

초음파 공명분광법을 적용한 재료 물성 측정 기술
개발 (II)

Materials Characterization by Resonant Ultrasonic
Spectroscopy (II)

KAERI

제 출 문

한국원자력연구소장 귀하

본 보고서를 2001년도 “초음파공명분광법을 적용한 재료 물성 측정 기술” 과제의 연구보고서로 제출합니다.

2001. 12.

과 제 명 : 초음파공명분광법을 적용한 재료 물성 측정 기술

과 제 책 임 자 : 정 용 무

참 여 자 : 정 현 규

주 영 상

심 철 무

요 약 문

I. 제 목

초음파공명분광법을 적용한 재료 물성 측정 기술

II. 연구개발의 목적 및 필요성

선진국에서 90년대 이후에 개발된 초음파공명분광법은 다양한 응용 분야가 가능하며 특히 비파괴 재료 물성 평가는 물론 정밀 부품의 비파괴검사, 용기 내용물의 비파괴적 식별 등에 적용되고 있다. 특히 최근 수십 년간 원자력 재료의 비파괴적인 특성 평가, 특히 중성자 조사 취화에 의한 경년 열화 현상을 감시하기 위하여 모든 가능한 비파괴적인 기술이 시도된 바 있으나 어떤 방법도 만족할 만한 해답을 제시하지 못하고 있다. 따라서 종래의 전통적인 비파괴 검사 기술을 적용하는 것은 이미 한계에 부딪혔다고 판단할 수 있으며 보다 민감한 비파괴 특성 평가기술을 개발할 필요성이 있다.

본 과제에서는 초음파공명분광법을 적용한 재료의 탄성 특성을 정밀하게 측정하기 위하여 기존 초음파공명분광시스템에 고온/진공 정밀 하중제어 장치를 부착하여 탄성계수를 0.1% 이하로 정밀하게 측정하는 것은 물론 고온 탄성계수 및 mechanical damping factor를 측정할 수 있도록 함으로써 원자력 재료의 특성 평가 및 중성자 조사 취화를 비롯한 재료 내부의 미세적인 변화 및 열화 감시에 활용하고자 한다.

III. 연구개발의 내용 및 범위

본 과제의 이차 연도에는 상용 초음파공명분광시스템에 고온 측정을 위해서 초음파 센서에 고온 wave guide를 부착하여 시편을 소형 가열로 내에 장착할 수 있게 하였으며 시편의 산화를 방지하기 위하여 10^{-4} Torr의 진공 장치를 부착하였다. 아울러 온도 변화시 시편의 열팽창에 의한 접촉 하중을 보상하기 위하여 하중 측정 장치 및 정밀 하중 제어 장치를 추가하였다.

제작된 고온/진공/정밀 하중제어 초음파공명분광시스템을 사용하여 3 종류 재료에 대한 고온 탄성특성을 측정하였다. 1) 원자로 압력용기 재료인 SA 508 Cl/ 3 재료의 동적 탄성계수의 온도 의존성을 측정하였으며 2) 중수로 압력관 재료인 Zr-2.5Nb 재료의 온도에 따른 공명주파수 및 mechanical damping factor를 측정하였고 이방성 탄성계수의 온도의존성을 실험하였으며 3) 중수로 피더관 재료인 SA 106 Gr. B 재료의 음속의 온도의존성을 측정하였다.

IV. 연구개발 결과

재료의 고온 탄성 특성 측정을 위한 초음파공명분광시스템을 설계 제작한 뒤 1) 원자로 압력용기의 고온 탄성계수, 2) 중수로 압력관 재료의 고온 이방성 탄성계수 및 Q-factor, 3) 중수로 피더관 재료의 고온 초음파 속도를 측정함으로써 본 장비의 응용성 및 측정의 유효성을 검증하였다.

제작된 고온/진공/정밀 하중제어 초음파공명분광시스템은 상온 ~ 500°C 구간에서 최대 진공도 10^{-4} Torr, 접촉 하중제어 정밀도 0.01 g 의 조건에서 실험할 수 있었다.

원자로 압력용기의 고온 탄성계수 및 음속을 측정한 결과 기계 시험에 의한 정적 탄성계수보다 약간 높은 값을 나타냈으며 (상온에서 약 7 GPa 높음) 상온에 비해 원자로 운전 온도인 300°C에서 종파 속도는 약 2.8%, 횡파 속도는 약 3.7% 감소함을 알 수 있었다.

중수로 압력관 재료의 고온 이방성 탄성계수를 측정한 결과 압력관의 방향별 탄성계수는 압력관 원주 방향이 가장 높고 축 방향이 가장 낮은 것으로 측정되었으며 이는 집합 조직의 배열 상태에 비추어 타당하다고 판단된다. 한편 온도에 따른 Q-factor를 측정한 결과 120 ~ 220°C 구간에서 높은 값이 측정되었는데 이에 대한 원인은 확실치는 않으나 1) 지르코늄 수화물인 δ -hydride 와 ν -hydride 간에 상변태 현상이거나 2) 단순한 수소의 불순물 효과에 의한 것으로 연관지을 수 있다.

중수로 피더관 재료의 고온 탄성계수 및 고온 초음파 속도를 측정한 결과를 이용하여 각각 Young's modulus, shear modulus, 종파 속도, 횡파 속도의 온도의존식을 구할 수 있었으며 이 자료는 원자로 운전 온도인 300°C에서 중수로 피더관의 감육 상태를 실시간 초음파 두께 측정하기 위한 기초 자료로 유용하게 사용될 것이다.

V. 연구개발 결과의 활용 계획 및 건의 사항

초음파공명분광법은 그 이론은 상당히 복잡하나 비교적 간단한 장치로써 정밀한 탄성계수를 측정할 수 있는 방법이다. 본 과제를 통하여 개발된 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광시스템은 앞으로 원자력 재료의 중성자 조사 취화 특성을 규명하기 위한 연구에 사용될 것이다. 한편 신형 핵연료 등의 원자력 신소재를 개발할 경우 필요한 탄성 특성을 정밀 측정하는 데에도 응용될 것이다.

이를 위하여 조사된 시편을 취급하기 위한 준조사시험 설비(semi-hot lab.)을 조속히 구축할 것을 건의한다.

S U M M A R Y

I. Project Title

Materials Characterization by Resonant Ultrasonic Spectroscopy (II)

II. Objectives and Importance of the Project

The resonant ultrasound spectroscopy (RUS) can be used for nondestructive materials characterization, nondestructive testing of accurate parts, as well as nondestructive identification in the vessel. For the several decades, various nondestructive methods have been applied to characterize microscopic variations in materials. However, it is not successful to give a satisfactory result to monitor the nuclear material degradation by neutron irradiation embrittlement. Therefore it is necessary to develop a more sensitive nondestructive characterization method. The resonant ultrasonic spectroscopy (RUS) can be a possible candidate for this purpose.

The objective of the project is to develop high temperature RUS technology using wave guide with small furnace, in a vacuum system, and accurate load control system, by improvement of the present RUS system. This technology can also be applied to characterize the microstructural variations, such as material degradation including neutron irradiation embrittlement.

III. Scope and Contents of the Projects

The scope of the project is to develop the RUS technology to determine the dynamic elastic constants with an accuracy less than 0.1%. In addition, In order to have a capability of high temperature experiment,

wave guides in a small furnace, vacuum system, and accurate load control system were attached to the present RUS system. Using the developed RUS system, 1) temperature dependency of dynamic elastic constants of SA 508 Cl. 3, reactor pressure vessel material, 2) temperature dependency of resonant frequencies and mechanical damping factors, as well as anisotropic elastic constants of Zr-2.5Nb pressure tube materials, 3) temperature dependency of acoustic waves in SA 106 Gr. B, materials, feeder pipe material of heavy water reactor.

IV. Results and Proposal for Application

Through the measurement of high temperature elastic constants of various materials, such as reactor vessel material (SA 508 Cl. 3 alloy), pressure tube material (Zr-2.5Nb alloy), and feeder pipe material in the heavy water reactor (SA 106 Gr. B alloy) we can confirm that the RUS method is very sensitive to the microstructure of the test materials. The measurement by RUS was very accurate by comparing the RMS error of the range of 0.07 - 0.10 % to the general limit of 0.2% for the effectiveness of the measurement, we can confirm the measurements were highly reliable.

RUS can also be used to measure Q-factor (mechanical damping) which related to the microstructural variations (grain boundary, grain size, precipitation, defects, dislocations etc.). In order to get an accurate measurement of Q-factor, environmental pressure and contact pressure between ultrasonic sensor and sample should be controlled carefully. Thus the vacuum system for the environment and a load cell to control contact pressure should be attached for accurate measurement of Q-factor.

The complete RUS system can be used to determine the anisotropic elastic constant, temperature dependence and Q-factor. These capabilities will be useful to monitor the degradation of nuclear materials, including neutron irradiation embrittlement. In addition, RUS technology can be applied to various areas, such as the nondestructive identification of the fluid

inside a vessel, nondestructive quality test for precision components as well as nondestructive materials characterization.

Finally, we suggest to establish a semi-hot laboratory facility for the experiments of irradiated specimen.

CONTENTS

Chapter 1 Introduction -----	1
Chapter 2 State-of-the-art -----	4
Section 1 State-of-the-art of similar research -----	4
1. Case of foreign countries -----	4
2. Case of domestic area -----	4
Section 2 Evaluation of the specific technologies -----	5
Section 3 Technical status of the Project -----	5
Chapter 3 Study results and discussion -----	7
Section 1 Materials characterization by resonant ultrasound spectroscopy -----	7
Section 2 Ultrasonic attenuation and velocity change in materials	10
1. Ultrasonic attenuation -----	11
2. Definition of ultrasonic attenuation coefficient -----	11
3. Dislocation damping -----	11
Section 3 Measurement of Internal friction -----	19
1. Measurement of internal friction -----	20
2. Amplitude dependence -----	21
3. Frequency dependence -----	22
4. Difference of experimental method -----	23
5. Bordoni peaks -----	23
6. Summary -----	25
Section 4 High temperature/vacuum/accurate load control RUS system	31
Section 5 Temperature dependence of dynamic elastic constants of SA 508 Cl. 3 materials -----	34

1. Introduction	34
2. Experimental procedure	34
3. Experimental results and discussion	36
4. Conclusions	37
Section 6 Temperature dependence of anisotropic elastic constants of Zr-2.5Nb pressure tube materials	43
1. Introduction	43
2. Orientation distribution function and anisotropic elastic constants	43
3. Initial estimate of elastic constants	45
4. Measurement of high temperature elastic constants	47
5. Experimental results and discussion	47
Section 7 Temperature dependence of Q-1 and df/dT of Zr-2.5Nb pressure tube materials	53
1. Experimental procedure	53
2. Result and discussion of Q-1 measurement	54
3. Comparison of df/dT with different hydrogen concentration---	59
Section 8 Temperature dependence of ultrasonic velocity of SA 106 Gr. B feeder materials	69
1. Background	69
2. Experimental procedure	70
3. Experimental results and discussion	72
4. Conclusions	75
Chapter 4 Accomplishment and contribution of the study	80
Section 1 Accomplishment of the study	80
Section 2 Contribution to technology development	80
Chapter 5 Application of the results	81
Section 1 Necessity of additional study	81
Section 2 Application to the other research	81
Chapter 6 References	82

목 차

제 1 장 서론 -----	1
제 2 장 국내·외 기술개발 현황 -----	4
제 1 절 유사연구 사례에 대한 조사 현황 -----	4
1. 외국의 경우 -----	4
2. 국내의 경우 -----	4
제 2 절 세부 기술 사항의 검토 분석 결과 -----	5
제 3 절 본 과제의 기술적 위치 -----	5
제 3 장 연구개발수행 내용 및 결과 -----	7
제 1 절 초음파공명분광법을 적용한 재료의 탄성 특성 평가 -----	7
제 2 절 재료 내에서 초음파 손실 및 음속 변화 -----	10
1. 초음파 산란 -----	11
2. 초음파 감쇠계수의 정의 -----	11
3. 전위 damping -----	15
3.1 전위 damping 모델 -----	15
3.2 Granto-Rucke 모델 -----	17
제 3 절 재료 내에서의 Internal Friction 측정 -----	19
1. Internal Friction (IF) 측정법 -----	20
2. 진폭 의존성 -----	21
3. 주파수 의존성 -----	22
4. 실험 방법의 차이 -----	23
5. Bordoni Peaks -----	23
6. 요약 -----	25
제 4 절 고온/진공/정밀 하중제어 초음파공명분광시스템 제작 -----	26
제 5 절 원자로 저합금강 SA 508 C13 재료의 동적 탄성계수의 온도 의존성 -----	34
1. 서론 -----	34
2. 실험 방법 -----	34

2.1 시편	34
2.2 초기 탄성계수 추정	35
2.3 고온 탄성계수 측정	36
3. 실험 결과 및 고찰	36
4. 결론	37
제 6 절 Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 이방성 탄성계수의 온도의존성	43
1. 서론	43
2. 방위분포함수와 이방성 탄성계수	43
3. 초기 탄성계수 추정	45
4. 고온 이방성 탄성계수 측정	47
5. 실험 결과 및 고찰	47
제 7 절 Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 Q-1 및 df/dT	53
1. 실험 방법	53
2. Q ⁻¹ 측정 결과 및 고찰	54
3. 수소 농도에 따른 df/dT 비교	59
제 8 절 중수로 피더관 SA 106 Gr. B 재료의 음속의 온도의존성	69
1. 배경	69
2. 실험 방법	70
2.1 실험 재료	70
2.2 초기 추정 탄성계수	70
3. 실험 결과 및 고찰	72
3.1 중수로 피더관 재료의 탄성계수의 온도 의존성	72
3.2 중수로 피더관 재료의 음속의 온도 의존성	74
4. 결론	75
제 4 장 연구개발 목표 달성도 및 대외 기여도	80
제 1 절 단계별 연구개발 목표 달성도	80
제 2 절 기술 발전의 기여도	80
제 5 장 연구개발결과의 활용계획	81

제 1 절	추가 연구의 필요성	81
제 2 절	타 연구에의 응용	81
제 6 장	참고문헌	82

그림 목차

Fig. 4-1. 초음파공명분광장치 개략도 -----	28
Fig. 4-2. 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 실험장치 개략도 -----	29
Fig. 5-1. Variation of Young's modulus of SA 508 Cl. 3 steel. -----	39
Fig. 5-2. Variation of shear modulus of SA 508 Cl. 3 steel. -----	39
Fig. 5-3. Variation of longitudinal wave velocity of SA 508 Cl. 3 steel. -----	40
Fig. 5-4. Variation of shear wave velocity of SA 508 Cl. 3 steel. -----	40
Fig. 5-5. Variation of c_{11} of SA 508 Cl. 3 steel. -----	41
Fig. 5-6. Variation of c_{12} of SA 508 Cl. 3 steel. -----	41
Fig. 5-7. Variation of density of SA 508 Cl. 3 steel. -----	42
Fig. 6-1. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 이방성 정규 탄성계수 변화. -----	50
Fig. 6-2. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 이방성 비틀림 탄성계수 변화. -----	50
Fig. 6-3. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 이방성 Young's modulus 변화. -----	51
Fig. 6-4. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 이방성 shear modulus 변화. -----	51
Fig. 6-5. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 방향별 종파 속도 변화. -----	52
Fig. 6-6. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 방향별 횡파 속도 변화. -----	52
Fig. 7-1. Zr-2.5Nb 압력관 재료의 수소 농도별 온도에 따른 mechanical damping 변화. -----	55
Fig. 7-2 (a) Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화 [H]= 5 ppm. -----	55
Fig. 7-2 (b). Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화 [H]= 33 ppm. -----	56
Fig. 7-2 (c). Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical	

	damping 변화 [H]= 75 ppm. -----	56
Fig. 7-2 (d).	Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화 [H]= 119 ppm. -----	57
Fig. 7-2 (e).	Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화 [H]= 145 ppm. -----	57
Fig. 7-2 (f).	Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화 [H]= 179 ppm. -----	58
Fig. 7-3 (a).	온도에 따른 공명주파수 변화. [H]= 5 ppm. -----	60
Fig. 7-3 (b).	온도에 따른 공명주파수 변화. [H]= 33 ppm. -----	60
Fig. 7-3 (c).	온도에 따른 공명주파수 변화. [H]= 179 ppm. -----	61
Fig. 7-4 (a).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 5 ppm, (7,1) mode 경우. -----	61
Fig. 7-4 (b).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 5 ppm, (8,1) mode 경우. -----	62
Fig. 7-4 (c).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 33 ppm, (7,1) mode 경우. -----	62
Fig. 7-4 (d).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 33 ppm, (8,1) mode 경우. -----	63
Fig. 7-4 (e).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 75 ppm, (7,1) mode 경우. -----	63
Fig. 7-4 (f).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 75 ppm, (8,1) mode 경우. -----	64
Fig. 7-4 (g).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 119 ppm, (7,1) mode 경우. -----	64
Fig. 7-4 (h).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 119 ppm, (8,1) mode 경우. -----	65
Fig. 7-4 (i).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 145 ppm, (7,1) mode 경우. -----	65
Fig. 7-4 (j).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 145 ppm, (8,1) mode 경우. -----	66
Fig. 7-4 (k).	온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 177 ppm, (7,1) mode 경우. -----	66

Fig. 7-4 (1). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 177 ppm, (8,1) mode 경우. -----	67
Fig. 7-5. 지르코늄 합금의 한계 수소고용도 곡선. -----	68
Fig. 8-1. Typical spectrum by resonant ultrasound spectroscopy. ---	76
Fig. 8-2. Temperature dependence of elastic stiffness c_{11} of SA 106 Gr. B feeder pipe material. -----	77
Fig. 8-3. Temperature dependence of elastic stiffness c_{44} of SA 106 Gr. B feeder pipe material. -----	77
Fig. 8-4. SA 106 Gr. B 증수로 피더관 재료의 온도에 따른 Youngs modulus 변화. -----	78
Fig. 8-5. SA 106 Gr. B 증수로 피더관 재료의 온도에 따른 shear modulus 변화. -----	78
Fig. 8-6. SA 106 Gr. B 증수로 피더관 재료의 온도에 따른 종파 속도 변화. -----	79
Fig. 8-7. SA 106 Gr. B 증수로 피더관 재료의 온도에 따른 횡파 속도 변화. -----	79

사 진 목 차

Photo 4-1. 제작된 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 실험 장치 전경 -----	30
Photo 4-2. Bell Jar 내부 소형 가열로 및 초음파공명분광 시스템 -----	31
Photo 4-3. 소형 가열로 내부에 초음파 탐촉자 및 wave guide 에 시편이 장착된 모습 -----	31
Photo 4-4. 고온/진공 초음파공명분광 시스템 하부 (진공펌프) -----	32
Photo 4-5. 고온/진공 초음파공명분광 시스템 충격 방지 장치 -----	32
Photo 4-6. 고온/진공 초음파공명분광 시스템 진공펌프 panel -----	33
Photo 4-7. 정밀 하중제어 장치 지시판 -----	33

표 목 차

표 5-1 Chemical composition of SA 508-3 steel -----	34
표 6-1 Elastic stiffness of single crystal Zirconium (hcp) -----	46
표 6-2 방위분함수에 따른 Zr-2.5Nb 압력관 재료의 추정 이방성 탄성계수 -----	46
표 6-3 초음파공명분광법에 의한 Zr-2.5Nb 압력관 재료의 이방성 탄성계수 -----	46
표 8-1. Chemical composition of the Feeder Pipe (SA 106 Grade B) --	71
표 8-2. Mechanical properties of the Feeder Pipe (SA 106 Grade B) --	71
표 8-3. A typical example of RUS calculation for SA 106 Gr. B feeder pipe -----	73

제 1 장 서 론

초음파공명분광법 (RUS, Resonant Ultrasound Spectroscopy) 는 고체의 공진 현상을 이용한 것으로 고체의 제원 및 밀도가 고정된 경우 공명주파수를 측정하면 탄성계수를 계산할 수 있고, 반대로 탄성계수를 알고 있으면 공명주파수를 계산할 수 있다는 원리에 바탕을 두고 탄성계수를 정밀 측정하기 위해서 개발되었다.

고체 내에서 음파의 전파 특성에 관한 이론 식은 이미 19 세기 말에 Lord Raleigh 가 정립해 놓은 상태이며 이후 다양한 형상에 대한 응용 이론들이 개발된 바 있다. 그러나 현재까지도 일반화된 고체 형상에 대한 공명 현상을 기술하고 그 해석적인 해를 구하는 것은 거의 불가능하고 구형, 장방형 등과 같이 수학적으로 다루기 쉬운 canonical geometry에 대해서만이 해석적인 근사 해 및 수치적인 근사 해가 가능할 뿐이다. 1970년대 이후에 특정한 형상 (구형 및 장방형) 에 대한 공명 이론이 정립된 이래, 3 차원적인 고체에 대한 해석적인 근사 해를 구하는 것이 가능해진 것은 PC에 의한 공학 계산이 널리 쓰이기 시작한 1980년대 이후이다. 1987년 미국 Los Alamos 국립연구소에 Migliori는 이렇게 수식적으로만 가능하였던 공명 이론의 근사 해를 적용하여 PC를 사용하여 고체의 탄성계수에서 공명주파수를 계산하는 software와 실제 공명주파수를 측정할 수 있는 hardware를 개발하여 초음파공명분광법이라고 명명하였으며 1990년대 이후에 고체물리, 재료공학, 지질학, 비파괴검사 등 다양한 분야에 응용되고 있다.

기본적으로 초음파공명분광법은 고체의 탄성계수를 측정하는 시스템이다. 그러나 여기에 덧붙여 초음파공명분광법으로 측정되는 공진 정보는 물질의 미시적 또는 거시적 특성에 대단히 민감하므로 다양한 재료 특성을 평가할 수 있다. 즉 초음파공명 신호에는 이러한 탄성계수 계산에 필요한 정보 이외에 재료의 미시적 변화에 따른 효과를 나타내는 정보가 포함되어 있다. 초음파가 고체 내부를 진행하면서 재료 내부에 존재하는 다양한 불균일성 (grain boundary, defect, dislocation, precipitation 등) 에 의한 산란으로 에너지의 손실이 발생하는데 이러한 mechanical damping 또는 internal friction 현상을 측정함으로써 재료 내부의 미시적인 변화를 연관지을 수 있다. 특히 공명 주파수의 온도에 따른

변화나 공명 peak의 반가폭 (FWHM, Full Width Half Maximum) 은 재료의 고차 상변태 (higher order phase transformation) 이나 점 결함, 전위 등의 원자 레벨에서의 변화를 측정할 수 있는 수단이 된다.

원래 재료의 internal friction을 측정하기 위한 수단은 전통적으로 pulse echo 방식에 의한 초음파 감쇠 측정법과 공명 측정에 의한 방법이 있다. 종래의 초음파 감쇠법은 주어진 주파수에 대해서 음파가 고체 내부를 진행하면서 발생하는 에너지의 손실을 스칼라적으로 측정하여 이를 재료의 미시적인 현상과 연관짓는 방식으로써 정의에 입각한 mechanical damping과는 약간 다르다. 또한 공명 측정에 의한 방식은 일반적으로 판 또는 리본 형태의 시편에 대해서 저주파 진동을 가해서 얻어지는 공진 신호의 반가폭으로 특성을 규명하는 방법이 있다.

반면에 초음파공명분광법에서는 공명주파수의 반가폭 (FWHM, Full Width Half Maximum)을 측정하는 방식은 종래의 공명법과 동일하게 반가폭으로 측정하여 이를 Q-factor로 표현하는 방식이나 사용 주파수가 수십 kHz ~ 수 MHz 로 전통적인 공명법에 비해서 상대적으로 높은 주파수를 사용한다. 다만 초음파공명분광법으로 측정되는 Q-factor에는 장방향 시편과 주변 분위기, 즉 공기와 접촉하는 초음파 센서에 의한 damping 효과가 포함되고 있으므로 이러한 점을 고려해야 한다. 이와 같이 초음파공명분광법을 적용하여 정밀 탄성계수는 물론 Q-factor를 측정함으로써 미세 조직의 차이는 물론 중성자 조사취화 현상과 같이 극미세한 재료 내부의 변화를 감지하기 위한 수단으로 사용될 수도 있다.

본 과제 목적은 이와 같이 종래에 전통적인 초음파 기술과는 전혀 다른 원리에 근거를 둔 초음파공명분광기술을 재료 특성 평가에 적용하기 위한 것이다.

본 과제의 일차년도에는 원자력 재료의 동적 탄성계수를 측정하기 위하여 열처리 등에 의해 다양한 미세 구조를 가진 원자로 용접부 재료들의 탄성계수를 측정하여 탄성계수가 미세 조직에 대해서 민감함을 확인하였으며 원자로 운전 환경에 대해서 고온 탄성계수 측정 장치를 개발하여 동적 탄성계수의 온도 의존성을 측정하였다.

이차년도에는 고온 탄성계수 측정 시에 문제가 되는 시편의 산화를 방지하고, 재료의 미세 구조에 보다 민감하다고 판단되는 Q-factor를 정밀 측정하기 위하여, 초음파 에너지가 시편 표면을 통하여 대기로 방출되는 현상을 최소화하기 위한 진공 및 불활성 가스 시스템을 부착하고 초음파 센서와 시편과의 접촉 압력에 의한 영향을 정량화하기 위해서 접촉 압력 감지 장치를 부착하여 고온/진공/정밀 하중제어 초음파공명분광시스템을 완성하였다.

이렇게 구성된 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광시스템을 사용하여 1) 가압 경수형 원자로 재료인 SA 508 C1.3 강의 온도에 따른 동적 탄성계수의 변화 및 음속의 온도 의존성을 측정하였으며, 2) 중수로 압력관 재료인 Zr-2.5Nb 합금에 대해서 온도에 따른 동적 탄성계수를 측정하고 수소 농도 변수에 따른 Q-factor의 변화 및 공진주파수의 온도에 대한 미분값을 측정하여 수소 농도와 의 관계를 조사하였으며 3) 중수로 피더관의 온도에 따른 음속을 정밀 측정하여 중수로에서 현재 구축 중인 실시간 초음파 두께 감시를 위한 기초 자료로 제공하였다. 이러한 적용 사례를 통하여 본 과제에서 개발된 고온/진공/정밀 하중제어 초음파공명분광시스템은 향후 재료 가공, 피로, 중성자 조사 취화 등의 재료의 미세 변화 특성을 비파괴적으로 평가하는 데 유용하게 쓰일 것이다.

제 2 장 국내·외 기술개발 현황

제 1 절 유사 연구사례에 대한 조사 현황

1. 외국의 경우

초음파 공명분광법은 공명 산란 현상 이론과 더불어 1970년대 말부터 미국, 프랑스, 러시아 등에서 활발히 연구되고 있으며 1990년대에 미국 Los Alamos 국립연구소, 해군 무기연구소, 국립 표준연구소 등에서 다양한 형태의 공명 분광 스펙트럼을 해석, 유용한 정보 추출 연구가 수행되었다.

1991년 음향공명분광법을 적용하여 미국 Los Alamos 국립연구소에서 개발한 포탄 내용물 식별 시스템을 미군이 걸프전에서 성공적으로 사용하였으며 이후 1994년까지 장비 개선연구가 수행되었다. 이후 다양한 응용 연구가 행해지고 있으며 특히 미국 국립 표준연구소 (NIST)에서는 초음파공명분광법을 적용하여 복합재료와 같은 다양한 재료의 특성 평가 연구가 수행되고 있으며 특히 1998 - 1999년도에는 원자로 조사취화 현상에 이 방법을 적용하기 위한 타당성 연구가 수행된 바 있다.

2. 국내의 경우

국내에서는 1994-1996년에 한국원자력연구소에서 누설 핵연료봉의 비파괴검사를 위해 공명 산란을 적용하는 연구가 수행된 바 있다. 초음파 공명 산란 이론을 개발하고 해체된 단일 핵연료봉에 대한 누설 현상을 초음파 공명 산란 법으로 구분할 수 있었다. 이후 1998년에는 원전 연료봉 집합체에 대해 적용하기 위해서 박판형 초음파 공명 센서를 개발하여 연료봉 집합체에 대한 누설 연료봉 검출 기술을 개발하였고 아울러 연료봉 산화피막 두께 측정법도 개발하여 2편의 특허를 보유하고 있다.

1999년 한국원자력연구소에서 초음파공명분광법을 적용하여 방향 이방성이 심한 Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 동적 탄성계수를 정밀하게 측정하였다. 이와 같이 한국원자력연구소에서 초음파 공명이론, 누설 연료봉 검출 기술, 탄성계수 측정 기술 등 제반 초음파공명분광 기술을 확보하고 있다.

제 2 절 세부 기술사항의 검토 분석결과

	국내 기술 현황	국외 기술 현황
초음파공명분광 해석 기술	한원(연) 기술 보유	미국 Los Alamos 국립연구소, 해군연구소, Penn. State Univ. 등에서 개발됨.
초음파공명신호 수집 기술	외국 장비 도입하여 사용하나 필요시 국내기술로도 제작 가능함.	몇몇 업체서 상용제품 제작 판매중
초음파공명신호 처리/해석 기술	다양한 범용 신호 처리/해석 기술을 적용하여 개발 가능함.	다양한 범용 신호 처리/해석 기술이 응용되고 있음.
초음파공명법의 비파괴 검사에의 응용	현재로써는 제품 검사에 응용된 사례는 없으나 특정소재에 대한 품질 검사 요구사항이 주어지면 개발 가능함.	특정 소재 별로 적용하여 일부 산업 생산에서 활용 중임(자동차, 우주항공, 정밀기계 등).
초음파공명분광법의 재료 특성 평가에 응용	한원(연)에서 추진중.	미국, 일본, 프랑스 등에서 적용 시도 중임.

제 3 절 본 과제에의 기술적 위치

초음파공명분광법은 다양한 응용 분야가 가능하며 특히 비파괴 재료 물성 평가는 물론 정밀 부품의 비파괴검사, 용기 내용물의 비파괴적 식별 등에 적용되고 있다. 특히 최근 수십 년간 원자력 재료의 비파괴적인 특성 평가, 특히 중성자 조사 취화에 의한 경년 열화 현상을 감시하기 위하여 모든 가능한 비파괴적인 기술이 시도된 바 있으나 어떤 방법도 만족할 만한 해답을 제시하지 못하고 있다. 따라서 종래의 전통적인 비파괴검사 기술을 적용하는 것은 이미 한계에 부딪혔다고 판단할 수 있으며 보다 민감한 비파괴 특성 평가기술을 개발할 필요성이 있다. 미국을 비롯한 선진국에서도 가능성이 있는 특수 비파괴 특성 평가 기술을 적용하여 원자로 재료의 미시적인 변화를 감시하고자 시도하고 있으며 그 중에 최근 미국 국립 표준연구소 (NIST)에서도 초음파공명분광법을 선택하여 중성자 조사 취화 특성 평가에 적용하는 타당성 연구

가 진행된 바 있다. 이러한 상황에 비추어 보아 본 연구 결과가 성공적이라면 선진국에서도 해결하지 못하고 있는 중성자 조사 취화 현상을 준비파괴적으로 감시하는 기술을 개발하여 기술적 우위를 차지할 수 있을 것이다.

아울러 본 연구의 결과는 각종 정밀 부품의 품질 검사를 위한 초음파 공명 기술, 신형 핵연료의 물성 평가, 파손 핵연료 검사, 용기 내용물의 비파괴적 식별, 포탄 내용물 인식 등에도 활용될 수 있다.

제 3 장 연구개발수행 내용 및 결과

제 1 절 초음파공명분광법을 적용한 재료의 탄성 특성 평가

전년도 연구 최종보고서에서 초음파공명분광법을 이용하여 탄성계수를 측정하는 이론적 배경에 대해서 상세히 밝힌 바 있다 [1]. 본 절에서는 이를 바탕으로 이렇게 구할 수 있는 탄성계수를 재료 특성 연구에 이용하는 방안에 대해서 살펴보고자 한다.

현재까지 재료의 탄성을 비파괴적으로 측정하기 위한 방법으로는 음향적 방법, Brillouine 산란, 비탄성 중성자 산란, X-선 방법 등과 같은 방법이 가능하다. 그 중 초음파 방법은 열역학 및 미세 조직 효과 등과 관련하여 재료 물성을 평가하는 데 있어서 중요한 방법인 데 소형 시편에 대해서 초음파 pulse-echo 방법을 적용할 경우 일반적인 방법을 적용하는 것은 곤란하고 초고주파 대역인 GHz 수준의 주파수에서 측정하거나 진동 리드 같은 것을 부착하여 측정하여야 한다. 그러나 이 경우에도 측정 장치가 복잡해지거나 신호 정보의 일부가 손실되는 등의 단점이 있다. 또한 Brillouine 산란, 비탄성 중성자 산란, x-선 회절 방법 등과 같이 음향을 사용하지 않는 방법도 가능하나 이 방법들 모두 장점과 단점이 존재하고 특히 정밀도 측면에서 불리하다 [2].

재료의 상변태 시에 음속은 보통 1 % 이내에서 변화하며 [3] 300K - 4K 구간에 서도 수 % 정도만 변화하기 때문에 고정밀도 측정이 필수적이며 오직 초음파 방법만이 10^{-6} 이상의 정밀도로 재현성있는 측정이 가능하다. 중성자 산란과 같은 다른 방법을 적용할 경우 Brillouine zone 중심에서 끝까지 전체적인 분산 곡선을 구할 수는 있으나 그 정밀도는 수 % 이상으로 정밀도가 상당히 낮으며 Brillouine 산란 방법도 수 십 GHz에서 1% 정밀도를 구할 수 있으나 저온 문제나 시편이 투명해야 하는 등 곤란한 문제가 있다. X-선 방법은 초음파 방법과 중성자 산란 방법의 중간 정도의 정밀도로 측정할 수는 있다. 또한 음향적 방법으로 vibration reed 나 torsion pendulum 방법으로 탄성계수를 구할 수도 있다. 펄스 에코법은 대부분의 등방성 물질 즉 유리, 다결정 금속, 세라믹 등 등방성 물질에 대해 측정이 가능하나 단결정, texture 와 같이 이방성 물질에 대해서 측정할 경우 탄성계수의 정밀도, 정확성에 문제가 있다. 이와 같이 탄성

측정을 위한 각각의 방법들은 장. 단점을 가지고 있으므로 목적에 따라 측정 방법을 선택할 수 있다.

특히 2차 상변태 또는 고차 상변태 (higher order phase transformation) 과 같은 상태를 측정하기 위해서는 보다 높은 정밀도가 요구된다. 이러한 고차 상변태 현상은 물질 내에서 미시적인 불연속성이 존재하지 않기 때문에 자성이나 유전성, 초전도 특성과 같이 원자의 급작스런 변위를 수반하지 않는 변태이며 단지 열역학적인 몇몇 변수의 2차 미분에서 불연속이 나타나는 경우이다. 가장 간단한 액체의 경우를 살펴보면 탄성계수가 하나이므로 σ_{ij} , ϵ_{ij} , T 대신에 압력 (P), 부피 (V), 온도 (T) 와 같은 변수로 다음과 같이 표현된다.

$$\frac{\partial^2 \Delta G}{\partial P^2} = \frac{\partial \Delta V}{\partial P} = -\frac{1}{B} \quad (1-1)$$

$$\frac{\partial^2 \Delta G}{\partial T^2} = \frac{\partial \Delta S}{\partial T} = -\frac{C_p}{T} \quad (1-2)$$

$$\frac{\partial^2 \Delta G}{\partial P \partial T} = \frac{\partial \Delta V}{\partial T} = \alpha \quad (1-3)$$

여기서 ΔG 는 연속적이며 상의 경계면에 걸쳐서 단위 부피당 Gibb's 자유에너지의 차이이며, ΔV 는 상의 경계면에 걸친 불연속적인 체적의 비율로서 0 이며, ΔS 는 엔트로피의 불연속성이며 역시 0 이다. C_p 는 비열, α 는 체적 열팽창 계수, B 는 bulk modulus이다. 각각의 변수 C_p , α , B 는 2차 상변태 온도인 T_s 에서 불연속이며 고온에서는 대칭적, 저온에서는 비대칭적인 상을 갖는다.

물리적 변수의 불연속성은 실험적으로 측정할 수 있는 가장 명백한 현상이기 때문에 대단히 중요 인자이다. 특히 C_p 는 스칼라 양이고 α 는 벡터양이므로 식 (1-1)에서 압력과 체적의 함수를 응력과 변위의 함수로 다시 쓰면 식(1-1)의 우항이 텐서가 된다. 여기서 탄성계수는 텐서이므로 2차 상변태 시에 불연속 현상을 초음파 공명분광법으로 측정할 수 있다. 예를 들어 pervoskite 구조의 초전도 물질인 La_2CuO_4 의 경우 soft-mode 상변태를 고려해 보면 이러한 zone-edge 이중 우물 준위 V 가 단일 phonon branch에서 일어나는 데 냉각 시

에 열적 여기 준위가 급락하면서 이중 우물 준위가 나타나는 것이다 [2]. 이 경우 자유에너지 G 는 고온에서는 단일 우물 준위 특성을 나타내고 저온에서는 이중 우물 준위 특성을 나타내므로 이 사이에 존재하는 천이 온도 T_s 에서 phonon 주파수가 0 으로 감소하면서 정적인 변위가 시작되며 온도가 낮아짐에 따라 이러한 정적인 변위량이 증가하기 시작하여 단위 격자는 orthorhombic 구조로 변화하면서 이중 준위가 된다. 이런 현상은 Ginsburg-Landau 이론 및 fluctuation 이론과 연관지어 보면 천이 온도 T_s 로 접근할 때 modulus가 불연속으로 변화하며 그 크기는 온도 의존적임을 예측할 수 있는 데 이들 모두 2차 상변태와 관련된다. 초음파공명분광법으로 관련된 탄성계수 텐서가 모두 밝혀질 경우 이러한 2차 상변태 천이 온도를 정확히 측정할 수 있으며 이에 따라 초전도 상변태와 관련된 여러 가지 현상을 규명할 수 있다.

초음파 공명분광법을 사용하면 초저온에서 고온까지 상당한 정밀도를 가지고 간단하게 한 번 측정으로 모든 탄성계수 텐서 양을 측정할 수 있다. 초음파 공명분광법과 관련하여 공진 주파수를 탄성계수와 연관짓는 이론은 상당히 복잡하지만 실험 장치는 비교적 간단하고 저렴하다. 측정과 관련된 기본 이론 및 측정은 앞서 언급한 바와 같이 전년도 연구보고서에 [1] 상세히 기술하였으므로 여기서는 생략한다. 한 예로 Si_3N_4 볼베어링의 탄성계수를 측정한 경우 [4]를 보면 우선 직경 5/16 인치인 구형이며 등방성인 시편에 대해 정밀한 측정을 수행하였는데 공진 모드 및 공진 주파수를 완벽하게 규명하기 위해서 단지 밀도와 직경 값만이 필요하며 실험에 의한 공진 주파수 f_m 과 계산에 의한 공진 주파수 f_r 간에 오차가 0.01% 이내의 정밀도로 정확히 들어맞음을 알 수 있었다. 여기서 shear modulus μ 와 Poisson's ratio σ 는 독립변수로 보았으며 밀도와 직경은 별도 측정하였다. 보다 큰 직경이 0.5 인치인 볼베어링에 대한 측정 결과 평균 오차는 0.004% 의 정밀도를 보였는데 이는 시편이 클수록 온도 변화가 급격하지 않고 공기-탐촉자 경계면에서 덜 pertubated 되기 때문이라고 판단된다.

제 2 절 재료 내에서 초음파 손실 및 음속 변화

이상적인 선형 탄성 고체에서는 damping 이나 음파의 손실이 없다. 즉 그러한 고체는 완벽한 진동 사이클 동안에 간단한 선형적인 응력-변위 관계식으로 정의할 수 있으며 응력과 변위는 항상 in-phase 상태에 있다. 그러나 응력-변위 관계가 단순한 1차 함수 관계가 아니라면 응력과 에너지의 소실이 발생한다. 이러한 응력 또는 변위의 시간에 대한 미분 관계가 단순한 1차 함수가 아닌 경우 또는 응력-변위 관계식이 선형적이라 할지라도 시간 미분항이 존재하기 때문에 손실이 발생하며 따라서 진동하는 응력 상태 하에서 hysteresis 현상이 발생한다. 즉 응력에 대해서 변위가 즉각 반응하지 못하기 때문에 damping이 발생하는 것이다. 특히 비선형 응력-변위 관계에서는 시간에 따라 변화하지 않더라도 다음의 두 가지 효과가 발생한다. 1) 파동 간에 간섭(예: 격자 진동파)의 에너지 변환으로 나타나거나 2) 기본파가 고조파를 생성하여 에너지의 변환이 발생하며 이러한 두 경우 모두 변위 및 진폭에 관련된다.

고체 내에서 고주파 응력파가 진행할 때 응력파의 감쇠와 속도는 일정하지 않으며 이러한 응력파 진행 특성이 변화하는 것을 음파 에너지 감쇠와 속도의 변화로 측정할 수 있다. 특히 재료 격자 내에는 다양한 결함이 존재하기 때문에 이들이 인하여 진행 특성이 변화하는 데 이러한 고체 내에 격자 결함과 응력파 간에 반응 메커니즘은 크게 나누어 다음과 같이 분류할 수 있다. 예컨대 전위(dislocation)에 의한 응력파의 damping 현상은 저주파수 특성에서 중요한 인자가 되는 반면 금속 내에 전자에 의한 전도도 같은 것은 고주파수 특성에 영향을 준다. [5]

- (1) 결함에 의한 직접 산란
- (2) 열탄성 또는 가열 효과
- (3) 전위에 의한 damping
- (4) 금속 내에서 전도 전자와 응력파의 반응
- (5) 강자성체에서 자기탄성적 손실 효과
 - a. 자구벽 (magnetic domain wall)의 이동
 - b. phonon의 spin 효과
- (6) 격자 진동과 응력파의 반응 (phonon-phonon 반응)
- (7) 핵 spin 시스템과 응력파 간의 반응

- (8) 상자성체에서 전자 spin 과 응력파 간의 반응
- (9) 압전 재료에서의 전하 이동과 응력파 간의 반응
- (10)반도체에서의 음향탄성 효과

1. 초음파 산란

고체 내에서 응력파의 산란은 경우마다 탄성 특성의 변화를 가져오는 데 특히 산란 진폭은 탄성 계수의 공간에 대한 미분과 고체의 밀도에 관련된다. 물론 이러한 미분은 반사나 굴절이 일어나는 뚜렷한 경계면에서는 대단히 크거나 무한대가 될 수도 있으며 정규적 또는 비정규적인 상태로 간섭 산란 (coherent scattering) 또는 비간섭 산란 (incoherent scattering)으로 나타나기도 한다. 대부분의 경우 탄성 특성의 변화나 밀도의 변화를 측정함으로써 고체의 특성 변화를 알아낼 수 있다. 특별히 초음파를 이용하여 결함을 해석할 경우, 결함이 격자보다 큰 경우에는 입계, 석출, 조성상의 비균질성, 자구 벽 등이 있으며 격자보다 작은 경우에는 격자 상수와 관련된 특성 등을 해석할 수 있다. 이론적으로 말해서 어떠한 비균질성도 산란체로 간주될 수 있으므로 해석 가능하며 주파수가 높아질수록 해석할 수 있는 결함의 크기는 작아진다.

초음파 산란에 의한 음향 에너지의 감쇠를 다루는 데 있어서 고려해야 할 인자로는 산란체의 크기, 형태, 분포, 밀도, 파장에 대한 산란체의 크기 비율 등 상당히 복잡하다. 고체 내에서 고주파 응력파의 산란에 대한 해석은 이미 100년 전 Rayleigh 시대 이후 탄성 매질 내에서 탄성 산란체에 의한 산란, 원통형 산란체에 의한 산란, 압축파, 횡파에 대한 경우에 대한 해석도 수행되었다 [5]. 또한 단일 탄성 산란체의 산란 단면적을 계산하였으며 이러한 계산을 통하여 구형 cavity, 강성 구체, 액체가 채워진 cavity 등의 산란 단면적이 계산된 바 있다.

2. 초음파 감쇠계수의 정의 [5]

평면 응력파를 수식으로 표현하면,

$$\sigma(x, t) = \sigma_0 e^{i(\omega t - kx)}, \quad (2-1)$$

여기서 $\omega^2 = k^2 v^2$ 으로 나타낼 수 있다. (2-2)

초음파 진행 벡터 및 속도가 복소수이거나 주파수가 복소수이라고 가정하여 파동의 감쇠를 나타내면,

$$v = v_1 + i v_2 \quad (2-3)$$

$$k = k_1 + i k_2 \quad (2-4)$$

한편 감쇠를 고려한 평면 응력파는,

$$\sigma(x, t) = \sigma_0 e^{-ax} e^{i(\omega t - k_1 x)} \quad (2-5)$$

여기서 감쇠 계수 a 는 복소수 진행 벡터로 실수 부분과 허수 부분으로 정의된다. 한편 위상 속도는,

$$v_p = \omega / k_1 \quad (2-6)$$

식 (2-2), (2,3), (2-4)에서 k_1 의 실수부와 허수부를 같게 놓아서 제거하면,

$$a = \frac{\omega v_2}{v_1^2 + v_2^2} = \frac{\omega v_2}{|v|^2} \quad (2-7)$$

a 를 제거하면

$$k_1 = \frac{\omega v_1}{v_1^2 + v_2^2} = \frac{\omega v_1}{|v|^2} \quad (2-8)$$

어떤 경우에는 감쇠 계수보다는 복소수 탄성계수를 다루는 것이 유리할 경우도

있다.

$$c = c_1 + ic_2 \quad (2-9)$$

식 (2-6) - (2-8)에서 $v = (c/\rho)^{1/2}$ 를 적용하면,

$$a = \frac{\omega v_2}{v_p v_1} = \frac{\omega (c_2)^{1/2}}{v_p (c_1)^{1/2}} \quad (2.10)$$

여기서 감쇠계수를 거리의 항으로 표현하였으며 단위는 거리의 역수이다.

시간에 대한 감쇠 계수를 표현하기 위해서는 k 를 실수로 놓고 v, w 를 복소수로 보면

$$\omega = \omega_1 + ia_1 \quad (2-11)$$

$$\sigma(x, t) = \sigma_0 e^{-a_1 t} e^{i(\omega t - kx)} \quad (2-12)$$

여기서 a_1 의 단위는 시간의 역수이다.

식 (2-3)과 (2-11)을 식 (2-2)에 대입하면

$$a_1 = kv_2 \quad (2-13)$$

감쇠는 고주파 파동의 envelope에 의해서 정해지므로

$$\sigma(x) = \sigma_0 e^{ax} \quad (2-14)$$

a 가 거리 x 에 대해서 좌우되지 않는다면 식 (2-14)에 의해서

$$a = -\frac{1}{\sigma(x)} \frac{d\sigma(x)}{dx} = -\frac{d}{dx} [\ln \sigma(x)] \quad (2-15)$$

이것을 다른 표현으로 쓰면 식 (2-14)에서

$$\ln \sigma(x) = \ln \sigma_0 - \alpha x$$

두 점 x_1 과 x_2 ($x_1 < x_2$) 간에

$$\alpha = \frac{1}{x_2 - x_1} \ln \frac{\sigma(x_1)}{\sigma(x_2)} \quad (2-16)$$

Damping 이 작을 경우 logarithmic δ 의 정의는,

$$\delta = \frac{W}{2E}$$

, 여기서 W = cycle 당 에너지 손실,

E = cycle 당 축적된 전체 진동에너지이다.

$$\delta = \ln \frac{\sigma_n}{\sigma_{n+1}} \quad (2-20)$$

$$\delta(\text{nepers}) = \frac{\alpha(\text{nepers/cm})}{\nu(1/\text{sec})} \nu(\text{cm/sec}) \quad (2-21)$$

$$\alpha(\text{db}/\mu\text{sec}) = 8.68 \times 10^{-6} \nu(\text{cm/sec}) \alpha(\text{nepers/cm}) \quad (2-22)$$

Dissipation factor Q 는 강제 진동 시 시스템의 공진 흡수 항으로 표현할 수 있는 데 진동계에서 Q 는 저장된 에너지에 대한 단위 시간당 손실을 의미하는 데 다음의 두 가지로 정의할 수 있다.

$$Q = \frac{\nu_r}{\Delta\nu}, \quad \text{즉 공진주파수/반가폭} \quad (2-25)$$

기계적 damping의 정의를 생각해 보면,

$Q = \omega_r$ (instantaneous energy loss/energy dissipated per second).

자유 진동계에서 damped 시 시간 t 에서 저장된 에너지를 $W(t)$ 라 하고 dissipated energy/sec를 dW/dt 라고 하면,

$$Q = W_1 \frac{W}{-(dW/dt)}$$
$$W = W_0 e^{-(\omega_1/Q)t} \quad (2-27)$$

3. 전위 damping

3.1 전위 damping 모델

전위와 고주파수 응력파간에 반응에 대해서는 실험 결과와 더불어 이를 설명하기 위한 모델, 즉 전위가 존재하는 고체 내에서 초음파의 진행에 대한 모델에 대해 많은 연구가 수행되었으며 수 많은 실험 결과를 보면 초음파 진행과 전위간에 연관성이 정성적으로는 증명되었음에도 불구하고 정량적으로는 아직도 상당 부분이 실험 결과를 설명하지 못하는 등 문제가 많으며 향후 연구 과제로 남아있다.

금속에서 damping 손실과 탄성 계수의 차이가 발생하는 것이 전위에 의한다는 이론은 이미 1940년대에 Read가 제안한 바 있으며, 여기서 진동하는 응력장 하에서 전위 line이 진동하면서 강제로 damping이 가해지면서 진동하는 끈과 같이 될 것이라고 가정하여 Grant와 Lucke[6]가 금속 내에 결함과 초음파 특성간의 관계를 모델링하여 물리적으로는 물론 해석적으로 상당한 진전을 이룩하였다. 여러 가지 damping 모델이 Nowick[7], Weertman[8] 등에 의해서 제안되었으며 De Witt and Kohler[9]는 응력파가 가해질 때 전위의 반응을 결정 이방성이 존재하는 경우 탄성 계수의 효과를 논의한 바 있다. 그러나 현재까지도 Grant와 Lucke 모델 [6]이 가장 유효한 것으로 보이며 앞으로 이를 개선한 모델이 가능할 것이나 그 기본적인 원리는 크게 변하지 않을 것이다.

Edge-type 및 screw-type 전위를 포함한 전위 network를 가진 고순도 단결정 재료를 가정하자. 이 결정은 불순물 원자를 가지거나 안 가질 수 있으나 이들은 모두 점 결함, 즉 vacancy나 interstitial로 간주한다. 전위 loop 길이는 전위 특성에 따라 결정되는 데 전위 교차 거리는 loop 길이 L_N 으로 한다. 전위의 pinning을 결정하는 전위 교차 거리는 점 결함에 의한 pinning보다 강력하며 점 결함에 의한 pinning은 loop 길이 L_C 로 한다.

전위가 존재하는 고체에 외부 응력이 가해지면 탄성 변위 ϵ_{el} 과 전위 변위 ϵ_{disl} 가 나타나며 여기서 전위 변위는 전위에 의한 변형으로 나타나는 추가적인 변위이다. 전위의 응력-변위 관계는 일반적으로 주파수의 함수이며 비선형적이다.

응력이 증가하는 상황에서 전위는 길이 L_C 의 loop가 활처럼 휘면서 loop를 형성하며 그 길이는 L_C 가 L_N 으로 갈 때까지 증가하여 최종적으로 network loop를 형성한다. Network pinning은 상당히 강하기 때문에 network loop 길이가 깨지지 않는다고 가정하고 L_C 의 파괴는 상당히 큰 교류 응력장에 의하거나 재료가 가공될 만큼 큰 정적인 응력 하에서 발생한다고 본다.

전위 damping은 다음의 두 종류가 있다. 첫 번째는 L_C 가 작은 데 낮은 응력이 가해질 경우로써 이 경우에 손실은 공진형으로 주파수에 의존적으로 damping mechanism은 응력과 변위 간에 위상차로 나타난다. 두 번째 형식의 손실은 응력이 큰 경우로써 길이가 L_C 인 loop가 약한 점결함 pinning에 의해서 깨어져서 길이 L_N 인 loop로 커지는 형식이다. 이 경우 응력이 제거되면 길이 L_N 인 loop가 unpinning되면서 길이 L_C 인 loop로 다시 pinning된다. 충분히 응력이 작을 경우에는 unpinning은 발생하지 않는 데 이는 상당히 고주파에서 나타난다.

여기서 다루고 있는 모델들은 모두 zero temperature model이며 0°K에서 전위 loop를 깨어 버리는 데 상당히 큰 응력이 필요하기 때문에 이를 energy barrier로 간주한다. 다시 말해서 기계적인 breakaway에 대한 한계 응력이 존재한다는 의미이다. 전위 Loop를 깨는 데 온도 항을 고려하면 상당히 낮은 응력 하에서도 thermal activation에 의해서 전위가 energy barrier를 넘어서 두 번째 potential이 최소인 거리까지 전위가 jump한다. 그러나 이런 낮은 응력 하에서

두 번째 potential이 최소인 점이 나타나지 않으므로 thermal breakaway를 위한 임계 값이 존재한다. 다음은 Granato and Lucke[6]의 zero temperature 모델을 소개한다.

3.2. Granato-Kuccke 모델

전위에 의한 감쇠와 탄성 계수의 변화는 응력이 고체 내부를 진행하는 상태를 기술하는 운동 방정식은 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\frac{\partial^2 \sigma_{ij}}{\partial x_j^2} = \rho \frac{\partial^2}{\partial t^2} \epsilon_{ij} \quad (3-1)$$

교류 응력장 하에서 변위 ϵ 는 탄성 변위 ϵ_{el} 과 전위 변위 ϵ_{dis} 성분으로 구성되므로,

$$\epsilon = \epsilon_{el} + \epsilon_{dis} \quad (3-2)$$

탄성 응력은,

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} \quad (3-3)$$

또는 간략히 쓰면,

$$\sigma = G \epsilon_{el}$$

단위 길이의 입방체에서 길이 l 인 전위 loop에 의한 변위는 ξlb 로 표현할 수 있다. 여기서 ξ 은 길이 l 인 전위 의 평균 변형량, b 는 Burgers vector 길이로 다음과 같이 주어진다.

$$\xi = l^{-1} \int_0^l \xi(y) dy \quad (3-4)$$

여기서 y 는 전위 line을 따른 좌표이다. 따라서 l 가 단위 입방체에서 이동 가능한 전위의 총 길이라면 전위에 의한 변위는

$$\varepsilon_{dis} = (\Lambda b/l) \int_0^l \xi(y) dy \quad (3-5)$$

진동하는 전위 line에 대한 모델은 Koehler[75]에 의해서 vibrating string의 미분방정식 표현을 적용하면

$$A \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} + B \frac{\partial \xi}{\partial t} - C \frac{\partial^2 \xi}{\partial y^2} = b\sigma \quad (3-6)$$

여기서 $\xi = \xi(x, y, t)$ 로써 전위 요소들이 평형 위치에서의 변형이며 경계 조건은,

$$\xi(x, 0, t) = \xi(x, l, t) = 0 \quad (3-7)$$

변형 ξ 는 slip plane에 있다고 가정하고 A 는 단위 길이당 유효 질량, B 는 단위 속도당 단위 전위 길이당 damping force, C 는 휘어진 전위에 유효 tension, $b\sigma$ 는 외부 전단 응력에 의해서 단위 전위 길이당 driving force라 면

$$A = \pi \rho b^2 \quad (3-8)$$

$$C = \frac{2Gb^2}{\pi(1-\nu)} \quad (3-9)$$

Damping 상수인 B 는 두 가지 방법으로 구할 수 있는 데 진동하는 전위의 이웃에 발생하는 열을 계산하는 법과 전위에 의해서 발생하는 thermal phonon의 산

란에 의한 방법이 있다. 위의 식들을 조합하여 두 종류의 방정식, 하나는 편미분식 형태, 다른 하나는 편적분식 형태로 표현할 수 있다.

$$\frac{\partial^2 \sigma_{xx}}{\partial x^2} - \frac{\rho}{G} \frac{\partial^2 \sigma_{xx}}{\partial t^2} = \frac{\Delta \rho b}{l} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \int_0^l \xi(y) dy \quad (3-10)$$

$$A \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} + B \frac{\partial \xi}{\partial t} - C \frac{\partial^2 \xi}{\partial y^2} = b \sigma(x, y, t) \quad (3-11)$$

경계 조건은 $\xi(x, 0, t) = \xi(x, l, t) = 0$ 이다. σ 가 시간에 대해서 주기적이며 y 는 독립적이고 전위는 진행 방향에 수직인 가정 하에서 위 식의 해가 가능하다.

Trial solution의 형태는

$$\sigma = \sigma_0 e^{-\alpha x} e^{i[\omega(t-x/ny)]} \text{에서} \quad (3-12)$$

$$\xi = \frac{4b\sigma_0}{A} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2n+1} \sin\left(\frac{(2n+1)\pi y}{l}\right) \frac{e^{i(\omega t - \delta_n)}}{[(\omega_n^2 - \omega^2)^2 + (\omega d)^2]^{1/2}} \quad (3-13)$$

여기서 $d = \frac{B}{A}$, $\omega_n = (2n+1) \frac{\pi}{l} \left(\frac{C}{A}\right)^{1/2}$, $\delta_n = \arctan \frac{\omega d}{(\omega_n^2 - \omega^2)}$ 이다.

제 3 절 재료 내에서의 Internal Friction 측정 [10]

진동계에서 에너지의 소산 문제는 기계 시스템의 진동과 관련된 많은 문제를 다루는 데 중요하며 특히 공명 조건에서는 그러하다. 물체가 어떤 매질에서 진동할 경우, 탄성에너지의 손실은 다음의 3 가지로 나타나는 데 1) 매질의 저항에 의한 공역학 또는 수력학적인 손실, 2) 재료 내부에서 internal friction(내부마찰), 3) 실험 장치 상에 시편의 이동 (베어링, guide 등) 또는 고정 (riveted, slotted, screw-thread 등) 때문에 일어나는 손실 등이다.

이 중 두 번째 손실인 internal friction은 금속 내부에서 일어나는 미시적인 에너지 전달 현상을 탐구할 수 있는 고민감도 방법이기 때문이다. 내부마찰 측정은 다양한 물리적 특성을 연구하는 데 사용되며 특히 다양한 결함, 상변태, 확산, 피로, 열피로 현상 등의 연구에 적용되고 있으나 아직도 상당히 많은 실험 결과를 해석하지 못하고 있다.

1. Internal Friction 측정법

Internal friction 실험으로 측정할 수 정보는 다음과 같다.

- 1) 고체의 온도 변화
- 2) 응력과 변형 간에 위상차 변화
- 3) 자유 진동 또는 강제 진동 진폭
- 4) 탄성파의 damping

금속의 경우 internal friction 신호 크기는 비교적 약하며 (< 0.1) 양의 값으로 표현한다. 특히 측정 가능한 주파수는 10^{-3} 에서 10^{11} Hz 범위이며 10^{-3} Hz 이하나 10^{11} Hz 이상의 주파수는 실험적으로 측정하기 어려울 뿐만 아니라 결정체 내에서 존재하는 고유 열적 극초음파의 주파수도 10^{12} 10^{13} hz 정도이므로 internal friction 측정 용도로의 의미가 없다. 재료 내에서 존재하는 고유 극초음파 속도 및 흡수율 등은 광학 회절법 또는 X-선 회절법을 사용하여 간접적으로 측정하는 방법 밖에 없다.

Internal friction 측정을 위해서 사용되는 주파수 범위는 여기 진동의 형식,

시편 형상 및 크기에 따라 좌우되는 데 방법에 따라 측정되는 internal friction 값이 다르기 때문에 상대적인 비교만이 가능하다.

자유 공진 시스템에서 측정하는 internal friction은 Q^{-1} 을 로그함수적 감소량 (θ) 로 나눈 정도이며 강제 공진을 사용하면 공명 주파수에서 반가폭 (FWHM)을 공진주파수로 나눈 값 ($B=\Delta\nu/\nu_0$)으로 나타낸다.

재료 내부에서 탄성파의 흡수 정도는 보통 흡수 계수 α 로 나타내는 데 이는 파장, λ 와 에너지 소산을, $\delta=\Delta E/E$ 으로 표현하여,

$$\alpha = \frac{\delta}{2\lambda} \quad (4-1)$$

여러 가지 다른 internal friction 실험 결과를 상호 연관짓기 위하여 실제 에너지 손실 기구와 무관하게 internal friction을 표현할 수 있는 관계식은 $\tan\phi \leq 0.1$ 인 범위에서 다음과 같다.

$$\tan\phi = \frac{\theta}{\pi} = \frac{\sigma}{2\pi} = \frac{B}{\sqrt{3}} = \frac{\lambda\alpha}{\pi} \quad (4-2)$$

위와 같은 관계식을 이용하여 다양한 방법으로 측정된 internal friction 값들을 서로 비교할 수는 있으나 이 경우 momentum 손실은 항상 흡수와 비균질성에 의한 산란에 의해서 발생하므로 의미를 부여하기가 어려운 경우가 많다. 한편 응력파의 감쇠는 그 불균일성 정도가 파장과 유사할 때 특별히 커지는 데 이럴 경우에 응력파는 흡수에 의한 손실보다는 확산 산란에 의한 손실이 주된 기구가 된다. 또한 윗식은 $\tan\phi > 0.1$ 인 조건에서는 성립하지 않는다. 따라서 많은 경우 플라스틱이나 합금의 상변태 조건에서와 같이 internal friction이 큰 경우에 logarithmic decrement 방법에 의한 상대값 측정은 그리 좋지 못하며 그 의미도 없다.

주파수 범위 10^{-3} 에서 10^{11} Hz에서 한 가지 실험 방법으로 모두 측정할 수는 없으므로 여러 가지 방법을 사용해야 한다. 가장 널리 사용되는 방법으로 10^{-3} - 10^1 Hz 범위의 주파수에서 사용하는 저주파 방식이며 고주파 방식은 $10^4 \sim 10^8$ Hz 범위이고 중간 범위 $10^1 \sim 10^4$ Hz 나 극초음파 범위인 $10^9 \sim 10^{11}$ Hz 는 잘 사용

되지 않는다. 또한 저온 특히 액체 헬륨 온도는 잘 사용되지 않는다.

2. 진폭 의존성

고주파 방법을 사용할 경우 변형 진폭은 $10^{-9} \sim 10^{-8}$ 정도인 데 이로 인하여 결정 구조의 왜곡 등에는 영향이 없으나 저주파에서 예컨대 torsion pendulum 실험에서의 변형율은 $10^{-6} \sim 10^{-3}$ 정도이다.

진폭 의존성에 대해서 internal friction을 다음 두 종류로 나눌 수 있다.

$$Q^{-1} = Q_I^{-1} + Q_{II}^{-1}, \quad (4-3)$$

여기서 Q_I^{-1} 은 낮은 진폭에서 진폭이 internal friction과 무관한 구간이며, Q_{II}^{-1} 는 가진 진폭이 큰 경우로 internal friction이 진폭에 의존적인 구간을 의미한다. 이런 방식의 구분은 다분히 임의적이며 재료, 주파수, 온도, 과거 이력 등에 따라 달라질 수 있다. 더욱이 진폭 의존적인 Q_{II}^{-1} 은 항상 시간에 좌우되기 때문에 기계적 상태 변화를 수반함에도 불구하고 데이터를 분석하는 데 편리하므로 이러한 구분을 사용한다.

3. 주파수 의존성

다양한 방법으로 측정한 internal friction의 주파수 의존성을 $10^{-4} \sim 10^{-3}$ 에서 $10^{11} \sim 10^{12}$ 까지 살펴 보자. Torsion pendulum 방법을 사용하여 $10^{-2} \sim 10^2$ Hz 범위에서 단결정 Pb 를 가지고 기본 공진 주파수 64 Hz 와 3차 조화공진 주파수 192 Hz 에서 측정한 결과를 보면 Q_I^{-1} 이 140 - 220 °K 구간에서 주파수에 비례한다고 하였으나 다른 연구 결과에서는 같은 주파수 범위에서 반비례한다고 보고하였으며 Al 시편에서 internal friction 이 20 - 200 MHz 구간에서 비례한다고 발표하였으나 다른 결과에서는 반대 결과를 보고하는 등 일관성이 결여되어 있다. Nowick [11] 은 Cu 단결정에서 기본 주파수 (39 kHz) 와 첫번째 조화 주

파수 (78 kHz) 에서 실험한 결과 데이터가 산란되어서 특별한 관련성을 찾을 수 없다고 하였으며 Alers and Thompson [12] 은 MHz 주파수 범위, 195°K 에서 단결정 Cu의 internal friction은 주파수 증가에 따라 감소한다고 하는 등 수 많은 연구에서 서로 상반된 결과를 보고하고 있다.

현재까지 이러한 상반된 연구 결과나 서로 연관성이 적은 측정 결과를 놓고 internal friction Q_T^{-1} 의 주파수 의존성에 대해 이렇다할 결론은 현재까지 내릴 수 없다.

4. 실험 방법의 차이

Internal friction 실험 방법으로는 기본적으로 1) relaxational, 2) resonant, 3) hysteretic 방법이 가능하며 종종 4 번째 방법인 'viscous' 법을 사용하기도 한다.

Relaxation internal friction 방법은 진동 진폭과 무관하게 주파수, 온도 의존성을 연구하는 데 사용되며 resonant internal friction 방법은 변형 진폭이나 온도와 무관하게 주파수 의존성을 연구하는 데 사용된다. Hysteresis internal friction 방법은 주기적인 변형에 대해서 비가역적인 변화를 연구하는 데 주파수와 무관하다고 가정한다.

이러한 세 가지 실험 방법에 이론 자체는 비교적 잘 정립되어 있으나 현재까지도 재료 내부에 미시적 변화를 감지하기 위한 이론과 실제 측정법을 연관지을 경우 결과는 썩 좋지 못하다. 앞서 언급한 바와 같이 최근까지도 대부분의 이론은 Granato and Lucke [6] 의 공명에 의한 internal friction 과 hysteretic internal friction 을 실험 상태에 대한 특정한 가정 하에 놓고 기술한 것에 지나지 않는다. 따라서 이러한 이론의 제한점은: 1) 한 가지 격자 결함만을 (예를 들어 전위 network) 가정하고 있으며 다른 알려진 결함으로 비가역적인 운동으로 손실이 발생하는 것을 무시하고 있다. 2) 수많은 가정을 사용하기 때문에 이론이 실험 결과와 일치하지 않는 경우가 많다. 예컨대 Swartz and Weertman[13] 은 전위에 의한 흡수 이론을 수정하여 제시한 바 있다. 이 이론은 비교적 실험 결과와 들어 맞는 면이 있는 데 낮은 주파수와 높은 주파수의 경우는 일치하지 않는다.

전위에 의한 Relaxation internal friction 이론은 여러 가지 fcc 금속의

relaxation 효과를 설명하고 있으며 일명 “Bordoni peak” 라고도 한다.

5. Bordoni Peaks [5]

금속, 특히 fcc 구조의 금속에서는 Debye 온도의 1/3 근처에서 응력파의 damping 특성이 나타나서 peak로 관찰된다. 이러한 peak는 ‘Borodini’ 에 의해서 Pb, Al, Ag, Cu 등의 금속에서 처음으로 발견되었다. 이후 이러한 현상에 대한 광범위한 연구가 수행된 결과를 요약하면:

- (1) Borodini peak는 약한 소성 가공후 다결정 재료 및 단결정 재료에서 모두 나타난다.
- (2) 소성 가공량이 증가할수록 peak의 높이가 증가하며 peak 최고점의 위치가 고온으로 약간 이동하며 약 2 - 3%에서 포화된다.
- (3) 고온에서 annealing 하면 peak는 사라진다.
- (4) peak의 높이와 최고점의 위치는 파동의 진폭과 무관하다.
- (5) 불순물이 존재하면 peak 높이가 낮아지고 최고점의 위치가 저온으로 이동한다. 이것은 중성자 조사 후에도 유사하다.
- (6) 주 peak 이외에 부 peak가 저온부에서 가끔 나타나기도 한다.
- (7) peak 최고점 온도는 사용 주파수와 관계가 있으며 주파수가 높아질수록 최고점 온도는 낮아진다.
- (8) peak 는 열적인 여기 과정에서 기인하며 Arrhenius 방정식에 따라 온도의 지수는 relaxation time과 관계된다. 그러나 단일 relaxation 과정으로 이 현상을 기술할 수는 없으며 각 경우마다 복합적인 relaxation 이 관련된다.

위와 같은 현상들은 Bordoni peak가 전위와 관련된 relaxation 과정에 기인한다. 여기서 peak의 위치가 가공량과 무관하다는 것은 본질적으로 전위와 관련되지만 전위 길이 인자와는 무관하다는 것을 의미한다. 더욱이 peak 의 높이와 위치가 응력파의 진폭과 기본적으로 무관하다는 것은 relaxation mechanism에 의한다는 것을 보완하며 이것은 전위 damping 기구로 설명할 경우 hysteresis 및 공진 현상이 전위 loop 와 연관된다는 사실과는 상반되는 결과이다.

Bordoni peak의 온도는 가진 주파수 ω 와 관련되며

$$\omega = \omega_0 e^{-E/kT} \quad (4-4)$$

따라서 여기 에너지 E 와 가진 주파수 ω_0 는 기본적으로 peak가 최대가 되는 온도가 이동하는 현상과 연관지을 수 있다. 이러한 현상을 단순한 relaxation 과정으로 가정할 경우 주파수 ω 에서 에너지 손실은,

$$\frac{1}{Q} = 2 \frac{1}{Q_m} \frac{\omega/\omega_m}{1+(\omega/\omega_m)^2} \quad (4-5)$$

가 된다. 여기서 $1/Q_m$ 은 최대 손실이며 $\omega_m = A \exp(-E/kT)$ 이다. 위 식에서 peak 의 반가폭을 측정하면 여기 에너지 E 와 가진 주파수 A 를 알 수 있다. 실제로 측정된 peak 는 대부분 이러한 계산보다 2 배 정도 넓은 반가폭을 나타낸다. 이것은 relaxation 과정에서 단일 여기 에너지나 가진 주파수가 작용한 것이 아니라 복합적인 여기 에너지 및 가진 주파수가 가해졌음을 추정할 수 있다. 위 식에서 실험적으로 추정되는 $E \approx 0.05-0.2$ eV, $\omega_0 \approx 100$ MHz - 1000 GHz 범위이다.

앞서 논의한 internal friction 측정과 관련된 많은 연구 결과를 종합한 결과는 다음과 같이 요약할 수 있다.

- 1) internal friction의 주된 기구가 전위 이동과 연관된다면 항복 강도가 증가함에 따라 Q_{ij}^{-1} 는 감소하여야 하는 데 이는 아마도 전위 de-pinning 및 전위-loop 길이가 길어짐에 따른 것으로 추정된다.
- 2) 일반적으로 internal friction이 크게 변화하기는 하나 그 order는 10^{-4} 정도이므로 internal friction에 의한 초음파 감쇠는 일반적인 초음파에서 감쇠보다는 매우 작다.
- 3) 초음파공명분광법으로 internal friction tensor Q_{ij}^{-1} 을 측정 가능하다 [14].

제 4 절 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광시스템 제작

초음파공명분광 시스템은 Fig. 4-1에 보인 바와 같이 기본적으로 연속적인 주파수를 발생시키는 synthesizer, 발생된 신호를 초음파 에너지로 변환하여 시편에 가해주는 송신용 광대역 초음파 센서와 초음파 신호를 수신하는 수신용 광대역 초음파 센서 및 제어용 PC로 구성된다. 이 장치는 온도 제어 기능이 없으므로 고온 탄성계수를 측정하기 위한 초음파 공명분광 실험 장치를 설계, 제작하기 위하여 기존에 보유하고 있는 초음파공명분광 장치 (미국 Quatrosonic 사 제품 Ruspec 장비)에 소형 가열로 및 온도 제어 장치를 부착하는 방식을 택했다. 초음파 센서로 사용되는 압전 소자는 Curie 온도 이상에서는 압전 성질을 잃어버리므로 알루미늄나 봉을 wave guide로 사용하여 초음파가 furnace 내에 시편에 전달되도록 하였다.

기본적으로 고온 초음파공명실험 장치는 Fig. 4-2에 보인 바와 같이 광대역 초음파 센서를 알루미늄 wave guide에 접합하여 시편 하부에 설치하여 송신용으로 사용하였으며 동일한 센서 및 알루미늄 wave guide를 시편 상부에 설치하여 수신용으로 사용하였다. 시편을 holding 하는 힘은 스프링으로 제어되도록 하였으며 시편의 자유로운 진동을 위하여 가능한 한 작은 힘이 시편에 가해지도록 하였다.

소형 가열로는 1000. C 까지 가열할 수 있도록 설계하였으나 시편의 산화 등을 고려하여 상온 ~ 약 500. C 범위에서 온도에 따른 초음파 물성 측정, 특히 동적 탄성계수 및 음속 측정이 가능하도록 하였다.

고온 실험을 할 경우 시편의 산화를 방지하기 위하여 진공 시스템을 제작하였다. 소형 가열로 및 초음파 센서, wave guide, 및 하중 측정 장치를 모두 대형 bell jar 속에 설치하였으며 mechanical pump 및 diffusion pump를 사용하여 최대 진공도 10^{-4} Torr 까지 얻을 수 있도록 하였다.

초음파공명 실험에서 중요한 사항의 하나는 시편에 가해지는 힘에 따라, 외부 압력에 따라 공명 주파수 및 Q^{-1} 값이 약간 이동한다는 점이다. 일반적인 탄성계수 측정 실험에서는 이러한 공명 주파수의 미세한 이동이 측정치에 큰 영향을 주지는 않으나 재료 물성에 중요한 인자인 Q^{-1} 측정에서는 영향을 끼칠 수 있다. 따라서 시편에 가해지는 힘을 정밀하게 측정하고 제어할 수 있도록 하기 위하여

0.01 g 측정 정밀도를 가진 소형 load cell을 부착하였으며 시편 사이에 거리를 미세하게 변화하도록 하기 위하여 1 회전당 시편 stage 는 0.01 mm 이동하도록 하여 시편에 가해지는 힘을 정밀 제어할 수 있도록 하였으며 실제 실험 시에는 시편에 가해지는 힘을 대략 5 g 이내로 조절하면서 측정하였다.

초음파공명분광 시스템은 외부 충격이나 진동으로 인하여 실험 결과에 영향을 미칠 수 있으므로 전체 시스템을 spring을 사용하여 floating 시키는 방식으로 외부 충격 방지 시스템을 부착하였다.

종합적으로 완성된 초음파공명분광시스템은 각종 외부 변수, 즉 온도, 압력 및 접촉 하중에 따른 초음파공명분광 실험이 가능하도록 하였으며 향후 재료의 미시적 변화, 증성자 조사취화에 따른 재료 변화 등을 연구하는 데 사용될 예정이다.

Photo 4-1 및 4-2 에 제작된 고온 실험용 초음파공명 장치의 사진을 보였으며 Photo 4-3 에는 소형 가열로 내부에 초음파 센서, wave guide 및 시편 장착 상태를 보였다. Photo 4-4 에는 제작된 초음파공명 장치의 하부 진공펌프, Photo 4-5에는 외부 충격 방지 시스템, Photo 4-6 에는 진공 시스템 panel, Photo 4-7 에는 정밀 하중제어 장치 지시판을 보였다.

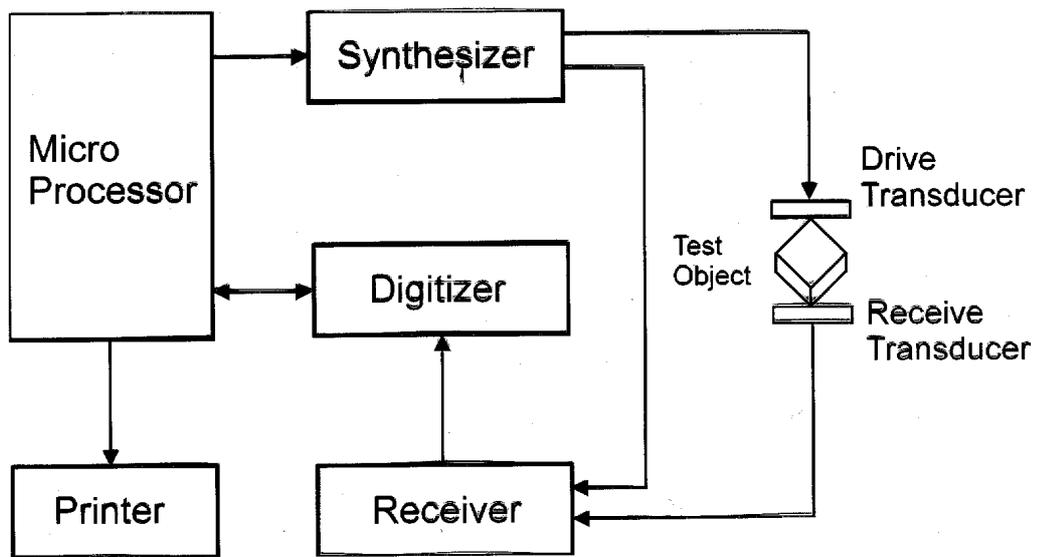


Fig. 4-1. 초음파공명분광 장치 개략도.

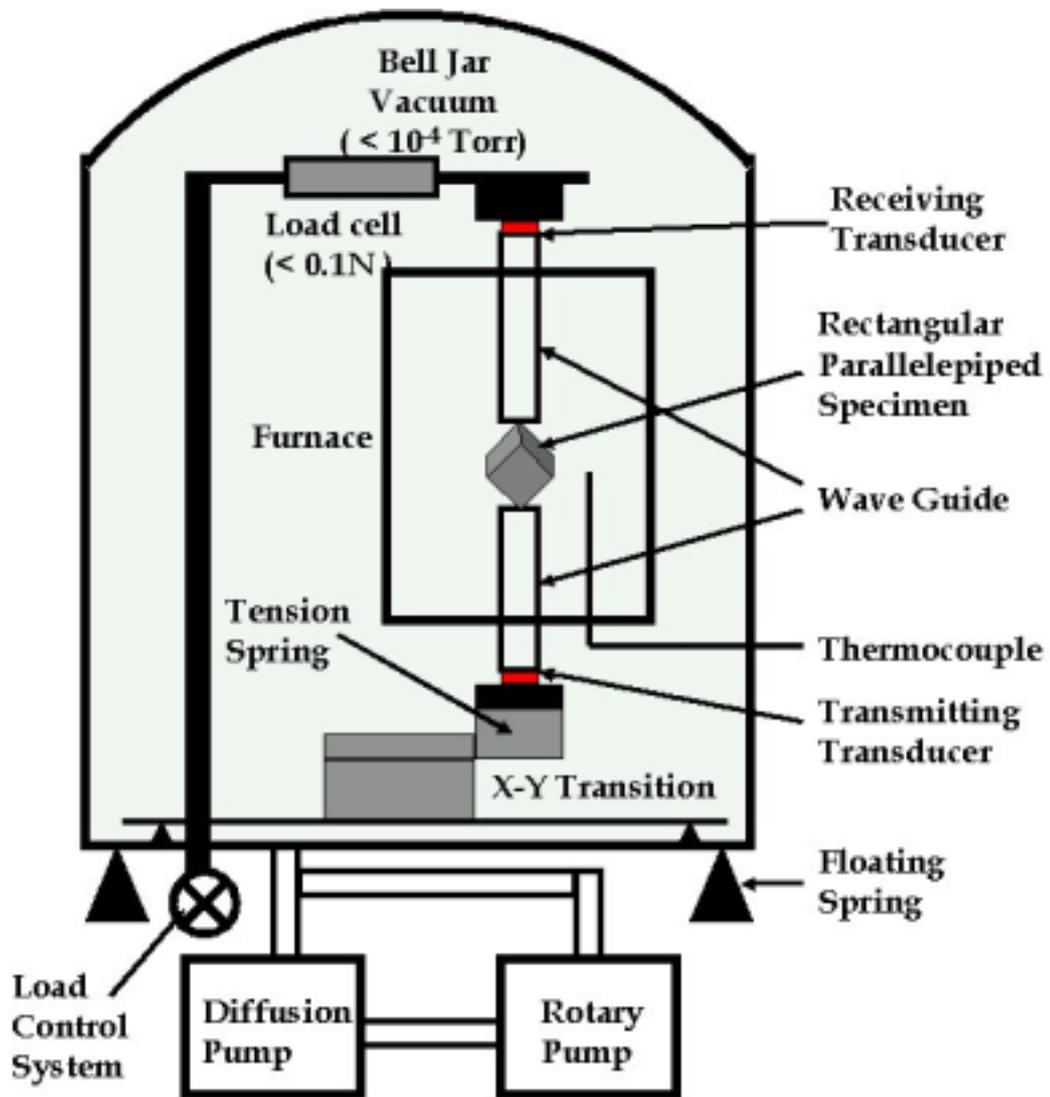


Fig. 4-2. 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 실험장치 개략도



Photo 4-1. 제작된 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 실험 장치 전경.



Photo 4-2. Bell Jar 내부 소형 가열로 및 초음파공명분광 시스템.



Photo 4-3. 소형 가열로 내부에 초음파 탐촉자 및 wave guide 에 시편이 장착된 모습.



Photo 4-4. 고온/진공 초음파공명분광 시스템 하부 (진공 펌프).



Photo 4-5. 고온/진공 초음파공명분광 시스템 충격 방지 장치.



Photo 4-6. 고온/진공 초음파공명분광 시스템 진공펌프 panel.



Photo 4-7. 정밀 하중제어 장치 지시판.

제 5 절 원자로 저합금강 SA 508 C1.3 재료의 동적 탄성 계수의 온도의존성

1. 서론

원자로 압력용기는 원자력발전소의 수명을 결정짓는 핵심 부품으로 현재 국내 외적으로 가장 많이 사용되고 있는 상용 원자로 압력용기 (reactor pressure vessel, RPV)는 ASME SA 508 C1. 3 단조강(Mn-Mo-Ni 저합금강)을 용접하여 제작한다. 원자로 압력용기강의 용접부는 국부적으로 급격한 온도 변화를 겪음으로 인하여 복잡한 물성 변화를 수반할 것으로 예상되며 이러한 국산 원자로 압력용기강의 실제 및 재현 용접 열 영향부 (heat affected zone, HAZ)에 대해 전반적인 미세 조직 및 기계적 성질에 대한 특성 평가가 이루어진 바 있다 [15,16]. 전년도 연구에서 원자로 용접부의 국부적인 미세 조직 특성 변화에 따른 탄성계수의 변화를 초음파공명분광법으로 측정한 바 있는 데 [17,18] 금년도에는 앞서 구한 원자로 압력용기강 용접부의 국부적인 탄성계수의 변화를 기초로 하여 새로 제작한 고온/진공/정밀하중제어 초음파 공명분광 실험 장치를 사용하여 상온 - 400°C 온도 구간에서 탄성 계수를 측정하여 원자로 재료의 탄성계수 및 음속의 온도 의존성을 조사하였다.

2. 실험 방법

2.1. 시편

사용된 시편은 원자로용 ASME SA 508 C1. 3 급 Mn-Mo-Ni 계 저합금강으로 화학성분은 표 5-1과 같다[19].

초음파 공명분광법을 적용한 동적 탄성계수 측정을 위해서 시편을 3.0 mm X 3.5 mm X 4.0 mm 크기로 가공하였다.

표 5-1 Chemical composition of SA 508-3 steel.

Elements	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
wt. %	0.19	0.08	1.35	0.006	0.002	0.82	0.17	0.51

2.2. 초기 탄성계수 추정

초음파공명분광법을 사용한 탄성계수 측정 과정은 우선 시편의 치수, 밀도, 추정 탄성계수를 가지고 추정 고유주파수 또는 추정 공명주파수를 계산한다. 계산된 공명주파수를 기초로 하여 실제 측정된 공명주파수와의 비교를 통하여 정확한 탄성계수를 추출해야 하는 데 컴퓨터 수치해석에서 널리 사용되는 Levenberg-Marquardt법을 사용하여 다차원 탄성계수 공간에서 figure of merit 가 최소값이 되는 조건을 구해야 하는 데 초기 추정값이 가능한 한 참값에 근접해야 반복 계산 시 빠르게 수렴할 수 있다.

원자로 압력용기강의 탄성계수 초기 추정치는 다음과 같은 방법으로 계산하였다.

1) $E = 207,200 - 57.09T \times 10^{-3} (GPa, ^\circ C)$ 에서 $25^\circ C$ 에서의 Young's modulus를 구하면 [20],

$$E = 205.77275 \text{ GPa} = 2.05773 \times 10^{12} \text{ dyn/cm}^2$$

2) 등방성 탄성계수 및 poisson's ratio $\nu = 0.30$ 로 가정하고 각각 shear modulus G , Lamé constant λ , elastic stiffness c_{11} , c_{12} , c_{44} 를 계산하면,

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} = 79.143 \text{ GPa} = 0.79143 \times 10^{12} \text{ dyn/cm}^2$$

$$\lambda = \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} = 118.715 \text{ GPa} = 1.18715 \times 10^{12} \text{ dyn/cm}^2$$

$$c_{11} = 2G + \lambda = 277.001 \text{ GPa} = 2.77001 \times 10^{12} \text{ dyn/cm}^2$$

$$c_{12} = \lambda = 118.715 \text{ GPa} = 1.18715 \times 10^{12} \text{ dyn/cm}^2$$

$$c_{44} = \frac{1}{2}(c_{11} - c_{12}) = 79.143 \text{ GPa} = 0.79143 \times 10^{12} \text{ dyn/cm}^2$$

이 되며 이 값들을 초음파공명분광법의 초기 추정 탄성계수로 입력하였다.

2.3 고온 탄성계수 측정

앞서 제 4 절에서 제작한 고온/진공/정밀 하중제어 초음파공명분광시스템을 사용하여 원자로 재료의 탄성계수를 상온 ~ 400°C 범위에서 동적 탄성계수 및 음속을 측정하였다.

본 시편에 대한 초기 30개 공명주파수를 정밀 측정하여 탄성계수 계산에 사용하는 데 측정된 공명 주파수 및 각각의 공명 모드 (k), 측정치와 계산치의 오차, 각 공명주파수의 모드 의존성, 시편 크기, 무게, 밀도 등을 알 수 있다. 일반적으로 실험의 정밀도는 RMS error 값으로 판정하며 보통 0.2% 이하라야 유효한 실험으로 간주하는 데 본 실험의 경우는 대부분 0.05 ~ 0.1% 범위에서 측정되었으므로 상당히 정밀한 결과로 받아들여진다.

3. 실험 결과 및 고찰

상온 - 400°C 구간에서 SA 508 Cl. 3 원자로 재료의 Young's Modulus 및 shear modulus를 측정하여 Figs. 5-1 및 5-2 에 나타냈는데 Young's modulus 및 shear modulus 모두 온도 증가에 따라 선형적으로 감소함을 알 수 있다. 이를 초기 추정 탄성계수 측정에 사용한 온도 의존식 $E = 207.200 - 0.05709 T$ (GPa, °C) [15]를 적용한 경우와 비교하여 보면 초음파 공명분광법으로 측정한 데이터를 최소자승법으로 온도 의존식을 구하면 $E = 214.54 - 0.0787 T$ (GPa, °C)으로 표현된다. 특히 기계시험법으로 측정한 Young's Modulus는 상온에서 $E_{25^\circ\text{C}} = 205.77$ GPa 가 300°C에서 $E_{300^\circ\text{C}} = 190.07$ GPa 로 감소하는 데 반해 초음파 공명분광법으로 측정한 Young's Modulus 는 상온에서 $E_{25^\circ\text{C}} = 212.57$ GPa, 300°C에서 $E_{300^\circ\text{C}} = 190.93$ GPa 로 계산된다. 즉 기계 시험으로 측정한 정적 Young's Modulus에 비해 본 실험의 초음파 공명분광법으로 측정한 동적 Young's Modulus는 상온에서 약 7 GPa 높게 나타나는 데 반해 300°C에서 거의 차이가 없음을 알 수 있다.

이것은 초음파를 사용하는 동적 탄성계수 값이 정적 기계 시험법으로 측정한 탄성계수 값보다 약간 높게 나타나는 일반적인 현상으로 해석할 수 있다. 즉 상온에서는 순수한 탄성 현상을 대변하는 동적 탄성계수와 소성 변형이 포함되었다고 추정되는 정적 탄성계수 측정치는 약간의 차이가 있으며 동적 탄성계수가 약간 높게 나타나는 것이 일반적인 현상이다. 그러나 온도가 올라갈수록 이러한 소성 가공에 의한 효과가 relaxation에 의해서 감소되기 때문에 동적 탄성계수와 정적 탄성계수의 차이가 감소하는 것으로 설명할 수 있다.

초음파 공명분광법으로 탄성 계수 측정 이외에도 공명 주파수 데이터를 이용하여 음속을 측정할 수 있는데 Figs. 5-3 및 5-4 에 종파 및 횡파 속도의 온도의존성을 보였다. 탄성 계수의 온도 의존성과 마찬가지로 온도 증가에 따라 선형적으로 감소하는 특성을 보이고 있다. 상온에서 종파 속도는 5928 m/s 인 데 반해 300°C에서는 약 5762 m/s 로 음속이 약 2.8% 감소하고 있음을 알 수 있으며 횡파 속도도 상온에서 3219 m/s 인 데 반해 300°C에서는 약 3099 m/s 로 음속이 약 3.7% 감소하고 있다.

고온에서 초음파 두께 측정 시에는 온도에 따른 음속 변화를 보상해야 하는 데 본 실험 자료가 정밀한 두께 측정을 위한 기초자료로 사용될 수 있다. Figs. 5-5 및 5-6 에 c_{11} 및 c_{12} 의 온도의존성을 표현하였다. 여기서 c_{12} 값의 scattering 이 보이는 데 이는 stiffness 행렬, c_{ij} 에서 off-diagonal 항인 c_{12} 의 영향 때문으로 E 는 c_{ij} 의 역행렬인 S_{ij} 를 계산하고 $E=1/S_{11}$ 으로 계산하므로 만약 $c_{12} \neq 0$ 인 경우 c_{11} 과 다른 값이 계산될 수 있다.

초음파 공명분광법에서는 처음에는 시편의 치수를 고정시키고 계산하지만 일단 어느 탄성계수가 참값에 근접하면 보다 정밀한 탄성계수를 계산하기 위해서 시편 치수를 변화시켜가면서 가장 RMS error 가 낮은 값을 향하여 반복 수렴하도록 한다. 즉 온도 변화에 따른 열팽창으로 인하여 시편의 밀도가 변화하는 데 이를 Fig. 5-7 에 나타냈다. 온도 증가에 따라 밀도가 선형적으로 감소하고 있으며 이것으로 보아 매우 정밀한 실험이 이루어졌음을 알 수 있으며 앞서 종파 및 횡파 속도 계산에는 이러한 온도에 따른 밀도 변화를 반영하여 계산되었다.

4. 결론

1. 고온 초음파 공명분광 실험 장치를 개발하여 원자로 압력용기 재료인 SA 508 C1, 3 재료에 대해서 상온 - 400°C에서 온도에 따른 동적 탄성 변화를 측정

하였다. Young's Modulus의 온도 의존식은 $E = 214.54 - 0.0787 T$ (GPa, °C)으로 계산되었다.

2. 초음파 공명분광법으로 측정한 동적 탄성계수는 기계 시험에 의한 정적 탄성계수보다 일반적으로 높은 값을 나타냈는데 상온에서는 약 7 GPa의 차이가 나타난 데 반해 원자로 운전 온도인 300°C에서는 그 차이가 감소하였다.
3. 고온에서 초음파 두께 측정 시에는 온도에 따른 음속 변화를 보상하기 위한 기초 자료로 온도에 따른 SA 508 Cl. 3 재료에 대한 횡파 속도 및 종파 속도를 계산하였다. 상온에 비해 300°C에서 종파 속도는 2.8%, 횡파 속도는 3.7% 감소함을 알 수 있었다.
4. 고온 초음파 공명분광법을 적용하여 각종 재료의 탄성계수의 온도의존성을 측정할 수 있으며 특히 기계시험법으로 불가능한 국부적인 탄성계수 및 이방성 재료의 고온 탄성계수를 구할 수 있다.

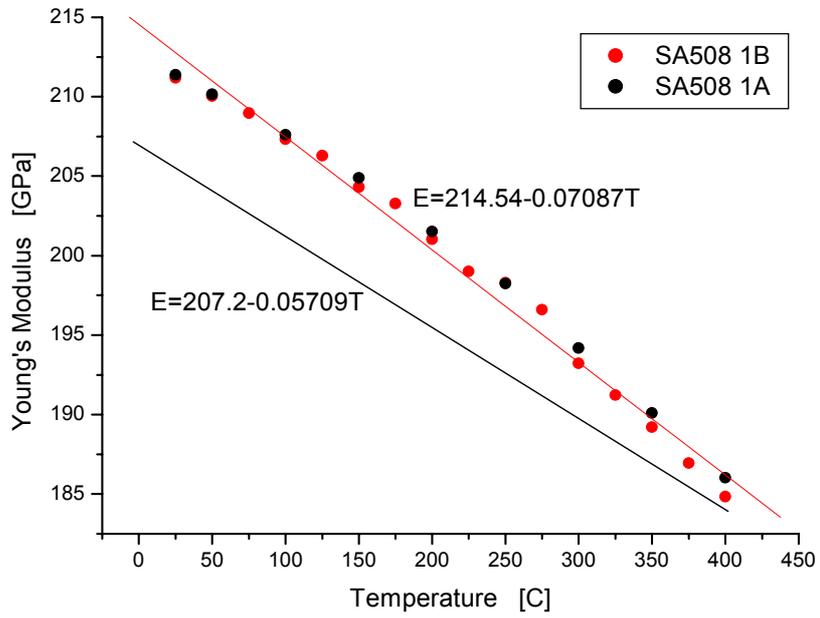


Fig. 5-1. Variation of Young's modulus of SA508 Cl. 3 steel.

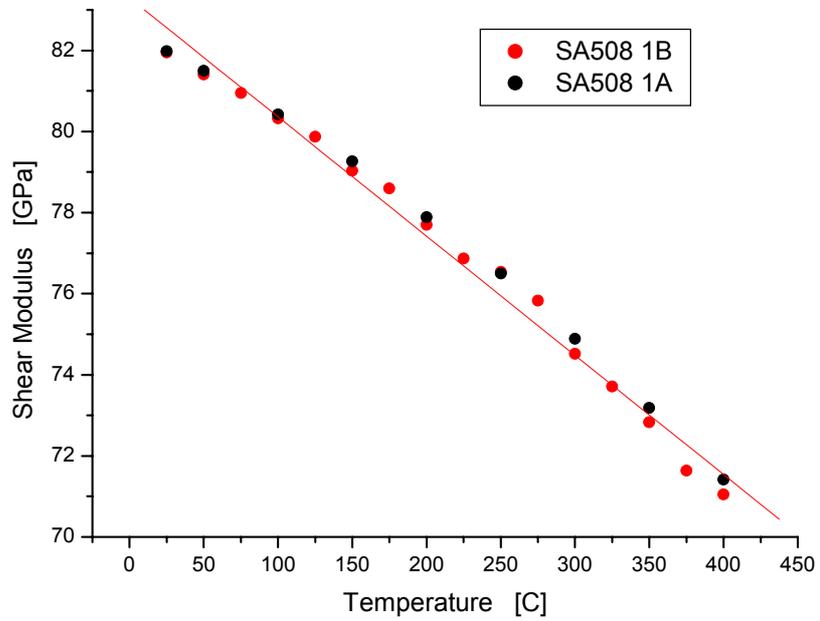


Fig. 5-2. Variation of shear modulus of SA508 Cl. 3 steel.

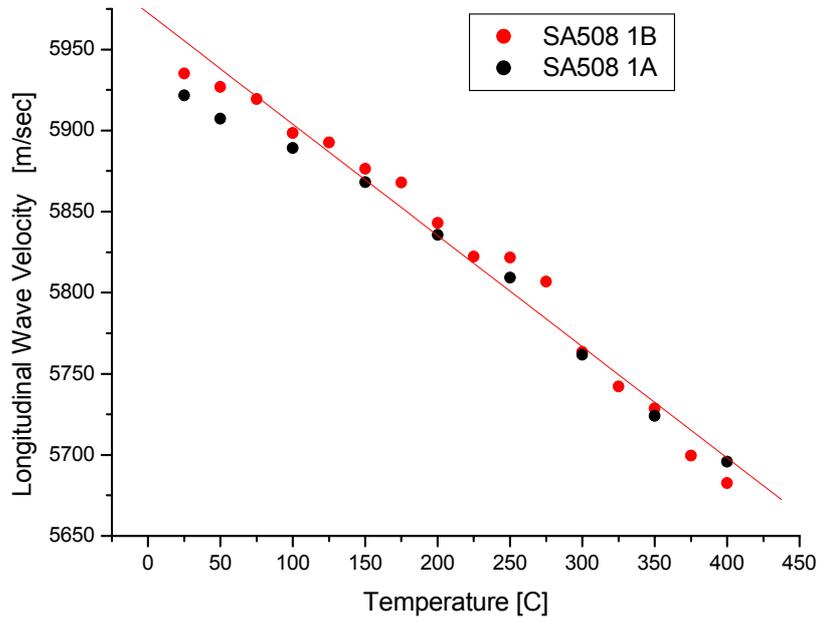


Fig. 5-3. Variation of longitudinal wave velocity of SA508 Cl. 3 steel.

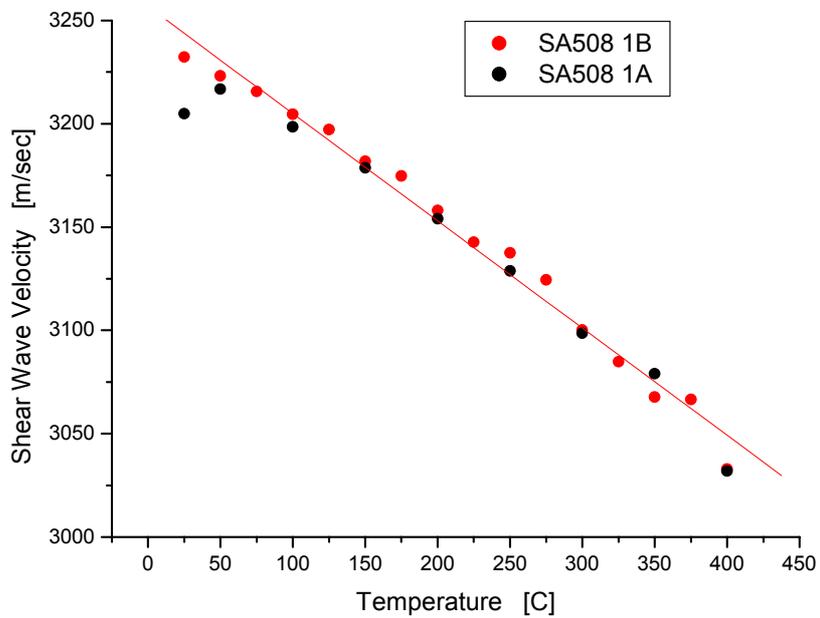


Fig. 5-4. Variation of shear wave velocity of SA508 Cl. 3 steel.

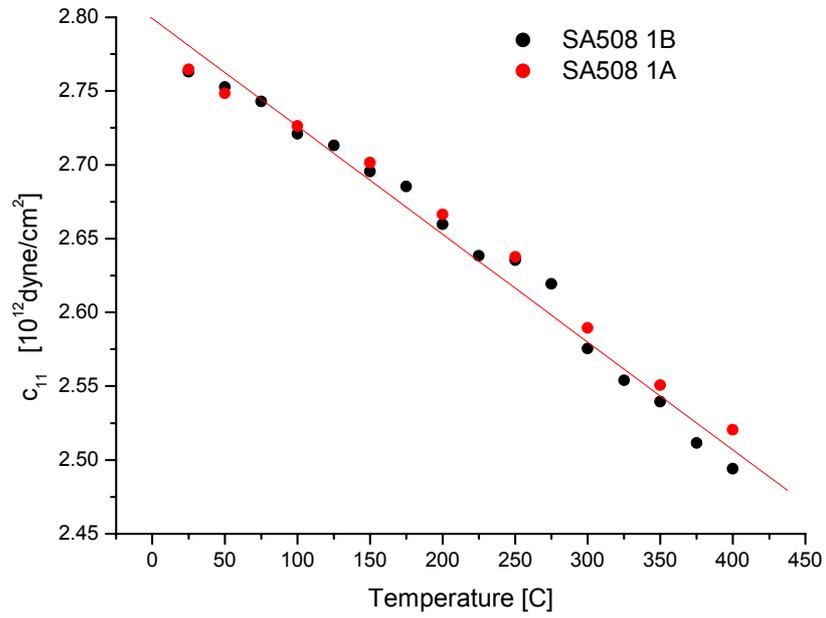


Fig. 5-5. Variation of c_{11} of SA508 Cl. 3 steel.

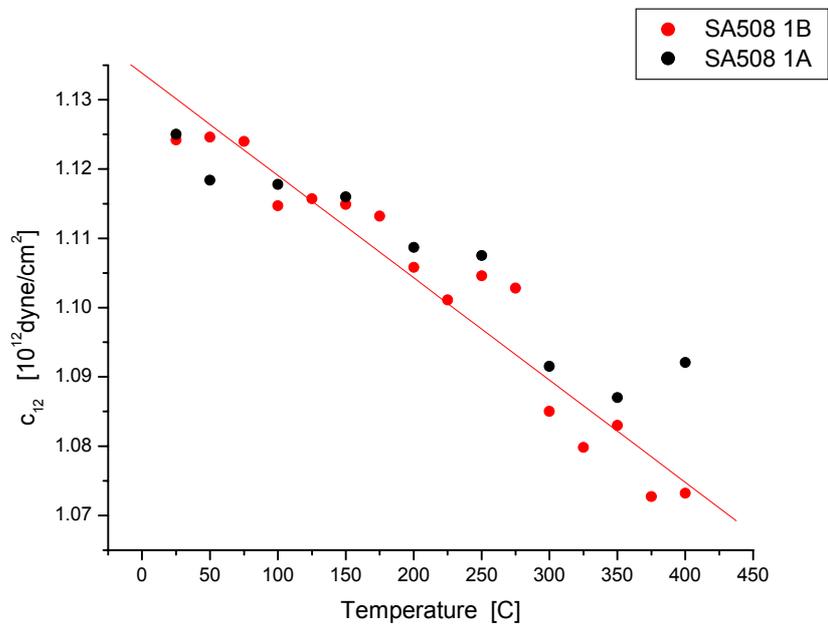


Fig. 5-6. Variation of c_{12} of SA508 Cl. 3 steel.

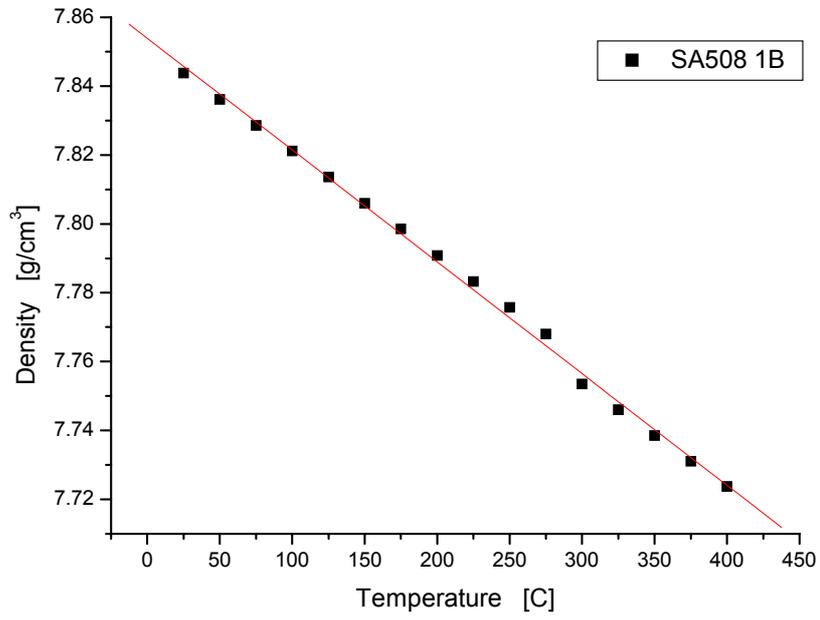


Fig. 5-7. Variation of density of SA508 Cl. 3 steel.

제 6 절 Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 이방성 탄성계수의 온도의존성

1. 서론

CANDU 형 원자로의 압력관으로 사용되는 ZR-2.5Nb 합금은 제조 공정의 최종 단계인 압출 과정에서 심한 가공을 수반하기 때문에 강한 집합 조직을 나타낸다. 이렇게 집합 조직을 가지는 재료의 물성, 예컨대 탄성 계수, 열 팽창계수 등의 물성은 각 grain의 방위 분포에 따라 이방성을 나타낸다. 이러한 이방성을 알아보기 위해서 압력관의 방향 별 탄성계수를 정밀하게 측정할 필요성이 있다. Zr-2.5Nb 압력관의 이방성은 축 방향, 반경 방향, 원주 방향을 3 방향으로 이방성이 나타나는 orthotropic symmetry 로 볼 수 있는데 3 방향에서의 초기 추정 탄성계수 값을 구하기 위해서 단결정 지르코늄의 탄성계수 값을 기초로 하고 X-선 회절법에서 측정한 극점 자료를 바탕으로 방위분포함수 (ODF; Orientation Distribution Function)를 반영하여 방향별 추정 탄성계수를 구한 바 있다 [21].

금년도에는 앞서 구한 Zr-2.5Nb 압력관의 이방성 탄성계수를 기초로 하여 새로 제작한 고온/진공/정밀하중제어 초음파 공명분광 실험 장치를 사용하여 상온 - 400°C 온도 구간에서 탄성 계수를 측정하여 압력관 재료의 탄성계수 및 음속의 온도 의존성을 측정하였다.

2. 방위분포함수와 이방성 탄성계수

단결정 Zr-2.5Nb 압력관 재료는 hcp 구조를 가지며 원주 방향으로 강한 집합조직을 형성하고 있다. 이러한 관 형태의 탄성계수는 길이 방향, 반경 방향, 및 원주 방향의 3 축을 좌표계로 하는 orthotropic symmetry 로 표현 할 수 있다.

$$c_{ij} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} \end{pmatrix} \quad (6-1)$$

재료의 거시적 물성은 개별 grain, g 의 방위에 따라 결정되는 미시적 물성, E_g 와 해당되는 가중치, 즉 각 grain 의 방위분포함수, f_g 의 전 방위 공간에 대한 적분으로 표현할 수 있다[22].

$$\bar{E} = \int E_g \cdot f_g dg \quad (6-2)$$

집합조직을 가진 다결정 재료의 이방성은 각 grain 간에 무관하다고 가정하면 이들 grain 들의 각각의 재료 물성을 평균하여 구할 수 있다. 이러한 각 시편 좌표축 방향으로의 평균 탄성계수는 그 재료의 단결정 탄성계수 값과 각 grain 들의 방위 분포를 알고 있으면 구할 수 있다. 각 시편 좌표계에서의 grain 들의 방위 분포는 X-선 회절 또는 중성자 회절 실험으로 구한 극점 데이터를 가공하여 계산할 수 있다. 극점 데이터를 기초로 하여 방위 분포 함수는 일반화된 구형 조화 급수와 급수 전개 계수로 다음과 같이 계산할 수 있다 [23].

$$\omega(\xi, \phi, \psi) = \sum_{l=0}^4 \sum_{m=l}^4 \sum_{n=-1}^4 W_{lmn} Z_{lmn} e^{-im\phi} e^{-in\psi} \quad (6-3)$$

여기서 Z_{lmn} 은 Roe 가 정의한 일반화된 Legendre polynomial [24] 이며 W_{lmn} 은 Bunge의 표기법 [25] 에 따른 급수 전개 계수이다. 급수가 p 인 텐서를 평균할 경우, 탄성계수의 경우는 l, m, n 이 4 보다 작으며 최대 4에서 $l \leq p$ 인 조건의 W_{lmn} 을 포함한다. Orthorhombic symmetry 에 대한 W_{lmn} 과 Z_{lmn} 은 이미 Morris [26] 에 의해서 계산된 바 있다.

실제 시편의 거시적인 탄성계수를 계산하기 위해서는 시편 좌표계에 대한 방위 분포를 알 경우 Voigt 모델, Reuss 모델, 및 자기 일치 반복법 (self-consistent iteration method) 등을 적용하여 계산할 수 있다. Voigt 모

델은 개별 grain 들의 응력의 합이 시편 전체의 총 응력과 같다고 가정하며 Reuss 모델은 개별 grain 들의 변위의 합이 시편 전체의 총 변위와 같다고 가정한다. 이 두 모델은 각각 극단적인 두 경우를 가정하므로 실제 탄성계수는 이들 양 극단의 중간에 위치한다.

$$\overline{c_{ijkl}} = \frac{1}{8\pi^2} \int c_{ijkl}(\Omega) d\Omega \quad (6-4)$$

$$\overline{S_{ijkl}} = \frac{1}{8\pi^2} \int S_{ijkl}(\Omega) d\Omega \quad (6-5)$$

여기서 $\overline{c_{ijkl}}$ 은 탄성계수의 평균값, c_{ijkl} 은 개별 grain 의 탄성계수 값을 의미하며 $\overline{S_{ijkl}}$ 은 탄성 컴플라이언스의 평균값, S_{ijkl} 은 개별 grain 의 탄성 컴플라이언스 값을 의미한다. 방위 공간 Ω 는 오일러 각도, ξ, ϕ, ψ 에서 $\int d\Omega = 8\pi^2$ 인 공간이다.

3. 초기 탄성계수 추정

초음파공명분광법을 사용한 탄성계수 측정 과정은 우선 시편의 치수, 밀도, 추정 탄성계수를 가지고 추정 고유주파수 또는 추정 공명주파수를 계산한다. 계산된 공명주파수를 기초로 하여 실제 측정된 공명주파수와의 비교를 통하여 정확한 탄성계수를 추출해야 하는 데 컴퓨터 수치해석에서 널리 사용되는 Levenberg-Marquardt법을 사용하여 다차원 탄성계수 공간에서 figure of merit 가 최소값이 되는 조건을 구해야 하는 데 초기 추정값이 가능한 한 참값에 근접해야 반복 계산 시 빠르게 수렴할 수 있다.

표 6-1에 보인 바와 같이 단결정 지르코늄의 상온에서의 탄성계수 값 [27]을 기초로 하여 방위분포함수로부터 구한 각각 grain의 가중치를 감안하여 Voigt 모델, Reuss 모델 및 자기일치반복 모델에 따른 Zr-2.5Nb 압력관의 초기 추정 이방성 탄성계수를 계산하였다. (표 6-2 참조)

위에 언급한 3 가지 모델에 따른 추정 탄성계수 값들을 입력하여 실제 초음파공명분광 실험에서 측정한 결과를 계산해 본 결과 자기일치 반복 모델에 가장 RMS error 가 작았다. 이렇게 나타난 것은 Voigt 모델이나 Reuss 모델이 양 극단적인 경우를 가정하기 때문에 자명한 결과라고 하겠다. 표 6-3 에 초음파공명분광법에 의해 결정된 Zr-2.5Nb 압력관 재료의 이방성 탄성계수 결과를 보였다.

표 6-1 Elastic stiffness of single crystal Zirconium (hcp) [27]

$c_{11} = c_{22}$	c_{33}	c_{44}	$c_{66} = \frac{1}{2}(c_{11} - c_{12})$	c_{13}	c_{12}
1.434	1.648	0.320	0.353	0.653	0.728

hcp 단결정의 방향 표기: 1(=2) = a-axis, 3 = c-axis

단위: 10^{11} N/m^2

표 6-2 방위분함수에 따른 Zr-2.5Nb 압력관 재료의 추정 이방성 탄성계수 [21]

	c_{11}	c_{22}	c_{33}	c_{23}	c_{13}	c_{12}	c_{44}	c_{55}	c_{66}
Voigt 모델	1.449	1.490	1.446	0.687	0.699	0.713	0.340	0.343	0.375
Reuss 모델	1.437	1.473	1.440	0.691	0.702	0.720	0.338	0.341	0.365
자기일 치반복 모델	1.443	1.482	1.443	0.689	0.700	0.717	0.339	0.342	0.370

시편 방위 표기: 1 = 반경 방향, 2 = 원주 방향, 3 = 길이 방향

단위 : 10^{11} N/m^2

표 6-3 초음파공명분광법에 의한 Zr-2.5Nb 압력관 재료의 이방성 탄성계수

c_{11}	c_{22}	c_{33}	c_{23}	c_{13}	c_{12}	c_{44}	c_{55}	c_{66}
1.4708	1.5269	1.4533	0.7191	0.7538	0.7446	0.3381	0.3425	0.3696

시편 방위 표기: 1 = 반경 방향, 2 = 원주 방향, 3 = 길이 방향

단위 : 10^{11} N/m^2

4. 고온 이방성 탄성계수 측정

앞서 제 4 절에서 제작한 고온/진공/정밀 하중제어 초음파공명분광시스템을 사용하여 Zr-2.5Nb 압력관 재료의 탄성계수를 상온 ~ 500°C 범위에서 동적 탄성계수 및 음속을 측정하였다.

사용된 시편은 원자력급 Zr-2.5Nb 압력관을 사용하였으며 초음파공명분광법을 적용하기 위하여 3.0 mm X 3.5 mm X 4.0 mm 의 장방형으로 가공하였다. 시편 가공 시 장방형 시편 좌표축이 각각 압력관의 반경 방향, 원주 방향, 길이 방향과 일치되도록 주의하여 절단하였으며 시편의 각 면은 서로 직각을 이루도록 하며 각 모서리는 날카롭게 가공하였다.

초음파공명분광 측정은 상온 ~ 500°C 범위에서 매 25°C 마다 초기 30개 공명 주파수를 정밀 측정하여 탄성계수 계산에 사용하였으며 측정된 공명 주파수 및 각각의 공명 모드 (k), 측정치와 계산치의 오차, 각 공명주파수의 모드 의존성, 시편 크기, 무게, 밀도 등을 알 수 있다. 일반적으로 실험의 정밀도는 RMS error 값으로 판정하며 보통 0.2% 이하라야 유효한 실험으로 간주하는 데 본 실험의 경우는 대부분 0.05 ~ 0.1% 범위에서 측정되었으므로 실험 결과의 신뢰성을 입증한다고 판단된다.

5. 실험 결과 및 고찰

상온 - 500°C 구간에서 Zr-2.5Nb 압력관 재료의 탄성계수를 각각 Figs. 6-1 및 6-2 에 나타냈다. 또한 c_{ij} 역행렬을 취해서 S_{ij} 를 구한 뒤 이의 역수 $E_{ii}=1/S_{ii}$ 로 계산하여 방향별 Young's modulus 및 shear modulus를 Figs. 6-3 과 6-4에 나타냈다.

Zr-2.5Nb 압력관 재료의 극점도 자료로부터 (0002) 방향의 방위 분포 비율을 나타내는 f-계수 또는 Kern's factor를 구해 보면 $f_T=0.6$, $f_R=0.33$, $f_L=0.07$ 로 계산된다[28,29]. 이것은 전체 결정립의 분포를 고려할 때 (0002) 방향, 즉 hcp 격자에서 c-축 방향이 원주 방향으로 배치된 결정립이 60%, 반경 방향으로 배치된 결정립이 33%, 길이 방향으로 배치된 결정립이 7% 의 분포라는 의미이다. 여기서 단결정 지르코늄의 탄성계수 텐서를 보면 c-축 방향으로의 탄성계수가 a-축 방향으로의 탄성계수보다 높으므로 Kern's factor 가 높은 방향일수록 탄성계수 값이 높을 것임을 알 수 있다. 본 실험 결과에서도 c-축 방위가 가장 많은

원주 방향으로의 탄성계수가 다른 반경 방향이나 길이 방향으로의 탄성계수보다 높은 것으로 나타났으므로 이론과 일치함을 알 수 있다.

Figs. 6-1 ~ 4를 보면 탄성계수, Young's modulus, shear modulus 모두 온도에 따라 점진적으로 감소함을 알 수 있다. 한편 원주 방향의 탄성계수를 제외한 길이 방향이나 반경 방향으로의 탄성계수는 별 차이를 나타나지 않는다. 이것은 이들 방향으로는 (0002) 방향이 주된 축이 아니므로 무작위적인 배치 패턴이 강하게 나타난 결과로 판단된다. 이것은 Fig. 6-3에서 Young's modulus 의 경우도 마찬가지로 나타난다. 그러나 세 방향으로의 탄성계수 모두 단결정 탄성계수 텐서에서의 c-축 방향 탄성계수를 상한값으로, a-축 방향 탄성계수를 하한값으로 하는 범위 내에 위치함을 알 수 있다.

탄성계수 텐서에서 비틀림 성분 즉 비틀림 탄성계수의 온도의존성을 살펴보면 원주 방향 비틀림 탄성계수가 다른 방향 탄성계수보다 높음을 알 수 있다. 한편 특이한 현상으로 반경 방향 탄성계수 텐서와 길이 방향 탄성계수 텐서가 약 120 ~ 150 °C 부근에서 교차하는 현상이 관측되었다. 이에 대한 원인은 아직 확실치 않으나 다음과 같은 가능성을 추론해 볼 수 있다.

- 1) 단결정 탄성계수 텐서 값에서 c_{44} 와 c_{66} 값이 이 온도 구간에서 교차하고 있는 현상과 연관될 가능성,
- 2) 지르코늄 격자에서 수소 원자의 에너지 이완 현상 (Bordono peak) 와의 연관 가능성 [30],
- 3) α -Zr과 수소 원자 상태가 섞여 있는 상태에서 준안정상인 ν -zirconium hydride 나 안정상인 δ -zirconium hydride 상태로의 변태와 연관될 가능성,
- 4) 또는 이미 존재하는 ν -zirconium hydride 가 δ -zirconium hydride 로의 변태 또는 그 역 방향으로의 변태[31].

현재까지 원인 규명은 확실치 않으며 수소 농도에 따른 damping 특성과 공명주파수의 변화를 온도에 따라 분석해 보면 보다 나은 이해를 할 수 있을 것으로 판단된다.

Figs. 6-5 및 6-6에 탄성계수 텐서로부터 음속을 계산하였다. 방향별 횡파 속도는 shear modulus 또는 탄성계수 텐서의 비틀림 성분과 유사한 경향을 보이거나 종파 속도는 심한 데이터 분산이 나타난다. 이것은 초음파공명분광법으로 측정된 각각의 공명주파수들이 대부분 shear 성분의 가중치가 높고 normal 성분의

가중치가 낮기 때문에 shear 성분이 주된 성분인 횡파 속도는 데이터 신뢰도가 높게 나타나고 반면에 가중치가 낮은 종파 속도는 신뢰도가 낮게 나타난다고 판단된다.

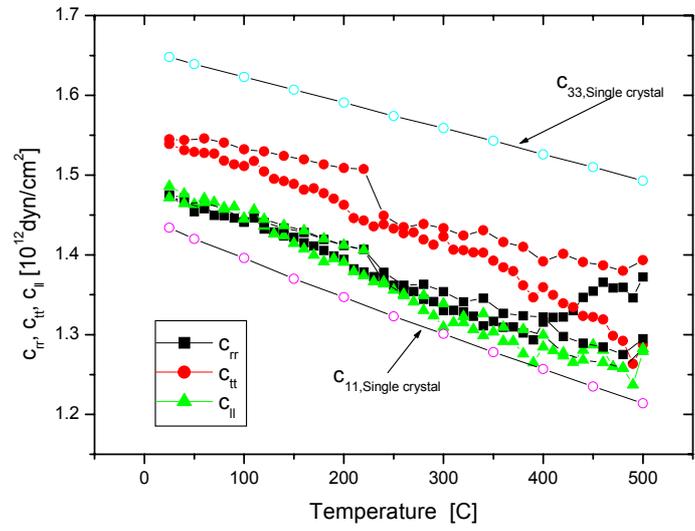


Fig. 6-1. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 이방성 정규 탄성계수 변화.

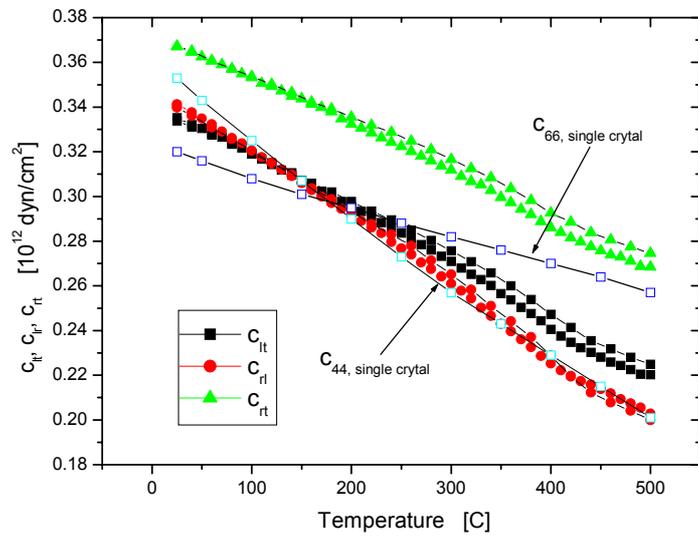


Fig. 6-2. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 이방성 비틀림 탄성계수 변화.

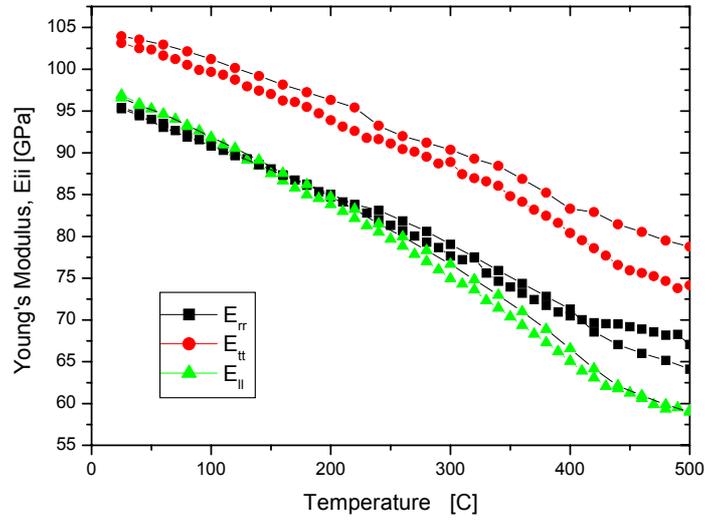


Fig. 6-3. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 이방성 Young's modulus 변화.

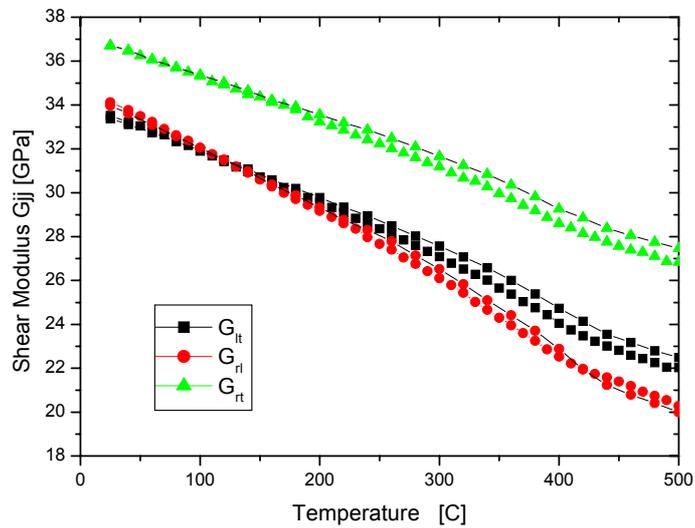


Fig. 6-4. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 이방성 shear modulus 변화.

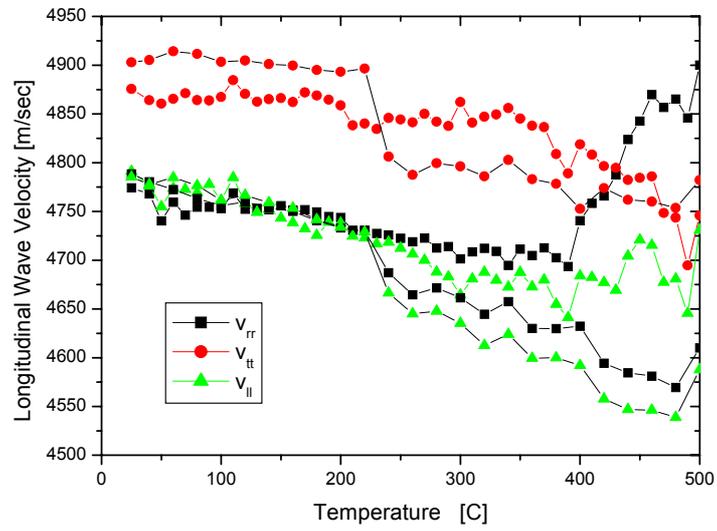


Fig. 6-5. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 방향별 종파 속도 변화.

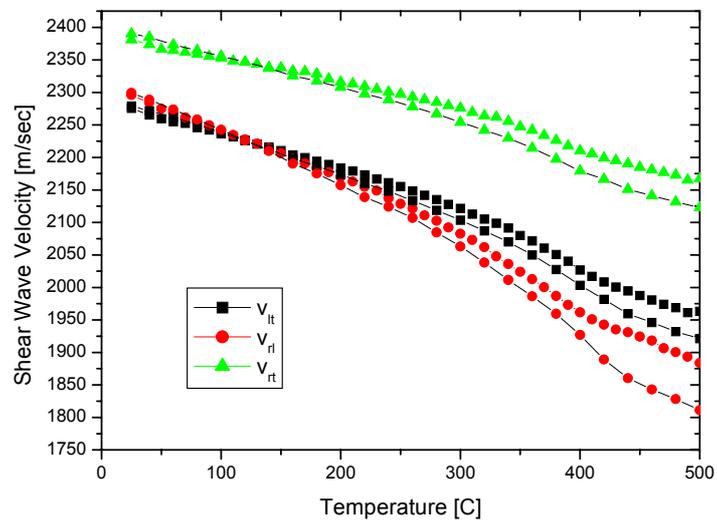


Fig. 6-6. Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 방향별 횡파 속도 변화.

제 7 절 Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 Q^{-1} 및 df/dT

제 4절에서 기술한 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광법을 적용하면 재료의 탄성계수 및 음속은 물론 공명주파수의 온도에 따른 변화 및 공명 peak의 반가폭 (FWHM: Full Width Half Maximum)을 측정할 수 있다. 공명 peak의 반가폭은 재료의 internal friction 과 관련되며 Q^{-1} 로 표현할 수 있다. 이러한 측정 변수를 온도에 따라 구해서 비교해보면 Zr-2.5Nb 압력관의 수소 농도와의 관련성을 도출할 수 있다. 본 절에서는 다양한 수소 농도 시편을 사용하여 온도 변수 하에서 공명주파수의 변화 및 Q^{-1} 을 측정하여 그 가능성을 점검해보고자 한다.

앞서 제 1 절 초음파 손실 및 음속 변화에 관한 이론에서 언급한 바와 같이 초음파 에너지가 재료 내부를 진행하면서 발생하는 에너지의 손실과 속도 변화는 다양한 재료 격자 내부의 변화와 관련이 있으며 특히 공명 peak의 반가폭과 관련되는 internal friction은 재료 내부에 전위, 점 결함, 격자 찌그러짐 등과 연결지을 수 있다.

1. 실험 방법

전해법으로 수소를 장입한 Zr-2.5Nb 시편을 3.0 mm X 3.5 mm X 4.0 mm 의 장방향으로 가공하였다. 시편 가공시 장방향 시편 좌표축이 각각 압력관의 반경 방향, 원주 방향 길이 방향과 일치되도록 절단하였으며 초음파공명분광 실험을 위해서 시편의 각 면은 서로 직각을 이루며 모서리는 날카롭게 가공하였다. 앞서 제작한 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 시스템을 이용하여 다양한 수소 농도에 대해서 온도에 따른 공명 주파수의 변화 및 Q^{-1} 을 측정하였다.

측정은 25 °C에서 500 ~ 220 °C 까지 가열하면서 수행하였으며 이 때 가열 속도는 2 °C/min 였다. 가열 도중에 Q^{-1} 의 측정에 영향을 끼칠 것으로 판단되는 접촉하중을 정밀하게 3 g 이내로 제어하였다. 알루미늄 wave guide는 온도가 상승함에 따라 열팽창이 일어나므로 점점 시편에 가해지는 하중이 증가한다. 하중의 증가는 damping을 증가시킬 가능성이 있으며 이럴 경우 자유 진동 조건을 유지할 수 없다. 자유 진동 조건을 만족시키기 위해서 가능한한 시편에 가해지는 하중을 최소화하였으며 본 실험에서는 적어도 3g 이내로 유지시키면서 측정을

수행하였다.

2. Q^{-1} 측정 결과 및 고찰

Fig. 7-11에 수소 농도에 따른 반가폭 또는 Q^{-1} 의 변화를 보였다. 수소를 장입하지 않은 시편 (0 ppm)은 상온 ~ 300 °C 구간에서 거의 변화가 없으나 수소 농도가 증가할수록 대략 120 ~ 220 °C 구간에서 높은 Q^{-1} 값을 나타낸다. 이러한 120 ~ 220 °C 구간에서 높은 Q^{-1} 값 특성은 다른 논문에서 저주파 internal friction 측정 결과 [30] 와 유사한 특성을 나타낸다. Provenzano [30] 는 이러한 Q^{-1} 의 상승을 "high temperature peak" 라고 명명하고 이러한 현상이 지르코늄 격자 내에서 수소 원자의 에너지 상태가 변화하기 때문에 나타난다고 설명하였다. 즉 격자 내에 수소 확산을 고려하여 서로 다른 에너지 준위에서의 확산 jumping rate를 계산한 뒤 수소 농도 즉 수소 원자 개수를 고려하면 수소 농도가 높을수록 damping이 커진다고 설명하였다. 그러나 이러한 설명은 모든 수소 원자가 자유롭게 확산한다는 전제 하에 전개된 것이나 실제로는 지르코늄 격자 내에 수소는 수소 원자는 대부분 수소화물 상태로 있으므로 자유로운 수소 원자의 개수는 그리 많지 않을 것이라는 추정에 위배된다. 또한 Provenzano 의 internal friction 실험에서는 저주파 (1280 Hz 및 1560 Hz)를 사용하였는 데 비해 본 실험에서는 200 ~ 600 kHz 의 비교적 높은 주파수를 사용했다는 차이점이 있다. 앞서 언급한 바와 같이 서로 다른 internal friction 실험 결과는 서로 비교하기가 어려운 경우가 많다. Fig. 7-12에 다양한 수소 농도 조건에서 측정한 Q^{-1} 자료를 보였다.

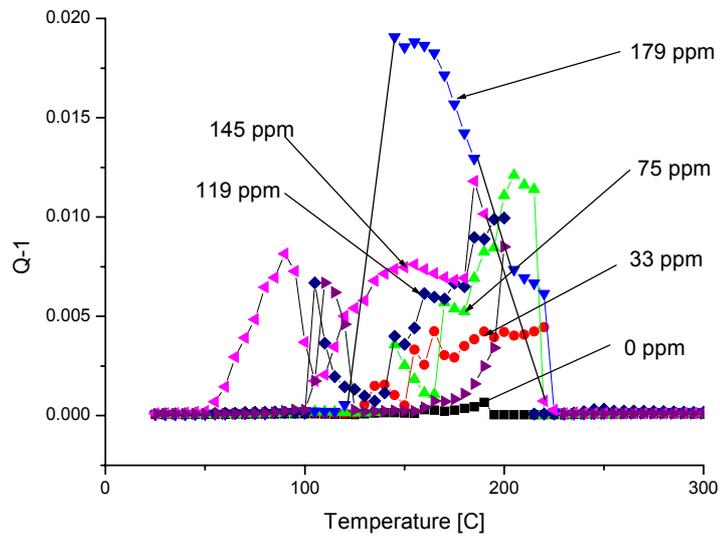


Fig. 7-1. Zr-2.5Nb 압력관 재료의 수소 농도별 온도에 따른 mechanical damping 변화.

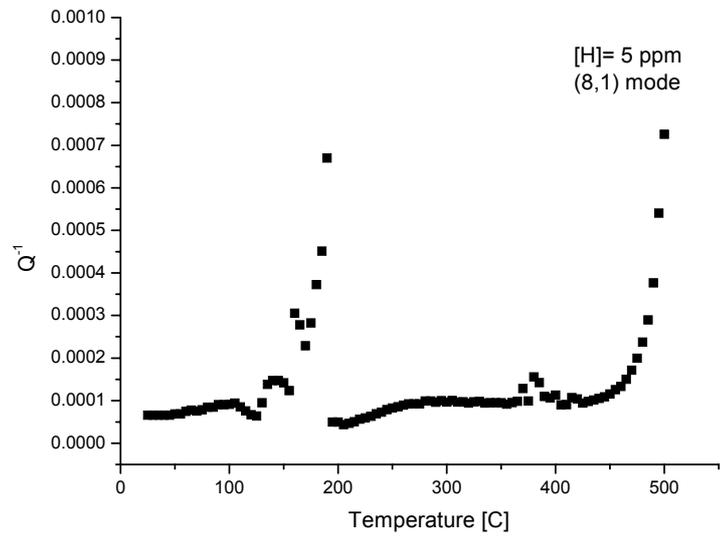


Fig. 7-2 (a) Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화 [H]= 5 ppm.

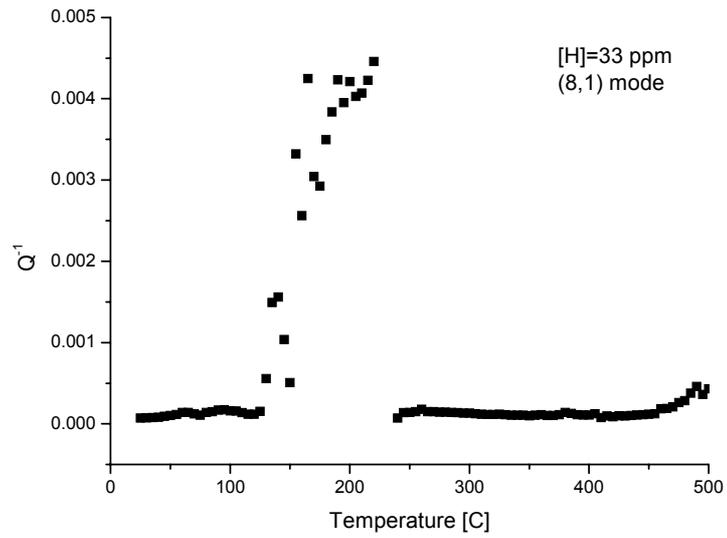


Fig. 7-2 (b). Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화
[H]= 33 ppm.

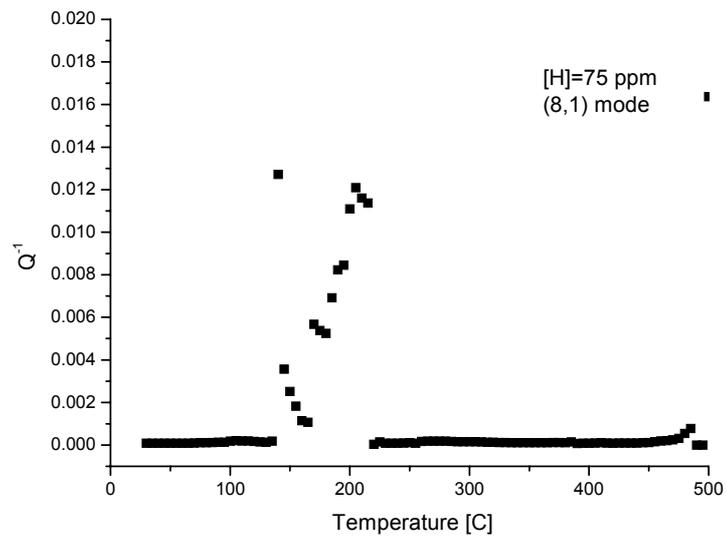


Fig. 7-2 (c). Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화
[H]= 75 ppm.

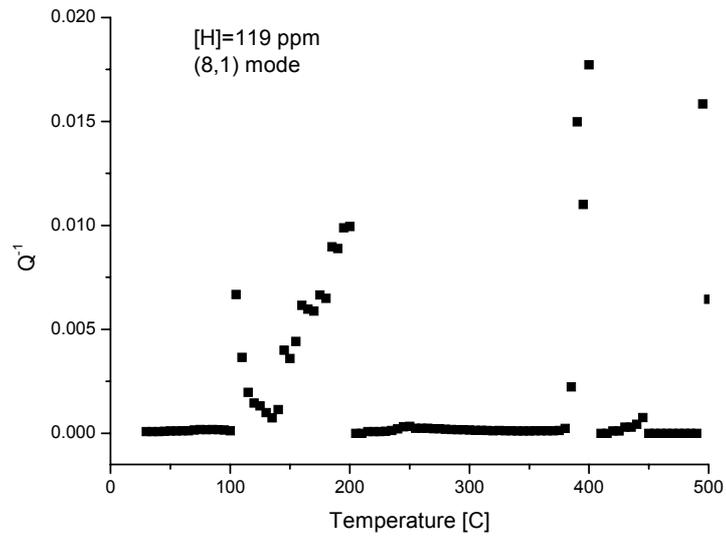


Fig. 7-2 (d). Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화
[H]= 119 ppm.

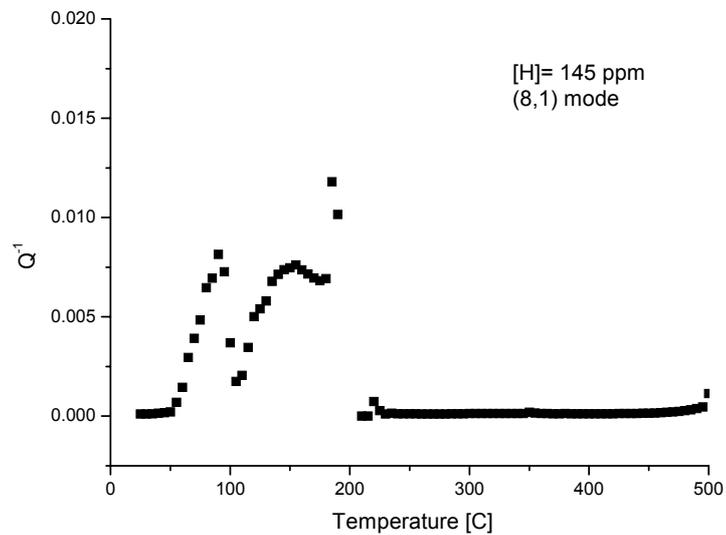


Fig. 7-2 (e). Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화
[H]= 145 ppm.

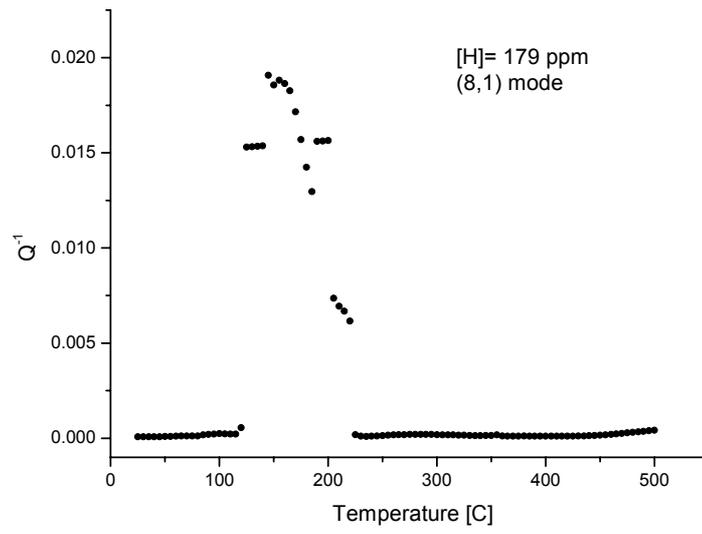


Fig. 7-2 (f). Zr-2.5Nb 압력관 재료의 온도에 따른 mechanical damping 변화
 [H]= 179 ppm.

3. 수소 농도에 따른 df/dT 비교

온도에 따른 공명주파수의 변화를 측정해 보면 Fig. 7-3 에 보인 바와 같이 그리 큰 변화를 보이지 않으므로 특별한 특징을 알 수 없다. 그러나 미세한 변화를 알아보기 위해서 온도에 대한 미분 df/dT 를 취한 뒤 온도에 따라 그려보면 특별한 변화를 알 수 있으며 이는 Fig. 7-5 에 보인 지르코늄의 수소의 한계용도 (TSSD; Terminal Solid Solubility of Dissolution) 과 연관지을 수 있다. Fig. 7-4 (a) 및 (b)에서 수소 농도 5 ppm 에 대한 df/dT 결과를 보면 실제 수소 농도 5 ppm 에 대한 TSSD 온도는 165°C 로써 연관지어 볼 수 있으며 Fig. 7-4 (c) 및 (d)에서 df/dT 는 약 310°C 에서 특이점을 보이며 이를 TSSD 농도로 환산해보면 약 63 ppm 으로 계산되므로 약간의 차이가 있음을 알 수 있다. Fig. 7-4 (e) 및 (f)에서도 df/dT 는 약 330°C 에서 특이점을 보이며 이를 TSSD 농도로 환산해보면 약 79 ppm 으로 계산되는데 실제 화학분석에 의한 수소 농도치인 75 ppm 과 거의 근접하며 Fig. 7-4 (g) 및 (h)에서 df/dT 는 약 330°C 에서 특이점을 보이는 데 TSSD 농도로 환산해보면 약 75 ppm 으로 계산된다. 그러나 또 다른 특이점이 370°C 에서 보이는 데 이를 TSSD 수소 농도로 환산하면 120 ppm 으로 계산된다. Fig. 7-4 (i) 및 (j)에서 수소 농도 145 ppm 의 경우와 Fig. 7-4 (k) 및 (l)에서 실제 수소 농도 177 ppm 인 경우를 보아도 df/dT 특이점이 $390 \sim 400^{\circ}\text{C}$ 에서 나타난다. 이를 TSSD 수소농도로 환산해보면 약 150 ppm 으로 계산되어서 실제 수소농도와 근접함을 알 수 있다. 이론적으로 초음파공명 주파수는 탄성계수와 직결된다. 여기서 주파수를 온도에 따라 미분을 취한다는 것은 탄성계수의 미분을 취하는 것과 같으며 이는 즉 온도 변수에 대한 고차 탄성계수 전개를 할 경우에 계수와 같다. 다시 말해서 df/dT 는 탄성계수의 비선형성을 나타내고 있다. 지르코늄 합금에서 TSSD 온도에 도달하면 수소화물로 존재하던 수소가 지르코늄 격자 내로 녹아 들어가기 시작하며 이러한 현상이 탄성계수의 비선형성의 특이점을 나타낸다고 판단된다. 위 결과를 요약해보면 초음파공명 주파수의 미분값 (df/dT) 가 특정 온도에서 특이점을 보이는 데 이것은 수소의 용해도 (TSSD) 와 연관이 됨을 알 수 있다. 따라서 초음파공명분광법을 적용하여 미지의 시편에 대한 수소 농도를 측정할 수 있다고 판단된다.

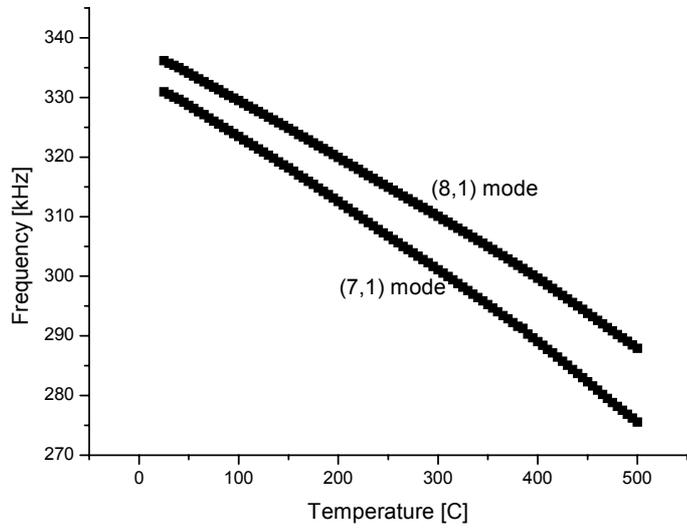


Fig. 7-3 (a). 온도에 따른 공명주파수 변화. [H]= 5 ppm.

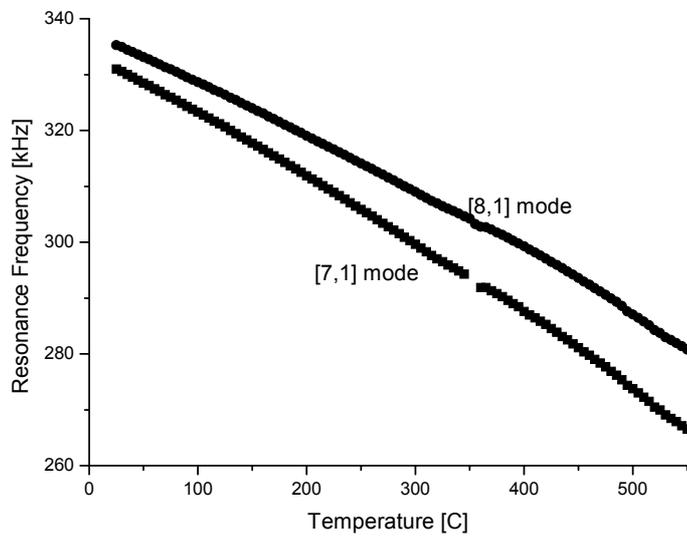


Fig. 7-3 (b). 온도에 따른 공명주파수 변화. [H]= 33 ppm.

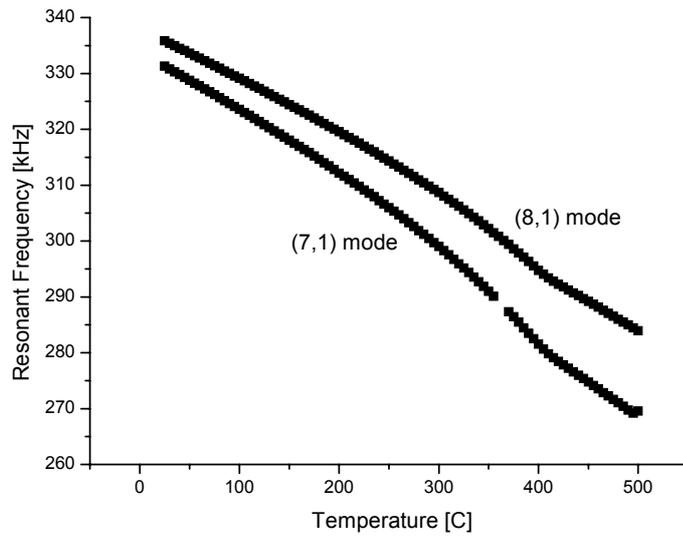


Fig. 7-3 (c). 온도에 따른 공명주파수 변화. [H]= 179 ppm.

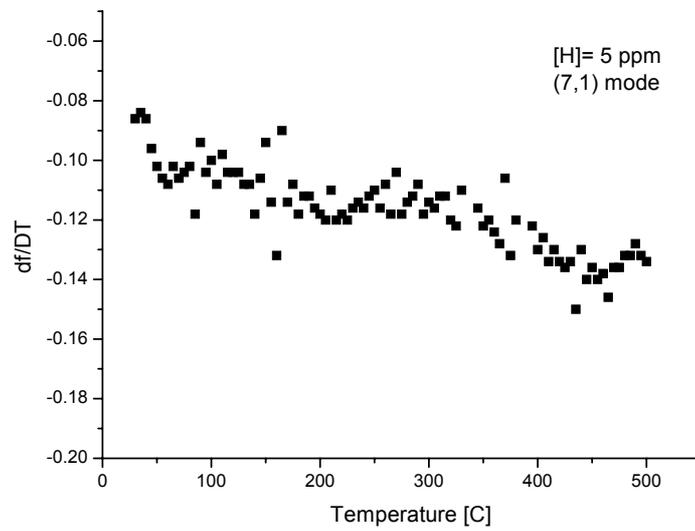


Fig. 7-4 (a). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 5 ppm, (7,1) mode 경우.

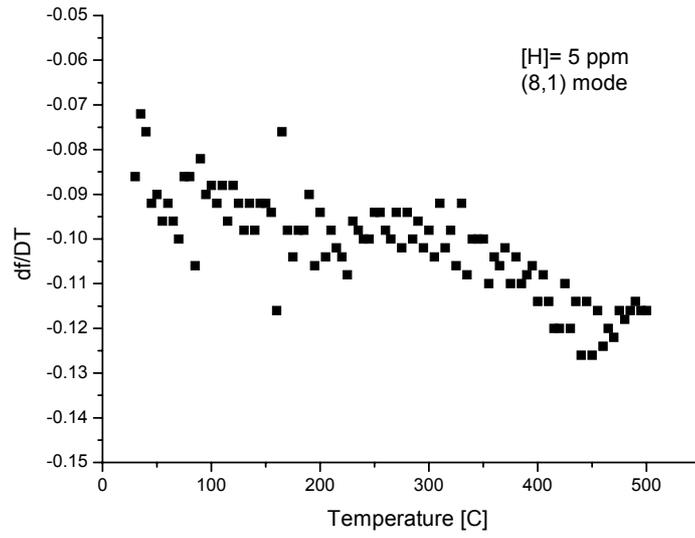


Fig. 7-4 (b). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 $[H]= 5$ ppm, (8,1) mode 경우.

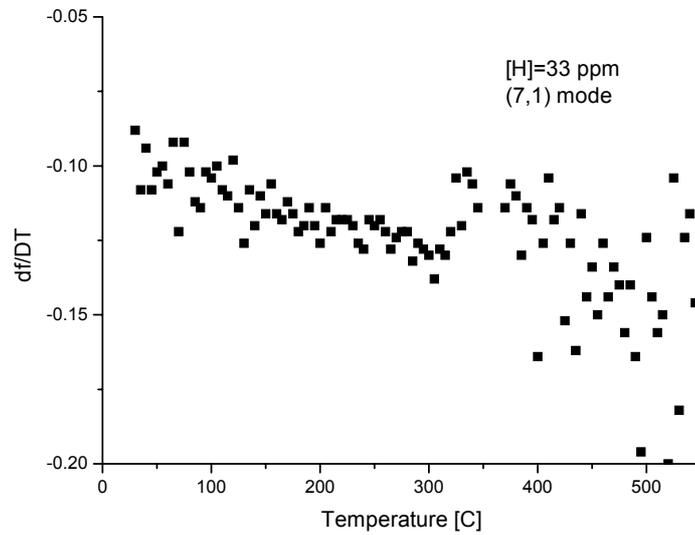


Fig. 7-4 (c). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 $[H]= 33$ ppm, (7,1) mode 경우.

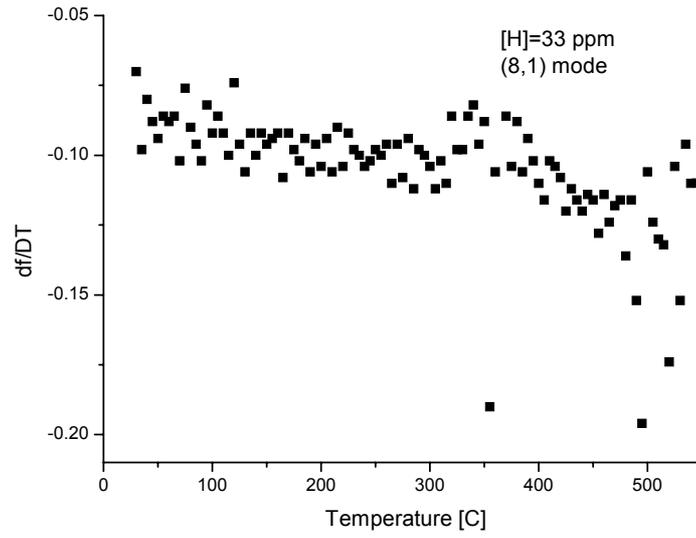


Fig. 7-4 (d). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 $[H]= 33$ ppm, (8,1) mode 경우.

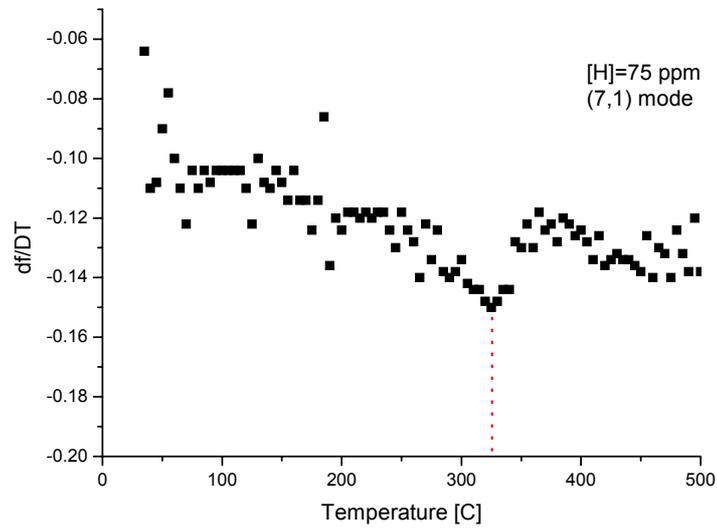


Fig. 7-4 (e). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 $[H]= 75$ ppm, (7,1) mode 경우.

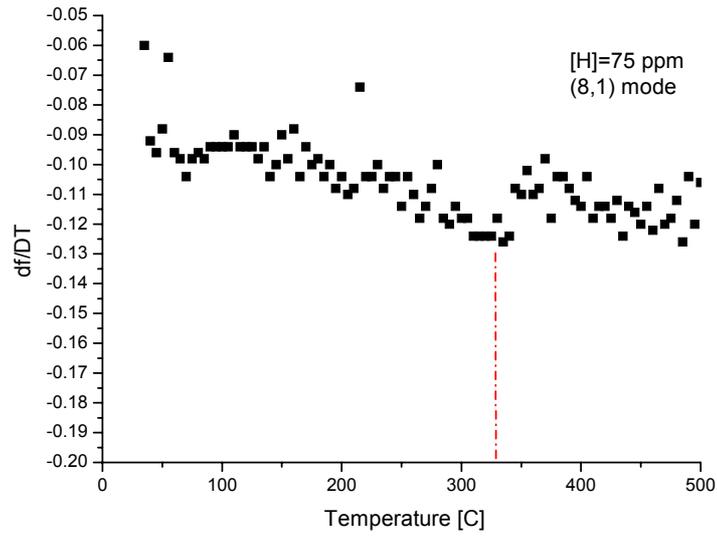


Fig. 7-4 (f). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 75 ppm, (8,1) mode 경우.

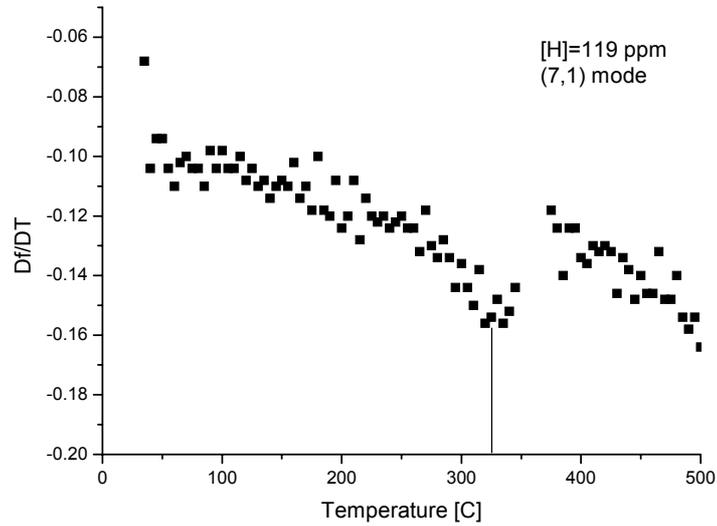


Fig. 7-4 (g). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 119 ppm, (7,1) mode 경우.

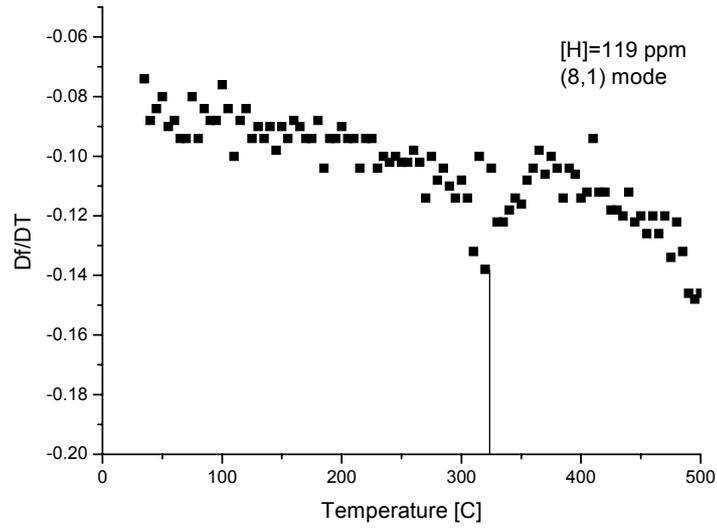


Fig. 7-4 (h). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 $[H]=119$ ppm, (8,1) mode 경우.

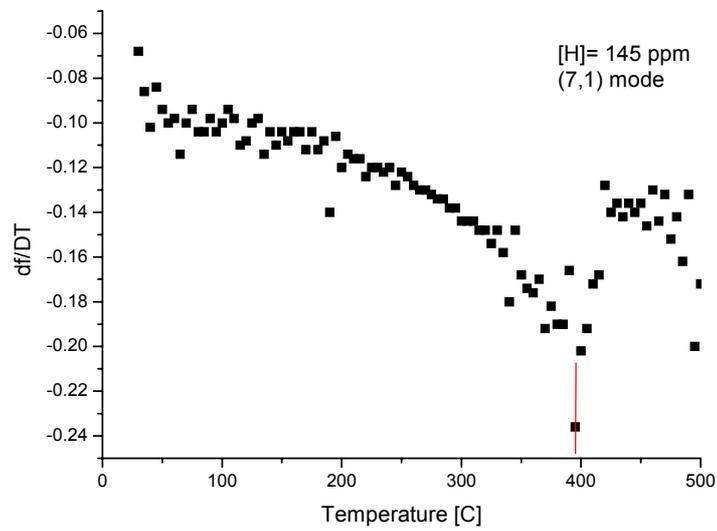


Fig. 7-4 (i). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 $[H]=145$ ppm, (7,1) mode 경우.

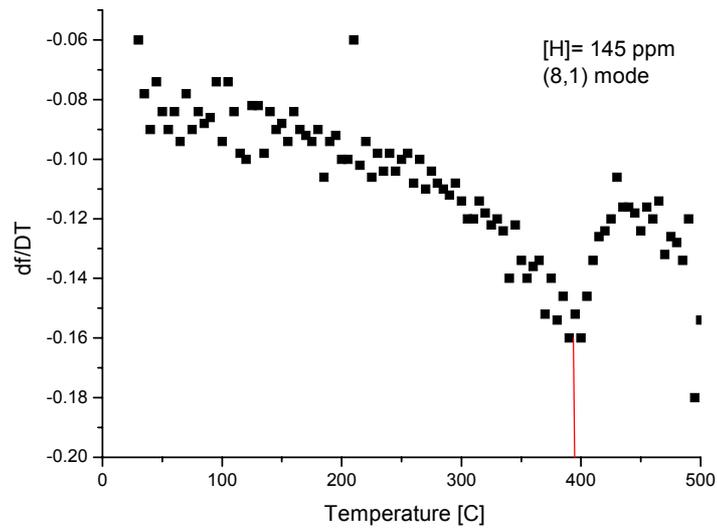


Fig. 7-4 (j). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 145 ppm, (8,1) mode 경우.

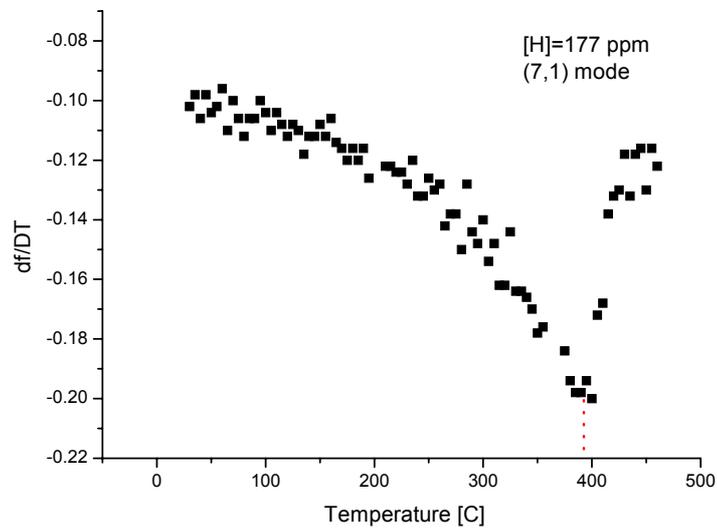


Fig. 7-4 (k). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 [H]= 177 ppm, (7,1) mode 경우.

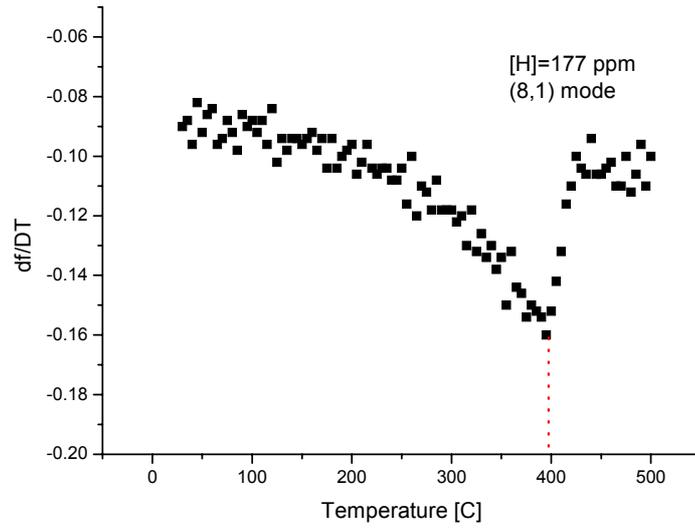


Fig. 7-4 (1). 온도에 따른 df/dT 변화. 수소농도 $[H]=177$ ppm, (8,1) mode 경우.

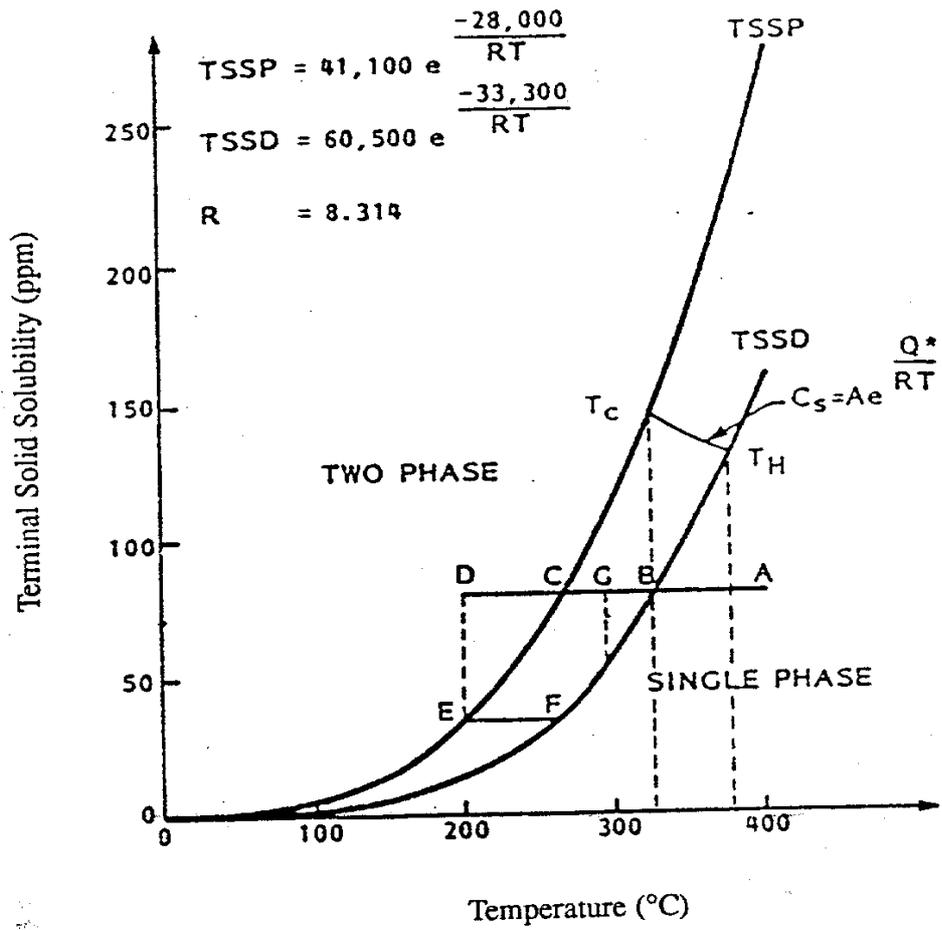


Fig. 7-5. 지르코늄 합금의 한계 수소고용도 곡선.

제 8 절 중수로 피더관 SA 106 Gr. B 재료의 음속의 온도의존성

1. 배경

중수로 원전의 피더관은 압력관의 형태로 원자로에 냉각수를 공급 및 회수하는 배관이다. 이 배관은 구조상 중수로 압력관에서 헤더관까지 3-4 차례의 곡관부가 존재하는 데 냉간 급힘 처리된 곡관부 가운데 첫 번째 및 두 번째 곡관부에서 설계 예상치 보다 심한 감육이 진행되고 있음이 확인되었다. 출구 피더관 곡관부의 감육 현상은 1995년 캐나다 Gentilly 원전과 Pt. Lepereau 원전에서 보고되기 시작하였고 1996년도에 월성 1호기도 두께 측정 결과 감육 현상이 확인되었다. 1996년 12월에는 Pt. Lepereau 원전의 출구 피더관 S-08의 첫 번째 곡관부에서 균열로 인해 냉각재가 누설되는 사건이 발생하였다.

중수로 원전의 가동중검사 요건인 CAN/CSA N285.4에는 가동중검사 대상으로서 원자로 냉각재 피더관을 포함하고 있으나 모든 중수로 원전이 '95년 이전까지는 입구 상부 피더관을 검사 대상으로 선정하고 출구 피더관에 대해서는 검사를 수행하지 않았다. 그러나 출구 피더관의 감육 현상이 보고된 이후 캐나다 원자력 공사(AECL)에서는 '96년도에 가동중인 중수로 원전에 대해서 원자로 냉각재 피더관 출구 곡관부에 대해 두께 측정을 권고하는 Information Bulletin 96-2를 발행하였다[32]. 피더관 곡관부의 두께는 초음파 검사법을 사용하여 측정하는 데 배관 내면과 외면에서 반복 반사하는 초음파 에코의 시간 차이를 측정하여 초음파 속도를 고려하여 결정한다. 여기서 배관의 두께를 실시간에 측정하기 위해서는 정확한 음속을 알고 있어야 하는 데 운전 온도인 $\sim 316\text{C}$ 에서의 음속 정보가 사전에 필요하다. 그러나 이 온도는 압전 소자가 Curie 온도보다 높으므로 초음파 센서의 특징을 상실한다. 일반적으로 고온 초음파 실험을 위해서는 wave guide 를 사용하고 있으나 정밀도 측면에서 떨어지는 측면이 있다. 본 연구에서는 비교적 간단하게 고온에서 음속을 정밀하게 측정하기 위하여 최근에 개발된 초음파공명분광법을 적용하여 중수로 원전 피더관의 음속의 온도의존성을 측정하고자 한다.

본 절에서는 앞서 기술한 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 장치를 사용하여 중수로 피더관 재료의 온도에 따른 정밀 탄성계수 값을 측정하고 이를 바탕으로 온도에 따른 음속 변화를 정밀하게 계산하여 실제 중수로 피더관의 실시

간 두께 감육 측정을 위한 기초 자료를 제시하고자 한다.

2. 실험 방법

2.1. 실험 재료

실제 중수로 원전 피더관 (ASTM A106 Grade B Seamless carbon steel pipe for high temperature service) 을 사용하였으며 합금의 화학성분 및 재료물성은 표 8-1, 8-2와 같다.

2.2. 초기 추정 탄성계수

중수로 피더관 SA 106 Gr. B 재료의 탄성계수 초기 추정치는 다음과 같은 방법으로 구하였다. 등방성 탄성계수 $E = 203 \text{ GPa}$ 및 poisson's ratio $= 0.30$ 으로 가정하고 각각 shear modulus G , Lamé constant λ , 탄성계수 텐서 값 c_{11} , c_{12} , c_{44} 를 계산하면,

$$G = \frac{E}{2(2+\nu)} = 78.08 \text{ GPa} \quad (7-1)$$

$$\lambda = \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} = 117.12 \text{ GPa} \quad (7-2)$$

$$c_{11} = 2G + \lambda = 273.28 \text{ GPa} \quad (7-3)$$

$$c_{12} = \lambda = 117.12 \text{ GPa} \quad (7-4)$$

$$c_{44} = \frac{1}{2}(c_{11} - c_{12}) = 78.08 \text{ GPa} \quad (7-5)$$

이 되며 이 값들을 초음파공명분광법에서 초기 추정 입력값으로 사용하였다. 초음파공명분광법으로 계산된 탄성계수 텐서 값 c_{11} , c_{12} , c_{44} 의 역행렬을 취하여 탄성 컴프라이언스 S_{11} , S_{12} , S_{44} 를 계산한 뒤 Young's modulus $E = 1/S_{11}$, shear modulus $G = 1/S_{44}$ 로 계산한다. 한편 음속은 다음 식에 의해서 구할 수 있다.

표 8-1. Chemical composition of the Feeder Pipe (SA 106 Grade B)

Element	C	Cr	Cu	Mn	Mo	Ni	P	S	Si	V
Wt%	0.3	0.4	0.4	0.29 - 1.06	0.15	0.40	0.048	0.058	0.10	0.08

표 8-2. Mechanical properties of the Feeder Pipe (SA 106 Grade B)

Tensile Strength [MPa]	Yield Strength [MPa]	Ductility [%]	
		Long. direction	Radial direction
415	240	22	12

$$\nu_L = \sqrt{c_{11}/\rho} \quad (7-6)$$

$$\nu_T = \sqrt{c_{44}/\rho} \quad (7-7)$$

여기서 ν_L , ν_T , ρ 는 각각 재료의 종파 속도, 횡파 속도 및 밀도이다.

앞서 기술한 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 장치를 사용하여 탄성계수를 측정하였다. 시편을 지지하는 힘은 스프링으로 제어하도록 하였으며 자유로운 시편 진동을 유지하기 위하여 가능한 한 작은 힘 ($< 0.1N$) 이 시편에 가해지도록 하였다. 소형 가열로는 $1000^{\circ}C$ 까지 가열할 수 있도록 설계하였으나 원자로 운전온도인 상온 $\sim 300^{\circ}C$ 범위에서 동적 탄성계수 및 음속을 측정하였다.

사용된 시편은 $2.5 \text{ mm} \times 3.0 \text{ mm} \times 3.5 \text{ mm}$ 크기의 장방형 시편을 정밀 가공하였다. 초기 30개 초음파공명 주파수는 대략 $300 \sim 900 \text{ kHz}$ 사이에 존재하는 데이터들을 정밀 측정하여 탄성계수 계산에 사용하였다. Fig. 8-1 에 전형적인 초음파공명분광 스펙트럼의 예를 보였다. 초기 30개의 계산된 공명 주파수와 측정된 공명 주파수 및 각각의 공명 모드 (k), 측정치와 계산치의 오차, 각 공명 주파수의 특정 모드 의존성, 탄성계수 텐서 값, 시편 크기, 무게, 밀도 등을 알 수 있으며 표 8-3에 전형적인 계산 사례를 보였다. 보다 정밀한 계산을 위하여 온도에 따른 열팽창에 따른 칫수 변화 및 밀도 변화를 반영하여 탄성계수를 계산하였다. 일반적으로 실험의 정밀도는 RMS error값으로 판정하며 보통 0.2% 이하라야 유효한 실험으로 간주하는 데 본 실험의 경우는 대부분 0.1% 이하로 계산되었으므로 매우 정밀한 결과로 받아들여진다.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1. 중수로 피더관 재료의 탄성 계수의 온도 의존성

상온 $\sim 300^{\circ}C$ 범위에서 SA 106 Gr. B 피더관 재료의 탄성계수를 측정하여 Figs.8-2 및 8-3 에 각각 c_{11} , c_{44} 의 온도 의존성을, Figs. 8-4 및 8-5에 각각 Young's modulus, E 와 shear modulus, G 의 온도의존성을 표현하였다. 탄성계수는 온도가 증가함에 따라 점진적으로 감소하는 경향을 나타냈으며 Fig.8-4 에서 Young's modulus의 온도 의존성은 $E(GPa) = 215.47 - 0.06598T(^{\circ}C)$ 로 계산되어 상온($25^{\circ}C$)에서 $E = 214 \text{ GPa}$ 이고 $300^{\circ}C$ 에서 $E = 196 \text{ GPa}$ 로 차이는 약 18 GPa 이다.

표 8-3. A typical example of RUS calculation for SA 106 Gr. B feeder pipe

Specimen No.: A1063025								
n	mode, k	harmonics , I	fr, calc, MHz	fr, meas, MHz	%error	% of modulus contributing to mode		
						c11	c12	c44
1	4	1	0.35970	0.35961	0.02	0.00		1.00
2	1	1	0.48251	0.48268	-0.03	0.10		0.90
3	4	2	0.49533	0.49621	-0.18	0.00		1.00
4	7	1	0.51086	0.51135	-0.10	0.14		0.86
5	8	1	0.54232	0.00000	0.00	0.02		0.98
6	2	2	0.58664	0.58670	-0.01	0.02		0.98
7	5	1	0.60219	0.60289	-0.12	0.03		0.97
8	6	1	0.61536	0.61512	0.04	0.09		0.91
9	1	2	0.61685	0.61653	0.05	0.31		0.69
10	3	1	0.61842	0.61897	-0.09	0.01		0.99
11	3	2	0.65417	0.65405	0.02	0.14		0.86
12	5	2	0.65895	0.66001	-0.16	0.04		0.96
13	2	3	0.68958	0.69010	-0.08	0.15		0.85
14	5	3	0.70640	0.70588	0.07	0.04		0.96
15	3	3	0.74061	0.73950	0.15	0.02		0.98
16	7	2	0.75158	0.75134	0.03	0.23		0.77
17	6	2	0.78077	0.78064	0.02	0.27		0.73
18	8	2	0.79106	0.79074	0.04	0.15		0.85
19	5	4	0.80922	0.81047	-0.15	0.37		0.63
20	4	3	0.82144	0.82012	0.16	0.07		0.93
21	1	3	0.83703	0.00000	0.00	0.12		0.88
22	6	3	0.84006	0.83996	0.01	0.03		0.97
23	2	4	0.84123	0.00000	0.00	0.03		0.97
24	5	5	0.84525	0.84529	0.00	0.34		0.66
25	7	3	0.84906	0.84889	0.02	0.07		0.93
26	7	4	0.89019	0.88857	0.18	0.16		0.84
27	8	3	0.90345	0.90322	0.03	0.01		0.99
28	6	4	0.90366	0.90322	0.05	0.19		0.81
29	1	4	0.91627	0.91591	0.04	0.06		0.94
30	6	5	0.94847	0.94863	-0.02	0.10		0.90
Elastic moduli (dynes x 10** ⁻¹² /cm** ²)						c11	c12	c44
						2.77440	0.82570	0.82570
Dimensions (cm)				initial	adjusted			
				d1	0.300500	0.300240		
				d2	0.350000	0.349190		
				d3	0.400000	0.401270		
Mass (gm)			0.328920					
Density (gm/cm** ³)			7.818398					
Iteration				6				
RMS error [%]				0.090200				

Shear modulus의 온도 의존성도 Fig. 8-5에서 $G(GPa)=83.68-0.0269T(^{\circ}C)$ 로 계산되며 계산되며 상온에서 $G = 83$ GPa, $300^{\circ}C$ 에서 $G = 76$ GPa 로 계산된다. 초기에 탄성계수 추정치와 비교해 보면 초기 Youngs modulus 추정치 $E = 203$ GPa 에 비해 높게 나타났다. 이것은 Shear modulus의 경우에도 유사하게 초기 추정치 $G = 78$ GPa 에 비해 약간 높게 나타났는데 이렇게 된 이유는 초음파를 사용하여 측정한 동적 탄성계수 값이 물리적인 정의에 입각한 탄성계수를 의미하는 데 반해 초기 추정치로 사용한 정적 탄성계수는 약간의 소성이 포함된 상태로 측정된 탄성계수이기 때문이라고 판단된다.

3.2. 중수로 피더관 재료의 음속의 온도 의존성

초음파공명분광법으로 탄성계수의 측정 이외에도 초음파 속도를 계산할 수 있다. 앞서 측정한 탄성계수 c_{11} , c_{44} 값을 기초로 상온 $\sim 300^{\circ}C$ 범위에서 SA 106 Gr. B 피더관 재료의 음속을 계산하여 Fig. 8-6 에는 종파의 온도의존성을 Fig. 8-7에는 횡파 속도의 온도의존성을 보였다.

탄성계수의 경우와 마찬가지로 초음파 속도도 온도가 증가함에 따라 점진적으로 감소하는 경향을 나타냈다. Fig. 8-6 에서 초음파 종파 속도의 온도 의존성은 $\nu_L(m/sec)=5981.93-0.67315T(^{\circ}C)$ 로 계산되어 상온 ($25^{\circ}C$)에서 $\nu_L = 5965$ m/sec 인 데 반해 $300^{\circ}C$ 에서 $\nu_L = 5780$ m/sec 로 음속의 차이는 약 185 m/sec 이다. 횡파 속도의 온도 의존성은 Fig. 8-7 에서 $\nu_T(m/sec)=3267.22-0.48513T(^{\circ}C)$ 로 계산되어 상온($25^{\circ}C$)에서 $\nu_T = 3255$ m/sec 인 데 반해 $300^{\circ}C$ 에서 $\nu_T = 3122$ m/sec 로 음속의 차이는 약 133 m/sec 이다.

피더관의 감육 상태를 연속 감시하기 위해서 초음파 방법으로 두께를 측정할 경우 운전 온도인 $300^{\circ}C$ 에서의 정확한 음속 값을 알고 있어야 신뢰성있는 측정이 가능하다. 예를 들어 상온과 $300^{\circ}C$ 에서의 종파 속도 변화율을 계산해 보면 약 3.1%가 변화하며 이것은 다시 말해서 고온 두께 측정 시에 상온 음속 값을 적용하면 약 3.1%의 측정 오차가 발생한다는 것을 의미한다. 이는 2.5 inch 피더관의 공칭 두께 = 5.73 mm[33] 에 대해서 0.18 mm 의 오차가 발생할 수 있음을 의미한다. 본 자료는 앞으로 설치될 예정인 중수로 피더관의 상시 두께 측정 시스템[34] 에서 유용한 기초 물성 자료로 활용될 것이다.

4. 결론

중수로 피더관의 동적 탄성계수 및 음속의 온도 의존성을 실험한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 상온 ~ 300°C 구간에서 탄성계수는 온도가 증가함에 따라 선형적으로 감소하는 경향을 나타냈으며 Youngs modulus 의 온도 의존성은 $E(GPa) = 215.47 - 0.06598T(^{\circ}C)$, shear modulus 의 온도 의존성은 $G(GPa) = 83.68 - 0.0269T(^{\circ}C)$ 로 계산되었다.
2. 상온 ~ 300°C 구간에서 초음파 음속도 온도가 증가함에 따라 선형적으로 감소하는 경향을 나타냈으며 종파 속도의 온도 의존성은 $\nu_L(m/sec) = 5981.93 - 0.67315T(^{\circ}C)$ 로 횡파 속도의 온도 의존성은 $\nu_T(m/sec) = 3267.22 - 0.48513T(^{\circ}C)$ 로 계산되었다.
3. 초음파공명분광법으로 비교적 간단하게 탄성계수 및 음속의 계산이 가능하며 특히 본 실험 결과 피더관 연속 감시를 위해서 초음파법으로 두께를 측정할 경우 상온과 300°C 간에 3.1%의 차이가 나타나므로 신뢰성 있는 측정을 위해서 본 자료가 유용하게 사용될 것이다.

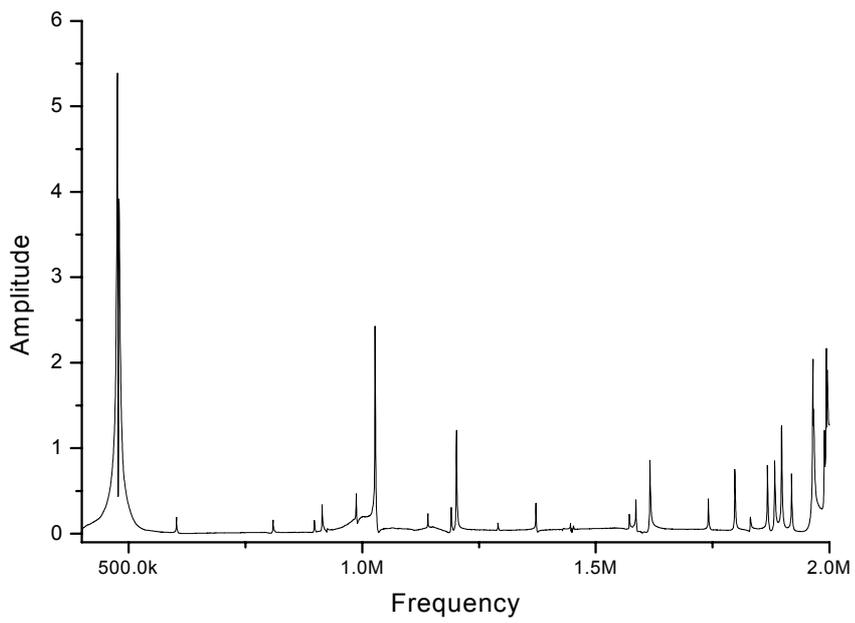


Fig. 8-1. Typical spectrum by resonant ultrasound spectroscopy.

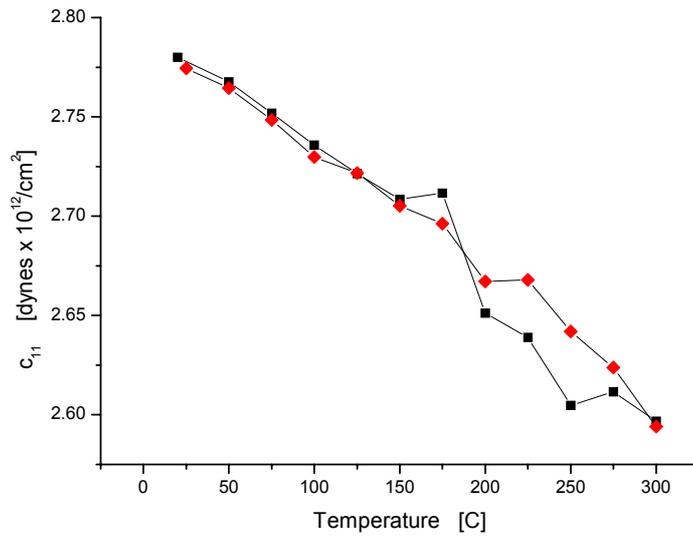


Fig. 8-2. Temperature dependence of elastic stiffness c_{11} of SA 106 Gr. B feeder pipe material.

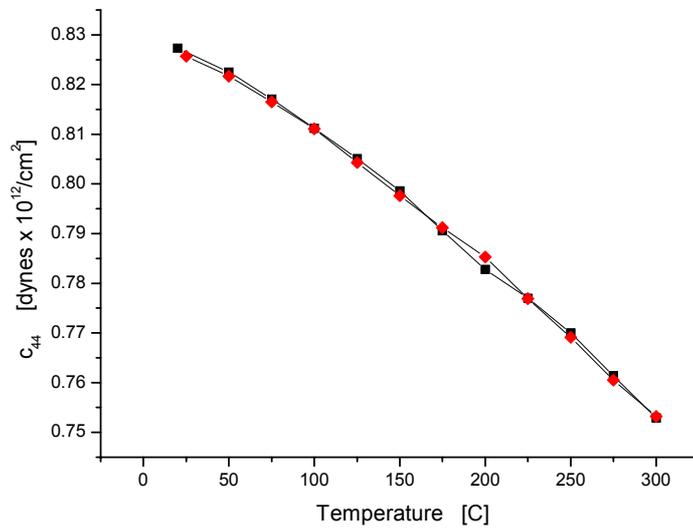


Fig. 8-3. Temperature dependence of elastic stiffness c_{44} of the SA 106 Gr. B feeder pipe material.

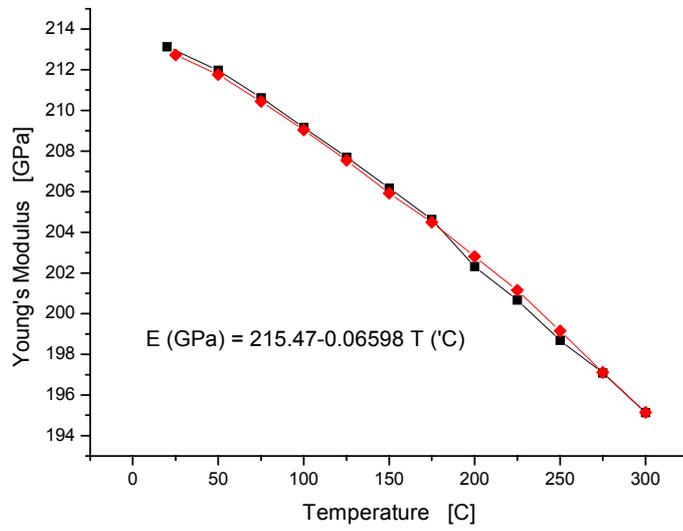


Fig. 8-4. SA 106 Gr. B 중수로 피더관 재료의 온도에 따른 Youngs modulus 변화.

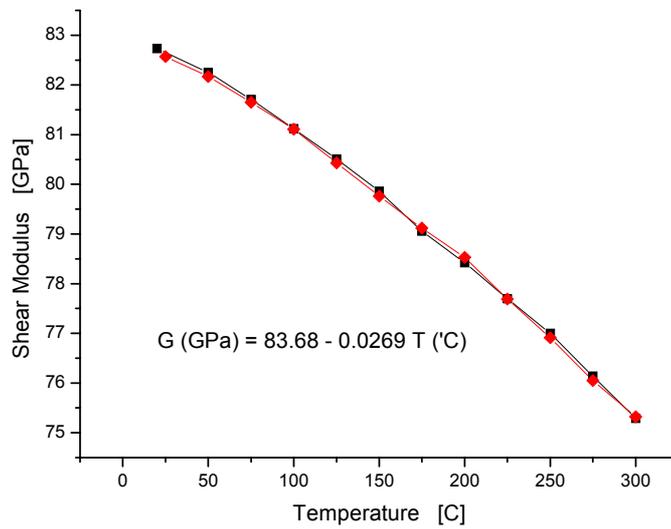


Fig. 8-5. SA 106 Gr. B 중수로 피더관 재료의 온도에 따른 shear modulus 변화.

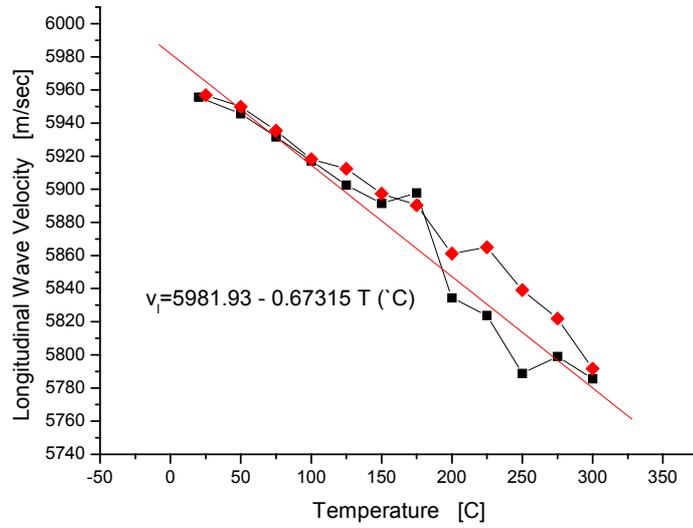


Fig. 8-6. SA 106 Gr. B 증수로 피더관 재료의 온도에 따른 종파 속도 변화.

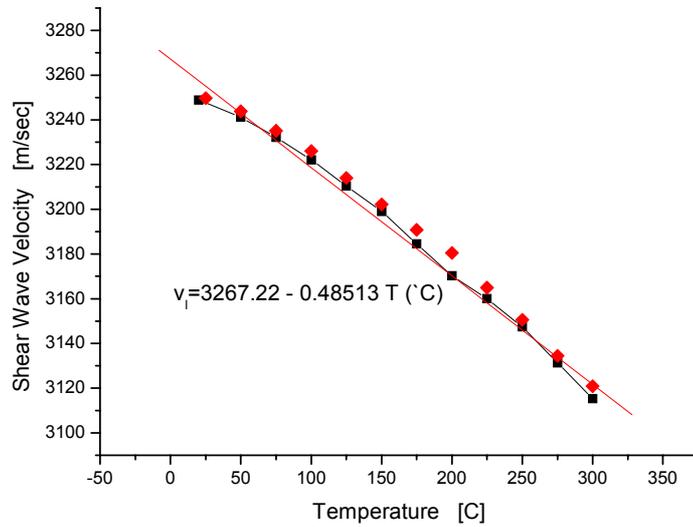


Fig. 8-7. SA 106 Gr. B 증수로 피더관 재료의 온도에 따른 횡파 속도 변화.

제 4 장 연구개발 목표 달성도 및 대외 기여도

제 1 절 단계별 연구개발 목표 달성도

당해 년도 연구 개발 목표로 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 실험 장치를 제작하고 Zr-2.5Nb 압력관 재료의 고온 이방성 탄성계수를 측정하고 수소 농도 의존성을 도출하는 것이었는 바 해당 실험 장치를 제작 완료하였고 Zr-2.5Nb 중수로 압력관의 이방성 탄성계수의 온도 의존성을 측정하였으며 수소 농도를 변수하여 온도에 따른 Q-factor 및 공진주파수를 측정함으로써 측정 인자들의 수소 농도 의존성을 확립하여 향후 비파괴적 수소 농도 측정 기술 개발에 대한 기초 자료를 제공하고 개발 가능성을 제시하였다.

제 2 절 기술 발전의 기여도

초음파공명분광법은 재료의 정밀 탄성계수 측정은 물론 미세 구조 변화에 대해서도 대단히 민감한 방법으로써 최근에 응용 분야가 확대되고 있는 기술이다. 본 과제에서 개발한 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 시스템을 적용하여 온도, 압력 등의 환경 변수 하에서 실험이 가능토록 하였다. 이로써 과거에는 측정하기가 어렵거나 거의 불가능하였던 고온 탄성계수, 이방성 재료의 고온 탄성계수 측정이 가능해졌다. 또한 공명 peak의 형태를 온도에 따라 측정할 수 있으므로 공명주파수의 온도의존성 및 Q factor (mechanical damping factor) 또는 internal friction의 온도의존성을 측정할 수 있게 되었다. 이러한 측정 변수들은 특히 재료의 미시적 변화, 재료 내에 존재하는 점 결함, 전위, 가공도 및 중성자 조사 취화 등의 미시적 변화를 탐지하는 데 사용될 수 있다. 원자료를 비롯한 원자력 구조물의 안전성을 확보하기 위해서는 운전 년수가 증가해 감에 따른 원자력 구조물의 열화 현상을 정확히 감시해야 하는 데 특히 중성자 조사에 의한 취화 현상을 손쉽게 알아내는 방법의 개발이 시급하다고 보겠다. 이러한 관점에서 본 초음파공명분광법을 적용한 미시적인 재료 물성 평가 기술을 개발함으로써 원자력 구조물의 안전성을 확보하는 데 기여하는 바가 크다고 하겠다.

제 5 장 연구개발 결과의 활용 계획

제 1 절 추가 연구의 필요성

본 연구에서 개발한 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광시스템으로 종래에 상온에서만 측정이 가능했던 것을 고온, 진공과 같은 다양한 환경 변수 하에서도 정밀 탄성계수 및 mechanical Q-factor의 측정이 가능하게 되었다.

앞으로 개발된 장비를 활용하여 다양한 원자력 재료의 물성을 측정하는 데 사용할 것이며 특히 중성자 조사에 의한 물성 변화를 측정하는 데 사용할 수 있을 것이다.

제 2 절 타 연구에의 응용

본 연구에서 개발된 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광 시스템은 고온에서 재료의 탄성 특성은 물론 미세적인 변화를 비교적 쉽게 측정할 수 있는 방법이므로 앞으로 각종 원자력 재료의 물성 측정 연구에 활용될 것이다. 특히 중성자 조사취화, 피로 파괴 등과 같은 원전 안전성과 직결되는 현상을 연구하는 데 사용됨은 물론 재료의 고차 상변태 또는 자기적, 전기적 상변태 특성 연구, 초전도체의 초전도 변태 특성 연구 등에도 사용된다. 또한 공명 현상을 이용한 각종 소형 정밀 부품의 비파괴 품질 검사, 용기 내용물의 비파괴적 식별 기술 등에도 응용될 수 있을 것이다.

제 6 장 참고 문헌

1. 정용무 외, “초음파공명분광법을 적용한 재료 물성 측정 기술” 연구보고서, KAERI/RR-2077/2000, 한국원자력연구소 (2001.1).
2. A. Migliori et al., *Physica B*, **183**, pp.1-24 (1993).
3. K. Kawasaki and A. Ikushima, *Phys. Rev. B* **1**, pp. 3143-3151 (1970).
4. M. Lei, G. W. Rhode, “Determination of anisotropic elastic constants of Si₃N₄ using resonant ultrasound spectroscopy”, Internal Report, Quatrosonic Inc.
5. R. Truell, C. Elbaum, B. B. Chick, “Ultrasonic Methods in Solid State Physics”, Academic Press (1969).
6. A. Granto and K. Lucke, “Theory of mechanical damping to dislocations”, *J. Appl. Phys.*, **27**, pp. 583 (1956).
7. A. S. Nowick, *Phys. Rev.*, **80**, pp. 249 (1950).
8. J. Weertman and E. I. Salkovitz, *Acta Met*, **3**, pp. 1, (1955).
9. G. Edwitt and J. S. Koehler, *Phys Rev*, **116**, pp.1113 (1959).
10. V. S. Postnikov, “Internal Friction in Metals”, Internal Friction in Metals and alloys, ed. V. S. Postnikov, Translated from Russian, Consultant Bureau, New York, pp.1-13 (1967).
11. A. S. Nowick, *Phys. Rev.*, **80** : pp. 249 (1950).
12. G. A. Alers and D. O. Thompson, *J. Appl. Phys.*, **32**: 283 (1961).
13. J. C. Swartz and S. Weertman, *J. Appl. Phys.*, **32** : 1860 (1961).
14. Harry I. McHenry and G. A. Alers, “Nondestructive Characterization of Embrittlement in Reactor Pressure Vessel Steels A Feasibility Study”, WRSIM '98(Water Reactor Safety Informattion Meeting), NUREG/CP-0157, 0162, pp.53-73 (1998).
15. 문종걸, 김주학, 홍준화, 이창희, *대한금속학회지*, **37** (8) pp. 1000 (1999).
16. 김주학, 윤의박, *대한금속학회지*, **36** (8) pp. 1329 (1998).
17. 정용무, 김주학, 홍준화, 정현규, *비파과검사학회지*, **20** (5) pp. 390 (2000)
18. Yong-Moo Cheong, Joo-Hak Kim, Jun-Hwa Hong, Hyun-Kyu Jung, “Dynamic

- elastic constants of weld of SA 508 Cl. 3 steel using resonant ultrasound spectroscopy”, 15th WCNDT, Rome, Italy (2000.10.15-20).
19. ASME B & PV Code Sec. II, Part A, SA 508 (1995).
 20. D. R. Ireland et al., ETI Technical Report No. 75-43, pp.5 (1975).
 21. Y.-M. Cheong, S. -K. Kwon, H, -K. Jung, J. Mater. Sci., 35, 1195 (2000).
 22. 김용채 외, 대한 금속재료학회지, 29, 866 (1991).
 23. M. L. Dunn, et al, J. Mech. Phys. Solids, 44, 1509 (1996).
 24. R. J. Roe, J. Appl. Phys., 36, 2024 (1965).
 25. H.J. Bunge, "Texhture Analysis on Materials Science", Translated by P. R. Morris, Butterworth & Co., p. 97, (1982).
 26. P. R. Morris, J. Appl. Phys. 40, p.447 (1969).
 27. E. S. Fisher and C. J. Renken, Phys, Rev., 135(2A) p. A482 (1964).
 28. 주기남, 권상철, 김영석, 원자력학회지, 30, p. 318 (1998).
 29. 김영석 외, “지르코늄 합금 개발“ 최종보고서, KAERI/RR-1766-96, 한국원자력연구소 (1997).
 30. V. Provenzano, P. Schiller, A. J. Schneiders, J. Nucl. Mater. 52, p. 75 (1974).
 31. J, H. Root, W. L. Fong, J. Nucl. Mater. 232, p. 75 (1996).
 32. CANDU-6 Station Information Bullitin, 96-2 Feeder wall thickness measurements.
 33. U. C. Lee, Findings and recommendations for Wolsong NPP from special inspection , Proc. 2000 KAIF/KNS/CAN CANDU Seminar, June 29, 2000, Seoul, Korea p.115 (2000).
 34. 이경수, 정일석, 홍승열, 원전 탄소강 배관의 두께 측정을 위한 연속감시장치 개발 , 한국원자력학회 2000 추계학술발표회 논문집 (2000).

서 지 정 보 양 식

수행기관보고서번호	위탁기관보고서번호	표준보고서번호	INIS 주제코드		
KAERI/RR-2151/2001					
제목 / 부제	초음파공명분광법을 적용한 재료 물성 측정 기술 개발 (II)				
연구책임자 및 부서명	정 용 무 (원자력재료기술개발팀)				
연구자 및 부서명	정현규(양자광학기술개발팀), 주영상(KALIMER기술개발팀), 심철무(하나로이용기술개발팀)				
출판지	대전	발행기관	한국원자력연구소	발행년	2001
페이지	83 p.	도표	있음(o), 없음()	크기	Cm.
참고사항					
비밀여부	공개(o), 대외비(), __ 급비밀	보고서종류	연구보고서		
연구위탁기관		계약 번호			
초록 (15-20줄내외)	<p>고온 탄성계수 측정을 위한 고온/진공/정밀하중제어 초음파공명분광시스템을 제작하고 SA508 Cl.3 원자로 재료, Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료, SA106 Gr. B 중수로 피더관 재료의 동적 탄성 계수, 초음파 속도를 초음파공명분광법으로 측정하여 탄성계수의 온도의존성을 조사하였다. 또한 Zr-2.5Nb 중수로 압력관 재료의 온도에 따른 Q-factor 및 공명주파수의 온도에 따른 미분값을 측정하여 수소 농도에 따른 영향을 조사하였다. 이 방법은 이방성 탄성계수를 정밀 측정함은 물론 고온 탄성계수 및 Q-factor 측정을 통하여 원자력 재료의 중성자 조사 취화를 포함한 열화 감시에 활용될 수 있을 것이다.</p>				
주제명키워드 (10단어내외)	초음파공명분광, 탄성계수, 재료 물성 평가, 원자력 재료				

BIBLIOGRAPHIC INFORMATION SHEET

Performing Org. Report No.	Sponsoring Org. Report No.	Standard Report No.	INIS Subject Code
KAERI/RR-2151/2001			
Title / Subtitle	Materials Characterization by Resonant Ultrasound Spectroscopy Method		
Project Manager and Department	Yong-Moo Cheong(Nuclear Materials Technology)		
Researcher and Department	H.K. Jung(Quantum Optics Lab.), Y.S. Joo(KALIMER), C. M. Sim(HANARO),		
Publication Place	Taejon	Publisher	KAERI
			Publication Date
			2001
Page	p. 83	Ill. & Tab.	Yes(o), No ()
			Size
			Cm.
Note			
Classified	Open(o), Restricted(), ___ Class Document	Report Type	Research Report
Sponsoring Org.		Contract No.	
Abstract (15-20 Lines)	<p>A high temperature, vacuum, and accurate load controlled resonant ultrasound spectroscopy(RUS) system was developed. The temperature dependency of dynamic elastic constants and ultrasonic velocity of SA 508 Cl.3 RPV materials, Zr-2.5Nb pressure tube materials and SA 106 Gr. B feeder pipe materials were measured by the RUS system. The temperature dependency of mechanical Q-factor and derivatives of resonance frequencies to temperature of ZR-2.5Nb materials were measured and correlated to the hydrogen concentration. It was confirmed that the RUS could be used to monitor the degradation of nuclear materials including neutron irradiation embrittlement through the measurement of dynamic elastic constants, elastic anisotropy, high temperature elastic constant and Q-factor.</p>		
Subject Keywords (About 10 words)	Resonant Ultrasound Spectroscopy, Elastic Constant, Material Characterization, Nuclear Materials		

주 의

1. 이 보고서는 과학기술부에서 시행한 원자력연구개발사업의 연구 보고서입니다.
2. 이 보고서 내용을 발표할 때에는 반드시 과학기술부에서 시행한 원자력연구개발사업의 연구결과임을 밝혀야 합니다.
3. 국가 과학기술 기밀유지에 필요한 내용은 대외적으로 발표 또는 공개 하여서는 아니됩니다.