

전기저항 측정법에 의한 상변태 해석

박수동, 김봉서, 이희웅, 정현욱
신소재응용연구그룹, 한국전기연구원

Evaluation of Phase Transformation by Electrical Resistance Measurement

Su-Dong Park, Bong-Seo Kim, Hee-Woong Lee and Hyun-Woock Chung* (글씨크기 9)

KOREA ELECTOTECHNOLOGY RESEARCH INSTITUTE

Abstract : 재료의 상변태 현상을 규명하기 위한 목적으로 이용되는 전기저항 측정법은 “비열측정”, “선팽창을 변화 측정” 등의 주요 분석방법에 비해 상대적으로 우수한 정밀성과 편이성으로 많은 연구자들에 의해 이용되고 있다. 그러나 전기저항 측정법은 전기저항의 온도민감성, 크기효과(size effect) 등으로 인해 실험결과에 대한 폭넓은 응용과 해석에 제한을 받고 있다. 최근 전기저항 변화율을 미분한 “DVRC측정법”을 통해 보다 정밀하게 상변태 현상을 규명하고자 하는 노력들이 진행 중에 있다. 본 연구에서는 Al-Mg합금을 대상으로 수행된 전기저항 측정결과와 DVRC측정결과를 비교 분석함으로써 미시적 상변태 해석을 위한 기초적 해석 자료를 도출하고자 하였다

Key Words : 전기저항, 상변태, DVRC측정, Al-Mg합금

1. 서론

재료의 열처리과정에서 나타나는 상변태 현상을 규명하기 위한 연구방법으로 전기저항 측정법^{1) 2)}이 유용하게 이용되고 있다. 이와 같은 목적으로 이용되는 전기저항 측정방법으로는 “소정 열처리조건에서의 직접적인 비저항치의 측정, “등시시효에 따른 전기저항측정, 또는 “등온시효시의 전기저항측정” 과 “연속 승온시의 전기저항측정” 등이 행해지고 있다. 그러나 상변태 해석을 위한 비저항 측정방법은 해석을 위한 충분한 자료의 미확보, 실험의 신뢰성을 높이기 위한 정밀한 시편의 취급, 온도에 민감하게 반응하는 전기저항의 특성으로 인해 실험결과에 대한 폭넓은 응용과 해석에 제한을 가지고 있다. 이런 단점을 극복하기 위해 실험자들은 300K 및 77K에서 측정한 비저항비, 즉 $R.R.(\rho_{300}/\rho_{77})$ 이나 비저항의 변화율, 즉 $\Delta\rho(\rho_T - \rho_0) / \rho_0$, 등을 이용하여 다양한 변태거동을 해석하고 있다. 그러나 까다로운 시료준비와 미시적 해석에는 여전히 많은 문제점을 가지고 있고, 전기저항에 큰 영향을 미치는 크기효과(size effect)도 무시할 수 없다. 최근에는 전기저항 변화율을 미분한 “DVRC측정법³⁾”을 통해 보다 정밀하게 상변태 현상을 규명하고자 하는 노력들이 진행 중에 있다. 본 연구에서는 Al합금에서 수행된 기존의 전기저항 측정결과와 DVRC측정결과를 비교 분석함으로써 미시적 상변태 해석을 위한 기초적 해석 자료를 제시하고자 하였다

2. 실험

재료의 상변태 변화를 측정하기 위해 제조된 합금은 Al-Mg합금으로 Ar분위기하의 전기로를 이용하여 용해 주조하였다. 전기저항은 판재시편을 노(infra-red furnace)에 장착한 후, 자체 제작한 승온형 연속전기저항 측정장치(T

를 이용하여 상온에서 723K 또는 753K까지 승온하면서 측정하였다. 이때 승온속도는 0.2K/min-0.05K/min으로 조절하였다. 본 실험에서 사용된 전기저항 측정장치의 기본 원리는 4단자 측정법이며, 750l(mm)×3.0w(mm)×1.0t(mm) 규격의 판재시편을 사용하여 측정하였다. 측정된 전기저항은 시편의 크기차이로 인하여 발생하는 오차를 고려하여 비저항 변화율, $(\Delta\rho(\%) = ((\rho_T - \rho_0) / \rho_0) \times 100)$,로 나타내었다. 이때 ρ_0 는 용체화처리 직 후 상온에서 측정된 비저항 값이며 ρ_T 는 각 온도에서 측정된 비저항 값이다. 보다 정밀한 분석을 위해 전기저항변화율은 각 온도로 미분한 값(differentiation values of resistivity changes : DVRC)으로 변환하여 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 723K에서 용체화처리한 Al-고농도Mg합금을 0.2K/min로 승온할 때의 전기저항 변화를 비저항 변화율, $\Delta\rho((\rho_T - \rho_0) / \rho_0) \times 100$ 로 나타낸 것이다. 온도에 비례하여 전기저항은 상승하였으나, 승온에 따른 전기저항의 온도의존성은 Mg함유량이 증가함에 따라 감소하였다. 또한 450K~600K 온도영역에서 전기저항의 상승이 둔화되는 현상이 나타났고 그 둔화정도는 Mg함유량이 증가함에 따라 더욱 크게 나타났다.

그러나 이와 같은 전기저항 변화에도 불구하고, Fig. III-1에서와 같은 전기저항변화율의 측정만으로는 precursor상과 같은 준안정상의 형성, 분해 등의 정밀한 변태해석은 불가능했다. 특히 그림. 1에서 함께 나타낸 Al-Li합금의 경우와 비교하면 이같은 어려움은 더욱 분명하다. Al-Li합금은 보다 빠른 승온속도(0.66K/min)에도 불구하고 준평형상 δ' 과 평형 δ 상들의 석출에 기인한 전기저항감소가 뚜렷히 관찰되어 비저항 변화율의 측정만으로도 다양한 석출현상의 해석이 가능함을 나타낸다⁵⁾. 이것은 Al-Mg합금에서의 전기저항의 온도의존성이 Al-Li합금에 비해 크기

때문이다. 따라서, Al-Mg합금의 변태기구를 전기저항측정을 통해 규명하기 위해서는 기존방법과는 다른 분석방법이 도입되어야 한다.

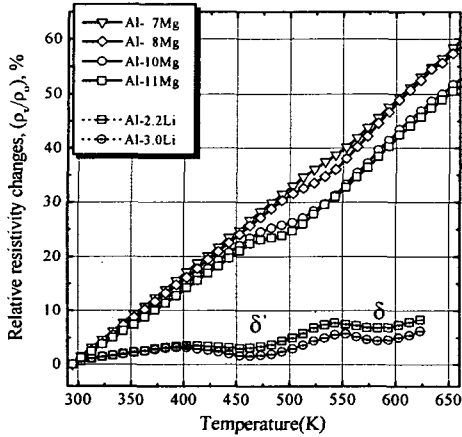
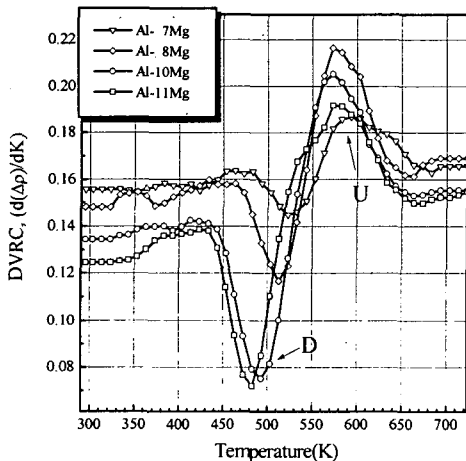


그림 1. Electrical resistivity changes with temperature (heating rate: 0.2K/min) in high Mg content Al-Mg alloys.

그림 2는 Al-7Mg과 Al-10Mg합금을 분당 0.05K의 느린 속도로 승온하였을 때의 비저항 변화율을 온도에 대해 미분하여 재구성한 DVRC변화이다. 앞선 그림 1에 비해 더욱 뚜렷해진 DVRC피크가 관찰되었다. 즉, 선행 연구를 통해 확인된 β평형상의 석출피크, D, 뿐만 아니라 평형상의 분해에 의한 피크, U,도 매우 뚜렷하게 관찰할 수 있었다. 특히, 그림 1에서는 변화시점을 분명히 관찰할 수 없었던 Al-7Mg합금에



서도 저온부에서 뚜렷한 두 개로 구분할 수 있는 DVRC증가 파크가 나타났고, Al-10Mg합금은 3개의 DVRC증가피크(U-1, U-2, U-3)로 분리되는 특징을 나타냈다. 선행 연구결과^{3), 4)}를 통해 온도영역에서의 상변태는 본 합금의 평형상인 β상의 석출이전에 형성되는 저온 Precursor상의 형성과 분해에 의해 나타나는 것으로 판단하였다.

DVRC 측정에 의해서는 승온속도를 변화시킬 결과로부터 각 피크에 대응하는 상변태의 활성화 에너지를 측정할 수 있다. 표 1은 승온속도를 변화시키고 이것에 대응한 피크점 변화를 측정하여 Mittemeijer⁵⁾ 등에 의해 제시된 등시시효시의 속도특적 분석식에 의해 계산된 β상의 석출활

표 1 Calculated activation energy for precipitation of β' and β phases in Al-7Mg alloy by the change of Transformation temperatures D pointed with heating rate.

| Heating rate (K/min) | T _i (K) | ln(T _i ² / ε) | (1/T _i) × 10 ³ | E(kJ/mol) |
|----------------------|--------------------|-------------------------------------|---------------------------------------|-----------|
| 0.2 | 533 | 14.2 | 1.88 | 107.3 |
| 0.1 | 513 | 14.8 | 1.95 | |
| 0.05 | 508 | 15.5 | 1.97 | |

성화 에너지를 나타낸 것이다.

표 1에서와 같이 β상의 석출을 위한 활성화 에너지는 107.3kJ/mol로 계산되었으며 이 값은 Nozato⁸⁾에 의해 제시된 77.5kJ/mol, Dahl⁶⁾ 등에 의해 제시된 71.1kJ/mol 보다는 다소 큰 값이었다.

4. 결론

Al-Mg합금의 시료합금으로 전기저항 측정에 의한 상변태기구를 해석한 결과,

Al-Mg합금의 전기저항을 승온에 따라 측정된 결과, 상변태에 따른 전기저항 변화가 관찰되었다. 이 변화는 “전기저항 변화율” 만으로는 분명한 변화를 관찰할 수 없었고 이것을 온도에 대해 미분한 DVRC변화를 통해 보다 정밀한 분석이 가능하였다.

DVRC변화상에서 고온부(400K)에서의 DVRC 감소피크는 평형상 β의 석출현상과 대응하였으며 연이은 상승피크는 β상의 분해에 대응하였다.

저온부에서의 DVRC변화는 준안정상 β precursor상의 형성에 대응하는 것으로 판단되었으며, 승온속도에 따른 피크 온도변화를 이용하여 계산한 β상의 석출 활성화에너지는 107kJ/mol이었다.

참고 문헌

- [1] T. Sato, Y. Kojima and T. Takahashi, Metall. Trans. A, Vol. 12A, p. 1113, 1981
- [2] R. Nozato and Shinobu Ishihara, Trans. Jap. Met., Vol. 21, No. 9, p 580, 1980
- [3] S.D. Park, B.G. Kim, H.W. Lee, J. of KIMMI, Vol. 39, No. 4, p. 4, 2001.
- [4] K. Osamura, T. Ogura and Y. Murakami, Light Metal, Vol. 31, p. 484, 1981.
- [5] E. J. Mittemeijer, A.V. Gent & P. J. Schaf, Metall. Trans A. Vol. 17A, 1986