

초음파공명분광을 이용한 재료의 탄성계수 측정

Measurement of Elastic Constants Using Resonant Ultrasound Spectroscopy

정용무 (한국원자력연구원 원자력재료개발부 책임연구원)

Yong-Moo Cheong (E-mail: ymcheong@kaeri.re.kr)

1. 초음파공명분광법

초음파공명분광법(resonant ultrasound spectroscopy, RUS)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 이론식은 이미 19세기 말에 Lord Raleigh가 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 기하학적 형상에 대해서만이 해석적인 근사해 및 수치적인 근사해가 가능할 뿐이다. 1970년대 이후에 특정한 형상(구형 및 장방형)에 대한 공명 이론이 정립된 이래, 3차원적인 고체에 대한 해석적인 근사해를 구하는 것이 가능해진 것은 PC에 의한 공학계산이 널리 쓰이기 시작한 1980년대 이후이다. 1987년 미국 Los Alamos 국립연구소에 Migliori는 이렇게 수식적으로만 가능하였던 공명 이론의 근사해를 적용하여 PC를 사용하여 고체의 탄성계수에서 공명주파수를 계산하는 소프트웨어와 실제 공명주파수를 측정할 수 있는 하드웨어를 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 초음파공명신호에는 이러한 탄성계수 계산에 필요한 정보 이외에 재료의 미시적 변화에 따른 효과를 나타내는 정보가 포함되어 있다. 초음파가 고체 내부를 진행할 때 재료 내부에 존재하는 다양한 불균일성(결함, 입계, 전위, 석출 등)에 의한 산란으로 에너지의 손실이 발생하는 데 이러한 기계적 댐핑 또는 내부마찰(internal friction) 현상을 측정함으로써 재료 내부의 미시적인 변화를 연관 지을 수 있다. 특히 공명주파수의 온도에 따른 변화나 공명폭(FWHM, full width half maximum)은 재료의 고차상변태(higher order phase transformation)이나 점 결함, 전위 등의 원자 레벨에서의 변화를 측정할 수 있는 수단이 된다.

원래 재료의 내부마찰을 측정하기 위한 수단은 전통적으로 펄스-에코 방식에 의한 초음파감쇄 측정법과 초음파공명 측정에 의한 방법이 있다. 종래의 초음파감쇄법은 주어진 주파수에 대해서 음파가 고체 내부를 진행하면서 발생하는 에너지의 손실을 스칼라적으로 측정하여 이를 재료의 미시적인 현상과 연관 짓는 방식으로써 정의에 입각한 기계적 댐핑 현상과는 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

반가폭을 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 뎀핑 효과가 포함되고 있으므로 이러한 점을 고려해야 한다. 이와 같이 초음파공명분광법을 적용하여 정밀탄성계수는 물론 Q-factor를 측정함으로써 미세조직의 차이는 물론 중성자 조사취화 현상과 같이 극미세 재료 내부의 변화를 감지하기 위한 수단으로 사용될 수도 있다.

2. 초음파공명에 의한 탄성계수 측정

밀도, 치수, 탄성계수를 알고 있는 고체의 공명 주파수를 계산하는 방법은 초음파공명분광법에서 가장 중심이 되는 주제이나 불행하게도 이를 위한 일반적인 고체의 자유진동 문제에 대한 해석적인 해(analytical solution)는 현재까지 존재하지 않는다. 따라서 근사적인 방법에 의한 비해석적인 해(non-analytical solution)만이 가능한 데 이에 유한요소법 모델에 의한 해와 에너지최소화법에 의한 해가 가능하다. 유한요소법은 다른 체적 요소에 대한 힘의 균형을 가지고 그 응답을 계산하는 방법으로 특정 진동 모드가 돌발적으로 제외되는 상황을 방지하기 위하여 특정한 체적 요소에 가해지는 모든 힘과 그 해의 형식을 알고 있어야 한다. 반면에 에너지최소화기법은 에너지가 최소화되는 상태, 즉 평형상태를 결정하여 고체의 배열상태를 정한다. 따라서 얻고자 하는 해의 형식을 알지 못할 경우 특정한 모드 형식을 놓치지 않기 위한 에너지의 최소값을 찾을 수 있다. 초음파공명분광법에서 사용하는 탄성계수 측정 이론은 위의 두 방법 중 에너지최소화법을 적용하여 구한다.

역사적으로 볼 때 초기 초음파공명분광 이론은 지질학 분야에서 구형체(특히 지구)의 자유진동에 대한 연구에서 시작하였으며 초기 초음파공명분광법 기술의 중심적인 이론은 J. D. Maynard [1]에 의해서 이루어졌다. 초음파공명분광법의 이론적 개발은 등방성 구형체의 공명주파수를 계산하는 데서 시작되었는데 그 이유는 등방성 구형

체가 운동방정식을 해석적으로 풀어낼 수 있는 한계이기 때문이다. Lamb와 Love에 의한 기본 이론에 이어 기본 방정식인 식(1)을 구형 좌표계에서 특수함수를 사용하여 풀었으며 Fraser and LeCrew는 이 계산을 확장하여 구형체에 대한 공명주파수를 요즈음의 장비와 유사한 장치를 사용하여 처음으로 측정하였다[2].

이후 Anderson, Kurazawa 등은 이를 확장하여 아폴로 우주계획에서 얻어진 월면 암석의 탄성계수를 측정한 바 있다. 그런데 비등방성 구형체에 대한 일반적인 문제는 해석적으로 풀 수 없기 때문에 해가 가능한 특정한 형태, 예컨대 정육면체나 직육면체에 대한 연구가 1960년대에 활발히 수행되었다. Holland[3]와 Dermarest[4]는 탄성적으로 등방성인 정육면체의 공명을 계산하는 이론적 기법을 개발하였고 초음파공명을 실험적으로도 측정하였다. 이 결과들은 Ohno[5]에 의해서 대칭성이 낮은 결정에 대해서도 일반화 되었으며 이후 Mochizuki[6]가 구형체에 대해서 유사한 계산을 수행하였다. 이와는 별도로 고체물리 분야에서 미국 Los Alamos 국립연구소에 Migliori와 Visscher가 여러 가지 형태와 결정 대칭에 적합한 수정된 알고리즘을 적용하여 이론을 완성하였고 이를 초음파공명분광법(RUS, resonant ultrasoniat spectroscopy)라고 명명하였다[7].

고체의 자유진동을 기술하기 위해서는 탄성고체의 mechanical Lagrangian의 해를 구해야 하는데 초음파공명분광법에서는 특정한 기하학적 구조에 대한 자유표면 경계조건에서 탄성과 방정식의 해를 구하고 고체의 고유 주파수(eigen-frequency)를 계산함으로써 공명주파수를 구할 수 있다.

고전 역학에서 Lagrangian L 은 다음과 같이 나타낸다.

$$L = \int_v (KE - PE) dV \quad (1)$$

여기서 KE는 운동에너지이며 PE는 위치에너지이다. 체적이 V , 자유표면이 S , 선형탄성계수 텐서가 c_{ijkl} 이고 밀도가 ρ 인 임의의 형태의 탄성체에서 운동에너지는

$$KE = \frac{1}{2} \sum_i \rho \omega^2 u_i^2 \quad (2)$$

여기서 \sum 의 항 i 는 1에서 3까지이고 이는 각각 x, y, z 방향을 의미한다. 한편 위치에너지는

$$PE = \frac{1}{2} \sum_{i,j,k,l} c_{ijkl} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \frac{\partial u_k}{\partial x_l} \quad (3)$$

여기서 u_i 는 변형량 벡터의 i 번째 요소이며 시간에 대한 harmonic 의존성, 즉 $u(t) = u_0 e^{i\omega t}$ 을 가정하였다.

Lagrangian의 최소값을 구하기 위하여 탄성과 방정식은

$$\rho \omega^2 u_i + \sum_{j,k,l} c_{ijkl} \frac{\partial^2 u_k}{\partial x_j \partial x_l} = 0 \quad (4)$$

이 된다. 여기서 식(4)와 같은 2차 편미분방정식의 해를 구하기 위해서 물체의 자유진동을 다음의 Rayleigh-Ritz 방법을 적용하여 변형량 벡터를 임의적 함수 $\{\Phi_\lambda\}$ 의 조합으로 완벽하게 전개할 수 있다.

$$u_i = \sum_{\lambda} a_{i\lambda} \Phi_{\lambda} \quad (5)$$

임의 함수 Φ_λ 에 대해서 Demarest[4] 과 Ohno[5]는 정규화된 Legendre polynomial을 사용하였는데 이 방법은 최종적인 matrix 요소 계산이 간단해지는 이점이 있으나 계산 가능한 시편의 형상에 제한이 있다. Visscher et. al[7]은 다음과 같이 Φ_λ 를 직교좌표계에서 기본함수의 지수로 가정하고 계산하였다.

$$\Phi_{\lambda} = x^l y^m z^n \quad (6)$$

일반적으로 초음파공명을 이용한 실험에서는 일반적인 시편 가공 오차(가장 주된 오차의 원인)를 고려하여 Legendre polynomial 개수 $N=10$ 으로 놓고 초기 30개 또는 50개의 공명주파수를 측정하면 비교적 정확한 탄성계수를 계산할 수 있다.

초음파공명분광법을 이용하여 탄성계수를 측정하기 위해서는 밀도, 치수, 배열 각도 및 탄성계수를 알고 있는 물체의 공명주파수를 계산하는 순방향 문제와 실험적으로 실제 측정된 공명주파수에서 탄성계수를 계산하는 역방향 문제를 동시에 해결해야 한다. 여기서 초음파공명이론을 이

용하여 공명주파수를 예측하는 순방향 문제 (탄성계수 \rightarrow 공명주파수)는 풀 수 있으나, 실험적으로 측정된 공명주파수의 조합으로부터 탄성계수를 계산하는 역방향 문제(공명주파수 \rightarrow 탄성계수)의 정확한 해는 없으므로 비선형 최적화 절차를 사용하여 공명주파수를 형성하는 변수 세트를 결정하는 것이 최선의 방법이다. 이것은 측정된 공명주파수의 개수를 N 이라 할 때 N 차원 변수 공간으로 가정하고 특정한 점, 즉 에너지가 최소화되는 위치들, 즉 고유치(eigenvalue) 문제의 해가 원하는 탄성계수 값이다. 그러나 현실적으로는 처음부터 N 차원 공간에서 에너지가 최소화되는 에너지 우물을 찾을 수는 없으므로 우선 순방향 문제를 풀어서 개략적인 공명주파수 값들을 계산한 뒤 이들을 측정된 공명주파수들과의 차이를 줄여나가는 반복계산 알고리즘을 사용하여 여러 차례 반복한 뒤 오차 범위가 원하는 수준 이하로 떨어질 때 최종 탄성계수의 참값으로 간주하고 있다.

3. 초음파공명분광시스템

초음파를 이용한 탄성계수의 측정은 비파괴적인 측정이라는 점에서 유리한 데 여러 가지 초음파 방법 가운데 초음파공명분광법(resonant ultrasound spectroscopy ; RUS)는 특히 다른 초음파 방법에 비해서 여러 시편 형상(구형, 원통형, 장방형 등)에 대해서 적용 가능하며, 소형 시편 크기(1 mm 정도)로도 측정 가능하여 작은 단결정 시편에도 적용할 수 있고, 단 한번 측정으로 최대 21개의 이방성 탄성계수 텐서를 모두 구할 수 있다는 장점이 있다[8]. 이러한 장점 때문에 초음파공명분광법을 적용하여 일반적인 등방성 금속은 물론 대칭성이 낮은 단결정이나 집합조직을 가진 다결정 재료의 이방성 탄성계수(anisotropic elastic constant)를 측정하는 것이 가능하며[9,10] 특히 소형 시편에서 탄성계수 측정법이 가능하기 때문에 용접부와 같이 국부적으로 물성변화가 복잡한 부분의 탄성계수를 측정하는 것이 가능하다. 그러나 정밀한 탄성계수의 측정을 위해서는 시편의 크기 및 형상을 정밀 가공하여야 하고, 실제 값과 근접한 초기 추정 탄성계수를 미리 알아야 한다는 단점도 있다. 이것은 이 방법이 추정 탄성계수, 시편의 치수 및 밀도를 사용하여

계산된 공명모드 및 주파수와 실제 측정된 공명 주파수가 거의 정확히 일치해야만 반복 알고리즘에 의해서 탄성계수 값이 수렴하며 오차가 낮은 정밀한 탄성계수의 계산이 가능하기 때문이다.

계산된 공명주파수를 기초로 하여 실제 측정된 공명주파수와와의 비교를 통하여 정확한 탄성계수를 추출해야 하는 데 컴퓨터 수치 해석에서 널리 사용되는 Levenberg-Marquardt법을 사용하여 다차원 탄성계수 공간에서 figure of merit의 최소값을 결정한다. 여기서 탄성계수의 초기 추정값이 가능한 한 실제와 근접해야 반복 계산 시에 빠르게 참값에 수렴할 수 있으며 계산으로 추정된 값과 측정값을 비교하여 시편의 탄성계수를 구하였다.

Fig. 1에 초음파공명분광법으로 탄성계수를 구하는 알고리즘을 보였다. 초음파공명분광법으로 재료의 탄성계수를 구하기 위해서는 먼저 시편의 대칭성을 결정하고 초기 추정 탄성계수 값을 입력해야 한다. 특히 초기 추정 탄성계수 값은 가능한 한 실제 탄성계수 값에 근접해야 하는 데 이를 위해서 각종 문헌 자료, 다른 실험 데이터 등을 참조하여 결정한다. 장방향 시편의 3축 방향 길이, 무게를 정밀 측정하고 여기에 대칭성 및 초기 추정 탄성계수 값들을 컴퓨터 프로그램 'RPMODEL' 입력하면 초기 추정 공명주파수가 계산된다[8].

여기서 주의할 점은 장방향 시편의 모서리에서의 직각도를 정확히 유지해야 하며 측정되는 공명 모드가 겹치는 것을 방지하기 위해 되도록 세면의 길이를 다르게 해야 한다.

초음파공명분광시스템은 Fig. 2에 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.

고온에서 탄성계수를 측정해야 할 필요가 있을 경우에는 Fig. 3에 보인 바와 같이 소형 가열장치가 설치된 진공 Bell jar 내부에 알루미늄 wave guide를 접합한 광대역 초음파 센서를 하여 시편 하부와 상부에 설치하여 진공 상태에서 측정할 수 있다[13].

초음파공명분광시스템에 시편을 장착하고 컴퓨터 프로그램 'RUSPEC'을 구동시켜서 공명주파수를 측정한다. 측정된 공명주파수와 계산된 초기

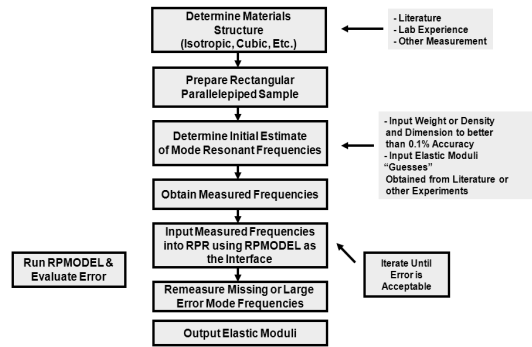


Fig. 1 Algorithm for determination of elastic constants from RUS measurements

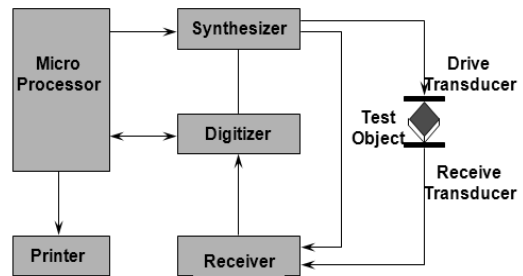


Fig. 2 Block diagram of resonant ultrasound spectroscopy(RUS)

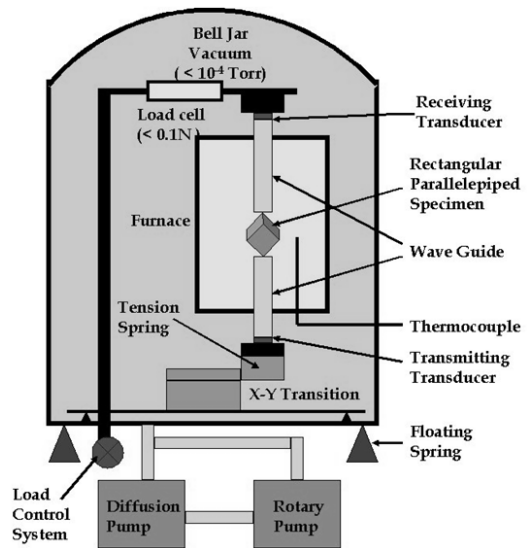


Fig. 3 A design of high temperature device for RUS experiment

추정 공명주파수를 비교해 가면서 프로그램 'RPR' 또는 'RPMODEL'을 구동시키면 Levenberg-Marquardt 법에 의한 반복 수렴 알고리즘에 의해서 추정치와 계산치의 차이를 줄여나가면서 정확한 탄성계수를 계산한다[8].

4. 고온 탄성계수 측정 사례

탄성계수 측정 사례로 SA 508 Cl. 3 재료 (원자로 압력용기 재료)의 탄성계수를 측정하였다. 우선 탄성계수의 초기 추정치는 다음과 같은 방법으로 계산한다.

- 1) $E = 207.200 - 57.09 T/1000$ (GPa, $T=^{\circ}C$)를 적용하여[11], 25°C에서의 Young's modulus를 구하면,

$$E = 205.77275 \text{ Gpa}$$

- 2) 탄성계수는 등방성이며 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,

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)} = 79.143 \text{ GPa},$$

$$\lambda = \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} = 118.715 \text{ Gpa},$$

$$c_{11} = 2G + \lambda = 277.001 \text{ Gpa},$$

$$c_{12} = \lambda = 118.715 \text{ GPa},$$

$$c_{44} = \frac{1}{2}(c_{11} - c_{12}) = 79.143 \text{ GPa}.$$

이 되며 이 값들을 초음파공명분광법의 초기 추정 탄성계수로 입력한다.

상온~400°C 구간에서 SA 508 Cl. 3 원자로 재료의 Young's Modulus 및 shear modulus를 측정하여 Figs. 4 및 5에 나타냈는데 Young's modulus 및 shear modulus 모두 온도 증가에 따라 선형적으로 감소함을 알 수 있다. 이를 초기 추정 탄성계수 측정에 사용한 온도의존식을 적용한 경우와 비교해 보기 위해, 초음파공명분광법으로 측정된 데이터를 최소자승법으로 구하면 $E = 214.54 - 0.0787 T$ (GPa, °C)으로 표현된다. 기계 시험으로 측정한 정적 Young's Modulus에 비해 본 실험의 초음파공명분광법으로 측정된 동적 Young's

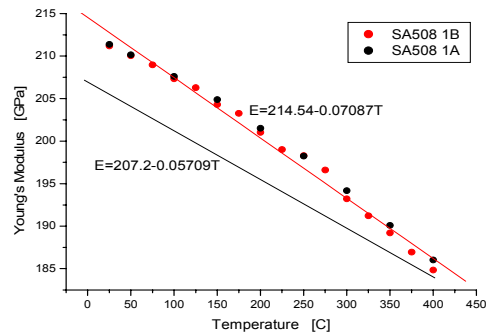


Fig. 4 Variation of Young's modulus of SA508 Cl. 3 steel

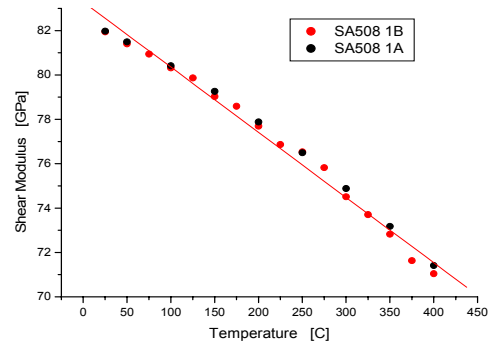


Fig. 5 Variation of shear modulus of SA508 Cl. 3 steel

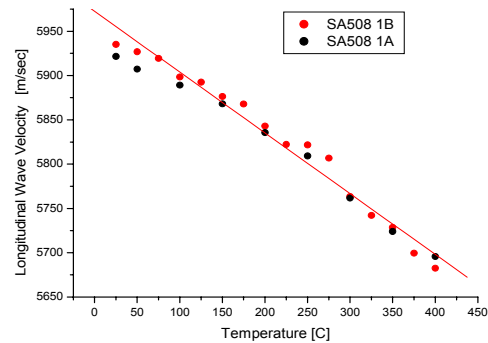


Fig. 6 Variation of longitudinal wave velocity of SA508 Cl. 3 steel

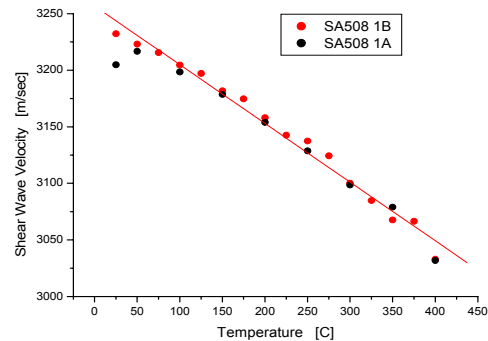


Fig. 7 Variation of shear wave velocity of SA508 Cl. 3 steel

Modulus는 상온에서 약 7 GPa 높게 나타나고 300°C에서 거의 차이가 없음을 알 수 있으며 이는 초음파를 사용하는 동적 탄성계수 값이 정적 기계 시험법으로 측정된 탄성계수 값보다 약간 높게 나타나는 일반적인 현상으로 해석할 수 있다[13].

초음파공명분광법으로 탄성계수 측정 이외에도 공명주파수 데이터를 이용하여 음속을 측정할 수 있는데 Figs. 6 및 7에 종파 및 횡파 속도의 온도 의존성을 보였다. 탄성계수의 온도 의존성과 마찬가지로 온도 증가에 따라 선형적으로 감소하는 특성을 보이고 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. 8 및 9에 c_{11} 및 c_{12} 의 온도의존성을 표현하였다. 여기서 c_{12} 값의 scattering이 보이는데 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.

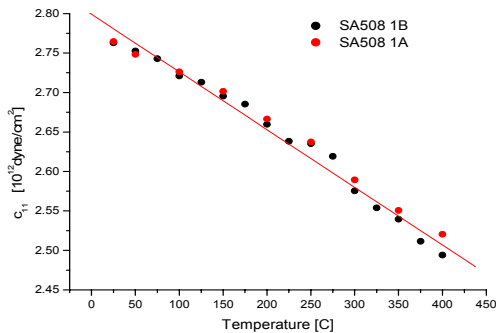


Fig. 8 Variation of c_{11} of SA508 Cl. 3 steel

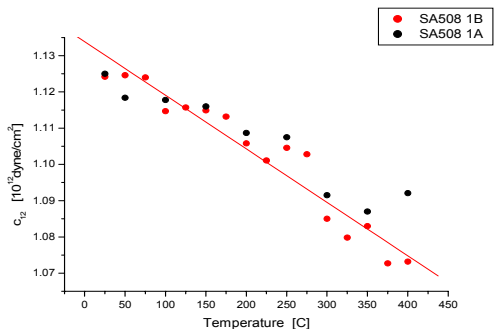


Fig. 9 Variation of c_{12} of SA508 Cl. 3 steel

5. 물리학 및 재료과학에의 RUS 응용

5.1. 단결정 Fit

보통 RUS 측정 시에 단결정 시편은 결정학적으로 mis-aligned된 상태인 경우가 대부분이며 여기서는 단결정 Ta를 다양한 온도에서 측정한 결과를 소개한다[12]. Ta는 cubic 구조로 단결정 시편을 구하기 어렵지 않고 많은 연구가 수행된 바 있다. 보통 zone refining 방법으로 단결정을 제작하여 일반적으로 원통형 구조를 가지나 원통 축 방향이 특정한 대칭성이 높은 방향과는 일치하지 않는다. 원통형 시편으로부터 $1.938 \times 1.986 \times 1.566$ mm 크기이며 밀도가 16.641 g/cm^3 인 RP 시편을 제작하여 초기 50개 공진주파수를 측정하였다. 표준 RUS 측정 방법으로 예측하였으며, compressional moduli는 0.8%, shear moduli는 0.03%, off-diagonal moduli는 1.4%였다. Fitted moduli 다른 연구 결과와 잘 일치하였으며 orientation angle은 Laue X-선 회절 결과와 일치하였다. 6개 상수(3개의 moduli와 3개 angle)이 측정된 밀도와 시편 크기를 고려하여 초기 50개 공진주파수에서 RMS fit가 0.1% 이내였다. 온도에 의한 공진주파수를 측정하여 2K ~ 600K 까지 실험하였다.

5.2. 초전도 상 변태

RUS는 전통적인 초전도 이론인 BCS (Bardeen-Cooper-Schrieffer) 이론의 연구에 유용하며 고온 초전도체 연구에도 쓰인다. 초전도체에서 천이 온도에서(초전도체는 2차 상 변태임) 초음파의 비균일 특성을 예측할 수 있으며 적어도 BCS 이론의 미시적인 현상에 대한 논의도 연관 지을 수 있다. 실제로 BCS 이론의 큰 성공은 T_c 이하에서 실험적으로 초음파 감쇠의 변화를 확인했다는 점이다. $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ 는 최근에 발견된 borocarbide 초전도체이다. 이들이 전통적인 BCS 초전도체의 범주에 속하지만 상당히 높은 천이온도를 나타낸다. Borocarbide의 최고 천이온도는 약 23K이며 우리가 연구한 금속간 화합물은 14K였다.

Fig. 10에 단결정 $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ 의 공진주파수의 온도의존성을 보였다. T_c 에서 곡선의 변화가 보이며 초전도 변태에서 탄성 특성의 불연속성이 보인다[8].

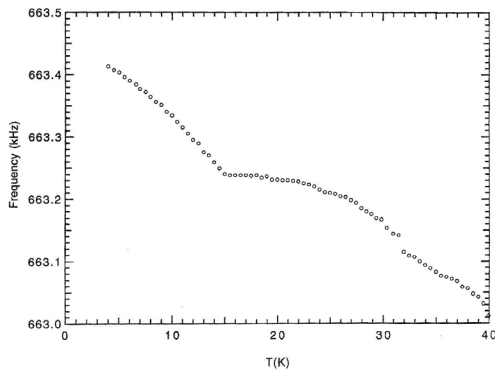


Fig. 10 Resonance frequency as a function of temperature for a single crystal flake of $\text{YNi}_2\text{B}_2\text{C}$ near its superconducting transition ($T_c=14\text{K}$)

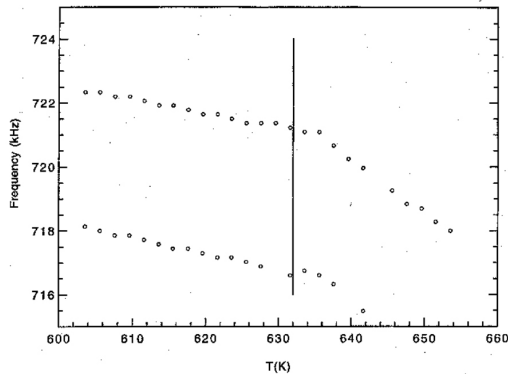


Fig. 11 Resonance frequency as a function of temperature for a sample of nickel. The solid line represents the textbook value for the Curie temperature of Ni ($T_c = 632\text{K}$).

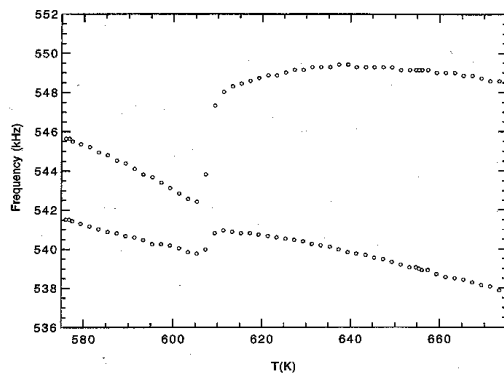


Fig. 12 Two resonance frequencies as a function of temperature near the Curie temperature ($T_c = 610\text{K}$) for $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. The size of anomaly at T_c is mode-dependent.

5.3. 자장 천이

여기서는 자장 천이에 대한 RUS 측정을 논한다. Fig. 10에 Ni 시편에서 Curie 온도 근처에서의 공진주파수의 온도 의존성을 보였다. 상 변태시에 탄성적인 이상 현상을 관측하는 것이 예상하지 못한다고 하더라도 고온에서 기울기의 비정상적인 변화를 관측하기 위하여 400C까지 공진주파수를 측정하였다.

Ni보다도 강자성체인 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 은 두 번의 자기 천이를 나타낸다. Fig. 11에 Ni와 비슷하게 공진주파수를 온도의 함수로 나타낼 때 Curie 온도에서 자기 이상성을 보인다. 특이하게 spin reorientation에 의한 천이가 강자성 상태의 $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 에서 나타나는 데 140K 근처에서 자화하기 유리한 결정축 방향으로 돌아간다.

$\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 를 RUS로 측정하면 공진주파수가 step-like 감소를 보이며 이러한 spin reorientation은 일정한 온도 구간에서만 나타난다. 자기 모멘트의 재배치동안 탄성계수의 감소는 이 시스템에 상당한 자기-탄성 반응이 존재함을 나타내며 이렇게 모멘트가 감소하는 동안에 초음파 감쇠는 증가한다[8].

참고문헌

- [1] J. D. Maynard, "Resonant ultrasound spectroscopy," *Phys. Today*, 49, pp. 26-31 (1996)
- [2] D. B. Frazer and R. C. LeCrew, "Novel method of measuring elastic and unelastic properties of solids," *Rev. Sci. Instrum.*, 35 (9) pp. 1113-1115 (1964)
- [3] R. Holland, "Resonant properties of piezoelectric ceramic rectangular parallel-epipeds", *J. Acoust. Soc. Am.*, 43 (5) pp. 988-997 (1968)
- [4] H. H. Demarest, "Cube-resonance method to determine the elastic constants of solids," *J. Acoust. Soc. Am.*, 49 (3) Pt. 2, pp. 768-775 (1971)
- [5] I. Ohno, "Free vibration of a rectangular parallelepiped crystal and its application to determination of elastic constants of orthorhombic crystals," *J. Phys. Earth*, 24, pp.

- 355-379 (1976)
- [6] E. Mochizuki, "Sphere-resonance method to determine elastic constants of crystal," *J. Appl. Phys.* 63 (12) pp. 5668-5673 (1988)
- [7] W. W. Visscher, A. Migliori, T. M. Bell and R. A. Reinert, "On the normal modes of free vibration of inhomogeneous and anisotropic elastic objects," *J. Acoust. Soc. Am.*, 90 (4) Pt. 1, pp. 2154-2162 (1991)
- [8] A. Migliori, J. Sarrao, "Resonant Ultrasound Spectroscopy," John Wiley & Sons Inc. (1997)
- [9] Y.-M. Cheong, S.-C. Kwon and H.-K. Jung, "Determination of anisotropic elastic moduli of Zr-2.5Nb CANDU pressure tube materials," *J. Mater. Sci.*, 35 (5) pp. 1195-1200 (2000)
- [10] 정용무, 권상철, 김영석, 정현규, "초음파공명분광법을 이용한 Zr-2.5Nb 합금의 이방성 탄성계수 측정," 한국비파괴검사학회 '99춘계 학술발표회 논문집 pp. 13-27 (1999)
- [11] D. R. Ireland, W. L. Server and R. A. Wullaert, ETI Technical Report No. 75-43, pp. 5-10 (1975).
- [12] J. L. Sarrao, S. R. Chen, W. M. Visscher, Ming Lei, U. F. Kocks and A. Migliori, "Determination of the crystallographic orientation of a single crystal using resonant ultrasound spectroscopy," *Rev. Sci. Instrum.*, 65 pp. 2139-2140 (1994)
- [13] 정용무, "초음파공명법을 이용한 재료 물성 측정기술개발", 연구보고서, KAERI/RR/2151/2001 (2001)