과 결정의 종류에 관계없이 가장 높았으며 15~30 kV의 가속전압 범위에서 가속전압에 비례하였다. 빔전류량

100 nA 사용시 실험에 사용한 모든 Cs 화합물의 Cs L α X-선 세기는 측정시간이 경과함에 따라 감소하였으나 빔전류량 30 nA 이하에서는 안정되었다. Cs L α X-선 세기의 감소율은 가속전압과 빔전류량에 비례하였으며 빔직경에 반비례하였다. UO₂ 시편에 함유된 미량의 Cs 분석시 LiF결정의 Cs L α X-선 과장을 사용하면 우라늄 X-선에 의한 방해로 제거 할 수 있었다.

참 고 문 헌

1. M. Mogensen, J. H. Pearce and C. T. Walker, *Journal of Nuclear Materials*, 264, 99(1999).
2. M. Mogensen and C. Bagger, *Journal of Nuclear Materials*, 199, 85(1993).
3. C. T. Walker, C. Bagger and M. Mogensen, *Journal of Nuclear Materials*, 240, 32(1996).
4. C. T. Walker and G. Nicolaou, *Journal of Nuclear Materials*, 218, 129(1995)
5. C. T. Walker, M. Coquerelle, W. Goll and R. Manzel, *Nuclear Engineering and Design*, 131, 1(1991).
6. C. Walker, *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 14, 447(1999).
6. 박순달, 박용준, 김종구, 손세철, 조기수, *분석과학*, 11(6), 485(1998).
7. 박순달, 하영경, 김종구, 지광용, 김원호, *분석과학*, 13(5), 565(2000).
8. Scott, V. D., Love and G. Eds, "Quantitative Electron-Probe Microanalysis," Wiley, New York, 1981.
9. J. I. Goldstein, "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis," Plenum Press, New York, 1984.

10. A. G. Fitzgerald, B. E. Storey and D. Fabian, "Quantitative Microbeam Analysis," Proceedings of the Fortieth Scottish Universities Summer School in Physics, Dundee, August(1992).
11. C. E. Lyman, D. E. Newbary, J. I. Goldstein, et al. "Scanning Electron Microscopy, X-Ray Microanalysis, and Analytical Electron Microscopy," 309-315, Plenum Press, 1990.
12. C. T. Walker, *Journal of Nuclear Material*, 80, 190(1979).
13. T. Toya and A. Kato, "Practical Techniques for Microprobe Analysis," JEOL(1983).
14. Robert C. Weast, CRC Handbook of chemistry and physics, CRC press, 67th edition(1986).