

Micro Sampling System for Highly Radioactive Specimen by Laser Ablation

Laser Ablation에 의한 고방사성시편의 미세영역 시료채취 장치개발

**Sun-Ho Han, Yeong-Keong Ha, Ki-Chul Han, Yang-Soon Park
Kwang-Yong Jee and Won-Ho Kim**

Korea Atomic Energy Research Institute, 150 Duckjin-dong, Yuseung-Gu, Daejeon

hansh@kaeri.re.kr

한선호, 하영경, 한기철, 박양순, 지광용, 김원호

한국원자력연구소, 대전광역시 유성구 덕진동 150

(Received October 08, 2004 / Approved January 13, 2005)

Abstract

Shielded laser ablation system composed of laser system, image analyser, XYZ translator with motion controller, ablation chamber, manipulator and various optics was designed. Nd:YAG laser which can be tunable from 1064 nm to 266 nm was selected as light source. CCD camera($\times 200$) was chosen to analyze a crater less than 50 μm in diameter. XYZ translator was composed of three linear stage which can travel 50 mm with a minimum movement of 1 μm and motion controller.

Before the performance test, each part of system was optically aligned. To perform the ablation test, the specimen was ablated by 50 μm interval and observed by image analyser. The shape of crater was almost round, indicating laser beam has homogeneous energy distribution. The resolution and magnification of image system were compatible with the design.

Key Words : micro sampling, laser ablation, highly radioactive specimen, nuclear fuel

요약

방사선차폐 laser ablation 시스템을 레이저, 미세영역의 영상 확인을 위한 이미지 시스템, XYZ 이동장치와 조절기, ablation chamber, manipulator 및 여러 가지 광학부품들로 구성하였다. Ablation용 레이저는 UO_2 및 zircaloy 시편으로부터 효율적으로 시료를 채취할 수 있도록 266 nm(6 mJ)까지 파장 변환이 가능한 Nd:YAG 레이저를 선정하였으며, 이미지 시스템은 직경 50 μm 크기의 crater를 판별할 수 있는 200 배율 이상의 규격을 갖춘 CCD 카메라로 선정하였다. 시편 미

세이동장치는 XYZ방향으로 시편이동이 가능하고 최대 이동거리가 50 mm까지, 그리고 최소 1 μm 씩 정확하게 움직일 수 있는 장치로 선정하였다.

구성된 각 단위기기들에 대하여 광학 정렬을 수행한 후, 시료채취 부위를 50 μm 씩 정확하게 이동하면서 레이저로 조사시킨 시료 표면을 CCD 카메라를 통하여 관찰한 결과, 표면에 생성된 crater는 원형임을 확인함으로써 단위기기별 성능을 확인할 수 있었다.

중심단어 : 미세영역 시료채취, 레이저, 고방사성시편, 핵연료

I. 서론

새로운 핵연료를 개발하고 상용화하는데 있어서 핵연료의 건전성이 확보되어야하며 이를 평가하기 위하여 조사된 핵연료의 물리적인 특성 자료뿐만 아니라, 국부적인 연소도(burn-up)을 포함한 핵연료 펠렛(pellet) 단면의 core에서 rim에 걸친 핵물질과 주요 동위원소의 경방향 분포, 펠렛과 피복관사이의 화학적 상호작용, cesium과 iodine의 이동성 또는 핵분열기체(fission gas) 발생 거동과 같은 화학적 특성 자료도 매우 중요하다[1].

이러한 화학적 특성 자료를 확보하기 위해서는 고체시편의 미세영역에서 경방향으로도 직접 시료채취가 가능하여야 한다. 최근에는 고체시편에서 직접채취를 위하여 laser ablation 시스템이 활용되고 있으며 이 방법은 미세영역에서 시료채취가 가능한 장점을 지닌다[2-4]. 현재 상용 laser ablation 시스템이 시판되고 있으나 조사후핵연료와 같이 고방사선을 띠고 있는 시료를 취급할 수가 없다. 따라서 이와 같은 시료를 위해서는 차폐시스템과 함께 laser ablation 시스템을 구성해야 한다.

본 연구에서는 고방사성시편의 미세영역 시료채취를 위해 규격에 맞는 레이저, 이미지 시스템, XYZ 미세이동장치 및 광학부품들을 개별적으로 각각 도입하여 차폐개념을 적용한 laser ablation 시스템을 자체 구성하고 이들의 구성요소인 레이저, 배율성능 및 시편이동성능 등에 대한 검토를 수행하였다.

II. 실험 및 방법

가. 장치구성

1) 레이저 : pulsed Nd:YAG laser(Mini-Q,

Spectron사 제품)

2) 이미지 시스템 : CCD camera; CV-S3200(JAI사 제품), TV tube;29-90-89(OPTEM사 제품), Zoom lens(70 XL); 39-19-30(OPTEM사 제품)

3) 초점렌즈 : 초점거리; 60 mm

4) XYZ 미세이동장치 : LabMotion stepper drive module SDM-1, LabMotion series-640 linear Smartstage(Coherent 사 제품)

나. Laser ablation 시스템 광학정렬

방사성 물질 측정 시 장비의 오염을 최소화하기 위하여 레이저 시스템은 glove box 밖에 두고 이 시스템에서 발생된 레이저 빔은 반사경을 통하여(90° 반사) glove box 내로 보낼 수 있도록 하였다. 첫 번째 반사경을 통하여 들어온 빔은 줌렌즈와 초점렌즈 사이에 있는 또 하나의 반사경을 통하여(90° 반사) 초점렌즈로 보내지며, 이곳에서 레이저 빔이 focusing되어 시편에 도달하도록 설치하였다. 두 반사경의 각도 및 기울기를 조절하여 레이저의 빔 형태가 변형되지 않도록 하였다. 초점렌즈는 렌즈의 초점거리를 감안하여 시편상부 약 60 mm정도에 설치하고 초점렌즈의 홀더를 illuminator 안쪽에 설치하여 illuminator가 초점렌즈와 동일한 위치에 배치되도록 하였으며, 그 위로 광학거울, 줌렌즈, TV tube 및 CCD 카메라를 배치하였다.

줌렌즈 및 CCD 카메라의 이미지는 glove box 밖에 있는 컴퓨터를 통하여 조절할 수 있도록 하였다. 초점렌즈 아래에 ablation chamber를 놓고, 이 ablation chamber를 미세이동장치 위에 부착하였으며, 미세이동장치 controller는 glove box 밖에 두었다. XYZ 미세이동장치를 통하여 시편 이미지 및 레

이제 빔의 초점을 조절하여 시편의 위치를 설정할 수 있도록 하였다. 시편 이미지의 초점과 레이저의 초점을 일치하게 하였으며 줌렌즈와 초점렌즈의 광학정렬을 통하여 컴퓨터 화면의 이미지 중앙에 레이저의 초점이 위치하도록 하였다(그림 1).

III. 결과 및 고찰

가. Laser ablation 성능시험

중수로 및 경수로 핵연료의 피복관 재질인 zircaloy-4 시편을 레이저 출력을 변화시키면서 ablation한 후 시편 표면에 형성된 crater의 morphology 변화를 광학현미경으로 관찰하였다. 구성된 레이저 시스템은 1064, 532, 355 및 266 nm의 파장이 가능하며, 이들 파장 중 자외선 영역인 266nm을 사용하였다. 그 결과 crater는 원형을 유지하면서 균일하게 생성되며, 레이저 출력 증가(1 mJ - 5.4 mJ, 펄스폭 : 10 ns)에 따라 ablation된 crater의 크기가 160 μm 에서 280 μm 까지 증가함을 알 수 있었다(그림 2). 또한 펄스 반복속도를 1 Hz에서 20 Hz까지 변화시키면서 ablation시킨 결과 레이저 출력이 같은 경우 펄스의 반복속도는 crater의 크기 변화에 영향을 미치지 않음을 확인하였다. 본 레이저 시스템을 이용하여 생성된 crater의 크기나 형태로 보아 ablation 성능을 만족시키는 것으로 판단된다. 현재 266 nm 파장에서만 성능을 검토하였으나, 향후 레이

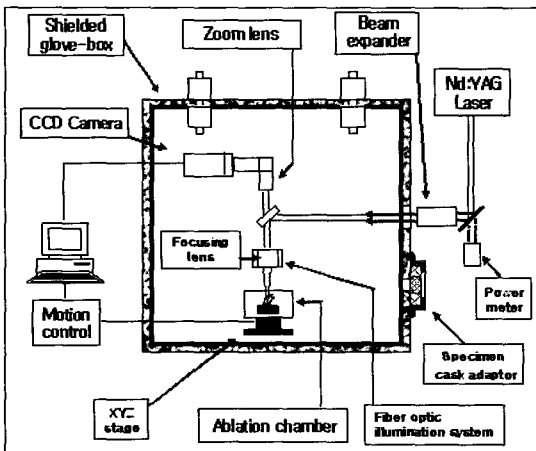


Fig. 1. Schematic diagram of shielded laser ablation system.

저 파장 변화에 따른 여러 가지 시편들의 ablation 성능을 검토하고자 한다.

나. 이미지 시스템 성능시험

이미지 시스템에서 미세 영역의 이미지 해상도를 확인하기 위하여 50 μm (XRD용 규격제품) 슬릿과 zircaloy-4의 시편에 ablation된 crater를 관찰하였다. 줌렌즈의 배율을 100, 200, 300 및 500배로 변화시키며 50 μm 슬릿의 간격을 관찰한 결과, 렌즈 배율 200 배까지는 50 μm 간격을 뚜렷하게 관찰할 수 있었으나 그 이상의 배율에서는 슬릿 간격이 선명하지 않았다. 50 μm 슬릿 관찰을 통해 이미지 확인을 위한 적정배율은 200 배 이상이 좋으며 그 이상에서는 해상도가 저하됨을 알 수 있었다(그림 3).

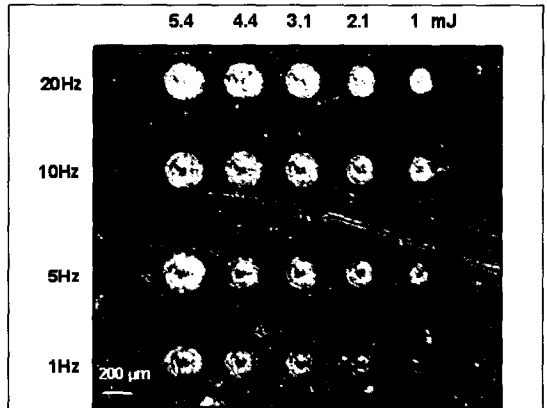


Fig. 2. Variation of craters at various laser power and repetition rate.

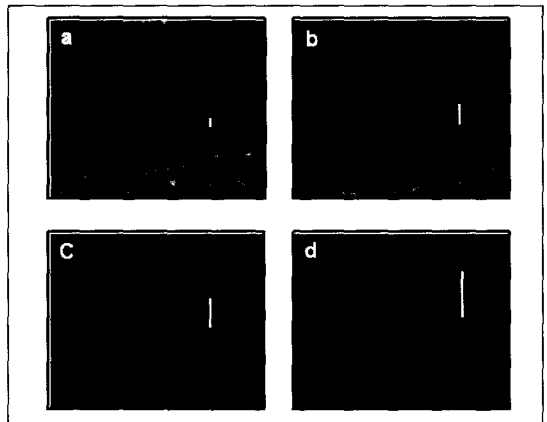


Fig. 3. Slit image by image system at various magnification. Slit width: 50 μm , magnification: (a) x100, (b) x200, (c) x300, (d) x500

해상도 확인을 위한 두 번째 실험으로 zircaloy-4 시편을 ablation 시킨 후 생성된 crater 이미지를 관찰하였다. 본 시스템에 설치된 이미지 시스템과 광학현미경에서 얻은 이미지를 비교한 결과, 본 시스템의 이미지 해상도가 광학현미경의 해상도보다 좋지 못하나, 시편이 ablation되는 과정을 모니터링하고, 생성된 crater의 형태와 크기를 관찰하는 본 실험의 목적에는 충분할 것으로 판단된다(그림 4).

다. 시편 미세이동장치 성능시험

조사후핵연료의 rim effect를 관찰하기 위해서는 200 μm 정도의 좁은 rim 영역 내에서 수십 μm 정도의 공간분해능을 지녀야 한다. 이를 위해서는 crater 크기가 수십 μm의 이내 이어야 할 뿐만 아니라 수 μm의 시편 미세이동이 가능해야 한다. 미세이동장치의 이동 성능을 검토하기 위하여 zircaloy-4 시편을 ablation을 하면서 위치이동 실험을 수행하였다. 첫 번째 ablation 한 위치로부터 250 μm 씩 2회 수평 이동하면서 ablation하고, 수직으로 250 μm 이동하여 ablation한 후, 다시 2회 수평 이동하면서 ablation하여 미세이동 장치의 성능을 시험하였다. 레이저 출력 2.1 mJ 및 반복속도 10Hz 조건에서 시험하였으며, 이 조건에서 생성된 crater의 크기는 200 μm이었다. 50 μm 간격을 유지하며 생성된 6개의 crater를 관찰할 수 있었으며, 미세이동장치를 이용하여 원하는 간격으로 정확히 이동하면서 ablation할 수 있음을 확인하였다(그림 5).

VI. 결 론

고방사성 고체물질을 용해하지 않고 미량의 시료를 직접 채취할 수 있고 측정장치로 이동이 가능한

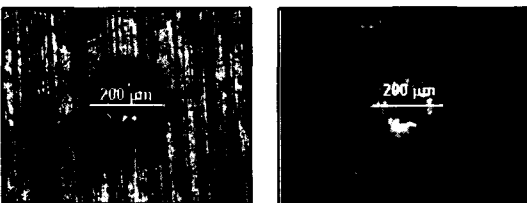


Fig. 4. Comparison of crater image by optical microscope and image system.
Laser power: 2.1 mJ, repetition rate: 10 Hz, λ = 266nm

laser ablation 시스템을 구성하였다(그림 6). 레이저로부터 시편위에 생성된 crater는 원형형태를 얻었고, 이미지시스템은 200배율에서 이들의 형태를 확인할 수 있었고, 미세이동장치는 1 μm 까지 정확하게 이동하면서 crater를 생성하게 함으로써 자체 구성한 laser ablation 시스템이 목적에 맞게 구성되었음을 확인하였다.

향후, 기존에 활용 중인 차폐 ICP-MS 측정시스템에 접목하여 미세 영역에서의 동위원소 분포측정을 위한 shielded laser ablation/ICP-MS 시스템을 개발하고자 한다.

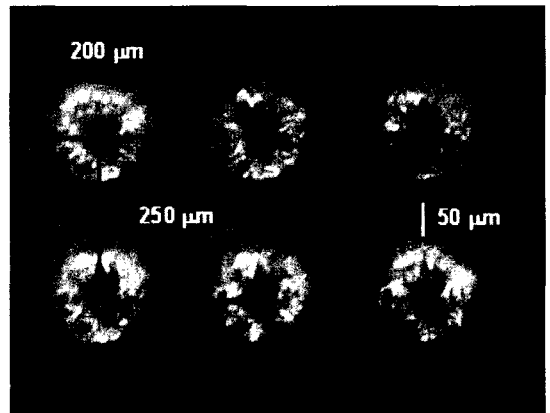


Fig. 5. Performance test of XYZ micro translator system.

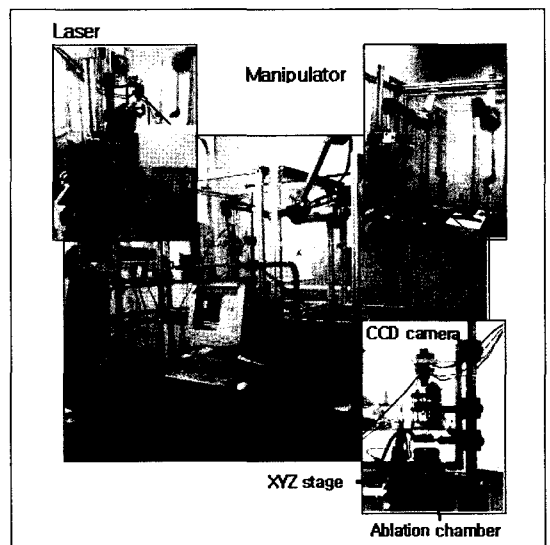


Fig. 6. Laser ablation system for micro sampling of UO₂ specimen.

감사의 글

본 연구는 과학기술부의 원자력연구개발사업의 일환으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. K. H. Park, H. M. Kim, "Development of Chemical Analysis Techniques for Nuclear Fuel Cycle", KAERI/CM-692/2002 (2002)
2. L. Neufeld and J. Roy, Spectroscopy 19(1), pp. 16-28 (2004).
3. B. Hattendorf, C. Latkoczy, and D. Günther, Anal. Chem., 75, pp. 341A-347A(2003).
4. R. E. Russo, X. Mao, H. Liu, J. Gonzalez, and S. S. Mao, Talanta, 57, pp. 425-451(2002).