

2025년 한국원자력학회 춘계학술대회
제2차 핵융합/원자력 재료 이온범 조사시험 및 평가 워크숍
2025.05.21

KOREA
ATOMIC
ENERGY
RESEARCH
INSTITUTE

원자력재료 조사손상 연구를 위한 이온가속기 활용 경험

진형하, 재료안전기술연구부

더 나은 세상을 위한 원자력기술
국민과 세계가 지지하는

한국원자력연구원

- 00 개요
- 01 중이온 조사
- 02 양성자 조사
- 03 헬륨 이온 조사
- 04 조사재 분석 역량
- 05 요약

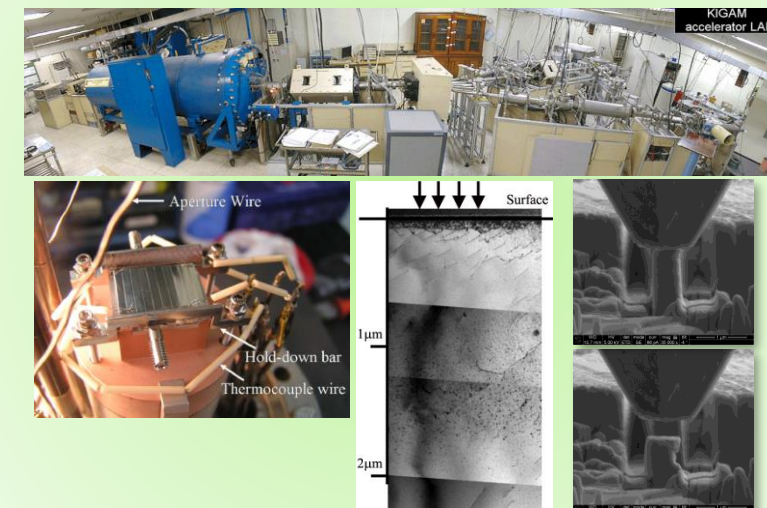
재료열화 연구의 가속기 활용

- 중성자 조사에 의한 구조재료의 열화기구 이해 그리고 변화량 예측
 - 중성자 조사재 평가 (연구로, 발전소)
 - 실제 중성자 환경, 대형 시편 제작 가능, 재료 방사화 문제로 전용시설 필요, 고선량 조사 효과 구현 여부
 - 가속기 활용을 통한 재료열화 연구
 - 미세 시편 분석 및 평가 기술 적용, 고에너지/고밀도의 다양한 이온을 조사시켜 재료 표면에 **마이크로 스케일 조사 손상층** 형성
- 가속기 조사재 열화기구 이해를 위해 나노스케일 미세조직 분석 + 마이크로 역학 물성 평가 필요

연구로 활용 (대형 시설 필요, 고비용)



가속기 활용

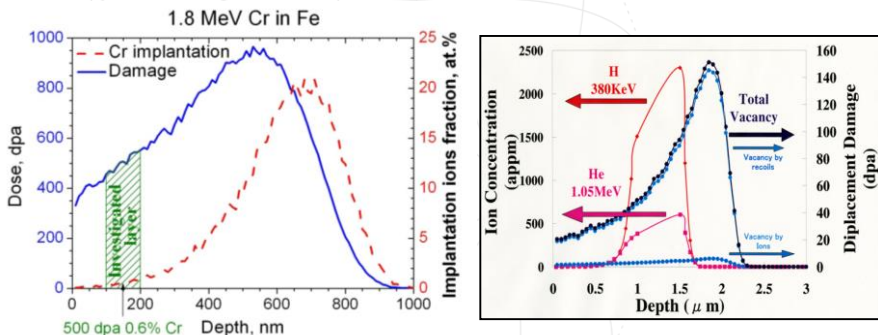


조사모사재 제작 방법

중이온 조사

- 고에너지/고밀도의 다양한 이온을 조사시켜 표면에 조사 손상층 형성
- 특징
 - 높은 조사손상량 (수백 dpa) 모사 가능
 - Heating stage 다양한 온도 조건 구현
 - Dual/Triple ion beam (Fe, Ni, Cr, etc) + (H) + (He)
 - 원자력/핵융합 재료의 고조사 환경 구조재료 평가 연구 분야 활용
- 한계
 - 조사손상층 (~수 μ m)에 의해 조사재의 물성 변화 측정이 어려움

Single ion accelerator



양성자 조사

- 수 MeV 양성자를 가속하여 금속재료에 조사할 경우 수십 μ m 깊이의 조사손상층 형성
- 특징
 - 물성평가 실험이 가능한 균일한 수 조사손상층을 얻을 수 있음
 - PWR/BWR 조사환경 모사 실험 가능
 - 조사재 분석 등으로 중성자-양성자 조사조건 검증
- 한계
 - 이온가속기에 비하여 조사손상량 (dpa)가 상대적으로 낮음

양성자 조사손상층 및 SSRT 시험후 파면 분석

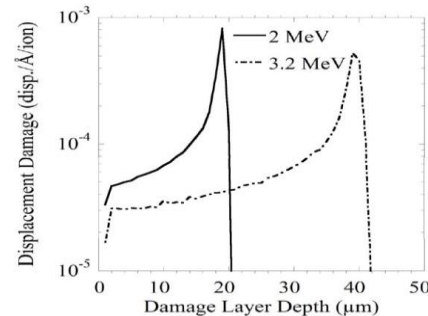


Figure 4.6 A view of the damage rate as a function of depth into the irradiated surface as calculated by SRIM 2006 [93] for 3.2 MeV protons in Fe-16Cr-1.5Ni alloy. A relatively uniform damage region is created from a depth of 5 – 35 μ m, with a maximum damage depth at ~43 μ m.

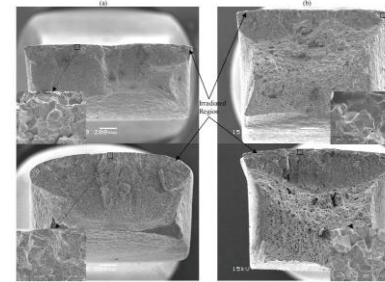
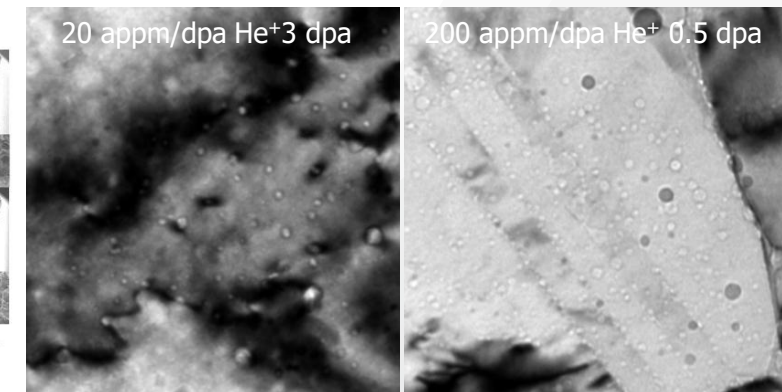


Figure 5. Fracture surface of (a) 316SS-3, (b) 316L-3, (c) 316SS-7, and (d) 316L-7 after irradiation with 2.2 MeV protons at 400°C and testing in simulated BWR/NRC condition at 280°C. The irradiated region lies in the upper 40 μ m of the fracture surface.

TEM 결합 이온 조사

- 이종의 이온들을 조사시키면서 실시간으로 조사유기 미세조직 거동 분석
- 특징
 - 중이온을 이용한 중성자 조사 효과 모사 이외에도 H, He 조사 효과를 동시 실시간 분석가능
 - 조사 거동에 대한 과학적 지식 및 전산 모델링 개발 및 검증 활용
- 한계
 - 조사결합 거동 분석 가능, 물성시험 불가능

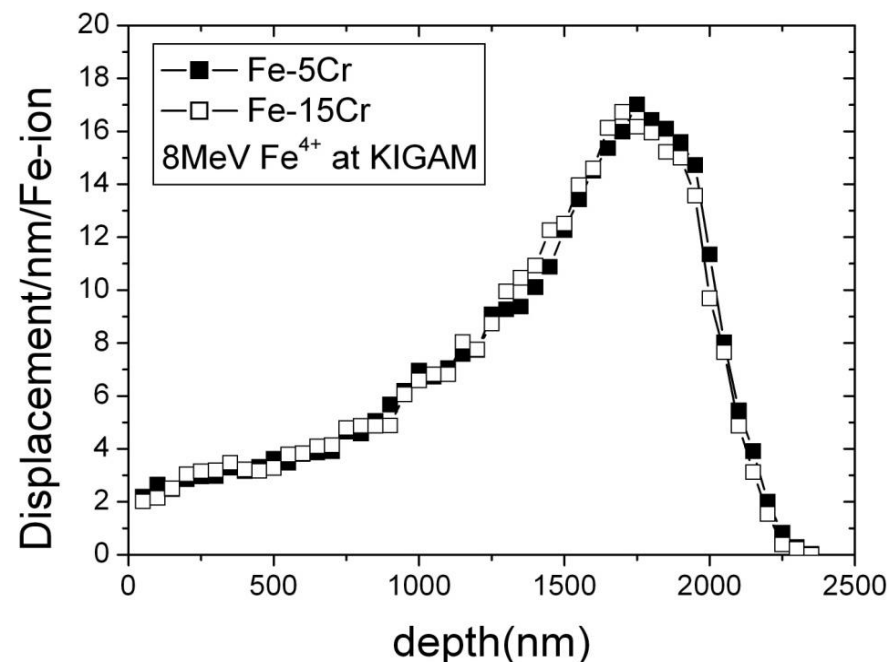
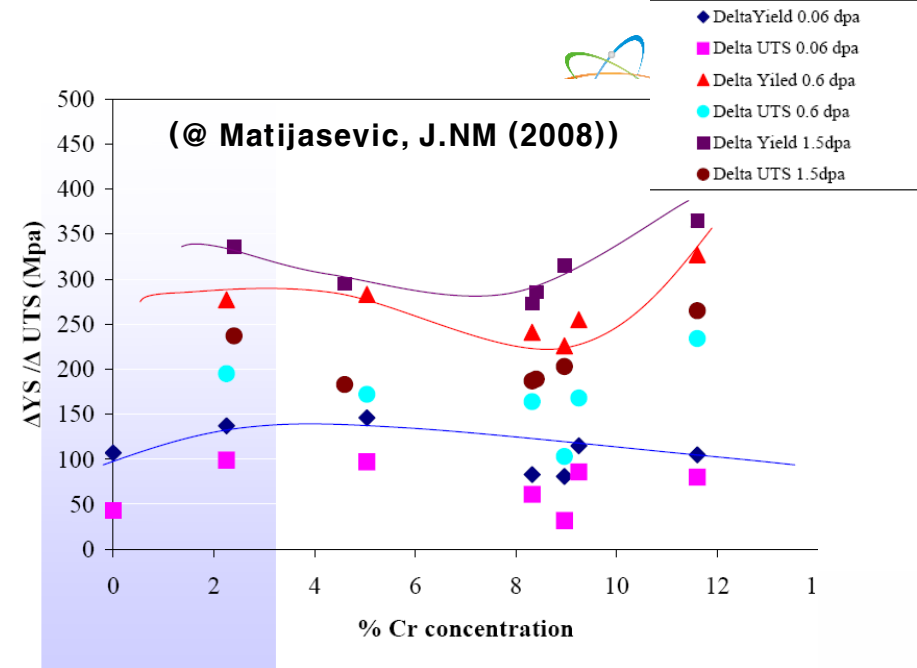
Insitu 조사거동 분석 장비 모식도



Cavities formed in 9Cr ODS steel and 316 ODS steel

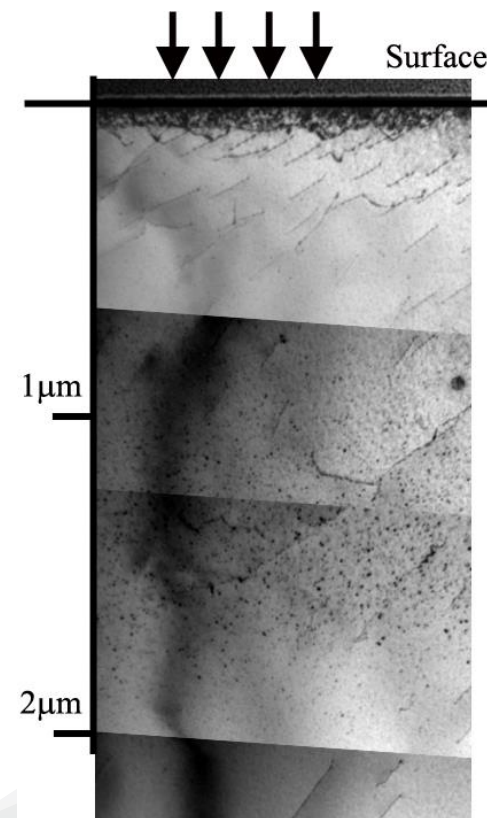
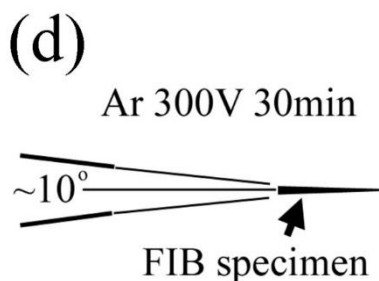
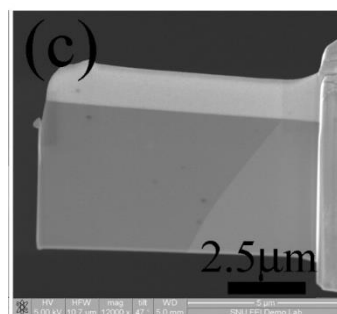
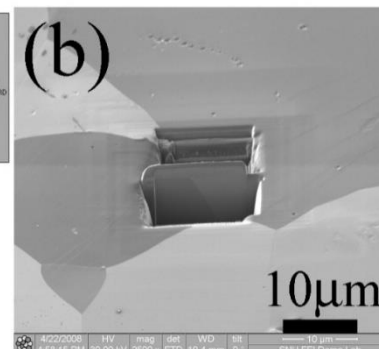
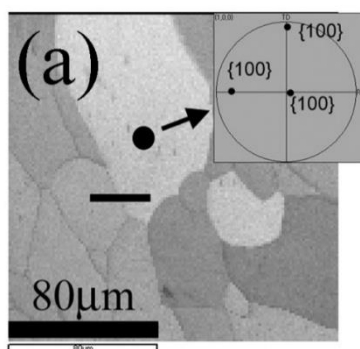
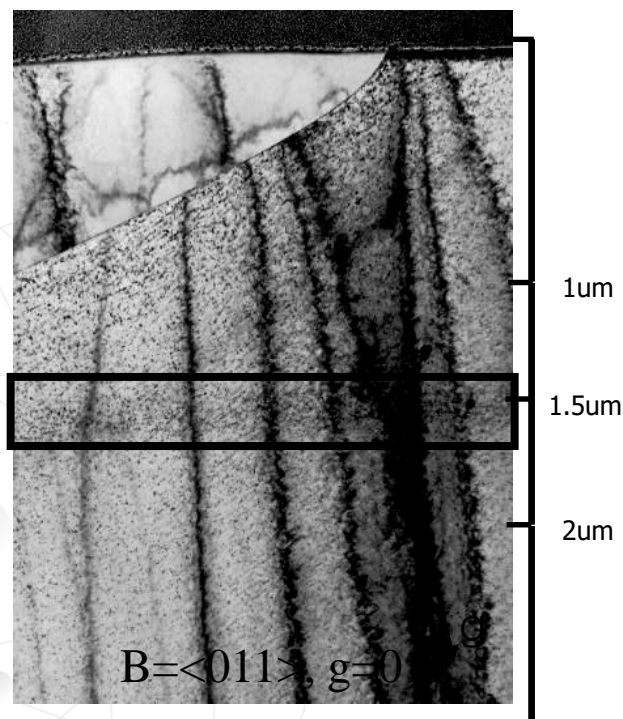
Fe 이온 조사

- 첫번째 조사연구 경험
 - Fe-Cr 모델 합금의 Cr 함량에 따른 조사거동 (2006~2011)
 - 한국지질자원연구소 KIGAM
- 조사손상 (Radiation damage)
 - 이온조사 조건 결정, 정밀 표면 연마
 - SRIM Code 계산
 - 8 MeV Fe⁴⁺, 300 °C
 - 조사량 ~ (5.6x10¹⁴ (ions/cm²))
 - 1.5~2 um 최대 손상층
- 미세조직 분석 및 기계적 물성 평가 기술
 - TEM sampling via FIB
 - TEM analysis for defect
 - Mechanical property change evaluation



TEM sampling for the ion irradiated sample

- ❏ 조사재 표면 조사손상층 ($\sim 2\ \mu\text{m}$) 미세조직 분석
 - FIB (Ga ion milling) induced surface damage (like ion irradiation)
- ❏ 최적 제작 방법 solution
 - (a) Selection of interesting area via EBSD, (b-c) : 30kV (200nm) 5kV (150nm) via FIB : Reduction of thickness ($150\text{nm} \rightarrow 100\text{nm}$), (d) Removal of FIB-induced damage: Low energy ion milling



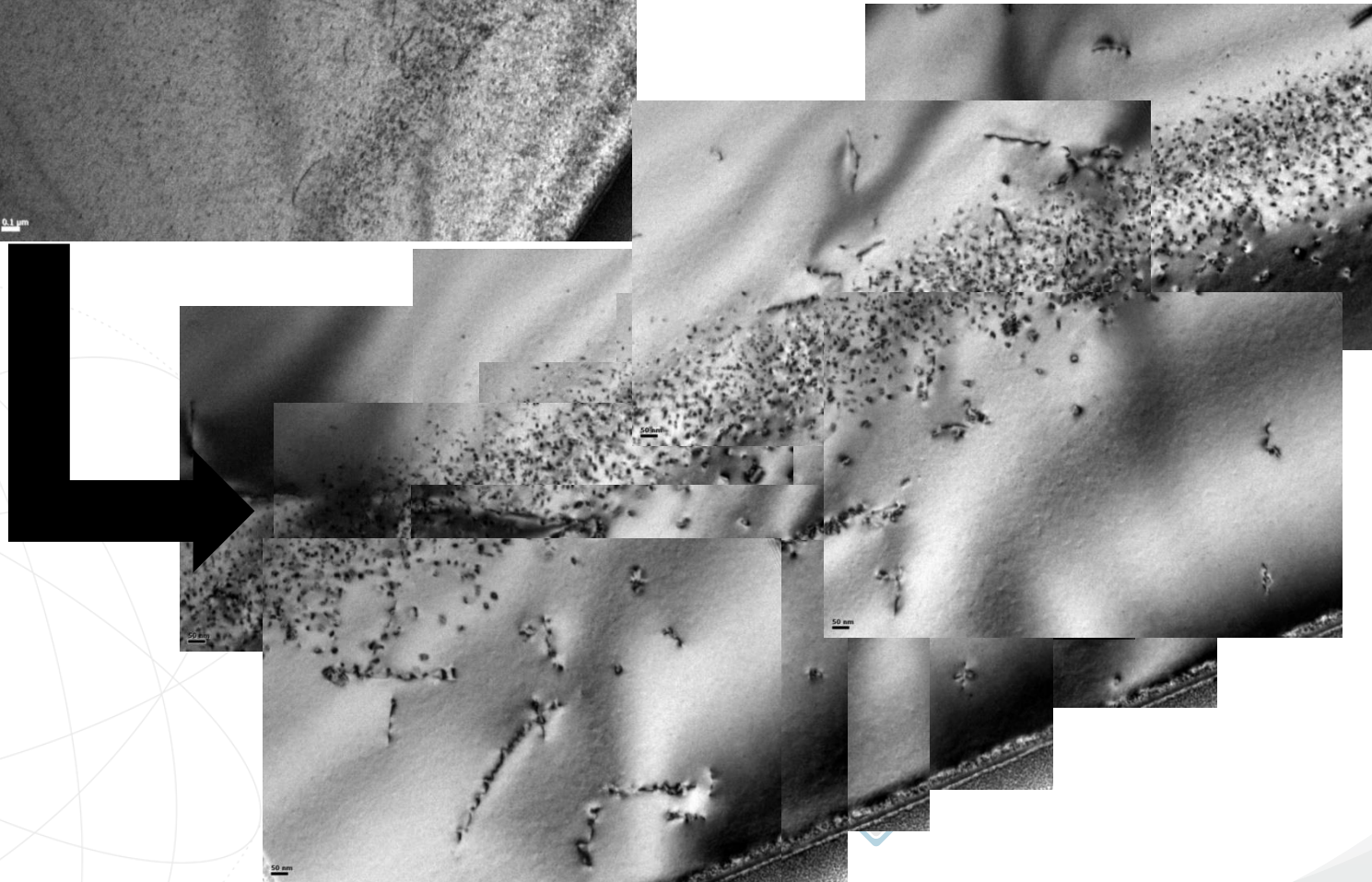
TEM sampling for the ion irradiated sample



After Low energy ion milling($<\pm 10^\circ$)

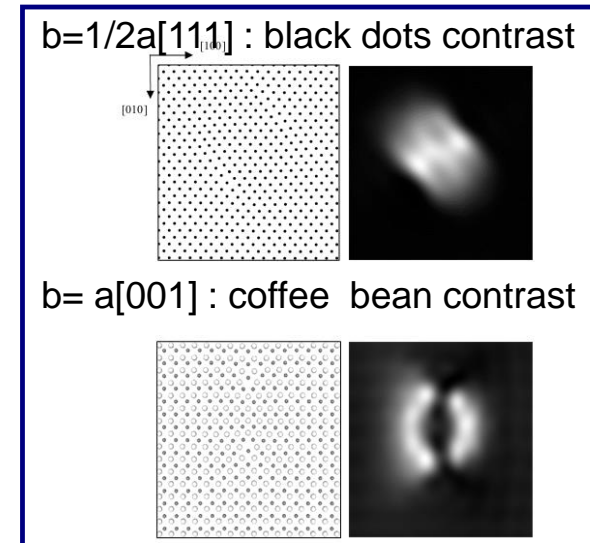
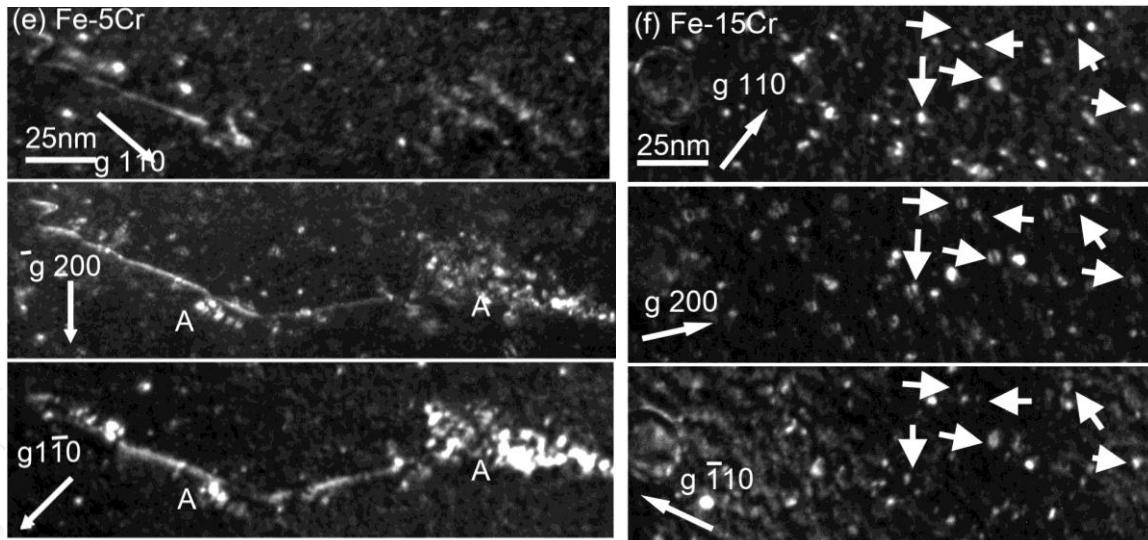
1st : 900V 2MIN, 600V 10MIN, 300V 10MIN

2nd : 900V 1.30MIN, 600V 5MIN, 300V 5MIN



TEM analysis for Radiation defect

Dislocation loop after irradiation (Fe-Cr model alloy)



g	b							Contrast(f)
	[100]	[010]	[001]	$\frac{1}{2}[111]$	$\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{2}[1\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{1}1]$	
110	1	1	0	1	0	1	0	visible
200	2	0	0	1	1	1	1	visible
$\bar{1}\bar{1}0$	1	1	0	0	1	0	1	visible

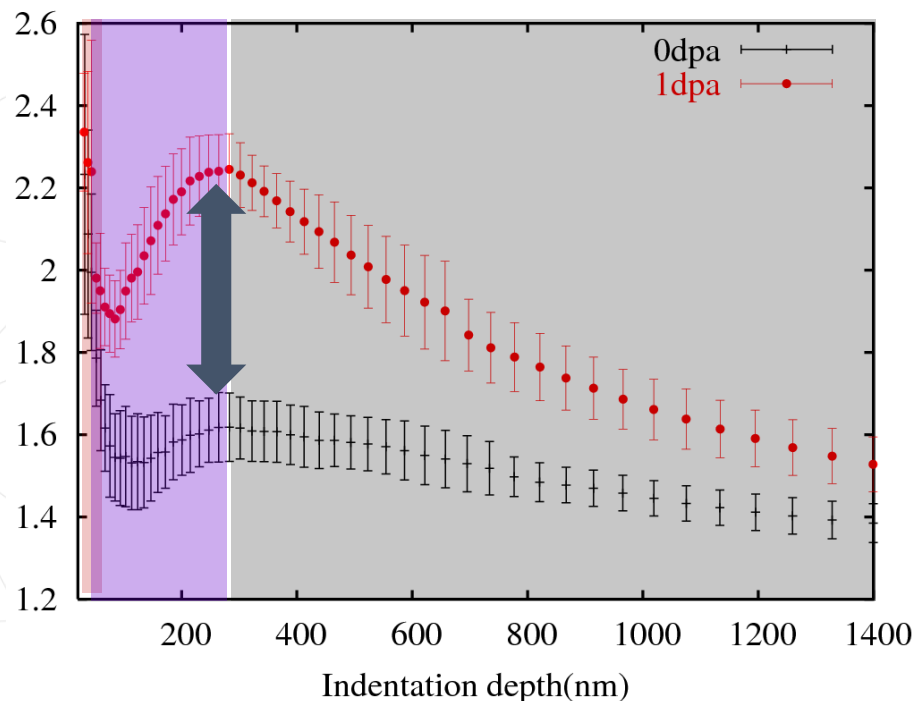
◆ Image Simulation
@ MARIAN, JNM (2006)

✓ Fe-15Cr (5dpa) : coffee bean contrast : $\langle 100 \rangle$ 전위 루프, Fe-5Cr (11dpa) : 대부분 $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$

Fe-Cr 모델 합금의 조사경화 거동

나노경도 시험을 통한 조사경화량 측정

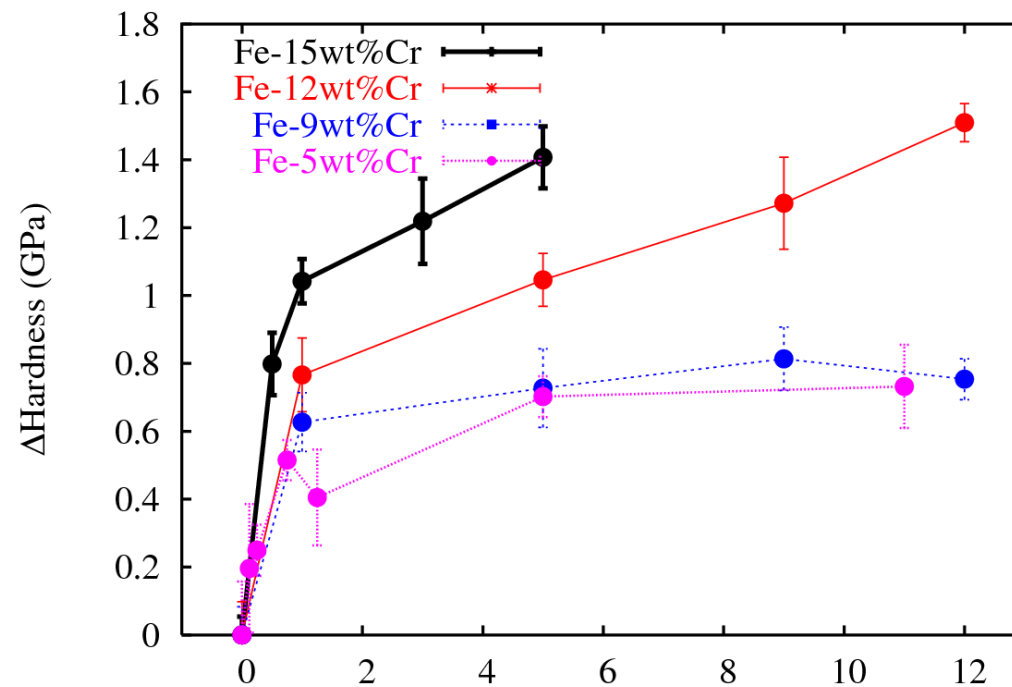
- 피라미드 모양의 압입자(Berkovich tip 등)를 표면에 미세하게 눌러 하중-변위 곡선을 기록, 기계적 특성(경도, 탄성계수 등) 측정
- 매우 얇은 깊이에서 측정 가능, 수십 nm 수준의 얇은 조사층 평가 가능, 높은 공간 해상도 (정밀한 깊이 조절), 다수의 반복 측정으로 통계적 신뢰 확보
- 이온 조사로 인한 경화 효과(radiation hardening) 분석에 적합, → 조사층에서 경도 증가, 그 아래서 미변화



Stage A:
Surface effect
(h=0~85nm)

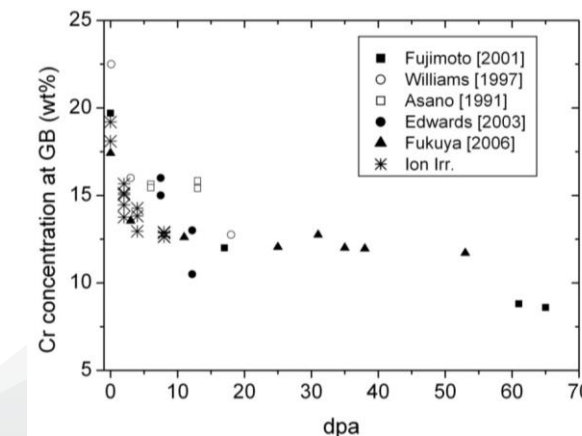
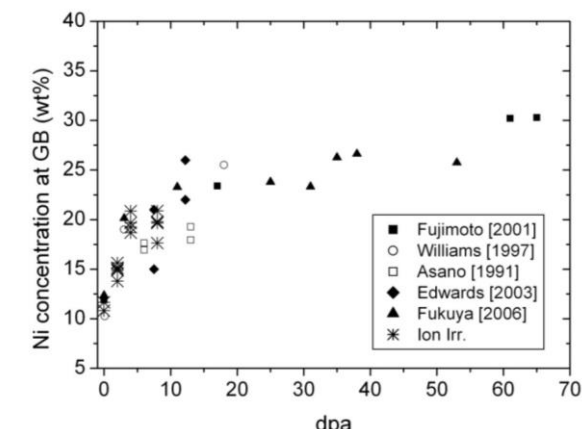
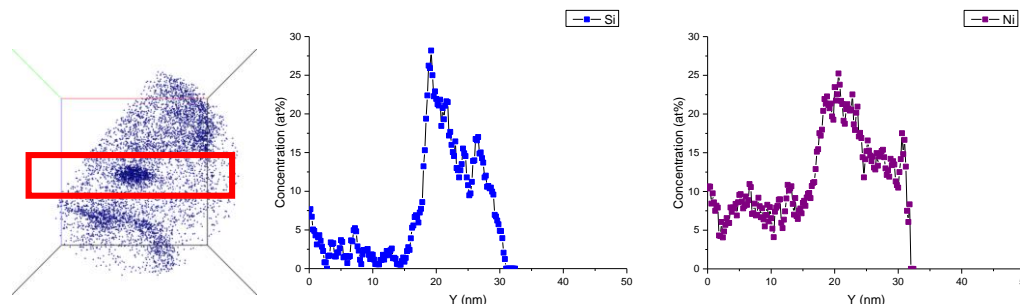
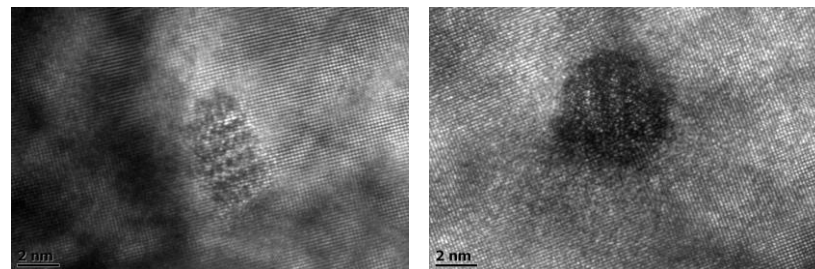
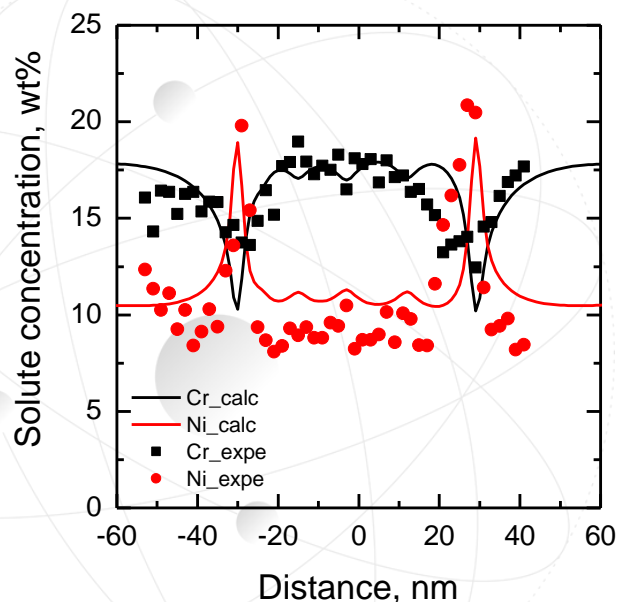
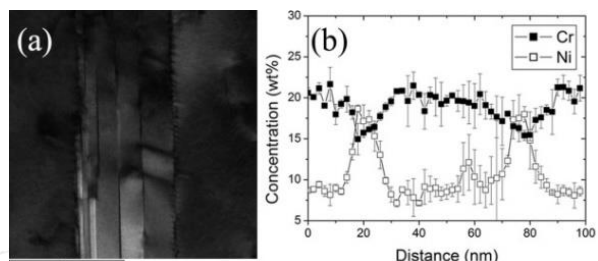
Stage B:
Max. damage layer
(H_{max} @ 215-320nm)

Stage C:
Deformation of
matrix



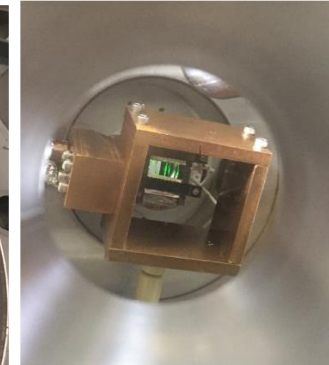
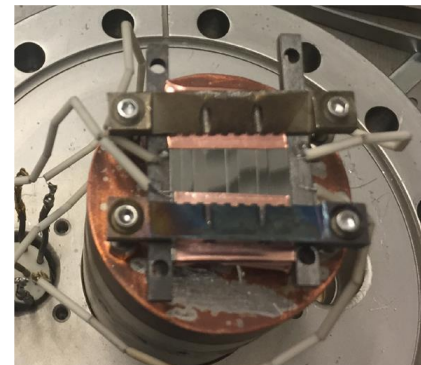
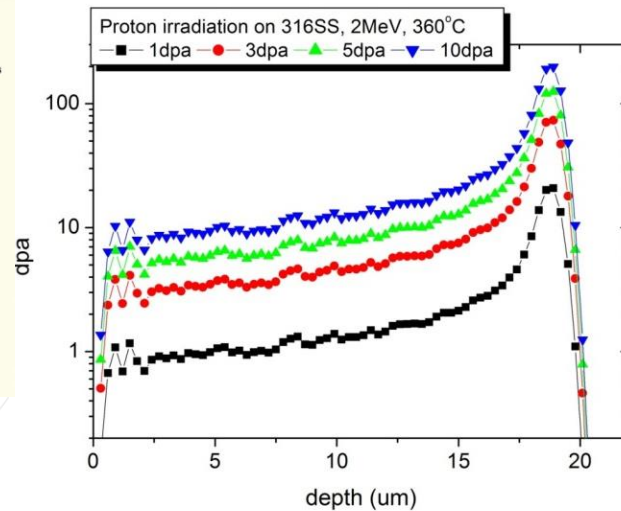
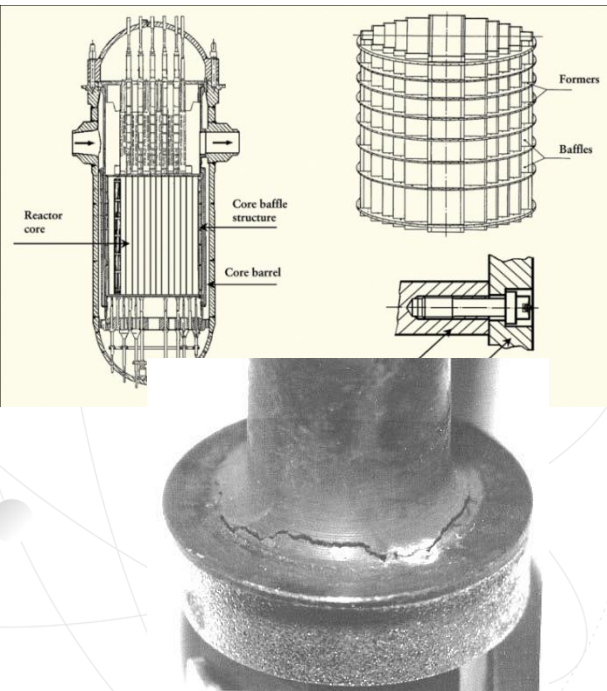
Fe 이온 조사재 추가 연구

- SS 온도별 중이온 조사 / RPV 소재별 중이온 조사
- 원자로 내부구조물 / 압력용기
- 200 °C, 300 °C, 400 °C, KIGAM, KIST
- TEM → APT 분석방법 다변화, 전산모델링 연계, 중성자 조사조건 비교

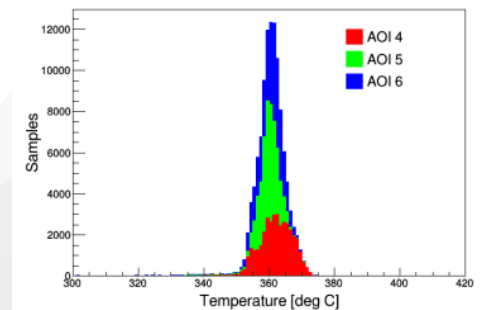
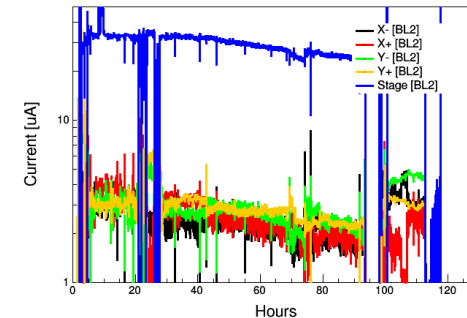


SS강의 조사재 물성 평가

- 가동 원자로 구조재료 중 높은 중성자 조사량
 - 내부구조물 : 오스테나이트 스테인리스강 (Austenitic stainless steel, SS316, 304)
 - 조사경화 (Radiation hardening, RH), **조사유기응력부식균열 (Irradiation assisted Stress corrosion cracking, IASCC)**
- 고에너지 양성자 조사재 (2~3 MeV)
 - 미국 미시건이온빔 센터 MIBL 2 MeV H, 체계적인 Reporting
 - 20 μm 조사손상층 \rightarrow 일정한 조사손상층 (~ 15 μm)
 - 부식 특성 / 기계적 물성 평가 기술 개발, 원기동 압축 실험으로 항복강도 변화 정량 평가

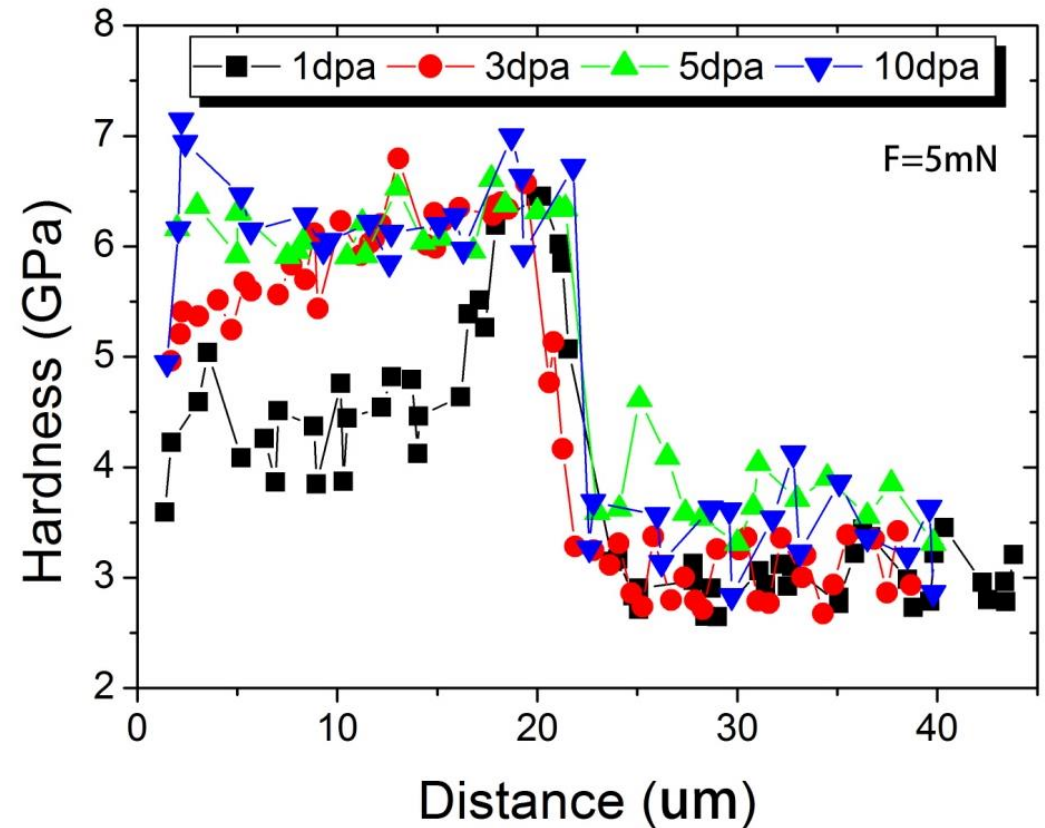
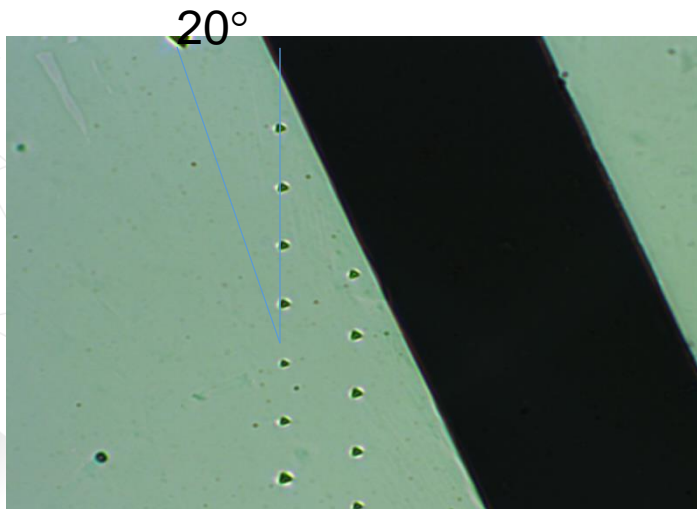


Column/Sample	1	2	3	4	5	6	7	8
Average Temperature (degC)	362	360	360	359	358.5	360	355	358.5
2 σ Value (degC)	18	12	10	10	10	11	10	12



양성자 조사 SS강의 조사경화량 평가

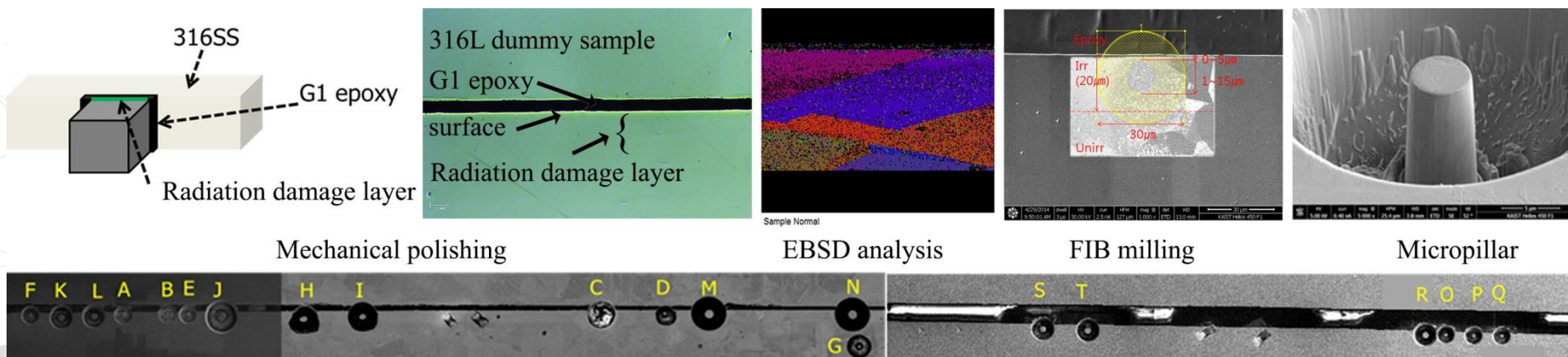
- 조사량에 따른 조사경화량 평가
 - Nano indentation, 단면 시편 깊이에 따라 경도 측정
 - Load ~ 5 mN, 5 dpa 고조사량 영역에서 일정한 조사경화량



마이크로 압축 시험편 제작

다양한 전자현미경 기법 활용, 양성자 조사재 분석시편 제작

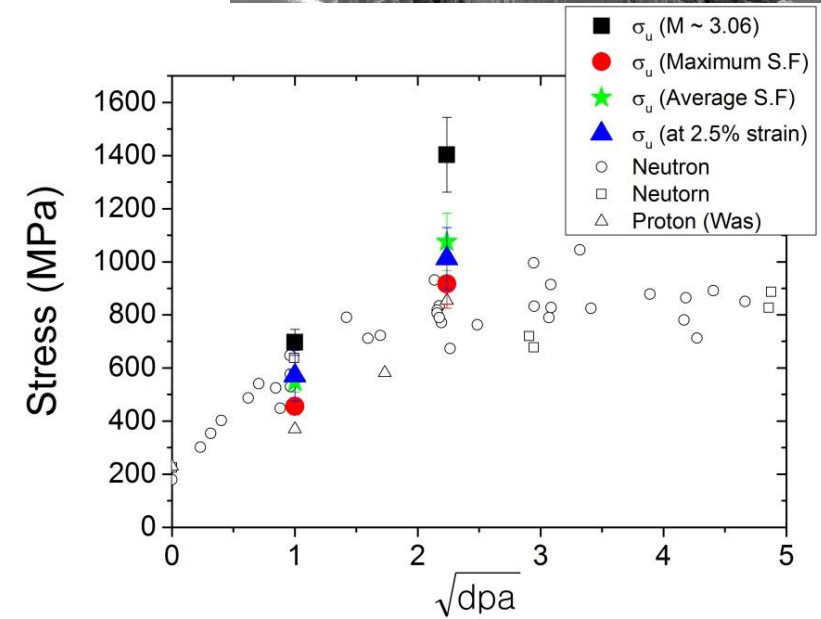
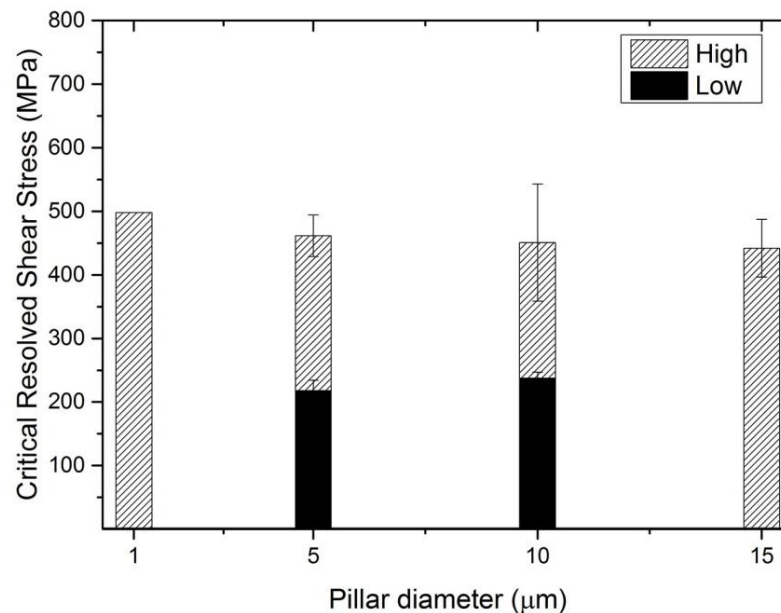
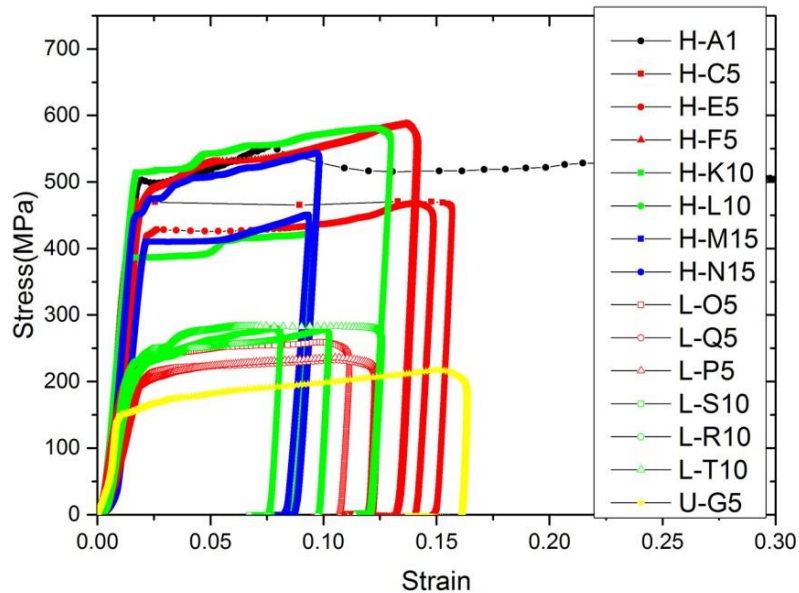
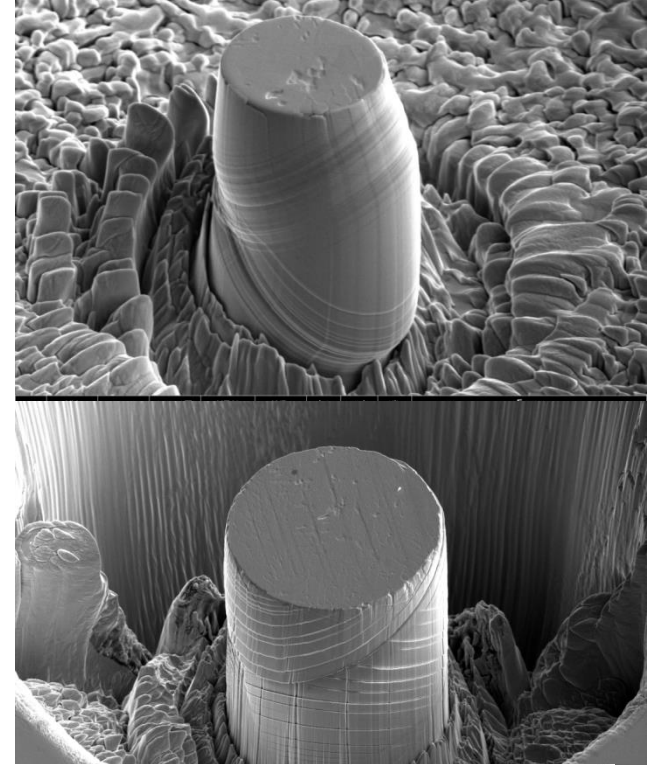
- 단면 시편 제작 : 손상 깊이에 따른 분석
- 경면 연마 : 표면 손상층 제거
- EBSD : 표면 손상층 제거 확인, 결정방위 정보, TEM sample 위치 결정
- FIB milling : TEM sample 제작 및 압축 시험에 사용되는 미세시편 제작



양성자 조사 SS강의 조사경화량 평가

마이크로 압축시험

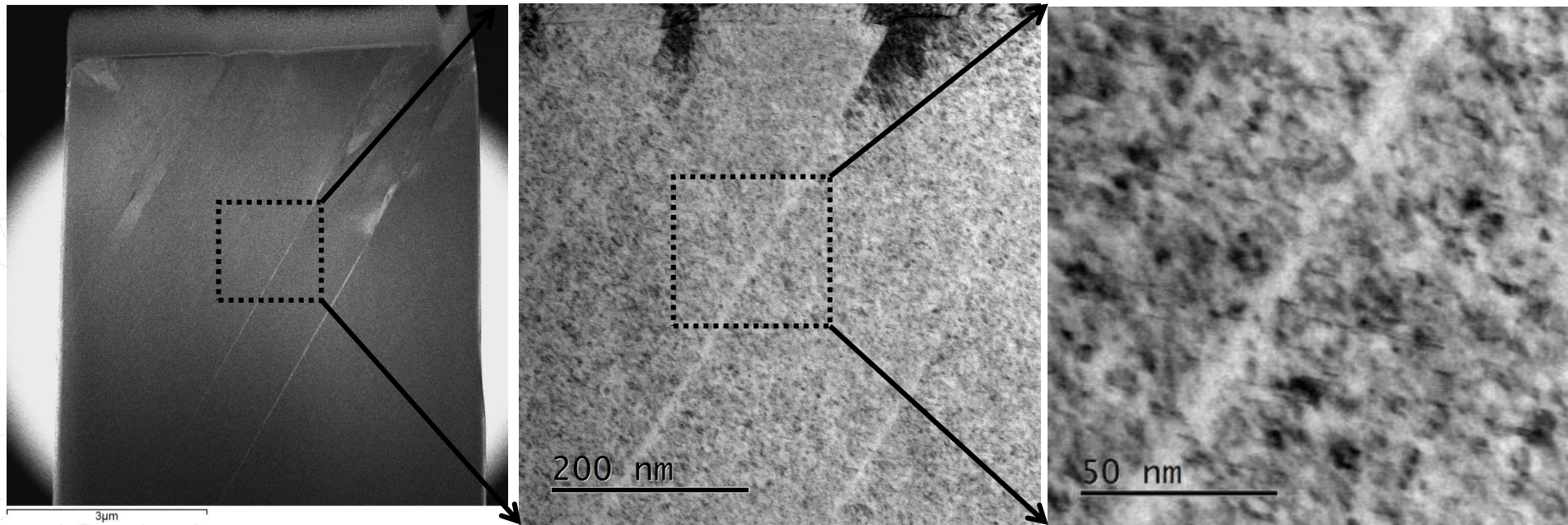
- 수 마이크로 크기의 미세 원기둥 샘플 제작
- Flat tip 압축실험 수행
- 미세조직 변화와 조사경화 현상과의 관계
 - 고조사량 시편 : 필라 표면에서 뚜렷한 슬립현상 관찰,
 - 슬립 간격 증가 및 슬립에 의한 단차 증가



변형 후 미세조직 변화

■ 압축 후 고조사량 시편의 TEM 분석

- 대부분의 기지 영역은 높은 분율의 조사결함 관찰
- 소수의 슬립면에서 변형 진행(전위 이동 집중) : Localized deformation
- 결정립 계면에서의 전위집적에 의한 응력집중에 의한 계면 취약 가능성 증대
- 중성자 조사 SS 강의 기계적 특성 (항복강도 증가, 연신율 저하 등) 영향



헬륨 이온조사재 조사경화 거동

Inconel X-750 garter spring

- 항복강도 1GPa 이상 고강도 Ni 합금, 15 coils per inch (25 mm)
- 고선량 중성자 조사 조건, Spacer 위치별 온도 분포, 헬륨 취화
 - 운전 수 주기 내 cold CT와의 contact 발생, (6시 방향) : 60-70 °C

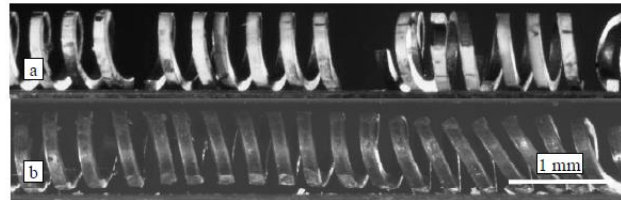
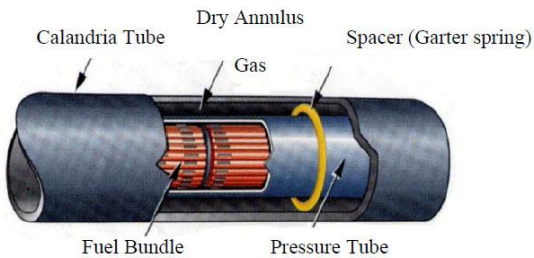
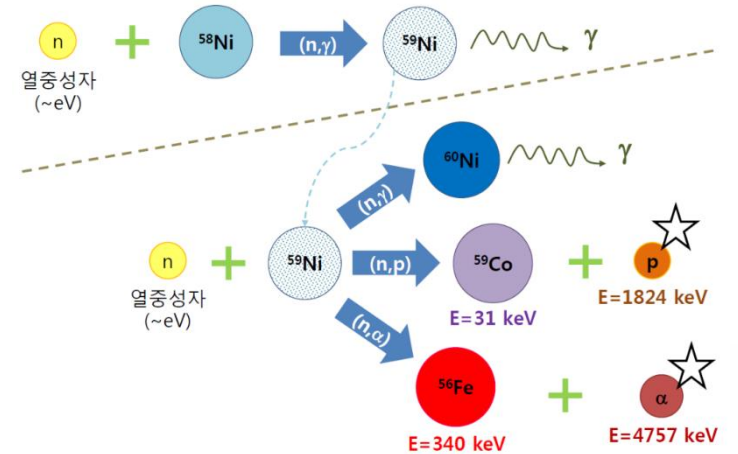


FIGURE 13: Comparison of (a) unpinched and (b) pinched sections of irradiated spacers removed after about 14 EFY of service and after mechanical testing at ambient temperature (about 25 °C). The unpinched sample exhibited brittle intergranular failure while the pinched sample deformed without failure when subjected to the same load [33].

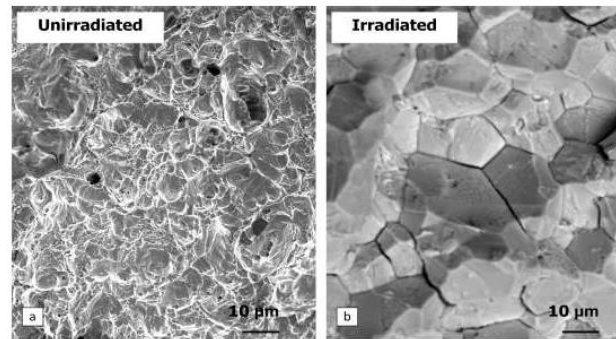
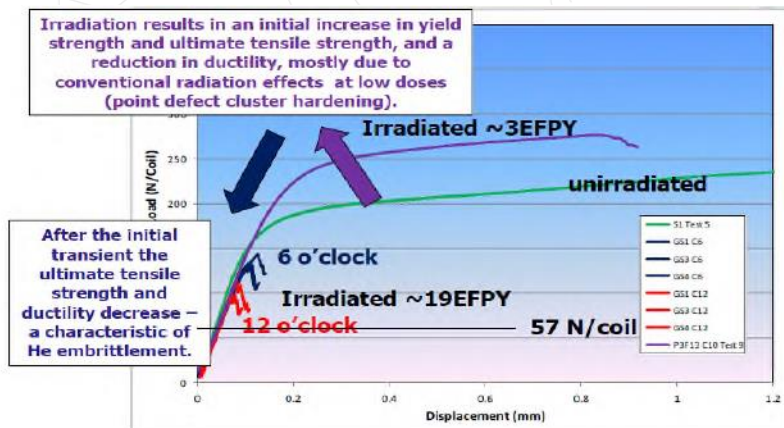
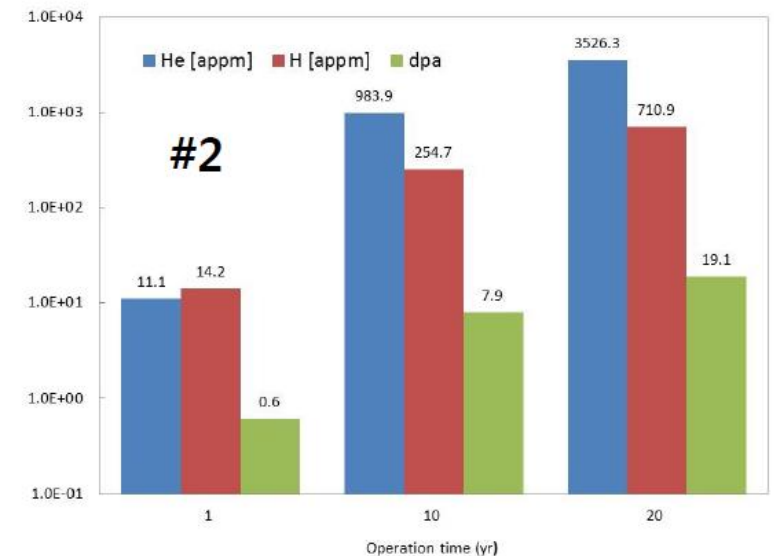


Figure 7 Comparison of fracture surfaces for unirradiated and irradiated (23 dpa) spacers after mechanical testing to breakage at room temperature. The unirradiated sample (a) exhibits ductile failure compared with the irradiated sample (b) that exhibits brittle intergranular failure.



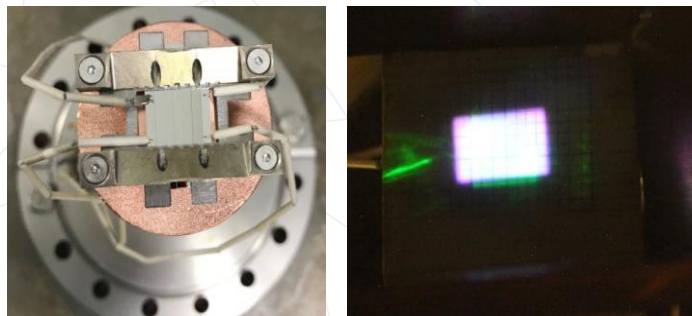
X 750 모델 합금의 헬륨 조사

이온주입실험

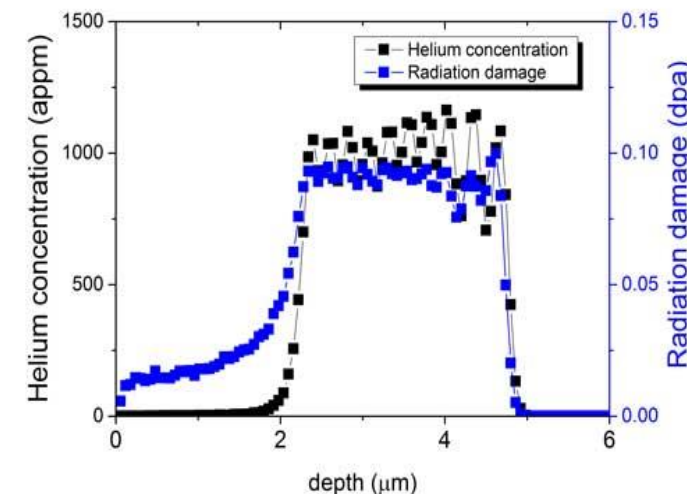
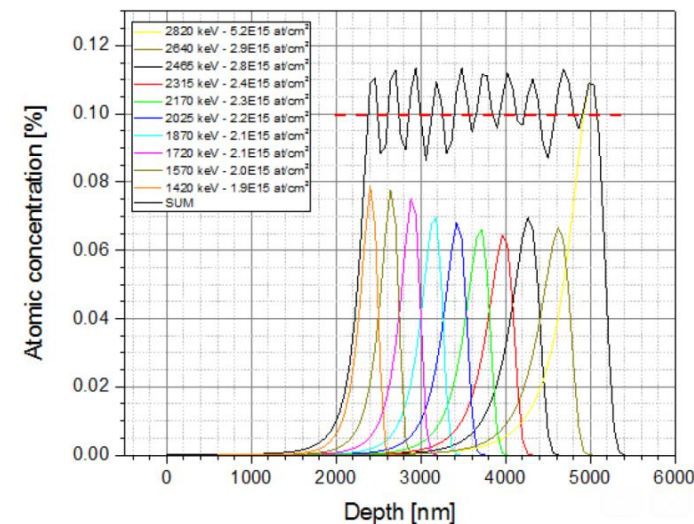
멀티 에너지 이온주입

- uniform layer without Degradar
- 대상소재 : H00 / H16 (석출상 존재)
- Michigan ion beam laboratory (US), Reactor Material testing laboratory (CANADA)
- 1000 appm, 3000 appm, 6000 appm He at RT & 300 °C

Uniform layer : 1~2 MeV 10 energies (2-5 μm)



Energy [keV]	Average current [μA]	Implantation time [min]
2820	0.95	35
2640	0.89	21
2465	0.92	20
2315	0.92	17
2170	0.84	18
2025	0.85	17
1870	0.84	16
1720	0.84	16
1570	0.71	18
1420	0.50	24



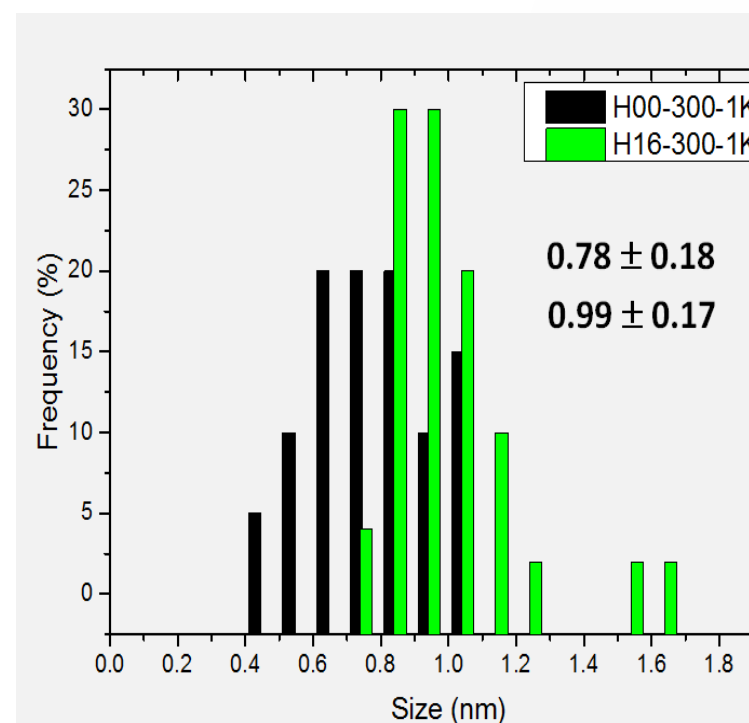
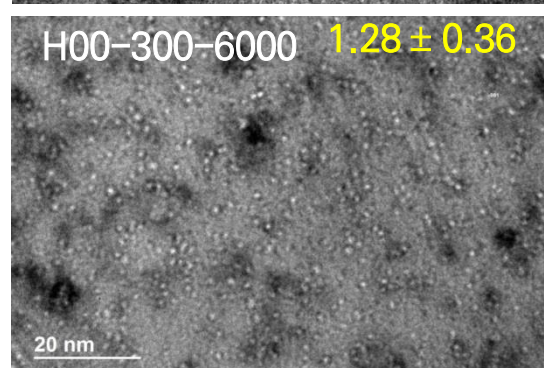
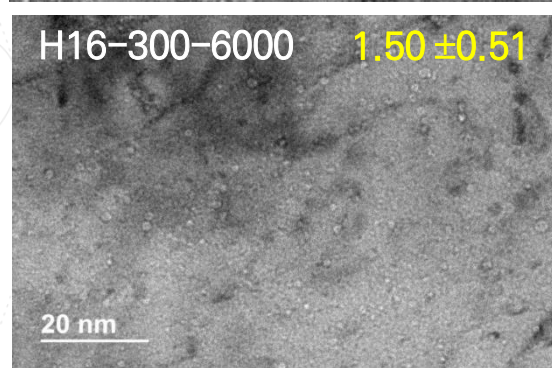
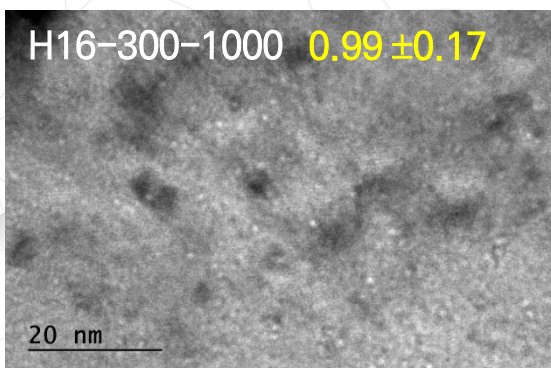
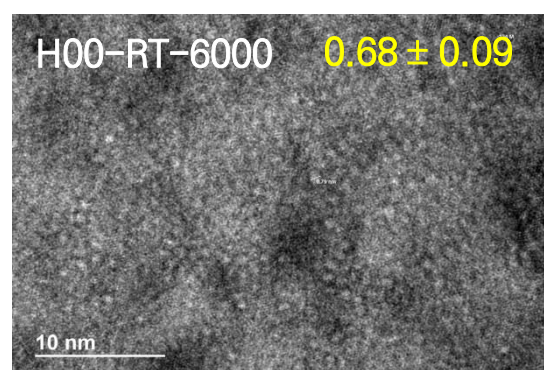
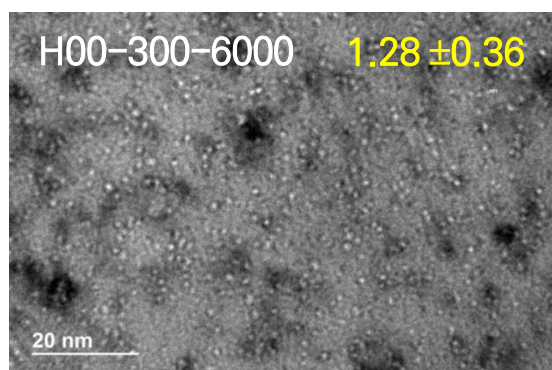
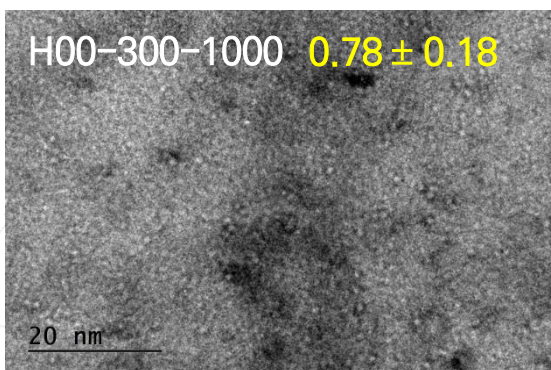
<헬륨 주입 시편 홀더>

<10개의 헬륨 에너지 / 1000 appm He 목표 주입시험에 따른 조사손상량과 헬륨 주입 프로파일>

X 750 모델 합금의 헬륨 조사재 분석

이온주입재 헬륨 분석

- 300 °C 주입재 주입량 증가에 따라 버블 크기 증가
- 300 °C 주입재 감마 프라임 존재 시 버블 크기 증가
- 주입 온도 증가시 버블 크기 증가

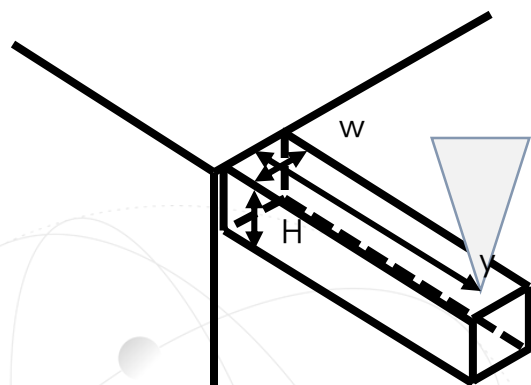


헬륨조사재 조사경화 거동

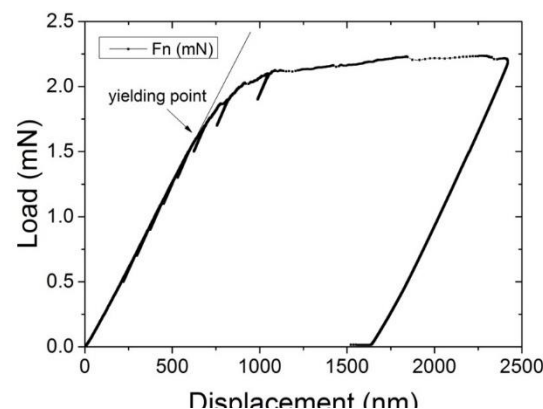
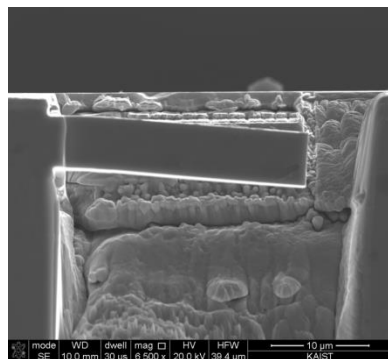
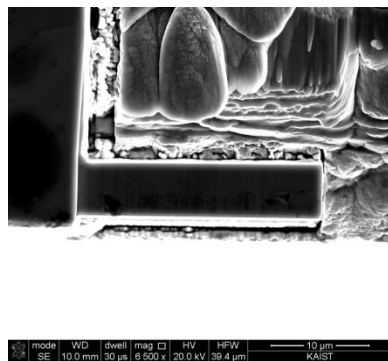
이온주입재 조사 경화 평가

- 마이크로 밴딩 시험법 적용/ 비조사재 벌크 물성과 비교를 통해 검증 후 적용
- 모델합금별 주입 온도 효과

E. Demir, D. Raabe, F. Roters,, Acta Mater. 58 (2010)



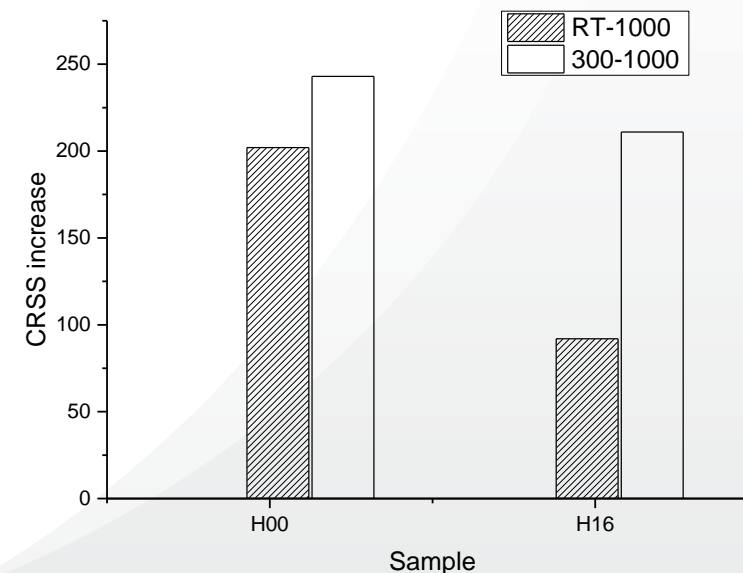
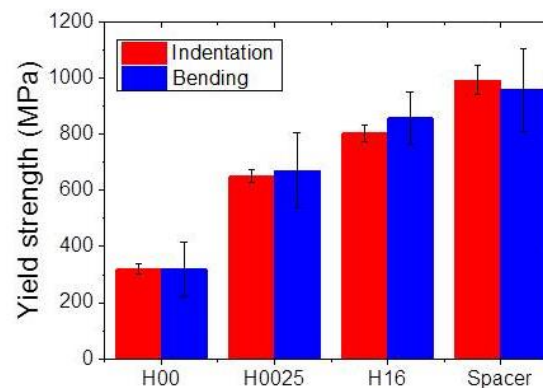
<before bending>



$$\sigma = \frac{4Fy}{wh^2},$$

$$CRSS = SF \cdot \sigma$$

F : Load at yielding
Y : distance from indent
w : width
H : height
SF : Schmid factor from EBSD



조사재 TEM 분석 장비 및 기술

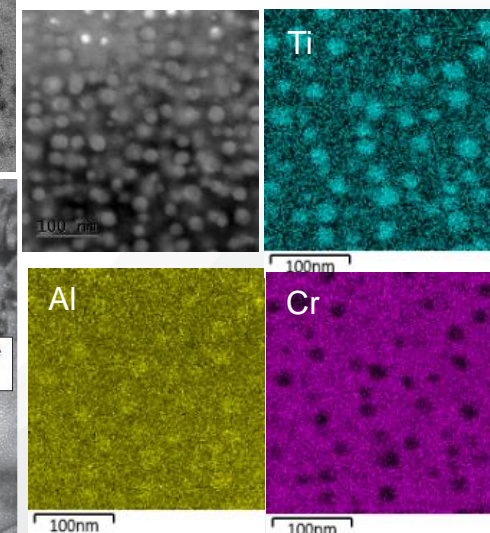
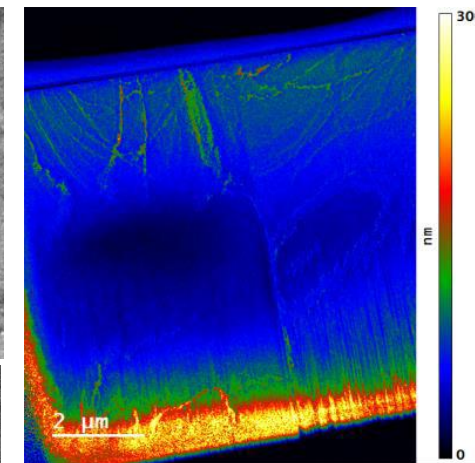
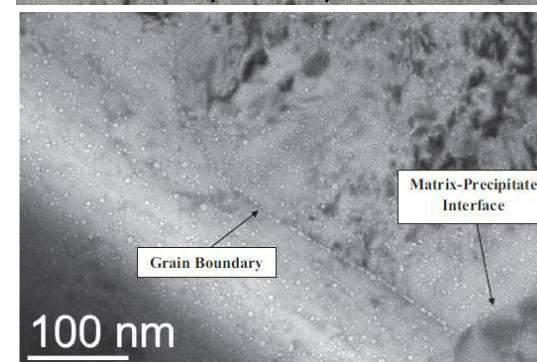
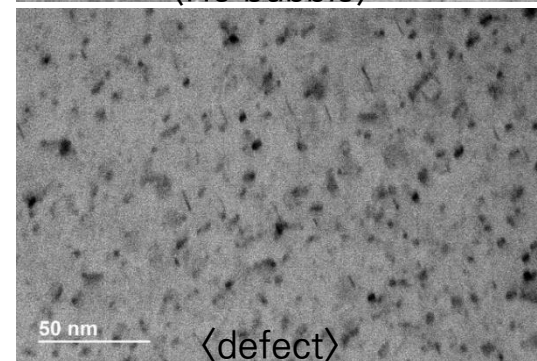
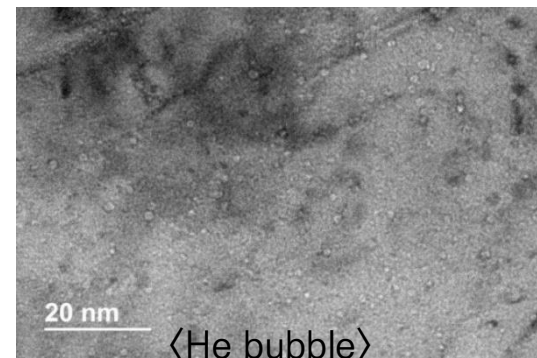
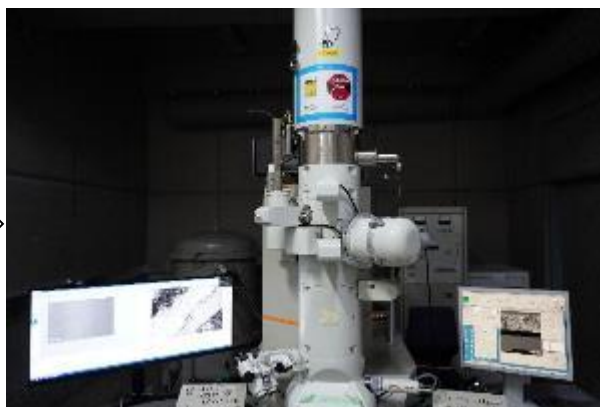
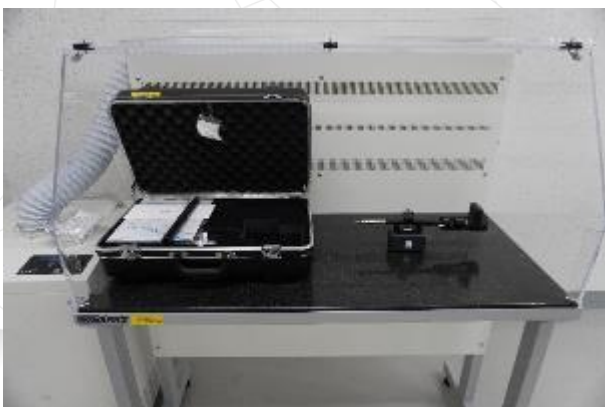
활용장비

- 전용 TEM 홀더 : Gatan Vacuum transfer holder
- TEM : JEOL 2100F X-Max 80T, GIF EELS (Single)

방사능 검사, TEM 실 이동

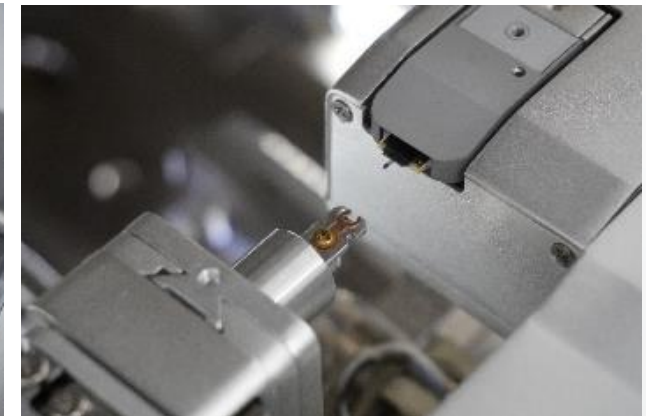
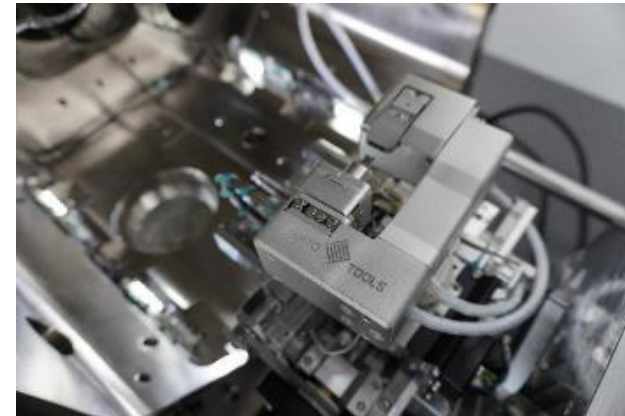
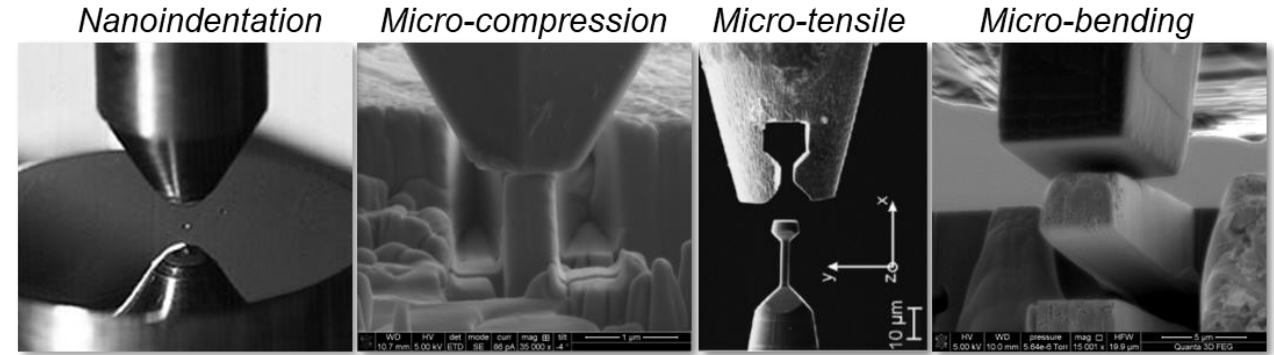
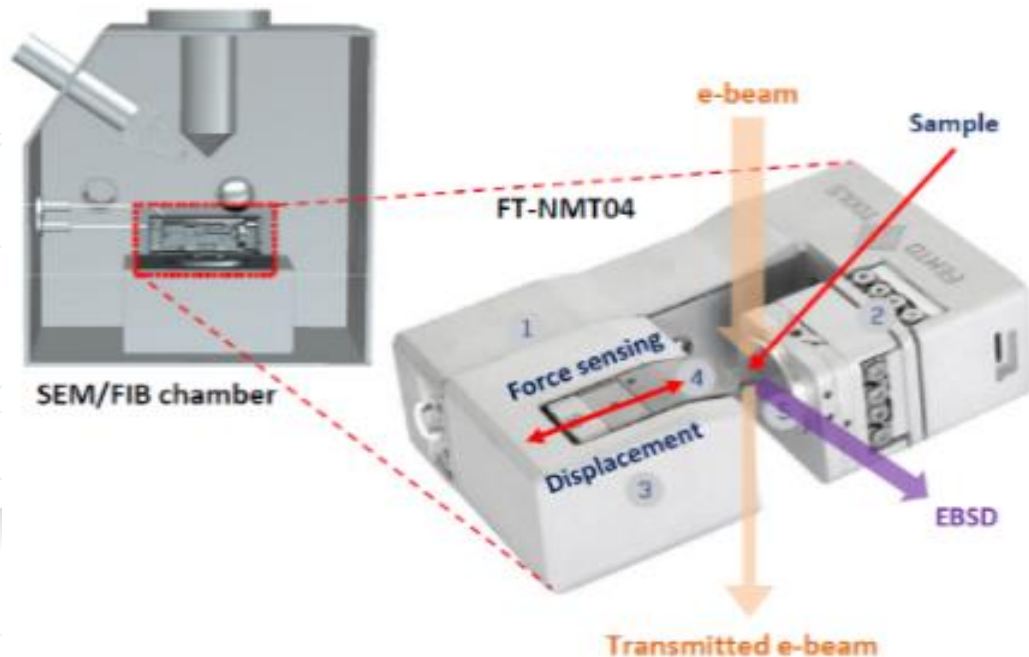
미세구조 관찰 및 조성 변화 분석

- 헬륨 버블 / 조사결함 관찰 및 정량 분석
- Segregation – EDS / EELS 분석
- in-situ deformation & heating in TEM



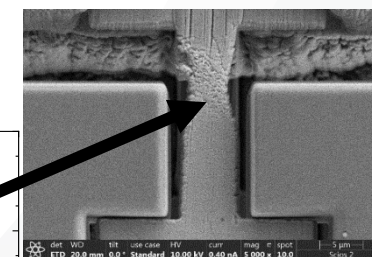
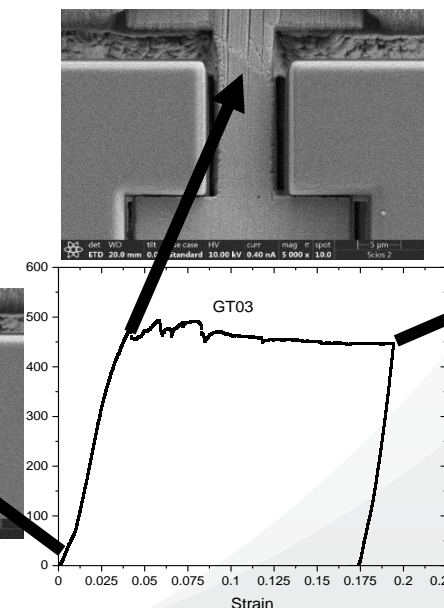
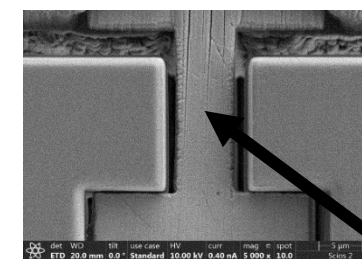
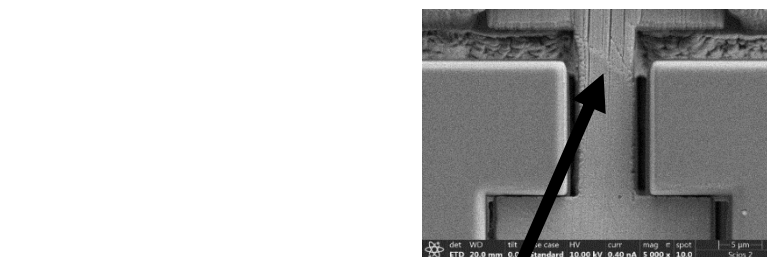
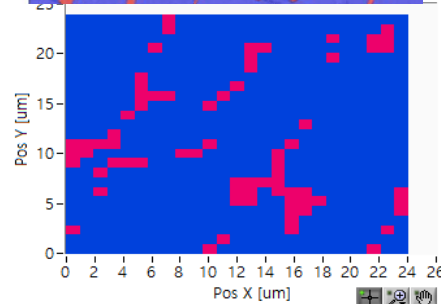
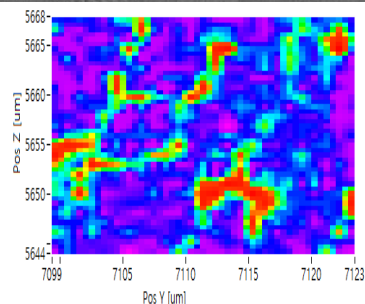
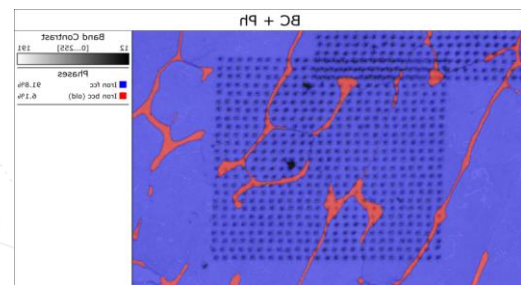
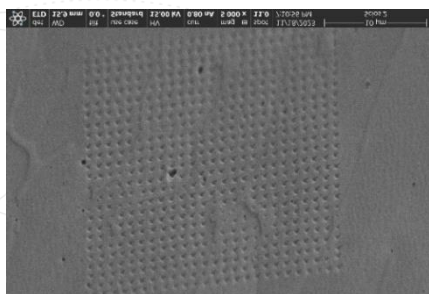
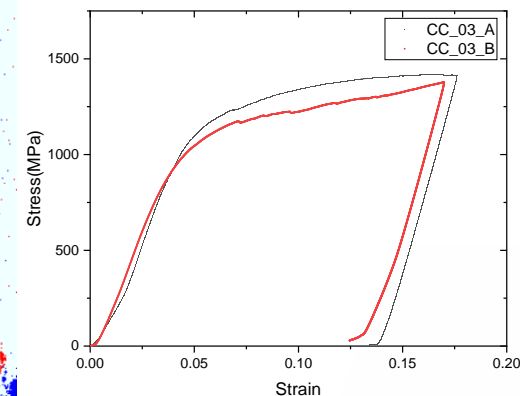
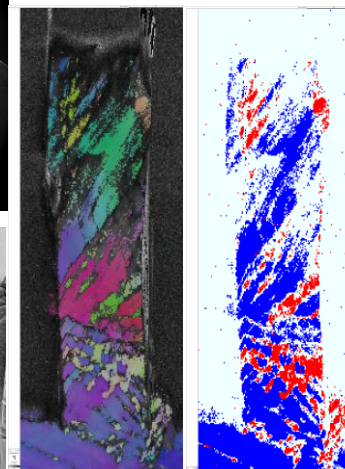
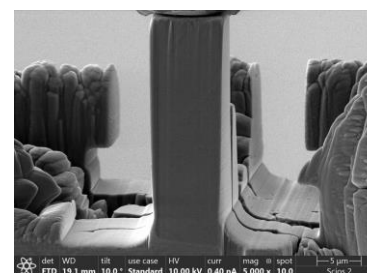
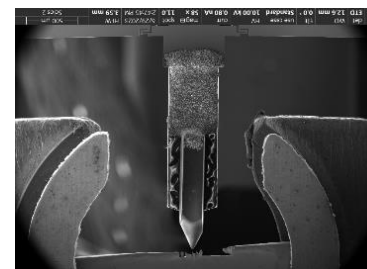
조사재 마이크로 역학 물성 평가 장비

- FIB-SEM/FIB 장착 나노인덴터
 - FT-NMT04 by FEMTOTOOLS
 - ~ 20 mN Berkovich tip
 - ~ 200 mN (~ 5 μ m) flat punch tip
 - ~ 200 mN Silicon / Tungsten tip



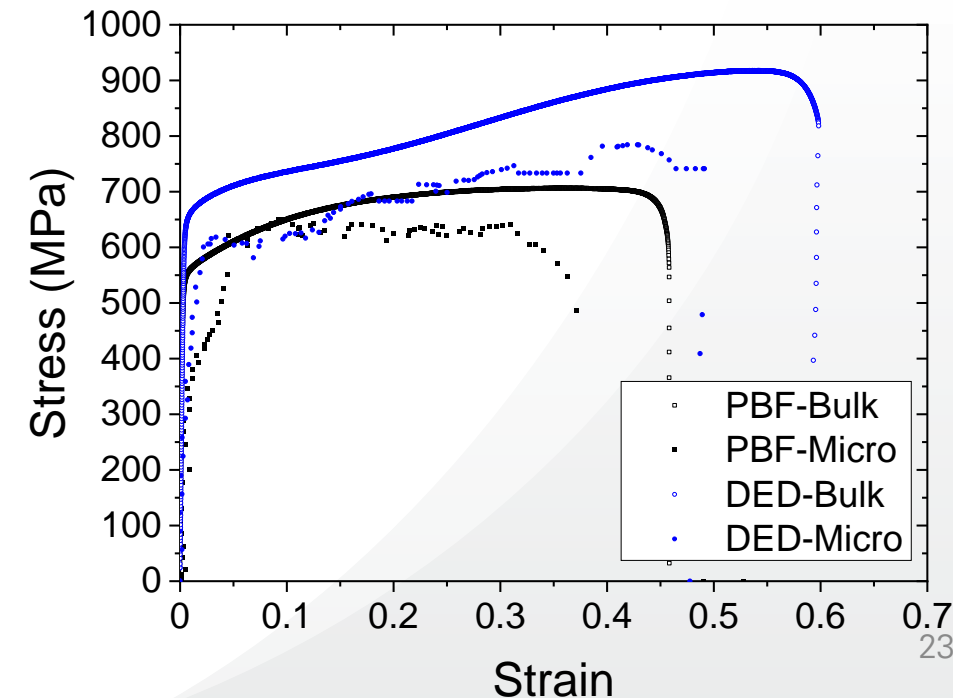
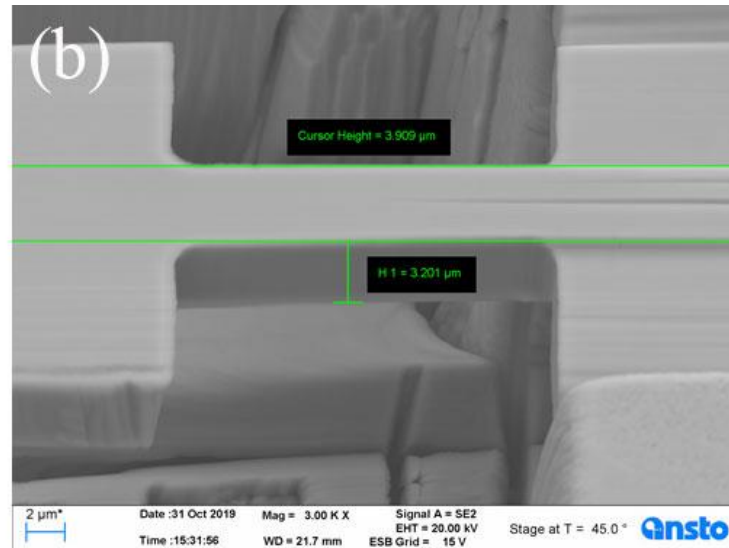
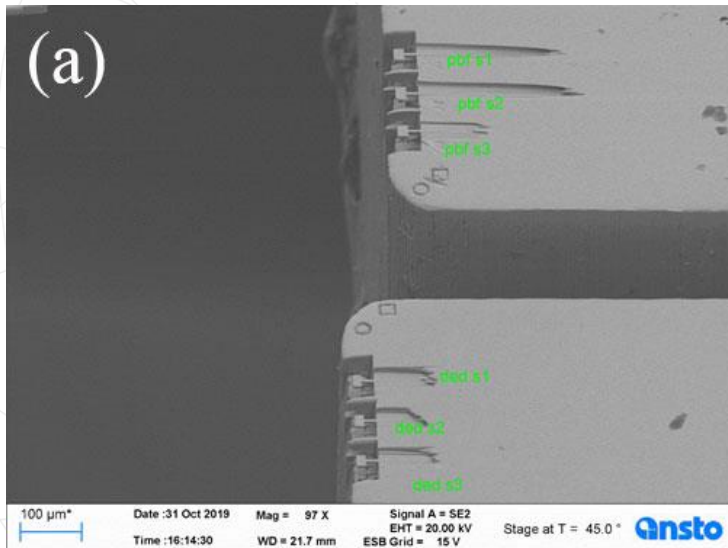
조사재 마이크로 역학 물성 평가

- FIB-SEM/FIB 장착 나노인덴터
- 나노경도 : μm 상 물성 정성평가
- 압축시험 : 항복응력 정량 평가
- 인장시험 : 조사재 항복거동
- 변형후 조직 분석 (EBSD)



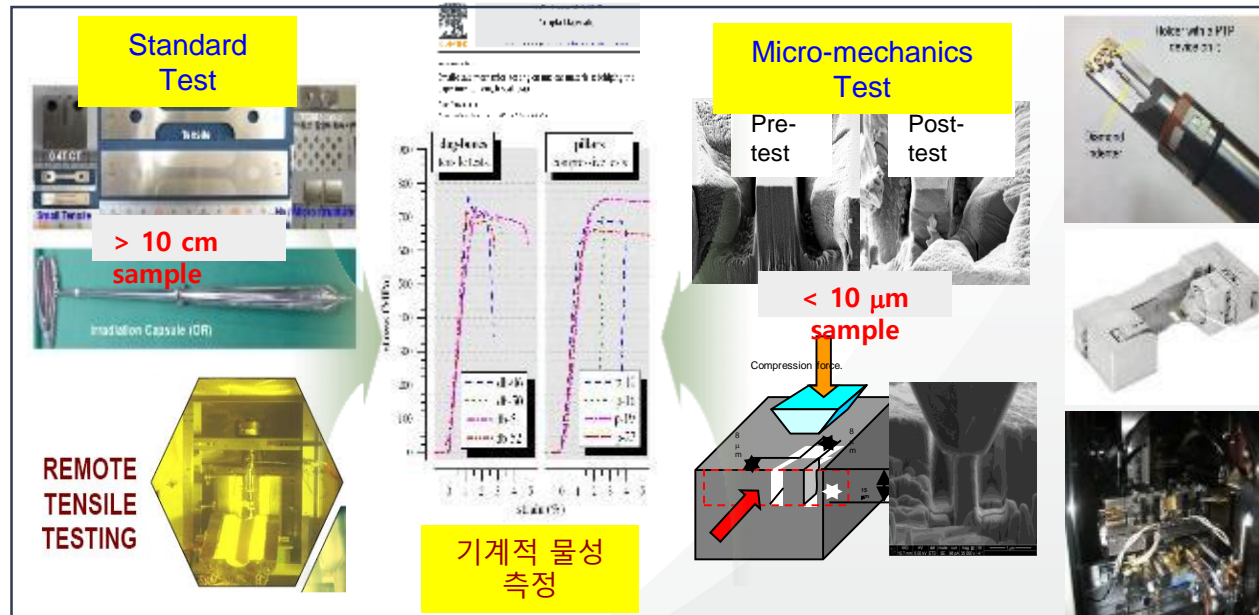
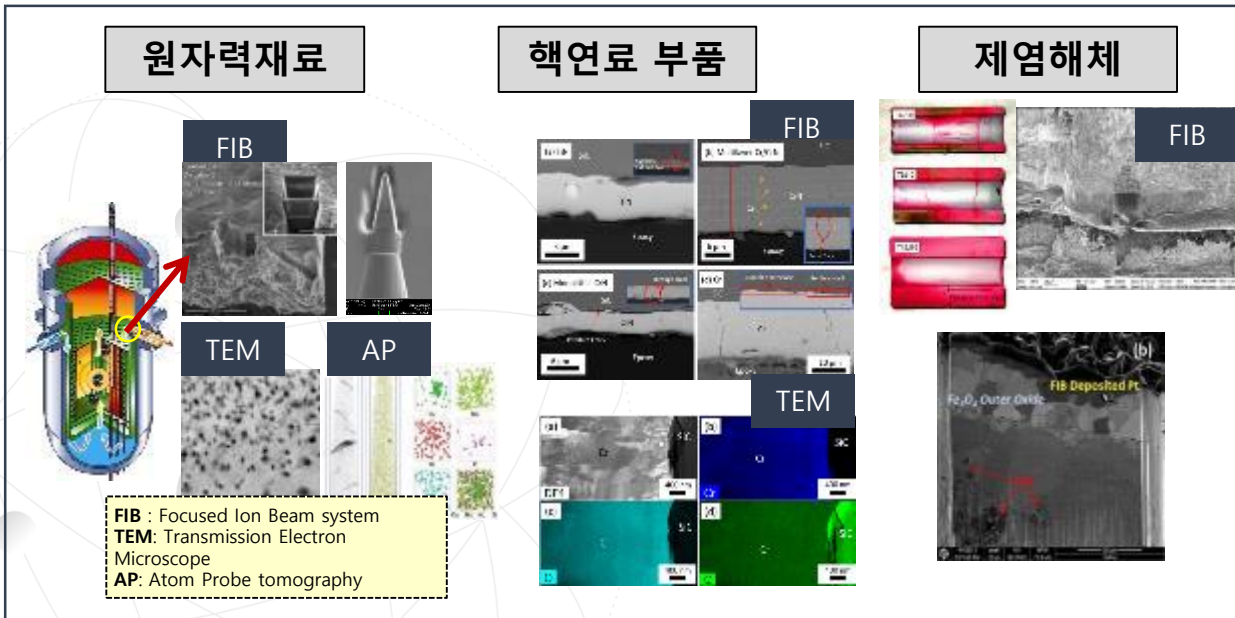
조사재 마이크로 역학 물성 평가

- **FIB 등으로** 소형 dog-bone 형태 시편을 제작 후, 인장 하중을 가하여 응력-변형률 곡선을 직접 측정하는 방식 (특수 지그 사용 가능)
- 가장 직접적인 기계적 특성 측정 방법 (Young's modulus, 항복강도, 파단 연신률)
- 조사 전후의 연성 저하, 취성 전이 거동 등을 비교하기 적합하나, 시편 제작 복잡 및 제작 시간, 클램핑/정렬 오차, 반복 측정 어려움
- **방사선 취성화(radiation embrittlement) 현상 정량화**
 - 연성-취성 전이(ductile-to-brittle transition) 분석



가속기 조사시험은 원전 재료 개발 및 조사 거동 연구의 핵심 도구

- 장기가동 원전 재료 열화평가/ 혁신원전 부품소재 내환경 평가, 핵연료/사용후 핵연료 구성부품 안전성 (건식저장, 습식저장), 제염해체 연구 지원, 재료 감시시험 지원 (ex : CANDU spacer examination)
- 가속기/핵융합 분야 가속기 조사재 물성 및 조직 분석 지원 (학계)
- 멀티스케일 조사 재료거동 연구 : 나노-마이크로 -메조스케일



A stylized graphic of an atomic model is located on the left side of the slide. It features a central grey sphere representing the nucleus, surrounded by several concentric elliptical orbits in blue, orange, and green. Small grey spheres representing electrons are positioned on these orbits. The background is a solid dark blue with a large, light blue curved shape on the right side.

경청해주셔서
감사합니다.



한국원자력연구원
Korea Atomic Energy Research Institute