

[논문] - 비파괴검사학회지
*Journal of the Korean Society
 for Nondestructive Testing*
 Vol. 21, No. 5 (2001. 10)

전기비저항을 이용한 금속합금 열화도 평가기술

Evaluation Technology of Degradation of Metallic Alloy using Electrical Resistivity

남승훈*, 유광민**, 류제천**

Seung Hoon Nahm*, Kwang Min Yu** and Jae Cheon Ryu**

초 록 재료의 노화에 의한 강도 및 인성 감소치를 정량적으로 평가하는 비파괴적 기법의 개발이 시도되고 있으며 전기비저항법도 그 중의 하나이다. 본 연구에서는 전기비저항법의 열화도 평가에의 적용성을 살펴보기 위해 먼저 6종 10 가지의 비자성 금속을 측정시료로 선택하여 직류 two-point probe법(혹은 2탐침법)으로 전기비저항을 계산한 결과와 비접촉식 와전류 방법으로 전기비저항을 측정한 결과를 서로 비교하였다. 또한, 1Cr-1Mo-0.25V강에 대하여 비파괴적 측정 방법인 four-point probe 방법(혹은 4탐침법)을 사용하여 얻은 결과와 기존의 2탐침법을 사용하여 얻은 결과를 서로 비교하여 현장에서의 4탐침 기술의 적용 가능성을 살펴보았다. 1Cr-1Mo-0.25V강에 대하여 2탐침법으로 구한 비저항값과 4탐침법으로 구한 비저항 측정값의 차이는 0.6 %였다. 따라서 4탐침법을 사용하여 현장에서 금속소재의 열화도의 비파괴적 평가가 가능하다고 사료된다.

주요용어: 전기비저항, 2탐침법, 교류 와전류법, 4탐침법, 1Cr-1Mo-0.25V강

Abstract: Developments of nondestructive evaluation techniques for reduction of strength or toughness by aging of material have been carried out, and the method using electrical resistivity is one of them. In this study, to examine the application of electrical resistivity to the evaluation of degradation of metallic alloy, ten different non-magnetic materials were selected as test materials. Electrical resistivities measured by DC two-point probe method and those measured by non-contact type eddy current method were compared with each other. In addition, to examine the application possibility of four-point probe technology in field, the electrical resistivities for 1Cr-1Mo-0.25V steel measured by DC two-point probe method and four-point probe method were compared with each other. Differences between two measured values for the 1Cr-1Mo-0.25V steel were 0.6%. Therefore, the four-point probe method can be applied to the estimation of the degradation of metallic alloy.etc.

Keywords: electrical resistivity, DC two-point probe method, eddy current method, four-point probe method, 1Cr-1Mo-0.25V steel

1. 서 론

고온에서 사용되는 플랜트 설비는 사용시간이 경과함

에 따라 경년열화 현상을 겪으며 재료의 인성과 강도가 점차로 변하여 간다. 이렇게 사용중인 설비의 수명을 평가하기 위하여 재료의 인성 및 강도의 열화 상태를 비파

(접수: 2001. 9. 6) * 한국표준과학연구원 산업측정표준부 강도평가그룹(Group of Strength Evaluation, Korea Research Institute of Standards and Science, Taejon 305-340), ** 한국표준과학연구원 전자기표준부 전기자기그룹

과적으로 측정하는 기술이 필요하다[1, 2]. 지금까지 국내에서도 재료의 노화에 의한 강도 및 인성 감소치를 정량적으로 평가하는 비파괴적 기법의 개발이 시도되었으나 그 성과는 아직 미진한 실정이다. 최근에 와서 새로운 기술을 개발하기 위하여 여러 가지 방법으로 열화도를 평가하고자 하는 시도가 있었으며 전기비저항법도 관심을 받고 있는 기술중의 하나이다. 그러나 일부 강종의 초기 크리프 손상의 경우 조직사진 자체로는 미세조직 변화의 식별이 어렵고 구조용 강재의 전기비저항 값이 작아서 열화 손상에 의한 미세조직 변화에 수반되는 전기비저항의 변화량은 수 $\mu\Omega\text{cm}$ 이기 때문에 전기비저항의 미세한 변화를 비파괴적으로 정밀하게 측정하는 기술이 요구된다[3].

전기산업에서 비저항 정밀측정의 필요성은 구리선에 대하여 일찍부터 인식되었으며, 이에 따른 연구결과가 최초로 공식적인 세계표준으로 받아들여진 것은 1914년 3월 Boeing사가 발행한 보고서로 그 내용의 일부에서 비저항의 정의는 “20°C에서 길이 1m, 일정한 단면적 1mm²을 가진 표준 열처리된 구리선의 1/58ohm = 0.017241...ohm”로 발표되었다. 그 후 이 값을 100 %IACS (International Annealed Copper Standard)로 정의하였고, 금속산업의 발달과 함께 구리선 이외의 다른 금속에 대한 연구도 많이 진행되고 있다. 또한 항공, 선박, 자동차, 철강, 철도산업 등에서는 신금속 소재를 계획적으로 개발하고 있으며, 이때 전기비저항은 기본적이면서도 필수적인 특성이므로 전기비저항 측정에 관한 산업계의 관심과 요구도는 점증하고 있다. 특히, 강종, 구리 및 알루미늄과 같은 금속합금은 그 합금성분이 미량만 바뀌어도 역학적, 전자기적 특성이 전혀 달라지므로 전기비저항을 정밀하게 측정하여 역으로 그 합금성분을 추정하는 연구도 많이 진행되고 있다[4,5].

전기비저항을 측정하는 방법들 중 보편적으로 사용되는 방법은 크게 직류 2탐침법[6]과 교류 와전류 방법 등 두 가지로 나뉘어진다. 특히, 비파괴적으로 전기비저항을 정밀측정하는 직류 방법으로는 4탐침법[7]이 있다. 일반적으로 사용되는 4탐침법은 ASTM F 84 규격[7]에 나와 있는 바와 같이 single-configuration 방식에 기초를 두고 있으며, 최근에 대두되는 dual-configuration 방식 4탐침법은 ASTM F 1529[8]에 자세히 나와 있다.

본 연구에서는 6종 10가지의 비자성금속을 측정시료로 선택하여 2탐침법으로 비저항을 정밀측정한 결과와 비접촉식 와전류 방법에 의한 전기비저항을 측정한 결과를

서로 비교·검토하였다. 측정시료의 종류는 pure-copper 1종, deoxidized-copper 3종, Al-6061 1종, Al-2024 1종, brass 3종, titanium-64 1종으로 총 12종이다. 이때 pure-copper만은 직경 45 mm, 길이 500 mm인 봉의 형태로 이루어졌고, 나머지 모든 금속은 500 mm(길이)×50 mm(폭)×8 mm(두께)의 막대(bar)형이다. 또한, 본 연구에서는 1Cr-1Mo-0.25V강에 대하여 비파괴적 측정 방법인 4탐침법을 사용하여 기존의 2탐침법을 사용한 결과와 서로 비교하여 현장에서 4탐침 기술의 적용 가능성을 살펴보았다.

2. 전기비저항 측정법

2.1. 2탐침법을 이용한 전기비저항 측정법

금속시료 전기비저항의 정밀측정을 위하여 Fig. 1과 같은 2탐침법을 사용하였다. 즉 voltage/current calibrator(Fluke 382A)를 사용하여 probe 1과 2를 통하여 시료의 양단에 1 A의 전류를 흘려주며 probe 3과 4의 양단에 걸리는 전압을 nano-voltmeter(Keithley 181)로 측정하여 저항값(R)을 알 수 있다. 혹은 Burster사의 RESISTOMAT(type 2304)로서 저항을 직접 측정할 수도 있다. 이때 주울 heating을 피하기 위하여 시료에는 순간적으로 전류를 흘려주었으며, probe 3과 4 사이의 거리(l)는 베어니어 캘리퍼스와 500 mm 금속자리를 사용하여 측정하였다. 또한 시료마다 전압측정 probe 3과 4사이의 간격을 100 mm, 200 mm, 300 mm, 400 mm로 점차적으로 변화시키고, 전류를 +, -로 교대로 흘려주며

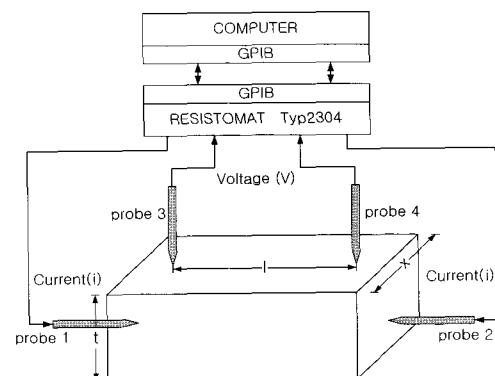


Fig. 1 Measurement method of electrical resistivity using DC two-point probe

각각의 평균값을 구하였다. 그리고 전기비저항은 온도에 민감하게 의존하는 값이므로 모든 측정은 $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 의 범위내의 온도를 유지하는 실험실 내에서 행해졌다. 이러한 방법으로 측정된 저항값으로부터 식 (1)에 의해 전기비저항을 계산할 수 있다.

$$\rho = R \left(\frac{S}{l} \right) \quad (1)$$

식 (1)의 ρ 는 시료의 전기비저항($\rho: \mu\Omega \cdot \text{cm}$), R 은 측정 저항, S 는 시료의 단면적, l 은 전압측정 probe 3과 4간의 거리이다. 그리고 전기전도도는 식 (2)와 같이 구할 수 있다. 본 연구에서는 식 (3)과 같이 금속의 전기비저항(혹은 전기전도도)을 어닐링된 pure-copper의 전기비저항(혹은 전기전도도)을 100%로 정했을 때의 %IACS 단위로 구하였다[6]. 식 (3)에서 1.7241은 어닐링된 pure-copper의 비저항값이다.

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (2)$$

$$\%IACS = \left(\frac{1.7241}{\rho} \right) \times 100 \quad (3)$$

이와 같은 방법으로 얻어진 각 금속의 전기비저항 측정결과는 Fig. 2와 같다.

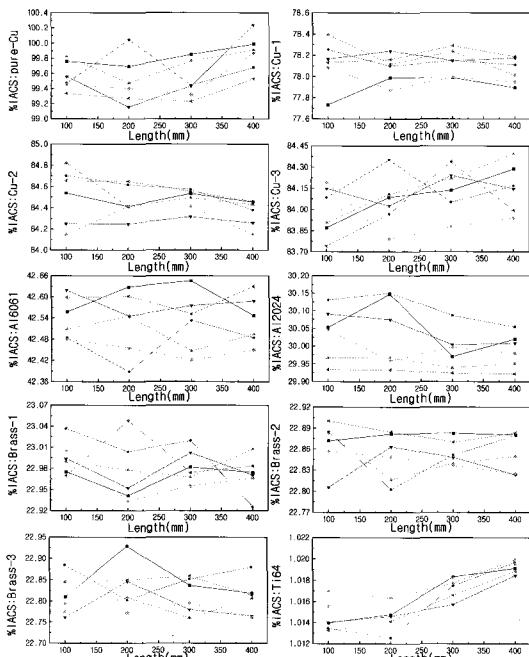


Fig. 2 Electrical resistivity of metallic alloys measured by DC two-point probe

Fig. 2에서 x축의 거리(length)는 전압측정 probe 3과 4간의 거리이며, y축의 %IACS는 4개월동안 20 일 간격으로 6회에 걸쳐 측정한 값들이다. Fig. 2에서 알 수 있듯이 같은 종의 금속(특히 copper)내에서도 각기 다른 값을 가지고 있음을 알 수가 있다. 이는 전기비저항이 열처리과정과 장력강도에 의존하는 값임을 고려할 때 금속의 제조과정에서 열처리와 가공과정에서 생긴 차이점이 이러한 오차의 원인임을 알 수 있다. 또한, 측정 불확도를 계산한 결과, 사용된 시편들 전체적으로 표준 불확도 uA 는 0.10% 이하임을 고려할 때, 시스템 오차인 $uB = 0.60\%$, 합성 불확도 $uC = 0.61\%$, 총 불확도 $U=1.22\%$ 가 된다. 이 불확도의 값은 정밀측정값으로는 큰 편이다. 이러한 큰 불확도의 발생원인은 시료의 특성, 측정환경, 측정시스템 등으로 나누어 생각해 볼 수 있다. 이 중에서 앞의 두 원인은 뒤에 다시 논의하기로 하고, 우선 측정시스템의 요인에 대해 측정기별로 나누어 살펴볼 수 있다. 즉 측정시스템에서 전류원인 Fluke 382A voltage/current calibrator의 불확도는 0.20%, 전압측정기기인 Keithley 181 nano-voltmeter의 불확도는 0.10%, probe간 거리의 불확도는 0.05%, 단면적의 불확도는 0.55%이다. 따라서 본 연구에서 베어나리 캘리퍼스로 측정한 금속시편의 단면적이 가장 큰 불확도의 원인이 된다는 것을 알 수 있다.

2.2. 비접촉식 와전류를 이용한 전기비저항 측정

2탐침법에 의한 정밀측정결과와 비교하기 위해 eddy current[9, 10]를 이용한 비접촉식 전기비저항 측정기기인 Sigmatest D($\pm 1\%$ 의 절대정확도)를 이용하여 전기비저항을 측정하였다. Fig. 3과 같이 평행하고 semi-infinite한 금속표면에 수직으로 놓인 진동수 f 의 N 회 감은 코일의 impedance를 간단히 표시하면 식 (4)와 같다[11].

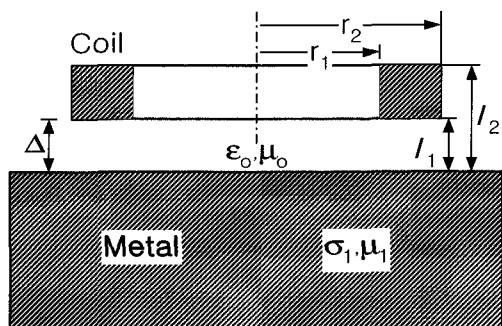


Fig. 3 Measurement principle of noncontact eddy current method

$$Z_{Coil} = \frac{i\omega N^2 r \mu}{(\ell_2 - \ell_1)^2 (r_2 - r_1)^2} \int_0^\infty \frac{1}{a_0^3 a^3} f^2(r_1, r_2) \times [A(\Delta, r_1, r_2, d_c)] \dots \quad (4)$$

$$a_0 = [\alpha^2 - r^2 \omega^2 \mu_0 \epsilon_0]^{1/2} \dots \quad (5)$$

여기서 α 는 적분변수, μ_0 는 빙공간의 투자율, ϵ_0 는 전공의 유전율, J 는 Bessel 함수, A 는 변수들의 다항식이다. 이때 금속이 비자성이며, 코일의 반경이 0.01m 이고, 주파수가 100kHz 일 때 식 (5)의 $r^2 \omega^2 \mu_0 \epsilon_0$ 의 값은 8×10^{-10} 보다 작은 값이다. 그러므로 식 (5)의 $r^2 \omega^2 \mu_0 \epsilon_0$ 항을 무시하면 $a_0 = \alpha$ 로 가정할 수 있다. 이러한 가정 하에 식 (4)의 코일의 impedance는 lift-off(Δ), 금속의 전기전도도($\sigma = \frac{1}{\rho}$), 진동수(f)만의 합으로 나타낼 수 있다. 그리고 lift-off와 $\omega\sigma$ 가 항상 일정한 값을 유지한다면 코일의 inductance로부터 금속의 전기비저항 혹은 전기전도도를 측정할 수 있다. 즉 다른 전기전도도의 금속들에서 다른 두 진동수의 코일 inductance를 L_1, L_2 라 할 때, $\omega\sigma$ 가 일정하다면 코일의 inductance는 변하지 않을 것이다. 즉 식 (5)는 식 (6)과 같이 전개할 수 있다. 즉 식 (6)에 의하면 진동수의 합으로 전기전도도를 측정할 수 있다.

$$\omega\sigma = \text{const}, \quad L_1 = L_2, \quad R_2 = (\omega_2/\omega_1)R_1 \dots \quad (6)$$

예를 들어 측정하고자 하는 금속의 전기전도도를 σ' , 진동수를 f 이라 하면 식 (6)에 따라서 식 (7)과 같이 유도할 수 있다.

$$\sigma' = \sigma_{std} \times \left(\frac{f_{std}}{f'} \right) \dots \quad (7)$$

식 (7)로 부터 코일 진동수 f 을 측정함으로써 금속의 전기전도도 σ' 을 계산할 수 있다. 이때 반드시 σ_{std} , f_{std} 을 결정하기 위하여 표준시료로 보정한 뒤에 측정을 하여야 한다. 이 표준시료를 eddy-current CRM(certified reference material)으로 명칭한다. 일반적인 측정시스템은 저항 R 과 인덕턴스 L 로 구성된 eddy-current bridge를 이용하여 f 에 따른 코일의 인덕턴스 L 을 측정하여 금속의 전기전도도 또는 전기비저항을 결정한다.

위와 같은 원리로 제작된 비접촉식 전기비저항의 측정기기인 Sigmatest D의 측정방법을 Fig. 4에 나타내었으며, 먼저 101.09%, 46.42%, 1.038%IACS의 표준시료

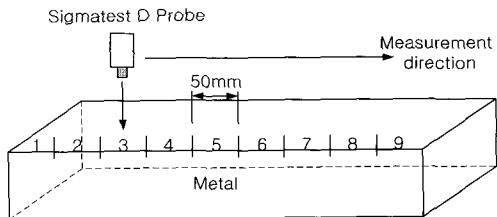


Fig. 4 Measurement configuration for eddy current method

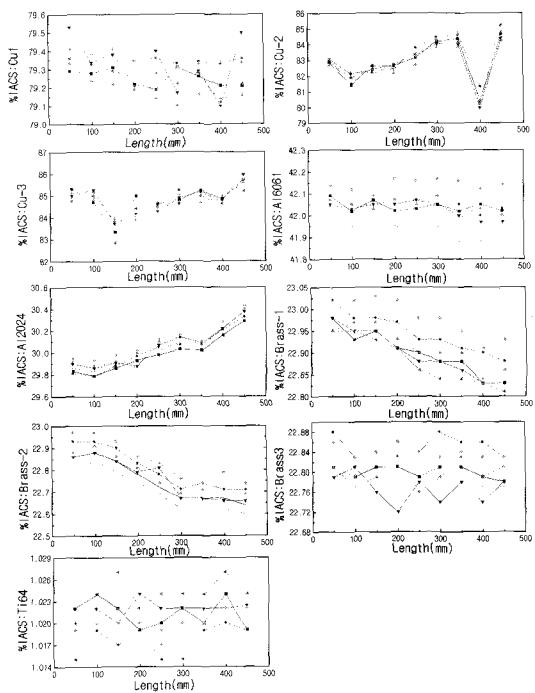


Fig. 5 Electrical resistivity of metallic alloys measured by eddy current method

(미국 ZETEC사)에 대하여 probe를 보정하였다. 그리고 Fig. 4와 같이 시료를 50mm 간격으로 9군데로 나누어 원쪽에서 오른쪽으로 이동하며 각 지점에서 전기비저항을 측정한 뒤에 이 결과를 평균하였다. 모든 측정은 앞서와 동일하게 $23 \pm 1^\circ\text{C}$ 를 유지하는 실험실내에서 이루어졌으며, 측정 주파수는 60kHz를 유지하였다. 그러나 pure-copper는 원통형이므로 probe를 바로 접촉시킬 수 없어서 원통의 일부를 5mm 두께로 잘라서 45mm(직경) \times 5mm(두께)의 3개의 원판을 만들어 측정하였다. 측

정결과는 Table 1에 나타내었다.

Fig. 5에서 x축의 거리(length)는 Fig. 4에서 금속시료의 원쪽 가장자리부터 eddy-current probe까지의 거리이며, y축의 %IACS는 6회에 걸쳐 측정한 값들이다. 결과를 보면 4단자법에 의한 결과와는 달리 copper-2, copper-3와 같은 시료는 한 측정지점에서 큰 특이점을 보여주고 있으며, Al2024나 brass-2와 같은 시료는 위치에 따라 %IACS가 연속적으로 증가하거나 감소하는 현상을 나타내고 있다. 이외의 다른 금속들은 이러한 특이한 형태를 보여주지 않는다. 이와 같은 결과가 나타나는 원인은 앞서 언급한 측정오차의 여러 요인 중 시료의 특성이 가장 큰 원인이 되는 것으로 생각된다. 특히, hard spots, voids, inclusion에 의한 불규칙한 전기비저항과 미세한 흠이나 금(flaws)이 원인이 될 수 있고, 금속표면의 정밀 가공 정도도 영향을 주며, aging(노화)과 grain direction(결정립 방향), stratification(성층) 등이 주 원인으로 작용하는 것으로 알려져 있다[12].

2.3. 결과 및 검토

결론적으로 앞의 측정결과들을 측정일에 따른 평균 전기비저항을 비교·검토하기 위해 2탐침법과 비접촉식에 의한 측정평균값을 Table 1에 정리하였다. Table 1의 두 번째 행(①)과 세 번째 행(②)의 표준 불확도는 각 측정법에 따른 평균 측정값에 대한 평균 불확도이며, 네 번째 행의 오차는 2탐침법과 비접촉식의 측정법에 따른 오차를 나타낸다. 측정결과를 보면 brass, Al2024, Ti64등은 측정방법에 의한 전기비저항의 차이가 최대 $\pm 0.5\%$ 이내

로 일치하고 있으나, Al6061과 Cu등은 최대 $\pm 1.5\%$ 까지 오차가 발생한다. 그 원인은 앞서 간단히 언급했듯이 시료의 특성, 측정환경, 측정시스템에 의한 오차의 발생으로 나눌 수 있으며, 각각에 대하여 오차를 발생시키는 원인과 정밀측정을 위한 보정방법을 검토하였다.

먼저 시료의 특성으로, CRM용으로 사용하기 위한 금속시료는 금속 내부가 균질하고, 특히 측정 probe와 접촉하는 금속표면이 깨끗하고 평행하도록 정밀하게 처리되어야 한다. 또한 측정 시에는 시료의 노화와 함께 결정립 방향, stratification을 고려하거나 보정해주어야 한다. 둘째 측정결과에 큰 영향을 미치는 요인중의 하나가 실험실 내의 환경이다. 공기 중에 놓여진 금속은 주변의 공기흐름에 발생하는 공기전류(air currents)에 의해 금속시편의 다른 부분들 사이에 온도차가 생겨서 큰 실험오차의 원인이 된다. 이를 보정하기 위해서는 일정한 온도를 유지하는 기름용액이 담긴 상자 속에 금속시료를 넣고 밀폐시킨 상태에서 측정하므로써, air currents와 어떠한 복사력도 피하여 정밀한 측정을 할 수 있다. 또한 측정기기에 발생하는 전자기파 노이즈의 완벽한 차폐에 대한 방법도 고려하여야 할 것이다.셋째로 측정시스템의 문제이다. 먼저 4단자법에 의한 측정에서 가장 큰 불확도를 가지는 길이를 벼어나니 캘리퍼스 대신에 레이저-간섭계로 측정한다면 측정 불확도를 크게 줄일 수 있을 것이다. 비접촉식 측정에서는 식 (6)에서 살펴보았듯이 lift-off(Δ) 가 일정해야 한다. 그러나 측정에서 큰 오차 요인의 하나가 이 lift-off(Δ)의 차이에 의해 발생한다. 그러므로 이러한 lift-off(Δ) 효과를 최대한 줄이면서 측정한다면 측정 불확도를 크게 줄일 수 있다. 또한 정밀한 probe의 설계와 bridge회로의

Table 1 Measurement results of electrical resistivity of metallic alloys

specimen	Measured value $\pm u_A(\%)$ (two-point probe) ①, %IACS	Measured value $\pm u_A(\%)$ (Sigmatest D) ②, %IACS	Error $[(\text{①}-\text{②})/\text{①}] \times 100 (\%)$ ③
Pure-copper	99.60 ± 0.071	100.09 ± 0.015	- 0.49
Copper (Deoxidized Copper)	78.10 ± 0.059	79.28 ± 0.035	- 1.51
	84.45 ± 0.066	84.77 ± 0.564	- 0.38
	84.09 ± 0.096	82.92 ± 0.244	+ 1.39
Al 6061(Al - Cu)	42.53 ± 0.047	42.04 ± 0.026	+ 1.15
Al 2024(Al - Mg - Si)	30.02 ± 0.059	30.04 ± 0.192	- 0.07
Brass (Cu - Zn)	22.98 ± 0.064	22.94 ± 0.072	+ 0.17
	22.86 ± 0.044	22.78 ± 0.139	+ 0.35
	22.82 ± 0.074	22.81 ± 0.028	+ 0.04
Ti 64(IMI318) (Ti90.0-Al6.0-V4.0)	1.016 ± 0.098	1.021 ± 0.055	- 0.49

(u_A : Type A standard uncertainty)

제작은 근본적인 요소가 될 것이다. 본 연구에 나타난 여러 비자성 금속들의 두 방식에 의한 전기비저항 측정결과의 차이가 모두 1.5% 이내에 있었다.

2.4. 2탐침법에 의한 불확도 산출

다음은 본 연구에서 실시한 금속 및 합금에 대한 전기비저항 측정값과 그에 따른 측정불확도들을 나타낸 것이다.

1) A 형 표준불확도 : 4개월 동안 20일 간격으로 6회에 걸쳐 전류/전압법으로 측정한 비저항값에 대한 것으로서 Table 1과 같다.

2) B 형 표준불확도 :

가) 저항측정 정확도(u_{B_1}) :

- 전류/전압법의 경우 : Fluke 382A voltage/current calibrator 0.2%, Keithley 181 nanovoltmeter 0.1%
 - 저항측정기의 경우 : Burster RESISTOMAT 2304 0.03%(최대오차)

나) 전압탐침(probe) 간격 | 측정 정확도(y_m) :

0.13% (최대 오차) ($L=400\text{mm}$)의 결운로션

$$\frac{0.5 \text{ mm}(\text{철자의 오차})}{400 \text{ mm}(\text{전압탐침 사이거리})} = 0.00125$$

다) 시편 단면적 측정정확도(u_{B3}) : 0.13%

- 최소두께 8mm의 경우 : 0.13%

$$\left(\frac{0.01 \text{ mm}(\text{벼어나리오차})}{8 \text{ mm}(\text{최소두께})} = 0.00125 \right)$$

- 폭 50 mm의 경우 : 0.02 %

$$\left(\frac{0.01 \text{ mm(벼어니어오차)}}{50 \text{ mm(시편폭)}} = 0.0002 \right)$$

3) 합성표준 불확도

가) 전류/전압법의 경우 : 0.30%(Ti 64의 경우 0.31%)

나) 저항측정기의 경우 : 0.20%(Ti 64의 경우 0.21%)

4) 확장불확도(95.5 % 신뢰도에서 $k=2$)

가) 전류/전압법의 경우 : 0.60% (Ti 64의 경우 0.62%)

나) 저항축정기의 경우 : 0.40% (Ti 64의 경우 0.42%)

3. 현장적용을 위한 4탐침법

3.1. 실험

3.1.1 4탈침법의 측정워리

기준의 2탐침법에 의하면 시편의 양 끝에 전류 단자를 접합하고 그 사이의 임의의 두 지점 사이에서의 전압을 두 probe를 압착하여 측정한 뒤 두 probe 사이의 거리를 측정하고, 시편의 두께와 폭을 측정하여 전기비저항을 결정한다. 이 방법은 측정할 때 시편에 접합해야 하는 단점이 있으므로, Fig. 6과 같이 전류와 전압 단자로서 같은 간격을 가지는 4개의 압착식 point probe(구성 A, single-configuration)를 사용하여 그 probe들을 한번에 내려서 압착하여 다음과 같은 간단한 식에 의하여 전기비저항을 측정한다.

$$\rho(\text{비자항}) = \text{RS(면자항)} \times \text{시편두께}, \quad R_S = K_a \cdot R_a \quad \dots \quad (8)$$

여기서 Ka 는 기하학적 보정인자이고, $Ra = V(23)/I(14)$, $Rb = V(24)/I(13)$ 로서 두 전압 probe 사이에서 측정된 저항을 나타낸다. dual-configuration(구성 A, B로 엮어짐)의 경우 Ka 를 다음 식으로 나타낼 수 있다.

$$K_a = -14.696 + 25.173 \left(\frac{R_a}{R_b} \right) - 7.872 \left(\frac{R_a}{R_b} \right)^2 \dots \dots (9)$$

따라서, 식 (8)에서 시편의 형상에 따른 기하학적 보정 인자를 결정하고 시편 저항값 및 시편 두께를 측정하여 전기비저항을 결정할 수 있다. 실제 현장 적용의 경우 두께를 포함한 기하학적 보정인자를 나타내는 식을 적용하면 단지 저항만 측정하여 비저항을 바로 알 수 있다.

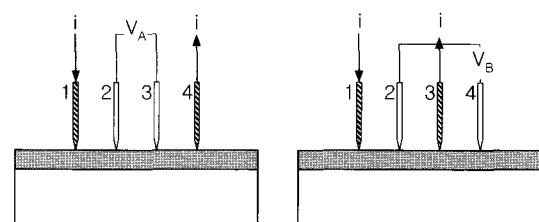


Fig. 6 Configuration A(left side) and configuration B(right side)

3.1.2. 실험장치

전기비저항 측정장치는 Fig. 7과 같이 four-point probe (영국 Jandell 모델의 TC-100-100, probe spacing : 1.59mm) 와 정밀 전류원(독일 Burster 6426, 정확도 : 0.1%) 및 전압계(미국, Datron 1281, 정확도 : 0.001%)로 구성된다.

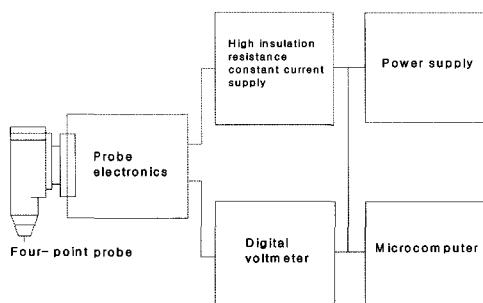


Fig. 7 Block diagram of KRISS measuring system

3.1.3. 시험편

시험에 사용된 강재는 화력발전소 터빈로터에 많이 사용되는 1Cr-1Mo-0.25V 강이며, 실제로 열화된 재료의 미세조직과 유사한 미세조직을 갖는 시료를 얻기 위해서서 인위적으로 실제 사용온도(538°C)보다 높은 온도(630°C)에서 등온 열화 처리하였으며, 폭 5mm, 두께 1mm, 길이 55mm인 박판형 시험편을 사용하였다.

3.2. 실험결과 및 검토

시험편의 채취방향에 따른 전기비저항의 변화를 알기 위하여 Fig. 8과 같이 시험편을 채취하였다.

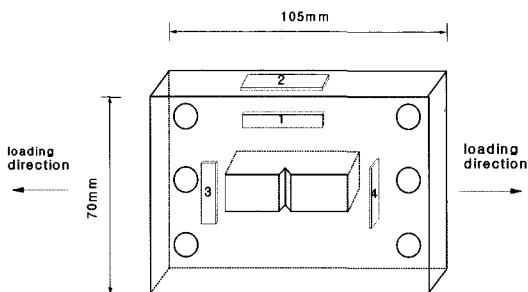


Fig. 8 Sampling orientation of electrical resistivity specimens

3.2.1. 기하학적 보정인자의 결정

75,000과 100,000 시간 시효 열화된 부하재의 전기비저 항을 4탐침법으로 측정하였으며 이때 사용된 시험편의 두께와 폭은 베어니어 캘리퍼스(0.05mm의 정확도)로 측정하였으며 측정값은 Table 2와 같다. 시험편에 대한 4탐침 측정은 기하학적 보정을 필요로 하며 수 mm 이하의 두께를 가지는 사각형 혹은 원형의 재료에 대하여 그 재료의 크기와 두께 및 탐침간격에 따른 기하학적 보정인자가 구해져 있는 Smits의 보정 표[13]에 나와있는 데이터를 polynomial fitting(9th order)하여 보정인자를 구하였으며, 그 계산값은 Table 2에 기록되어 있다. 그리고 보정인자 C의 곡선 식은 다음과 같다.

여기서 X는 (시험편 폭)/(probe 간격)을 나타내며, probe 간격은 1.59mm이다. 사용된 probe head의 type은 tungsten-carbide tip이고, tip 반경은 $100\mu\text{m}$, tip 압력은 100g이다.

Table 2 Geometric correction factor

Specimen	Thickness (mm)	Width (mm)	Correction factor
75,000-1	1.04	5.20	2.863
	-2	5.08	2.819
	-3	5.02	2.756
	-4	4.98	2.782
100,000-1	1.04	5.13	2.837
	-2	5.08	2.819
	-3	5.04	2.804
	-4	4.95	2.770

3.2.2 4탈침법에 의한 비저항 측정결과

4탐침법을 사용한 비저항 측정값은 식 (8)에서 구하였다. 식 (8)에서 보듯이 시험편의 저항값을 알면 보정인자와 시험편 두께로부터 비저항은 결정되므로 먼저 시험편 저항을 측정 하였으며 그 결과를 Table 3에 나타내었다. Table 3에 나와 있는 a, b, c는 길이 50mm 시험편에 대한 4탐침의 측정위치를 나타내는 것으로서 a와 c는 시험편 끝에서 10 mm 떨어진 위치이고 b는 중앙에서 측정된 위치이다. Table 3에서

Table 4 Average value of electrical resistivity of 1Cr-1Mo-0.25V steel by four-point probe method

Specimen	a	b	c	Average resistivity ($\mu\Omega\text{ cm}$)
75,000-1	29.18	27.69	26.68	27.85
	-2	24.96	25.83	25.52
	-3	24.69	24.70	24.96
	-4	25.63	25.43	25.54
100,000-1	28.29	27.74	27.14	27.72
	-2	25.62	26.19	25.58
	-3	25.38	25.74	25.62
	-4	25.30	25.00	24.98

Table 5 Uncertainty estimation of KRISS resistivity measurement system

Type B uncertainty
- probe spacing accuracy 0.3 %
- geometrical correction <0.1 %
- electrical circuit accuracy 0.1 %
- thickness accuracy 0.3%
Total Uncertainty : 0.45 % (RSS, 1σ)

Table 6 Uncertainty of thickness(t), width(w), probe spacing(s), electrical resistance(R) and resistivity(ρ) by DC two-point probe method

	t (mm)	w (mm)	s (mm)	R ($m\Omega$)	(ρ) ($\mu\Omega\text{ cm}$)
Measuring value	0.95	4.98	17.81	0.9675	25.7
Uncertainty	2 %	0.6 %	0.2 %	0.06 %	2.1 % (RSS, 1σ)

구한 저항값과 Table 2에서 구한 두께 및 보정인자로부터 전기비저항을 구하였으며 Table 4에 그 결과를 나타내었다. 여기서, Table 3의 밀출친 값들은 다른 값들에 비하여 수 % 이상의 편차를 보여 그 값들은 버렸으며, 표에서 나타난 수치들은 각각의 위치에서 3번씩 측정한 값들의 평균 값들이다. Table 4에서 구한 각 시험편별 비저항 값들의 Type A 표준불확도는 전체적으로 0.1 - 1.3% 이내에 있었고 본 연구에서 사용된 4탐침 측정 시스템의 Type B 불확도는 Table 5와 같다. 전체 불확도의 산출은 1992년 ISO/IEC/OIML/BIPM에서 공동으로 발간한 "Guide to the expression of uncertainty in measurements"에 근거하여 구하였다. 그렇게 구하여진 전체 합성불확도는 Type A와 Type B의 RSS(Root Sum Square)인 1.34%이며, 전체 불확도 혹은 확장 불확도는 합성불확도의 두 배인 2.68%가 된다. Table 4에서 나타나듯이 1번 방향에서 가장 큰 값이 나왔으며 다른 방향에서의 전기비저항값에 비해 약 10% 정도 높았다. 그리고 1번 방향을 제외하고는 3번과 4번 방향에서의 전기비저항이 가장 작게 나타났다. 따라서 시험 편 채취시 방향성에 유의해야 한다.

3.2.3. 2탐침법에 의한 전기비저항 측정결과

항온유조내에 직류 4 단자와 75,000-4의 시험편을 담구어 전기비저항을 측정하였으며 전류는 0.06 %의 정확도를 가지는 Fluke 382 A 정전류원으로 직류 1 A를 흘리고 전압은 0.01 % 정확도를 가지는 Datron 1281 DVM으로 측정하였다. Table 6은 2탐침법에 의한 전기비저항 측정결과를 나타낸다.

Table 3 Electrical resistance of Cr-Mo-V steel by four-point probe

Resistance value (unit : $m\Omega$)			Resistance value (unit : $m\Omega$)			
Sample	a	b	Sample	a	b	
75,000-1	0.09765	0.09305	0.09005	0.09490	0.09365	0.09185
	0.09740	0.09230	0.08945	0.09650	0.09380	0.09315
	0.09890	0.09360	0.08930	0.09630	0.09460	0.09100
75,000-2	0.08775	0.09065	0.08840	0.08700	0.08860	0.09085
	0.08490	0.08880	0.08875	0.08485	0.08205	0.08585
	0.08525	0.08740	0.08905	0.08780	0.08830	0.08260
75,000-3	0.07965	0.08005	0.08280	0.07910	0.08215	0.08065
	0.08035	0.08000	0.08235	0.07975	0.07985	0.07950
	0.08000	0.0761	0.08270	0.07935	0.07960	0.08030
75,000-4	0.09660	0.09555	0.09590	0.10120	0.09555	0.09660
	0.09660	0.09595	0.09755	0.09695	0.09560	0.09570
	0.09770	0.09715	0.09665	0.09640	0.09535	0.09400

3.2.4. 2탐침법과 4탐침법에 의한 전기비저항 측정결과 비교

1Cr-1Mo-0.25V 강에 대하여 2탐침법으로 구한 비저항값과 4탐침법으로 구한 비저항 측정값의 차이는 0.6%였으며, 측정불확도 내에서 일치하였다. 2탐침법이 현재까지 가장 정확한 측정방법이라고 알려져 있으므로 이 비교결과로부터 측정이 간편하고 비파괴적인 4탐침법을 사용하여 전기비저항을 현장에서 정확하게 측정할 수 있으며, 강도와 인성과 같은 역학 물성의 비파괴적 열화도 평가에 적용될 수 있을 것으로 생각된다.

3.2.5. 열화시간에 따른 전기비저항의 변화

Fig. 9는 열화시간에 따른 전기비저항의 변화를 나타낸다. 전기비저항값은 4탐침법으로 측정한 값이다. 각각의 열화재에서 측정된 전기비저항값은 열화도에 따라 대략 23.8 $\mu\Omega$ cm에서 26.0 $\mu\Omega$ cm 사이에서 변하고 있다. Fig. 9에서 실선은 전기비저항 측정값의 회귀선으로 다음과 같은 지수함수로 나타낼 수 있다.

여기서 $v_0=23.98$, $a=2.07$, $b=2.66 \times 10^{-5}$ 이다.

Fig. 9에서 나타나듯이 열화시간이 증가함에 따라 전기비저항값은 초기엔 큰 변화를 보이지만 열화시간이 길어질수록 그 변화 폭은 점차로 작아졌다. 75,000 시간 이상의 열화재에서 전기비저항의 감소는 더 이상 감지되지 않았다.

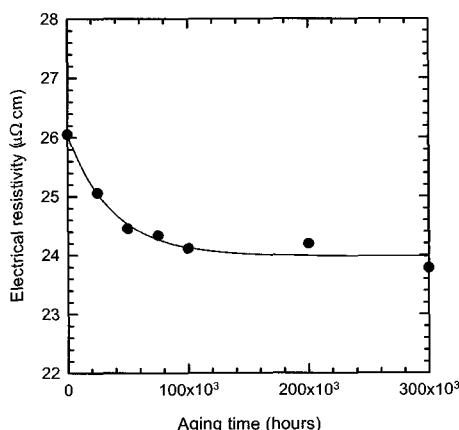


Fig. 9 Dependency of electrical resistivity on aging time

았다. 전체적으로 볼 때 전기비저항의 변화 폭이 약 10% 이내이기 때문에 정밀한 측정이 수반되지 않는 한 그 변화를 구분한다는 것은 사실상 어렵다는 것을 알 수 있다. 전기비저항법은 열화 초기상태를 잘 나타낸다고 알려져 있으며, 앞 절에서 기술한 바와 같이 현장에서 열화상태를 평가하는데 4단계법을 이용할 수 있다고 사료된다.

4. 결 론

금속합금의 전기비저항 성질을 이용하여 열화도를 평가하는 비파괴적 방법을 연구하였으며, 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 6 종 10 가지의 비자성 금속을 측정시료로 선택하여 2 탐침법으로 비저항을 정밀측정한 결과와 비접촉식 와 전류 방법에 의한 전기비저항을 측정한 결과를 서로 비교·분석한 결과, 두 방식에 의한 전기비저항 측정 결과의 차이가 모두 1.5 % 이내에 있었다.
 - 1Cr-1Mo-0.25V 강에 대하여 2탐침법으로 구한 비저 항값과 4탐침법으로 구한 비저항 측정값의 차이는 0.6 %였으며, 측정불확도 내에서 일치하였다. 따라서 비파괴적인 4탐침법 사용하여 현장에서 신뢰성 높은 전기비저항값을 측정할 수 있으며, 저합금강의 열화도 평가에 적용할 수 있다고 사료된다.
 - 열화시간이 증가함에 따라 1Cr-1Mo-0.25V강의 전기 비저항은 초기엔 감소하지만 약 75,000 시간 이상에서 전기비저항의 감소 경향은 거의 나타나지 않았다. 전 기비저항의 변화 폭이 약 10% 이내이기 때문에 이를 감지하기 위해서는 정밀한 측정이 요구된다.

참고문헌

- [1] R. Viswanathan and S. Gehl, "A Method for Estimation of the Fracture Toughness of Cr-Mo-V Rotor Steels based on Composition," Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 113, No. 2, pp. 263-270, (1991)
 - [2] 남승훈, 유광민, 김엄기, "전기비저항을 이용한 1Cr-1Mo-0.25V 강의 인성 열화도 평가", 비파괴검사 학회지, 18권, 1호, pp. 10-16, (1998)
 - [3] M. Sukekawa, M. Shiga, Y. Tobita and S. Kirihama, "Fundamental Study on Nondestructive

- Detection for Creep Damage of Austenitic Stainless Steel," International Conference on Creep, Tokyo, Japan, April 14-18, pp. 321-325, (1986)
- [4] A. F. Clark, G. E. Childs and G. H. Wallace, Cryogenics 10, 295-305, (1970)
- [5] F. R. Fickett, Proceedings of the 4th International Conference on Magriet technology, USAEC CONF-720908, pp. 498-516, (1972)
- [6] ASTM B 193-78, Resistivity of electrical conductor materials, (1978)
- [7] ASTM F 84-93, Standard Test Method for Measuring Resistivity of Silicon Wafers With an In-Line Four-Point Probe, (1993)
- [8] ASTM F 1529-97, Standard Test Method of Sheet Resistance Uniformity Evaluation by In-Line Four-Point Probe with the Dual-Configuration Procedure, (1997)
- [9] A. R. Jones, Sr., Eddy-Current Characterization of Materials and Structure, ASTM STP 722, American Society of Testing and Materials, pp. 94-118, (1981)
- [10] G. Free, Eddy-Current Characterization of Materials and Structure, ASTM STP 722, American Society of Testing and Materials, pp. 121-128, (1981)
- [11] C. V. Dodd, W. E. Deeds and J. W. Luquire, International Journal of Nondestructive Testing, Vol. 1, p.48, (1969)
- [12] A. Jones, Eddy Current Nondestructive Testing, NBS Special Publication 589, pp. 121-132, (1977)
- [13] F. M. Smits, Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe, The Bell Sys. Tech. Jr., Vol. 37, pp. 711-718, (1958)