

ANOVA법에 의한 Plasma Deposit 공정변수분석
 정인하*, 박희성, 이철용, 강권호, 문제선, 배기광, 양명승, 박현수
 한국원자력연구소

Analysis of Process Parameters of Plasma Deposit by ANOVA Method
 In Ha Jung*, Hee Seoung Park, Chul Yong Lee, Kweon Ho Kang, Je Sun Moon,
 Myung Seung Yang, Ki Kwang Bae, Hyun Soo Park
 Korea Atomic Energy Research Institute
 P.O. Box 105, Yuseong, Taejeon, 305-600, Korea

1. 서 론

원자력발전에서 사용하는 핵연료 펠렛의 제조는 분말처리, 압분, 소결 및 연삭의 공정을 거치게 되는데, 이 방법은 현재까지 사용되어온 가장 일반적인 방법이기도 하지만 공정이 복잡하며 다양한 제조장비를 필요로 하고 제조시간도 많이 소요된다. 특히 원격적인 방법으로 제조해야 하는 DUPIC(Direct Use of Spent PWR Fuel In CANDU Reactors, 경·중수로 연계 핵연료주기) 핵연료의 경우 제조공정의 단순화는 큰 이점이 있다¹⁾. 본 실험에서는 제조공정의 단순화를 위한 한가지 방안으로 분말을 플라즈마로 용융시킨 후 이를 펠렛몰더에 직접 침적시키는 방법으로 핵연료를 제조하고자 하였으며, 이로써 기존의 분말처리, 압분 및 소결공정을 단순화 또는 생략하고자 하였다. 본 연구에서는 기존의 연구결과²⁻³⁾로 도출된 침적물의 밀도에 영향을 미치는 변수인 쉬스가스 조성, 플라즈마 동력, 챔버내부압력 및 분말 공급량 외에 분말의 크기, 분사관의 위치, 분사거리 및 쉬스가스조성 중의 H₂유량 등이 침적밀도에 미치는 영향에 대해서 연구하였다. 실험으로 얻어진 결과치는 ANOVA(Analysis of Variance)의 통계적 방법으로 각각의 인자가 밀도에 미치는 영향의 크기뿐만 아니라 두 가지 이상의 인자가 조합되어 나타나는 영향에 대해서도 분석하였다⁴⁾.

2. 실험

핵연료 분말의 모사물질로서 20%의 yttria가 함유된 yttria stabilized zirconia(YSZ, AMDRY146, SULZER, Wohlen, Switzerland)를 사용하였다. 플라즈마 기체로 Ar을 사용하였으며, 쉬스가스는 H₂와 N₂를 Ar과 혼합하여 사용하였다. 분말용융과 관련된 영향 인자의 도출을 위하여 챔버 바닥에 직경 280mm의 중류수를 채운 분말수집조를 설치하고 용융 분사된 분말을 수집하였다. 침적시편의 제조는 가로 및 세로 2.5cm, 높이 4cm의 직육면체 graphite holder를 이용하였다. 실험조건에 따라 20초 내지 1시간 동안 용융분사하여 만들어진 침적시편은 1시간 정도 Ar 분위기의 챔버 내에서 서서히 냉각시켰다. 시료표면 및 용융분말의 관찰은 광학현미경(Leitz METALLUX 3) 및 SEM(Jeol JSM 840A)을 이용하였다. 밀도는 한 시료에 대하여 서로 다른 세 군데 부위를 임의로 선정하여 관찰하였으며, 이미지 해석 소프트웨어(Mocha image analysis, Jandel Scientific)를 이용하여 분석하고 이들의 관측치를 평균하였다.

3. 결과 및 토의

Table 1은 플라즈마 동력 80kW, 챔버 내부압력 200Torr에서 쉬스가스 중의 H₂유량 및 분말공급관의 위치를 각각 Ar/H₂=120/20 l/min 및 120/10 l/min, Zp=8cm 및 4cm의 2수준으로 하고, 분말의 크기는 3수준으로 하고 3회의 반복실험을 하여 측정된 분말용융의 구형화(spheroidization) 관측치이다. 실험의 모든 조건에서 -45 μ m의 크기가 작은 분말이 가장 용융정도가 높았으며, 분말의 크기가 클수록 용융정도는 감소하였다. 또 쉬스가스 중 H₂가스의 유량이 높은 조건에서 용융정도가 높았으며 같은 쉬스가스 조성에서는 분사관의 위치가 높을수록 용융정도는 증가하는 경향을 나타내었다. Table 2는 Table 1의 ANOVA분석 결과이다. 분말의 크기, 분사관의 위치, 쉬스가스 조성 중의 H₂유량을 나타내는 A, B, C 세 요인이 독립적으로 또는 상호조합하여 결과에 영향을 미치고 있다는 모델이 99.9% 신뢰성이 있음을 나타내었다. 또, A요인과 C요인은 99%의 신뢰수준에서 결과에 영향을 미치고 있으며, B요인은 결과에 영향을 미치고있다고 신뢰할 수 있는 수준이 앞의 두 요인보다 낮았다. 또, 조합효과중 B와 C요인이 조합되었을 때 다른 조합효과들보다 큰 영향을 미치고 있음을 알 수 있었다. 즉, 결과는 C요인과 A요인에 따라서 달라지며 B요인과 C요인간에 상호작용효과가 있다는 것을 알 수 있었다. R-Square값이 높은 편이므로 세 가지 요인의 선택이 약 80% 정도 결과에 영향을 주는 요인임을 알 수 있었으며, 나머지 20%는 실험오차 또는 실험에 미처 반영되지 못한 다른 요인이 있음을 알 수 있었다. 요인처리의 강도에 대한 오메가제곱값(omega-square: ω^2)은 $\omega_A^2=0.253$, $\omega_B^2=0.088$, $\omega_C^2=0.319$ 로 나타나 전체결과에 대해서 쉬스가스 중의 H₂유량을 나타내는 C요인의 영향이 약 32% 정도로 가장 높았으며 다음으로는 A요인, B요인 순으로 영향정도가 높았다. 또, 분말의 용융정도가 분말의 크기에 따라 차이가 있는지에 대하여 Duncan검정을 하였다. -45 μ m와 -90 μ m, -75 μ m와 -90 μ m의 분말간에는 용융정도에 차이가 있으나,

-45 μm 와 -75 μm 사이에는 용융정도에 서로 차이가 없는 것으로 분석되어 이 실험조건에서는 -75 μm 이하의 분말을 사용하는 경우 분말크기로 인한 용융정도의 차이는 없음을 알 수 있다. 각 요인의 두 수준 간 평균의 차이나 분산의 동일성을 확인하기 위하여 T 검정을 한 결과 약 93.6%의 신뢰수준에서 B요인의 두 수준 간 차이가 있었으며, 요인C는 99.97% 신뢰수준에서 분말의 크기에 따라 결과에 영향을 미쳤다. 즉, H₂의 유량을 증가시켜 분말의 용융을 효과적으로 향상시킬 수 있을 것으로 판단되었다.

4. 결 론

유도 플라즈마로 용융점이 높은 YSZ분말의 용융 및 침적실험을 통하여, 분말의 용융은 입자크기 및 쉬스가스 조성이 영향을 크게 미쳤다. 침적시편의 밀도를 분석한 결과 -75 μm 이상 크기의 분말의 경우, 단일변수로서는 입자 크기, 분사거리 순으로 침적물의 밀도에 영향을 미쳤으며, -75 μm 이하 분말의 경우에는 쉬스가스 조성, 분사거리 등의 순으로 침적밀도에 영향을 미쳤다.

참고 문헌

1. M.S. Yang, B.G. Kim, K.W. Song, K.K. Bae, S.S. Kim, W.K. Kim, I.H. Jung and H.S. Park, International Symposium on Nuclear Fuel Cycle and Reactor Strategies: Adjusting to new realities, June 2-6, Vienna, Austria (1997).
2. T. Ishigaki, J. Jurewicz, and M.I. Boulos, ISPC-10, Bochum, Germany, August 14-18, 1 (1991).
3. T. Ishigaki, and M.I. Boulos Ceramic Transactions, 22, 139 (1991).
4. R. Kingswell, D.S. Rickerby, S.J. Bull, K.T. Scott, Thin Solid Films, 198(1-2), 139 (1991).

Table 1. Spheroidization experiment with different size of the powder.

Condition (80kV, 200Torr)		Powder Size											
G _{max}	Zp, cm	replicate No. (-45 μm)				replicate No. (-75 μm)				replicate No. (-90 μm)			
		1	2	3	Avg.	1	2	3	Avg.	1	2	3	Avg.
120/20	8	97.85	96.81	100	98.22	99.26	98.34	96.22	97.94	96.94	93.55	95.45	95.31
120/10	8	94.50	91.46	88.89	91.61	92.15	93.325	86.12	89.72	83.33	87.93	89.19	86.81
120/20	4	98.17	96.75	97.59	97.50	91.195	92.33	93.195	92.24	89.69	79.63	91.57	86.96
120/10	4	91.18	90.12	91.57	90.95	90.645	89.935	88.705	89.76	86.96	82.93	84.09	84.66

Table 2. ANOVA result of the spheroidization experiment.

- General Linear Models Procedure						
Dependent Variable: Spheroidization %						
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Value	Pr > F	
Model	11	688.87478056	62.62498005	8.46	0.0001	
Error	24	177.74093333	7.40587222			
Corrected Total	35	866.61571389				
R-Square	0.794902	C.V.	2.961976	Root MSE	2.72137322	
				Mean of Spheroidization %	91.87694444	
Source	DF	Type I SS	Mean Square	F Value	Pr > F	
A	2	235.78453889	117.89226944	15.92	0.0001	
B	1	84.21121111	84.21121111	11.37	0.0025	
A*B	2	31.39840556	15.69920278	2.12	0.1420	
C	1	286.23000278	286.23000278	38.65	0.0001	
A*C	2	4.25150556	2.12575278	0.29	0.7530	
B*C	1	31.24810000	31.24810000	4.22	0.0510	
A*B*C	2	15.75101667	7.87550833	1.06	0.3610	
- Duncan's Multiple Range Test for variable: Spheroidization %						
Alpha= 0.05 df= 24 MSE= 7.405872						
Number of Means 2 3						
Critical Range 2.293 2.408						
Means with the same letter are not significantly different.						
Duncan Grouping	Mean	N	A			
A	94.574	12	1			
A	92.618	12	2			
B	88.438	12	3			
- T TEST PROCEDURE						
Variable: Spheroidization %						
C	N	Mean	Std Dev	Std Error	Minimum	Maximum
1	18	94.69686667	4.80492976	1.13253281	79.63000000	100.00000000
2	18	89.05722222	3.32460313	0.78361647	82.93000000	94.50000000
Variances						
	T	DF	Prob> T			
Unequal	4.0949	30.2	0.0003			
Equal	4.0949	34.0	0.0002			
For H0: Variances are equal, F' = 2.09 DF = (17,17) Prob>F' = 0.1388						