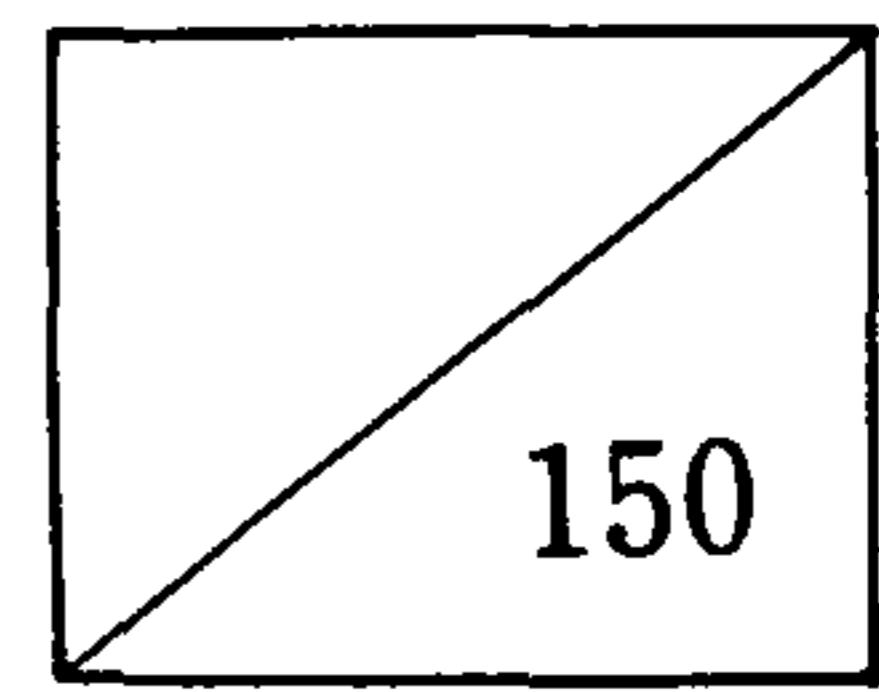


KSRI-89-58-IR



## 초고온 열물성 측정기술 개발

Development of Measuring Technique of High  
Temperature Thermophysical Properties

연 구 기 관  
재단법인 한국표준연구소

과 학 기 술 처

<b>BIBLIOGRAPHIC DATA SHEET</b>		1. 관리번호	2. 수행부서 온도연구실	3. 발행일 8907
4. 제목/부제  초고온 열물성 측정기술 개발(제 1차년도)		7. 주제분야  1402 2013		
5. 저자(공저자)  김석원, 이상현, 박상우, 김승태		8. 수행기관 보고서번호  KSRI-89-58-IR		
6. 수행기관(KSRI 이외의 공동 혹은 위촉연구기관)		9. 계약번호  10. 자료내역		
11. 위탁기관 과학기술처				
12. 보충사항				
13. 초록(주요 참고문헌이나 관련문헌이 있을 경우 여기에 명시한다)  초고온 영역에서 가장 유용하게 쓰이고 있는 섬광법을 이용하여 상온~800 °C 영역에서의 금속의 열물성(열확산도, 비열, 열전도도) 측정연구를 수행하였다.  본 연구에서는 먼저 섬광법에 대한 연구를 하고 측정장치를 설계·제작, 구성하였다. 이어서 유한 섬광시간 효과와 복사열손실등을 고려한 열전도도 계산용 program을 개발하고 실제로 구리와 알미늄의 열물성을 측정하였다. 그 결과 수% 내에서 TPRC의 값과 잘 일치함을 확인하였다.				
14. 키워드(6~12개)  초고온, 열물성, 섬광법, 열확산도, 비열, 열전도도, 금속				
15. 배포구분  01	16. 해제기간	17. 면수 78  18. 가격		

<b>BIBLIOGRAPHIC DATA SHEET</b>		1. REPORT NO.	2. PERFORMING LAB. Temperature Laboratory	3. REPORT DATE 8907
4. TITLE/SUBTITLE  <b>Development of Measuring Technique of High Temperature Thermophysical Properties</b>		7. SUBJECT CATEGORY 1402 2013		
5 AUTHOR(S)  <b>S.W. Kim, S.H. Lee, S.W. Park, S.T.Kim</b>		8. PERFORMING ORGANIZATION REPORT NO.  <b>KSRI-89-58-IR</b>		
6. PERFORMING ORGANIZATION NAME  <b>Korea Standards Research Institute</b>		9. CONTRACT OR GRANT NO.  10. TYPE OF REPORT		
11. SPONSORING ORGANIZATION  <b>Ministry of Science and Technology</b>				
12. SUPPLEMENTARY NOTES				
13. ABSTRACT  Thermophysical property (thermal diffusivity, specific heat, thermal conductivity is measured in the temperature range of RT to 800°C using the flash method which is very useful in the high temperature range.  In this study, the flash method is studied and the apparatus is designed, manufactured and composed. The computer program for the calculation of thermal diffusivity is developed considering the finite pulse time effect and radiation heat loss, and the thermophysical property of copper and aluminium is measured.  The results show us that they are in good agreement within several percent with the value of TPRC.				
14. KEYWORDS  <b>High Temperature, Thermophysical Property, Flash Method, Thermal Diffusivity, Specific Heat, Thermal Conductivity, Metal.</b>				
15. CLASSIFICATION  01	16. SCHEDULE OF DECLASSIFICATION		17. NO. OF PAGES 78	18. PRICE

# 제 출 문

과학기술처장관 귀하

본 보고서를 “초고온 열물성 측정기술 개발(제1차년도)” 연구의  
최종보고서로 제출합니다.

1989년 7월 31일

주관연구기관 : 한국표준연구소  
연구책임자 : 김석원  
연구원 : 이상현  
박상우  
김승태

# 요약문

## I. 제목

초고온 열물성 측정기술 개발(제1차년도)

## II. 연구의 목적 및 중요성

### 1. 연구의 목적

- 금속 및 초고온 내열재의 열물성(열확산도, 열전도도 및 비열) 측정기술 개발

### 2. 연구의 중요성

- 대형 철강제품의 품질향상
- 국산신소재의 열특성 평가기술 확립
- 국내 열물성 data base 구축

## III. 연구의 내용 및 범위

- Xenon flash lamp 전원공급 장치 및 진공로의 설계, 제작
- 시편지지장치 및 가열장치(상온~800 °C)설계, 제작
- 신호처리장치 software 및 hardware 구성
- 금속시편의 열확산도 및 비열측정
- 측정 데이터를 이용한 열전도도 계산용 program개발

#### **V. 연구 결과 활용에 대한 건의**

- 고온 내열재의 열물성 평가기술의 확립에 따른 국내 신소재 개발 산업의 기반기술 향상
- 초고온 내열재를 사용하여 제작되는 제품의 기초설계를 위한 열물성 자료제공
- 국내 열물성 data base의 구축으로 산업계의 자료요구에 부응

## SUMMARY

### I. Project Title

Development of Measuring Technique of High Temperature Thermophysical Properties

### II. Project Objectives and Significances

#### 1. Objectives

Development of Measurement technique of thermophysical properties (thermal diffusivity, thermal conductivity and specific heat) on metals and ultra high temperature thermal barrier materials

#### 2. Significances

- o Quality improvement of large steel products
- o Establishment of thermal characteristics assessment technique of home made advanced materials
- o Construction of domestic data base on thermophysical properties

### III. Contents and Scopes

- o Design and fabrication of xenon flash lamp power supply and vacuum chamber
- o Design and fabrication of specimen supporter and heater

- o Construction of software and hardware for signal processing system
- o Measurement of thermal diffusivity and specific heat on metal specimens
- o Development of computer programs for the calculation of thermal conductivity using obtained data

#### V. Suggested Applications of the Results

- o Establishment of assessment technique of thermophysical properties on high temperature thermal barrier materials followed by the improvement of basic techniques of domestic advanced new material development industries
- o Offer of thermophysical property data for the basic design of product made by ultra high temperature thermal barrier materials
- o Construction of domestic data base on thermophysical property followed by the satisfaction to the demand of industries for the data

## CONTENTS

Chapter 1. Introduction .....	1
Chapter 2. Flash method .....	4
Section 1. Introduction .....	4
Section 2. Thermal diffusivity .....	9
1. Theory .....	9
2. Classification of error .....	16
Section 3. Specific heat and thermal conductivity .....	17
1. Maximum temperature rising .....	17
2. Absorbing energy .....	19
3. Calculation of specific heat and temperature de- pendence .....	22
Chapter 3. Design, fabrication and construction of thermo- physical property apparatus .....	24
Section 1. Light source part .....	26
1. Xenon lamp housing .....	26
2. Xenon lamp .....	26
3. Lamp power supply .....	29
Section 2. Specimen holding part .....	34
1. Vacuum system .....	34
2. Heater and specimen holder .....	35
Section 3. Signal processing part .....	38
Chapter 4. Analysis of theory .....	39

Chapter 5. Measurement of thermophysical property of metals and discussions .....	44
Section 1. Specimen preparation and measurement of thermal diffusivity .....	44
1. Specimen preparation .....	44
2. Measurement of thermal diffusivity .....	45
3. Results and discussions .....	45
Section 2. Measurement of specific heat .....	51
1. Measurement of specific heat .....	51
2. Results and discussions .....	53
Section 3. Calculation of thermal conductivity .....	60
Chapter 6. Conclusions .....	64
References .....	65
Appendix Computer program for the calculation of thermal diffusivity .....	69

## 목 차

제 1 장 서 론 .....	1
제 2 장 섬광법 ( flash method ) .....	4
제 1 절 서 론 .....	4
제 2 절 열확산도 .....	9
1 . 이 론 .....	9
2 . 오차의 분류 .....	16
제 3 절 비열 및 열전도도 .....	17
1 . 최대 온도 상승폭 .....	17
2 . 흡수에너지 .....	19
3 . 비열계산과 온도의존성 .....	22
4 . 열전도도 .....	23
제 3 장 열물성 측정장치 설계 · 제작 및 구성 .....	24
제 1 절 광원부 .....	26
1 . Xenon lamp housing .....	26
2 . Xenon lamp .....	26
3 . Lamp power supply .....	29
제 2 절 시편 지지부 .....	34
1 . 진공 장치 .....	34
2 . Heater 와 시편 지지대 .....	35

제 3 절 신호처리부	38
제 4 장 이론 해석	39
제 5 장 금속의 열물성측정 및 논의	44
제 1 절 시편준비 및 열확산도 측정	44
1. 시편준비	44
2. 열확산도 측정	45
3. 열확산도 측정결과 및 논의	45
제 2 절 비열 측정	51
1. 비열 측정	51
2. 비열 측정결과 및 논의	53
제 3 절 열전도도 계산	60
제 6 장 결 론	64
참 고 문 헌	65
부 록	69
열확산도 계산용 program	69

# 제 1 장 서 론

1960년대에 들어서 항공, 우주산업이 본격화하면서 신소재분야의 연구가 활발히 진행되어, 그 결과 탄소복합섬유, 세라믹 특수합금, 고분자재료등 각종 신소재가 산업계의 각 분야에 응용됨으로써 가져온 기술적 진보는 이루 헤아릴 수 없다. 일례로 로켓트의 노즐 및 고성능 엔진에 사용되는 탄소복합재료는 이미 자동차산업, 항공우주산업 및 선박산업에 응용되어 많은 부가가치를 창출하고 있으며 극한 환경, 이를테면 극히 높은 온도에서 사용되는 이들 신소재들의 열물성(thermophysical property) 연구의 중요성은 새삼 강조할 필요가 없다.<sup>1)</sup>

선박에 쓰이는 대형 디젤엔진, 발전기의 터어빈 블레이드등 대형부품의 열처리는 소형 부품일 경우와는 전혀 다르다. 왜냐하면 대형부품(강괴) 내부의 온도분포, 응력분포 및 상변태등 여러가지 고려해야 할 점이 나타나기 때문이다. 이러한 문제점을 해결하기 위하여 개발된 기술이, 컴퓨터를 이용하여 강괴의 기본물성 특히 고온 열물성에 대한 자료를 입력시켜 유한 요소법으로 강괴내부의 온도분포 및 응력분포를 계산하고 이 결과에 따라 최적열처리 곡선 즉, 가열속도, 가열온도 등의 공정자료를 구하는 기술이다.<sup>2)</sup>

앞으로 국내 중공업계의 방향은 고 부가가치를 갖는 항공 우주산업 및 대형 플랜트의 자급 및 수출로 바뀌어야 할 것이 예상되므로 신소재 및 대형강괴의 초고온 열물성측정은 이를 위한 필수적 기반 기술이다. 초고온( ultra high temperature )이라고 하면 보통 플라즈마 상태의 온

도인 수만도 내지 수억도를 연상하게 된다. 그러나 열물성의 경우는 이와 같은 절대적 개념이 아니고 보통의 방법으로는 쉽게 측정하기 어려운 온도영역에서의 열물성 즉, 1,000 °C 이상에서 수천 °C 까지의 열물성을 초고온 열물성이라 한다.<sup>3)</sup>

미국에서는 ORNL ( Oak Ridge National Lab. )<sup>4)</sup>, NIST ( National Institute of Standards and Technology )<sup>5)</sup> 등 국가연구소와 TPRL ( Thermophysical Property Research Lab. )<sup>6)</sup> 와 같은 대학부설 연구소 등에서 초고온 열물성 측정기술에 관한 연구가 활발히 진행되고 있으며 일본에서는 계량연구소<sup>7)</sup> 와 신소재 평가센터등 국가연구소와 동경대, 동북대등의 대학교 및 진공이 공<sup>8)</sup>, 동경공업<sup>9)</sup> 등 민간 기업체에서도 이 분야의 측정기술에 관한 전문적인 연구를 수행하고 있다. 유럽의 여러나라들도 독자적으로 신소재 개발에 주력하고 있는데 독일의 연방물리기술청 ( PTB ) 에서는 열전도도, 비열 열확산도와 같은 기본 열물성을 1960년대 부터 깊이 있게 연구하고 있다.<sup>10)</sup> 이에 반해서 국내에서는 신소재를 생산하고 있거나 사용하고 있는 일부업체에서 세라믹등 고온 내열재에 대한 제조기술을 연구하고 있고 대형 강괴를 생산하는 한두 군데의 중공업체에서 철강 및 금속의 열물성을 필요로 하고 있으나 초고온 열물성 측정에 관해서는 미미한 상태이다. 열물성에는 여러가지가 있으나 열정수라 불리는 세가지 열물성인 열확산도 ( thermal diffusivity ), 비열 ( specific heat ) 및 열전도도 ( thermal conductivity )는 재료의 내열 충격성을 지배하는 하나의 인자가 되므로 열정수의 측정은 고온 내열재료의 연구개발에 필수적이다.<sup>3)</sup>

초고온열물성 ( 열확산도, 비열, 열전도도 )의 측정방법에는 많은 종류가 있고 측정시편의 크기, 모양, 성질, 사용온도영역에 따라 적합한 방법들이 선

택되어 지고 있는데 최근에 고온 구조재료들로 각광을 받고 있는 세라믹, 탄소-탄소 복합재료, 특수합금, 고분자등의 초고온 열물성측정<sup>11)</sup>에는 1960년대 초에 Parker 등에 의해서 개발되어진 섬광법( flash method )<sup>12)</sup>이 가장 유용하게 쓰이고 있다.

본 연구에서는 3개년에 걸쳐서, 섬광법을 사용하여 상온~2,000°C 온도 영역에서 각종 금속과 초고온 내열재의 열확산도, 비열 및 열전도도를 측정하고 이들 열물성에 관한 data base를 구축하도록 계획되어 있다.

여기서는 1차년도 연구내용인 상온~800°C에서의 금속의 열확산도, 비열 및 열전도도 측정기술 개발과 관련하여 측정장치의 제작 및 구성, 실험결과를 이용하여 열확산도, 비열 및 열전도도를 계산하기 위하여 유한섬광시간효과( finite pulse time effect )<sup>13)</sup> 및 복사열손실( radiation heat loss )<sup>14)</sup> 등을 고려한 computer program의 작성, 그리고 구성된 측정장치를 사용하여 대표적으로 가장 널리 사용되고 있는 금속인 구리와 알루미늄의 열물성 측정과정 및 그 결과에 대하여 기술하였다.

## 제 2 장 섬광법(flash method)

### 제 1 절 서 론

섬광법은 1961년에 Parker 등에 의해 처음으로 열확산도의 측정법으로 개발되었다.<sup>12)</sup> 당초는 xenon flash lamp를 열원으로 사용하여 상온~수백°C 영역의 측정만 가능하였으나 그 후 Nd : YAG, Nd : glass, 루비레이저 등 고출력 pulse laser의 개발에 힘입어 레이저 선속을 열원으로 이용하여 1,000°C 이상에서의 측정이 가능하게 되었다. 이 방법은

- (1) 측정시편의 크기가 비교적 작고(두께 : 1 ~ 3 mm,  $\phi$  : 6 ~ 16 mm)
- (2) 다른 방법들에 비해 고온영역에서의 측정정확도가 높으며
- (3) 신속한 측정이 가능하고
- (4) 비열의 동시측정이 가능하다

고 하는 것 외에도 수학적인 열전도도에 대한 model에서의 초기조건과 경계조건을 맞추어 줄 수 있고 시편의 단순한 형상, 시편종류의 다양함, 열확산도 및 측정온도 범위의 넓음( $1 \times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s} \sim 1 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ , 100 ~ 3,300 K) 등의 여러 장점 때문에 전 세계에 급속히 보급되어 지난 20여년동안 많이 사용되어 왔으며 전 세계의 열확산도 측정결과중 약 75% 가 이 섬광법으로 얻어진 것이다.<sup>11)</sup>

섬광법은 실제로 모든 고체에 대해서 사용 가능하고 액체금속에 대해서도 적용하고 있다. 그러나 단 하나의 단점으로는 시편의 표면에서부터 아주 얇은 데까지 손상을 입히지 않고 섬광에너지가 흡수되어야 한다는 것이다. Table 2-1에는 1981년까지 발표된, 섬광법에 관한 주요 연구결과가 정리되어 있다.<sup>15)</sup>

Table 2-1. Summary of events in the flash thermal diffusivity method<sup>15)</sup>.

No.	Investigator	Year	Temperature sensor	Temperature range(K)	Pulse source	Contribution
1	Parker et al.	1961	T/C	293-408	Flash lamp	Original method
2	Cowan	1963		2500		Analysis of influence of convection and radiation heat losses
3	Cape and Lehman	1963				Theory of finite pulse time and heat loss
4	Taylor and Cape	1964				Study of finite pulse time
5	Watt	1966				Theoretical study of three-dimensional heat flow effects
6	Larson and Koyama	1967				Study of finite pulse time effect and correction for thin sample
7	Henning and Parker	1967				Study of intrinsic thermocouple dynamic response
8	Larson and Koyama	1968				Extension of pulse method to two-layer samples
9	Acton and Kahn	1970	IR	to 2800	HeNe laser	Multispecimen high-temperature facility
10	Walter et al.	1970	T/C, IR	300-1700	Electron beam	Application of electron beam pulses (duration adjustable according to specimen)
11	Beedham and Dalrymple	1970				Study of influence of flash beam non-uniformity

(Continue)

No.	Investigator	Year	Temperature sensor	Temperature range (K)	Pulse source	Contribution
12	Kerrisk	1971, 1972				Study of criteria for application of pulse method to heterogeneous materials, part I and II
13	Donaldson	1972				Study of radial heat flow effects in pulse method
14	Schriempf	1972		286-573	Nd-glass laser	Application of pulse method to liquid metals
15	Taylor, R.E.	1973	T/C, IR	80-2500	Nd-glass laser	Application of DDAS to pulse method (reduction of measurement errors and application of corrections)
16	Ang et al.	1973		267-294		Solution of three-layer problem of pulse diffusivity measurement on encapsulated liquids
17	Chistyakov	1973				Study of two-layer specimens with contact resistance between layers
18	Taylor, R.E., and Clark	1974				Study of laser pulse shapes and derivation of analytical expressions for correction over entire temperature rise
19	Donaldson and Taylor, R.E.	1975	T/C	295	Nd-glass laser	Introduction of radial heat flow variant
20	Clark and Taylor, R.E.	1975				Study of radiation heat losses and derivation of new correlation method based on rising portion of temperature-response curve

(Continue)

No.	Investigator	Year	Temperature sensor	Temperature range (K)	Pulse source	Contribution
21	Murfin	1975				Analysis of two-layer conduction equation with contact resistance and application to pulse method
22	Lee, H.J., and Taylor, R.E.	1976				Study of application of pulse method to heterogeneous materials and effect of ratio of components
23	Heckman	1977	T/C			Theoretical study of behavior of intrinsic thermocouples in pulse thermal diffusivity measurement
24	Hanley et al.	1977	IR	300-1000	Nd-glass laser	Application of pulse method to rocks and minerals
25	Lee, T.Y.R., and Taylor, R.E.	1978				Study of application of pulse method to dispersed materials
26	Taylor, R.E., et al.	1979	T/C	224-457	Nd-glass laser	Application of pulse method to explosive materials (sandwiched three-layer specimens)
27	Chu et al.	1970	Pyrometer	1700-2000	Nd-glass laser	Diffusivity measurement at high temperatures with two-dimensional heat flow in the specimen
28	James	1980				Novel mathematical treatment for reduction of thermal diffusivity value from initial part of temperature response curve

(Continue)

No.	Investigator	Year	Temperature sensor	Temperature range (K)	Pulse source	Contribution
29	Taylor, R.	1980	T/C	300-3000	Ruby laser	Detailed description of apparatus and procedure for high-temperature diffusivity measurement
30	Koski	1981				Review of use of minicomputers in pulse method and introduction of digital noise filters in transient signal filtering

## 제 2 절 열 확 산 도

### 1. 이론<sup>15)</sup>

이 방법은 원반형의 작은 시편표면에 pulse laser나 xenon flash lamp에서 나오는, 지속시간 수 ms 내외의 광에너지를 조사시켜 시편 뒷면의 온도변화를 기록하여 열확산도를 구하는 것이다( Fig.2-1 참조 ). 이 방법은 반무한대의 시편에서의 열전도도 문제의 해에 근거를 두고 있다.

Carslaw 와 Jaeger 에 따르면<sup>16)</sup>  $t = 0$  일 때 섬광을 받고나서  $t$  만큼의 시간이 경과한 후, 두께  $L$  인 시편의 깊이  $X$ 에서의 온도변화  $T(x, t)$  는

$$T(x, t) = \frac{1}{L} \int_0^L T(x, 0) dx + \frac{2}{L} \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2 \alpha t}{L^2}\right) \times \cos\left(\frac{n \pi x}{L}\right) \int_0^L T(x, 0) \cos\left(\frac{n \pi x}{L}\right) dx \quad (2-1)$$

으로 나타낼 수 있다. 여기서  $\alpha$ 는 시편의 열확산도이다. 그런데  $x = 0$  인 시편의 표면에서 섬광에너지  $Q$ 가 균일하게 입사되어 깊이  $g$  까지 흡수되었다면 그 때의 온도분포는 다음과 같게된다.

$$T(x, 0) = Q / dC_p g \quad \text{for } 0 < x < g \quad (2-2a)$$

$$T(x, 0) = 0 \quad \text{for } g < x < L \quad (2-2b)$$

이와 같은 초기조건에 의해서 식 (2-1) 은

$$T(x, t) = \frac{Q}{dC_p L} \left| 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos\left(\frac{nx}{L}\right) \frac{\sin(n\pi g/L)}{(n\pi g/L)} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t\right) \right| \quad (2-3)$$

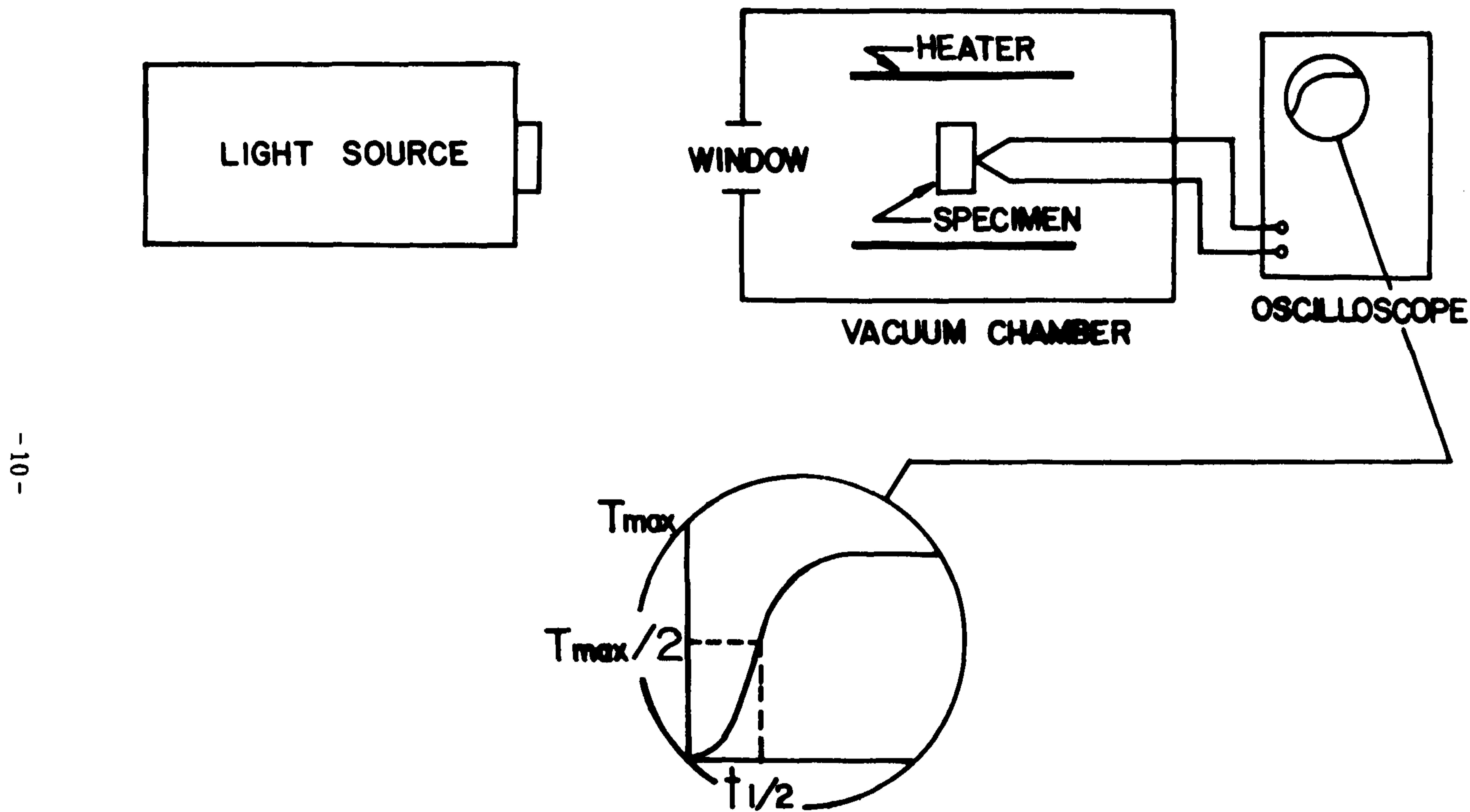


Fig.2-1. Schematic of flash diffusivity method and temperature rise on rear surface.

로 나타낼 수 있게된다. 여기서  $d$ 는 밀도,  $C_p$ 는 비열이다. 불투명한 물질에서는  $g$ 가 충분히 작으므로  $\sin(n\pi g/L) \sim n\pi g/L$ 로 들 수 있기 때문에 시편 뒷면의 온도변화는

$$T(L, t) = \frac{Q}{dC_p L} \left| 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t\right) \right| \quad (2-4)$$

으로 표현가능하다.

식 (2-4)에 의하여 시편 뒷면의 최대 온도상승치는

$$T_{L,\max} = \frac{Q}{dC_p L} \quad (2-5)$$

가 됨을 알 수 있고, 이 값에 대한  $T(L, t)$ 의 비  $V$ 는

$$V = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t\right) \quad (2-6)$$

가 되며 항상 0과 1 사이의 값을 가진다. 식 (2-6)에서 열확산도가 시편 뒷면의 온도변화의 최대값에 대한 백분율에 의해서

$$\alpha = k_x L^2 / t_x \quad (2-7)$$

로 구해진다. 여기서  $k_x$ 는  $x$  percent 만큼의 상승에 따른 상수,  $t_x$ 는 경과된 시간이다.

열확산도를 구하는데 가장 간단하고 자주 쓰이는 것이  $t_{1/2}$ 인데 이것은 시편 뒷면의 온도변화가 최대치의 50 %까지 상승하는데 걸리는 시간으로서

$$\alpha = 0.1388 L^2 / t_{1/2} \quad (2-8)$$

따라서 실험적으로 미지의 값  $t_{1/2}$  을 측정하면 열확산도  $\alpha$  를 구할 수 있다. Fig.2-2 에는 식 (2-6)에 따라  $\pi^2 \alpha t / L^2$ 에 대한 V의 변화를 나타내었다.

섬광법을 사용하여 열확산도를 정확히 측정하기 위해서는 다음의 세가지 조건이 만족되어야 한다.

- (1) 시편은 외부와 단열되어야 한다.
- (2) 섬광의 지속시간이 시편 뒷면의 온도상승 시간보다 충분히 짧아야한다
- (3) 섬광의 에너지분포가 균일해야 한다.

조건 (1)과 (2)의 효과는 Fig.2-3 에 나타나 있다.<sup>17)</sup> 따라서 Fig.2-3 의 a 와 같은 이상적인 곡선을 얻기 위해서는 섬광의 지속시간을 가능한 한 짧게 하며 시편과 그 지지부와의 접촉면을 최소화하고 지지부의 재질은 열 전도성이 매우 낮은 물질로 선택하고 주변부의 기류에 의한 열전달을 방지하기 위해 시편을 고진공조 ( $\leq 10^{-7}$  torr) 속에 넣거나 불활성 기체를 진공조에 채운다. 열확산도가 매우 높은 시편의 경우엔 조건 (2)가 만족되어지지 않을 수도 있는데 이것은 Q-switching 방법을 사용하여 레이저필스의 지속시간을 줄인다거나 이론적 보완이 이루어진 후 해석되고 있다.

조건 (3)의 효과는 Fig.2-4 에 나타나 있는데<sup>17)</sup> 다중모드 광섬유를 레이저 광의 도파관으로 사용하여 에너지 분포를 균일하게 만들거나<sup>18)</sup> 이론식을 보정하여 열확산도의 측정정확도를 향상시키려는 노력들이 이루어지고 있다.

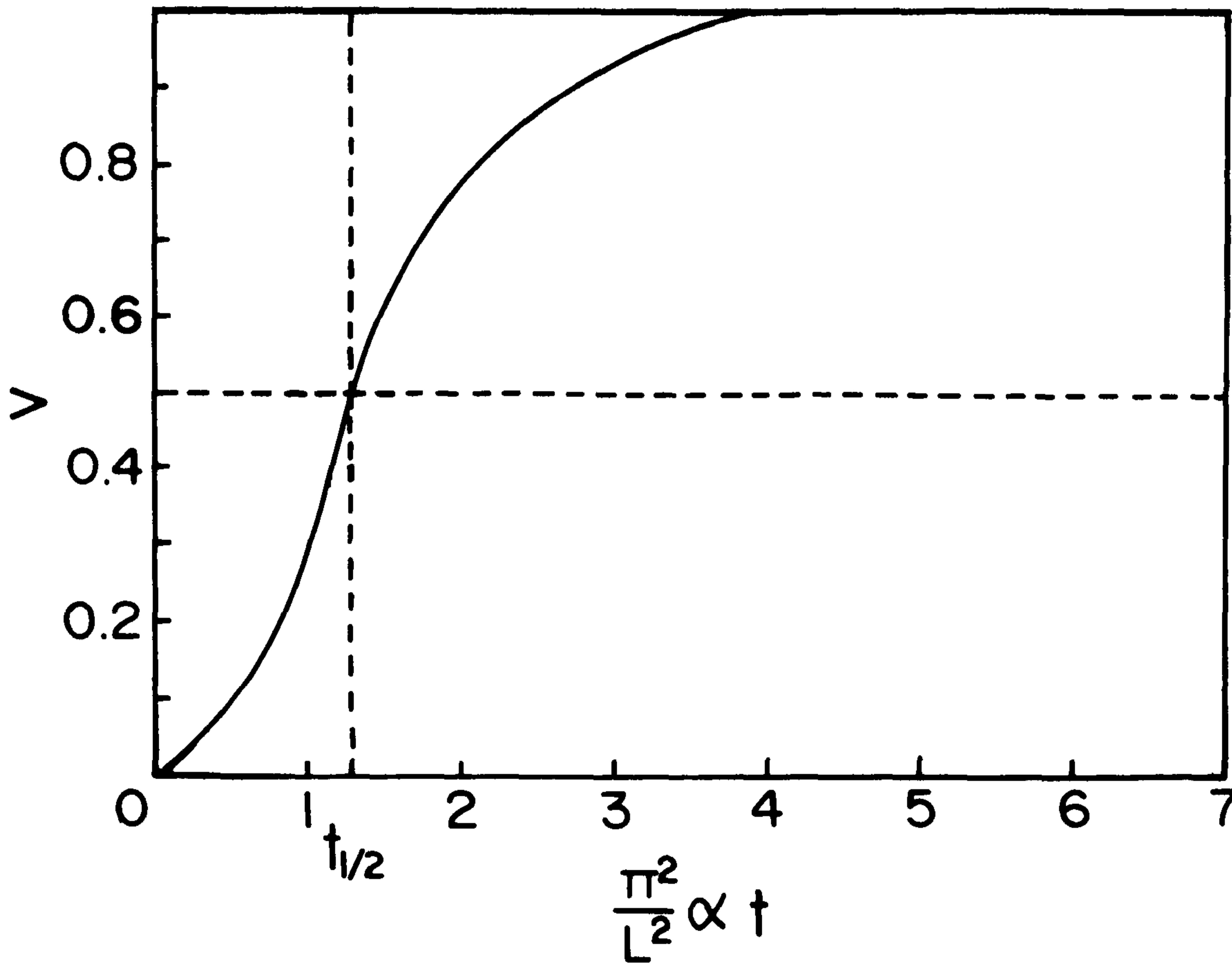


Fig. 2-2. Rear surface temperature history of the sample after laser irradiation.

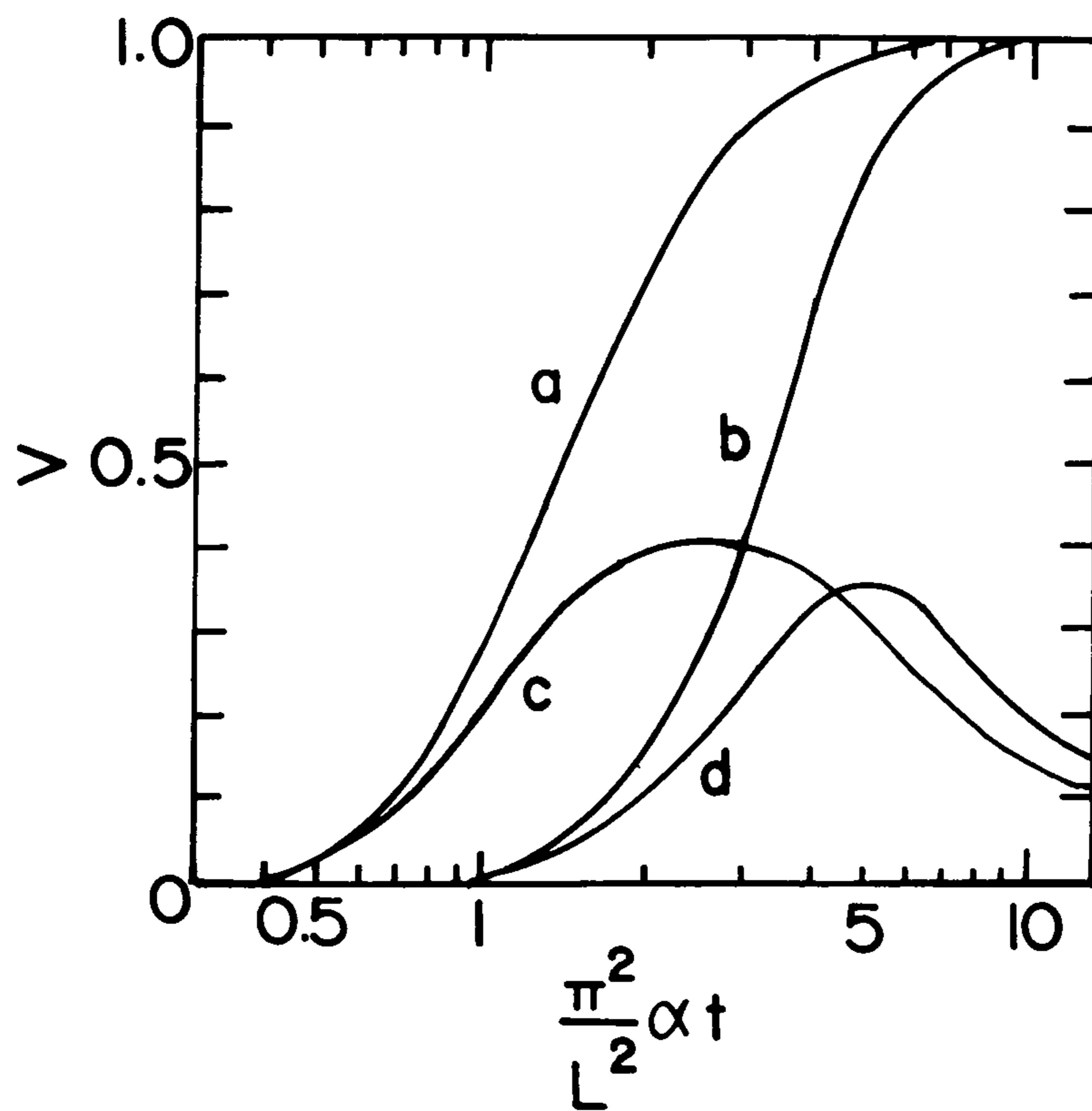


Fig.2-3. Typical examples of temperature history curves.  
 a: ideal case (zero pulse duration and no heat loss),  
 b: finite pulse duration and no heat loss,  
 c: zero pulse duration and heat losses,  
 d: finite pulse duration and heat losses.

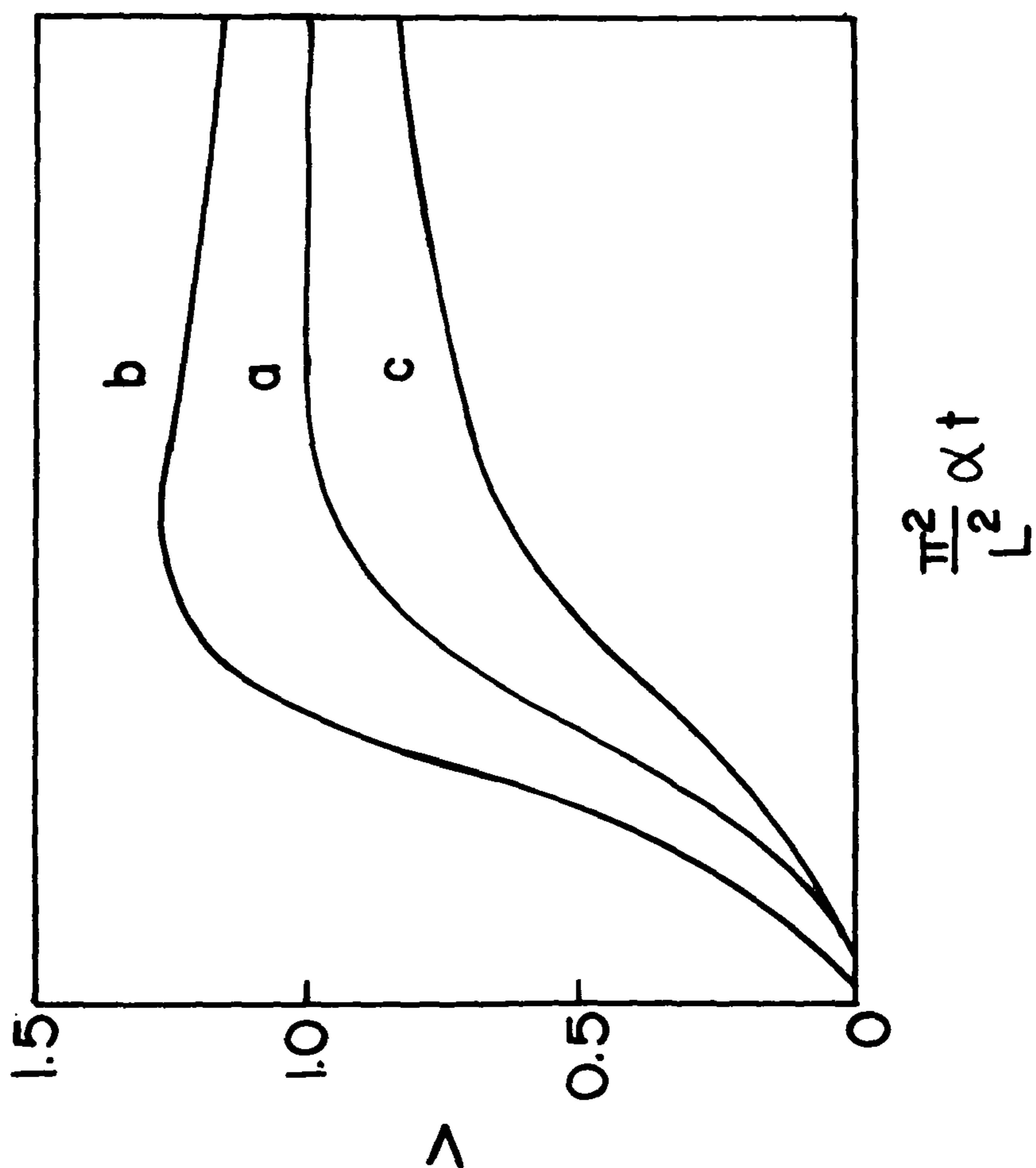


Fig.2-4. Rear surface temperature history which is dependent on the heating condition.  
a: uniform heating, b: central part heating  
c: off-central part heating.

## 2. 오차의 분류<sup>19)</sup>

섬광법을 사용하여 열확산도를 구할 때의 오차는 크게, 측정오차(measurement error)와 비측정오차(non-measurement error)로 나눌 수 있다. 측정오차는 시편의 두께측정 및 시간에 따른 시편 뒷면의 온도변화를 측정할 때의 오차와 관련된다. 두께측정은, 전기마이크로미터 등 길이 측정장치의 발전으로  $\pm 0.1 \mu\text{m}$  정도까지 측정이 가능해졌으므로 그로인한 오차는 무시할 수 있을 정도로 작다.  $t_{1/2}$ 의 측정(시간에 따른 시편의 온도변화) 시에 보통 oscilloscope를 사용하면 오차가  $\pm 2.4\%$ , digital oscilloscope를 사용하면  $\pm 1.5\%$ , 그리고 DDAS(digital data acquisition system)를 사용하면  $\pm 0.6\%$ 이다.

비측정오차는 측정 data를 이용하여 열확산도를 계산하기 위한 방정식을 세우는데 필요한 수학적 모델에서 가정한 경계조건과 실험조건과의 차이에서 발생되는 것들로서 여러가지가 있지만 주된 것은 다음 3 가지이다.

- (1) 유한 섬광시간 효과(finite pulse time effect)<sup>13)</sup>
- (2) 열손실 혹은 이득효과(heat loss or gain effect)<sup>14)</sup>
- (3) 불균일 가열효과(nonuniform heating effect)<sup>17)</sup>

이 효과들은 오차라고 분류하기보다는 이상적인 경우에 비해서의 deviation이라고 할 수 있다. 이론해석을 위한 program을 작성할 때는 이 효과들을 모두 보상해 줄 수 있는 model을 선정하는 것이 바람직 하다.

### 제 3절 비열 및 열전도도<sup>20)</sup>

지금까지 발표된 비열측정법에는<sup>21)</sup> 단열법(adiabatic calorimetry), 투하법(drop calorimetry), 교류법(AC calorimetry) 및 섬광법(flash calorimetry) 등 많은 방법들이 있지만 상온에서 초고온 영역까지 연속적으로 측정할 경우에는 섬광법이 적합하다.

섬광법을 사용한 비열측정은, 앞 절에서 말한 열확산도 측정장치와 동일한 장치에서 가능하지만, 열확산도 측정시와는 다른 세심한 주의가 요구된다. 정확한 비열측정을 위해서는 시편의 온도상승폭 및 시편이 흡수한 광에너지를 정확히 측정하는 것이 필수적이나 이것은 매우 까다로운 일이다. 왜냐하면 섬광의 조사에너지를 항상 재현성 있게 일정하게 했다 하더라도, 시편표면의 에너지흡수율(또는 반사율)은 시편마다 다르고 동일 시편에서도 시편의 표면상태에 따라서 크게 좌우되기 때문이다.

#### 1. 최대 온도상승폭

이미 말한 바와 같이 비열측정은, 섬광의 조사에 의한 시편의 최대 온도상승폭( $T_{max}$ )과 시편이 흡수한 에너지(E)를 얼마나 정확히 측정하는가에 달려있다. 먼저  $T_{max}$ 의 측정에 관해서 살펴보자.

섬광의 조사시간은 약 1 ms 이므로, 시편의 온도는 Fig.2-5에서 보여 주는 바와 같이, 섬광의 조사전과 조사 후에도 충분한 시간동안 측정하여 온도 drift를 취하여 조사시( $t = 0$ )까지 외삽하여  $t = 0$ 에 있어서의 최대온도 상승폭  $T_{max}$ 를 구한다. 온도 drift의 측정은, 섬광의 조사 시간이

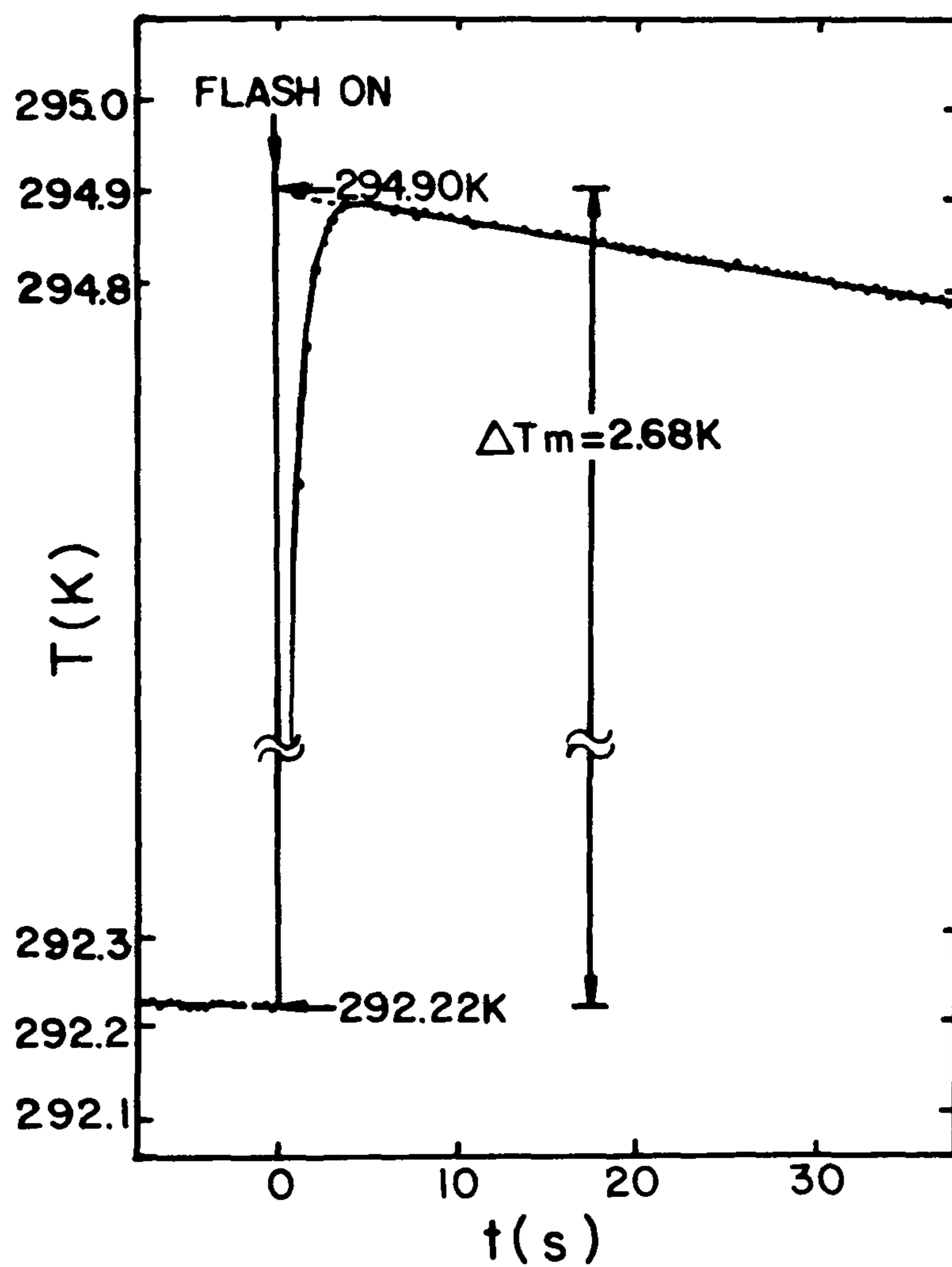


Fig.2-5. Example of determination of maximum temperature rise by extrapolation.

얇으므로, 얇은 시간 간격으로 측정하지 않으면 안된다.

보통은 조사 직후를 제외하고는 직선적인 온도 drift 가 되지만, 시편이 소량일 때 고온에서 복사에 의한 열손실이 클 경우에는 온도상승  $T$ 가 시간  $t$ 에 대해 지수함수적으로 감소하므로  $\ln(T)$  와  $t$ 의 curve에서  $t = 0$ 에 외삽할 필요가 있다.

## 2. 흡수에너지

시편에 흡수된 광에너지를 직접 절대 측정하는 것은 불가능하므로, 표준 시편을 사용하여, 상대적으로 측정한다. 즉, Fig.2-6에서 알 수 있듯이 섬광의 진로에 대하여 얇은 유리판을 경사지게 놓아 일부분의 광을 반사시켜 광전소자와 적분출력계를 사용하여 반사광의 에너지를 측정하고, 비열을 이미 알고 있는 표준시편의 온도상승을 측정하여 표준시편에 흡수된 섬광의 에너지를 계산하면 반사광 에너지와 표준시편에 흡수된 광에너지 사이의 환산곡선을 구할 수 있게된다. 따라서 측정하고자 하는 시편도 그 표면상태를 표준시편과 동일하게 하여 흡수율을 같게 만들면, 반사광에너지만 측정하면 환산곡선을 이용하여 시편에 흡수된 섬광에너지를 구할 수 있게 된다.

이러한 방법으로 시편에 흡수된 에너지를 측정하기 위해서 Fig.2-7과 같이 수광판( absorbing plate )이 사용되고 있는데, 이때 표준시편과 측정시편에 동일한 수광판을 사용해야 한다. 보통 수광판은 glass 상 carbon 박판( glassy carbon )으로 제작되고 직경은 섬광의 직경보다 약간 크게, 그리고 전 섬광에너지를 언제나 동일 효율로 흡수하기 위해 시편 표면에 소

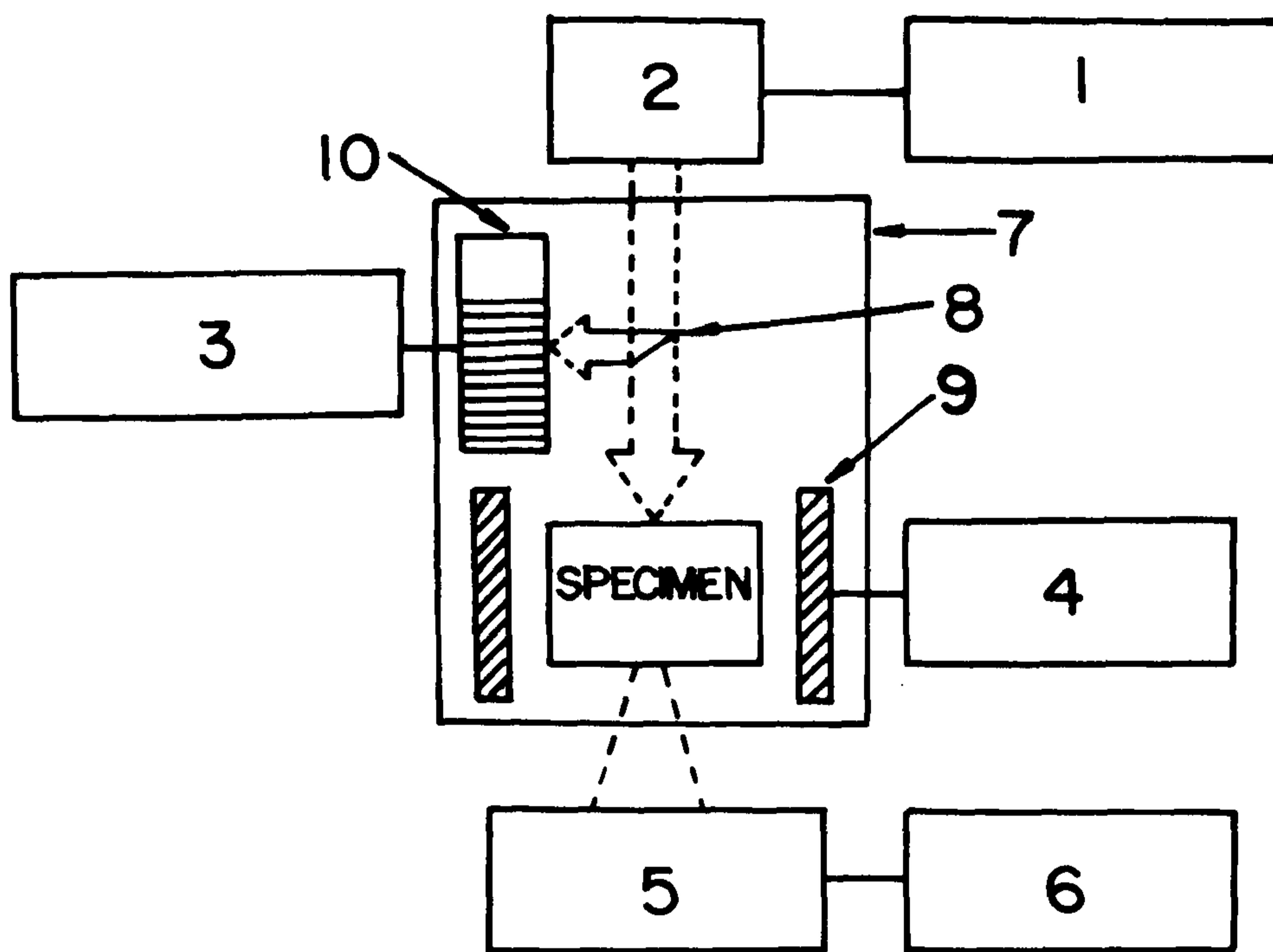


Fig.2-6. Block diagram of laser flash calorimetric system.

1: laser power supply, 2: pulse laser, 3: energy meter,  
4: temperature controller, 5: digital volt meter,  
6: computer, 7: vacuum chamber, 8: beam splitter,  
9: heater, 10: photocell.

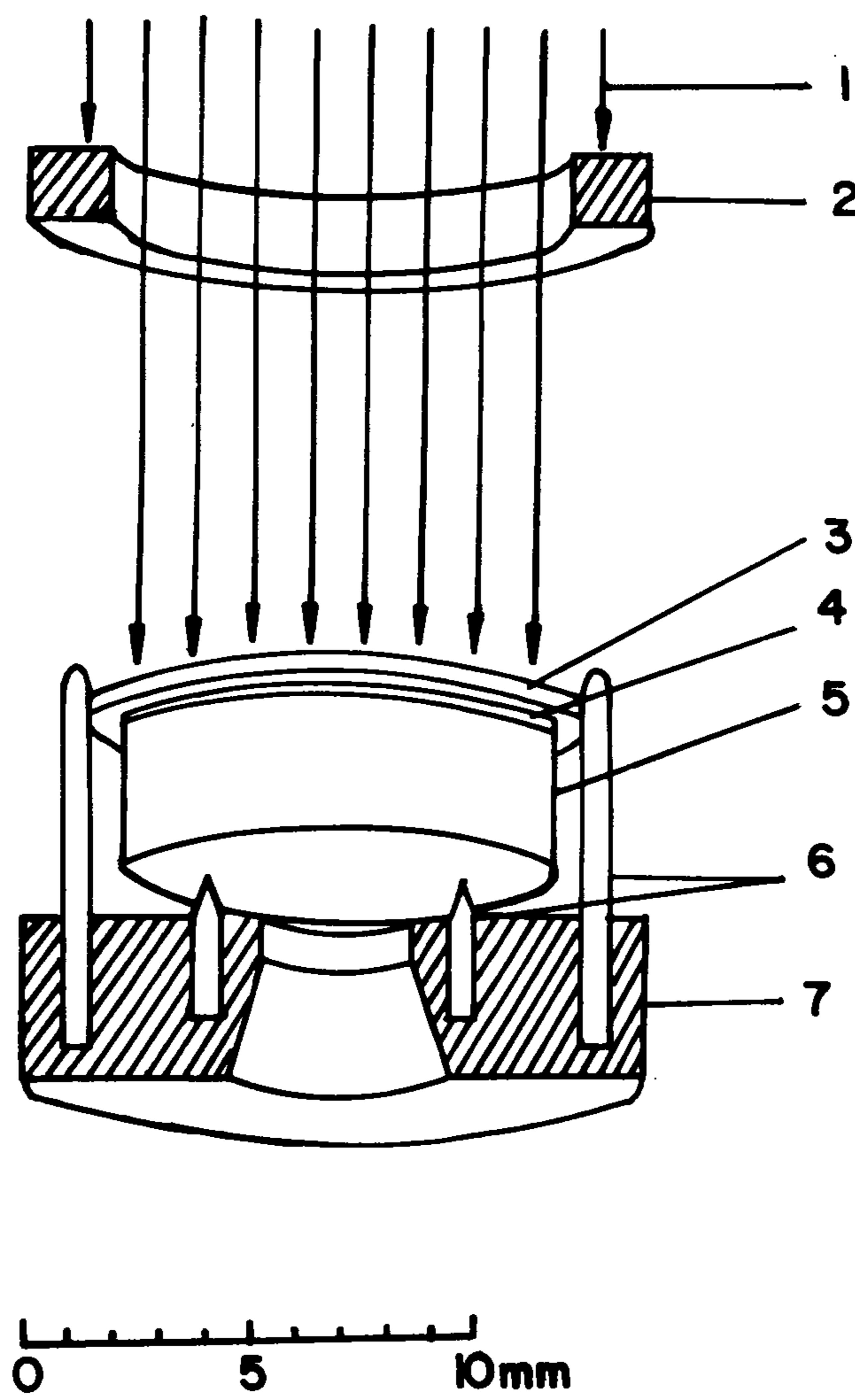


Fig.2-7. Specimen holding assembly for laser flash calorimetry  
1: laser beam, 2: slit, 3: absorbing disk,  
4: silicon grease, 5: specimen, 6: quartz pin,  
7: specimen holder.

량의 진공 grease 등을 사용하여 접착한다. 그러나 200 °C 이상에서는 silver paste를 접착제로 사용한다.

### 3. 비열계산과 온도의존성

이상과 같은 방법에 의해 시편에 흡수된 에너지와 최대온도 상승폭이 정확히 구해지면 비열은

$$C_p = \frac{E/T_{\max} - C}{m} \quad (2-9)$$

에 의해서 구해진다. 여기서 m은 시편의 질량, C는 수광판의 전 열용량이다.

넓은 온도범위에 걸쳐서의 시편의 비열을 측정할 경우엔 우선, 비열을 이미 알고 있는 표준시편 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  단결정등)을 이용하여 실온에서의 측정 시편의 비열을 측정하고 다음에 비열의 온도 의존성을 측정하는데, 이때는 실온에서의 비열  $C_p(T_{ref})$ 를 기준으로 하여, 시편의 온도를 바꾸었을 때의 비열  $C_p(T)$ 를  $C_p(T)/C_p(T_{ref})$ 의 형태로 상대측정한다. 이 경우도 접착제에 주의하여 수광판으로는 glass 상 carbon을 사용하지만 600 K 이상의 고온이 되면 수광판과 시편의 열팽창 때문에 강도를 잃게된다. 고온에서의 비열측정시에는 수광판 대신 시편표면에 콜로이드상의 graphite를 얇게 입혀서 사용한다. 이 방법에 의한 측정 정확도는 100 ~ 800 K 온도 범위에서는 ±0.5 %, 800 ~ 1,100 K에서는 ±1 %임이 알려져 있다.

#### 4. 열전도도 22)

열전도도 측정 방법은 크게 정상법 ( steady-state method ) 과 비정상법 ( non-steady-state method ) 로 나눌 수 있다. 정상법에는 세로방향 열류법, 경방향 열류법, Forbe 의 막대법 등이 있으며 대개 상온이나 중온영역 ( $800^{\circ}\text{C}$  이하) 에서 사용되고 비정상법에는 주기열류법 ( periodic heat flow method ) 과 일시열류법 ( transient heat flow method ) 등이 있는데 일시열류법의 일종인 섬광법을 제외하고는  $1,000^{\circ}\text{C}$  이상의 온도영역에서는 오차가 상당히 크다.

섬광법을 사용하여 열전도도를 구하는 것은 비열, 열확산도 및 밀도를 측정하여 다음 식을 이용하여 계산하는 것이다.

$$k = C_p \cdot \alpha \cdot d \quad (2-10)$$

이 방법에 의한 열전도도 측정오차는 비열과 열확산도의 오차전파에 의해  $1,000^{\circ}\text{C}$  부근에서 대개  $\pm 5\%$  정도의 값을 갖는다. 따라서 고온 영역에서의 비열의 측정오차를 줄이는 것이 열전도도 측정오차를 줄이는 길임을 알 수 있다.

## 제 3 장 열물성 측정장치 설계·제작 및 구성

본 연구에서 구성한 “섬광법을 사용한 열물성 측정장치”의 개략도는 Fig.3-1과 같다. 즉, xenon flash lamp에서 발생된 지속시간 1ms 내외인 섬광이 광학계를 거쳐서 분위기 온도를 조절할 수 있는 고온진공로 속에 위치한 시편의 앞면에 조사된다. 시편과 섬광의 직경은 10mm이다.

이때 시편의 온도변화는 뒷면 중심부에 부착된 열전대에 의하여 감지되고 이 열전대 신호가 storage oscilloscope 및 GPIB interface를 거쳐서 computer로 입력된다. 한편 시편의 비열을 측정하기 위하여 시편에 입사하는 섬광의 에너지를 정확히 측정해야 하므로 반사율을 이미 알고 있는 beam splitter로 일부분의 섬광을 반사시켜 disk calorimeter로 에너지를 측정하고 그 값도 RS 232 parallel pot을 사용하여 computer로 입력시킨다.

Computer에서는 시간에 따른 열전대 신호의 변화를 plot하여  $t_{1/2}$ 을 구하고 이 값과 측정되어진 섬광의 에너지 및 시편에 대한 정보를 가지고 열학산도, 비열 그리고 열전열도도를 계산한다. 계산용 program은 부록에 수록하였다. 이론 및 수치해석에 관한 것은 제 4 장에서 논의하도록 하자.

열물성측정장치는 크게 광원부, 시편지지부 그리고 신호처리부등 3부분으로 나눌 수 있다.

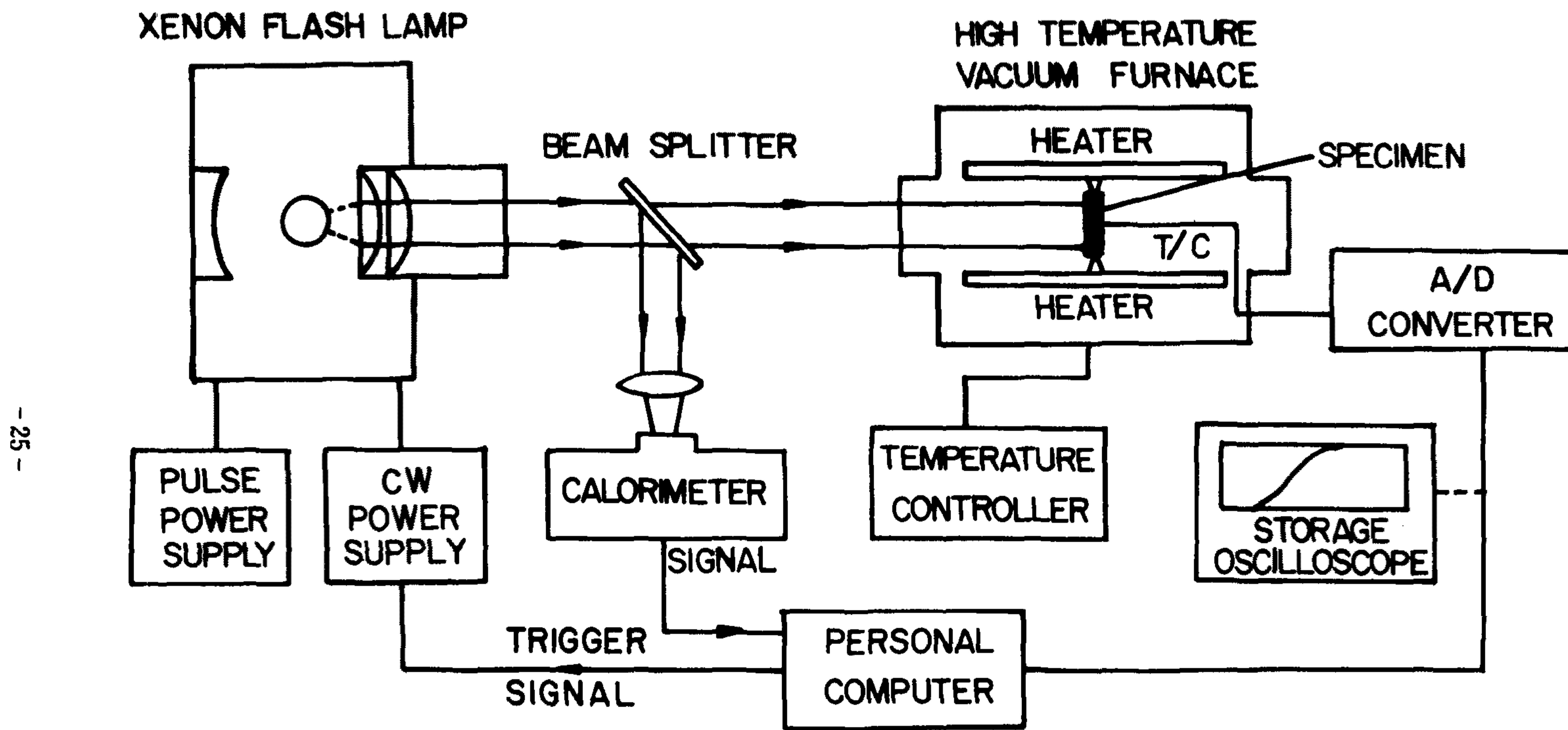


Fig.3-1. Constructed experimental arrangement of the flash method for measuring thermo-physical properties.

## 제 1 절 광 원 부

### 1. Xenon lamp housing

Fig.3-2 는 xenon lamp housing (ORIEL 66021)이다. Xenon lamp 속은 xenon gas 가 고압으로 채워져 있기 때문에 lamp 가 가열되면 폭발할 염려가 있으므로 가로, 세로, 높이가 각각  $172 \times 165 \times 436 \text{ mm}^3$  인 steel 제 box 인 housing 속에 넣고 동작 시킨다.

광의 출구 직경은 65mm이고 한쌍의 렌즈를 조절하여 평행광과 수렴광을 만들 수 있도록 되어 있고 그 반대쪽에는 오목거울이 붙어 있어 섬광의 출력을 25 ~ 30 %정도 증가 시킬 수 있게 되어 있으며 냉각용 fan 도 달려있다. 이 lamp housing 은 CW power supply 와 본 연구에서 직접 제작한 pulse power supply에 동시에 연결되어 있어 광학계를 정렬할 경우에는 CW로 동작시키고 열물성 측정실험시에는 pulse로 동작시킨다.

### 2. Xenon lamp

Xenon lamp (HANOVIA 976C-1) short arc lamp로서 CW로는 최대 1,000 W 까지 사용할 수 있는 것으로서 quartz로 이루어진 용기속에 고압 xenon gas 가 채워지고 anode 와 cathode 가 약 10mm 떨어진 상태로 들어있다. (Fig.3-3)

이 lamp 를 start 시키려면 약 40 kV 이상의 고전압이 걸려서 내부의 xenon gas 를 이온화 시켜서 arc 사이에 path 를 형성 시켜야 한다. 이 lamp 를 계속 사용하여 가열되면 xenon gas 의 압력이 50 ~ 70 기압이 되

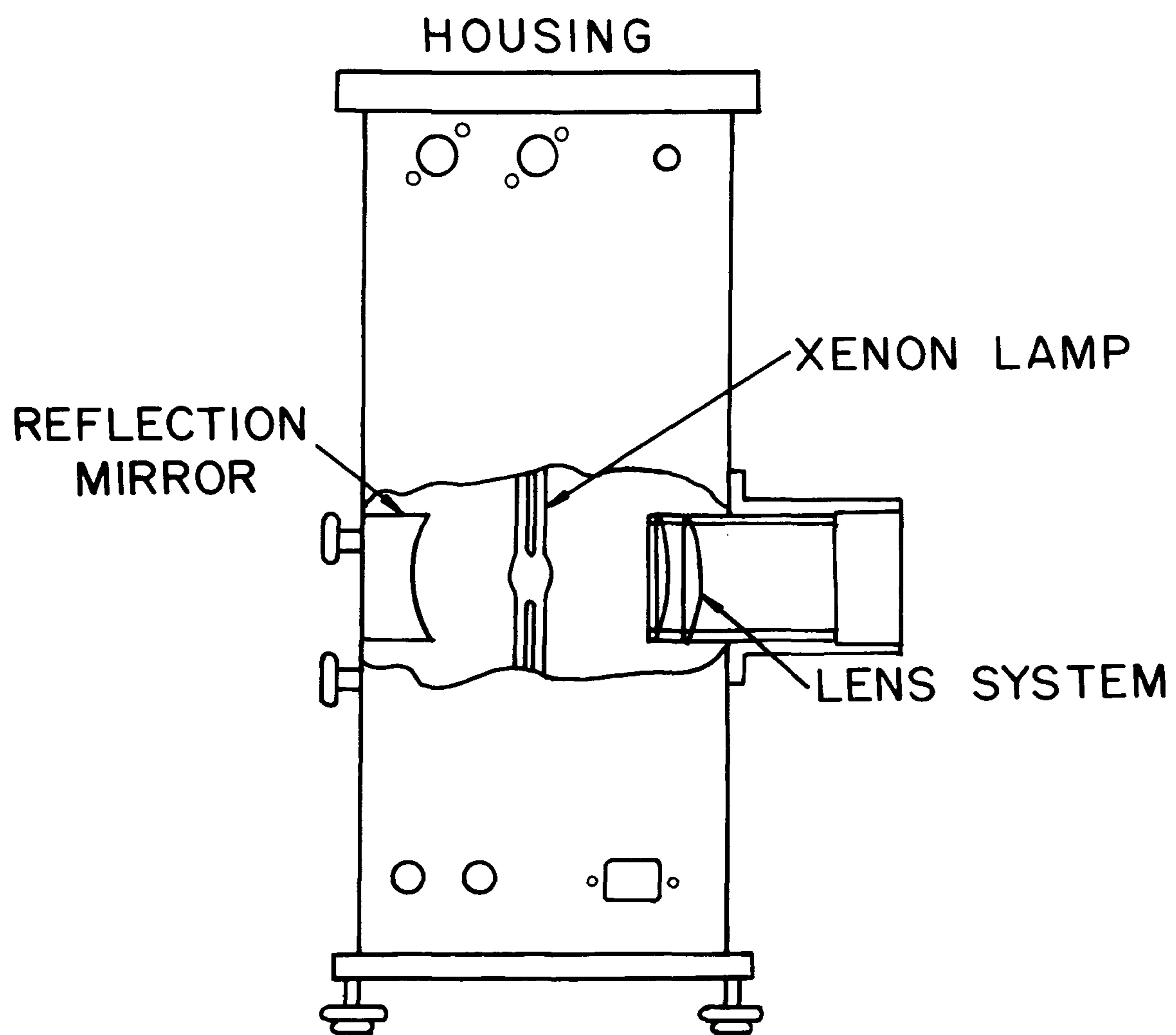


Fig.3-2. Xenon flash lamp housing with lens system.

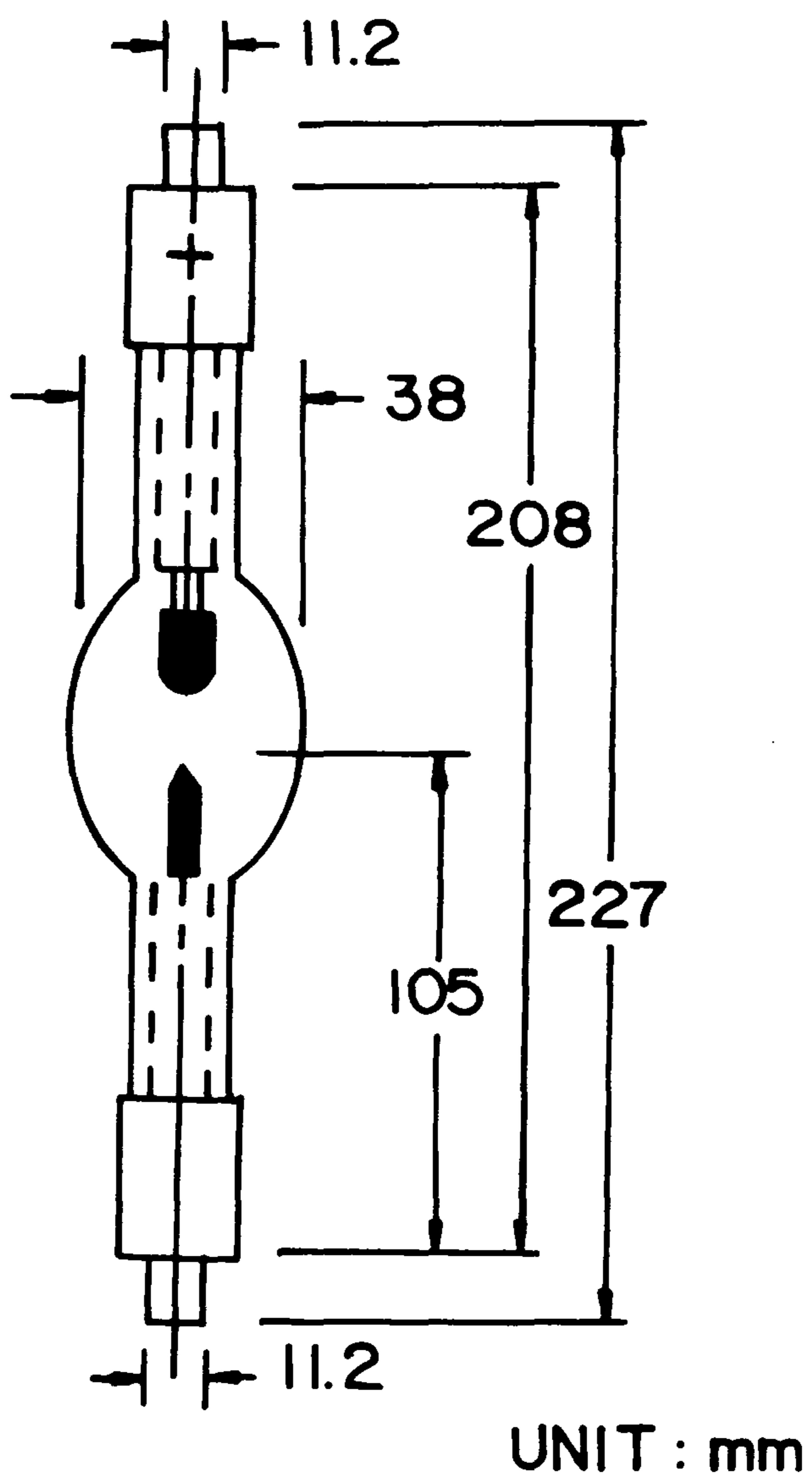


Fig.3-3. Commercial short arc xenon flash lamp.  
(HANOVIA 976C-1)

며 출력 spectrum은 glow plasma spectrum과 xenon line과의 조합으로 구성된다. Xenon line은 파장이  $0.75 \sim 1.0 \mu\text{m}$ 일 때 intensity가 가장 강하며 적외선영역으로 갈수록 약해진다.

### 3. Lamp power supply<sup>23)</sup>

섬광의 지속시간은 수ms 내외로 매우 짧기 때문에 시편에 광이 정확히 입사되도록 정렬하는 것은 매우 어렵다. 따라서 상용 CW(continuous wave) power supply(ORIEL 8540)를 먼저 연결하여 system 정렬을 한 뒤에, 본 연구에서 직접 제작한 pulse power supply를 연결하여 실험하였다. 상용 CW power supply는 전압이  $15 \sim 85 \text{ V}$ , 전류가  $6 \sim 50 \text{ A}$ 이며 용량이  $1,000 \text{ W}$ 인 xenon lamp를 구동시킬 수 있다.

Xe-flash lamp에 에너지를 공급하기 위하여 설계 제작된 전원공급 장치의 전체 구성도가 Fig.3-4 (a)와 Fig.3-4 (b)에 나타나 있다. 전원공급장치는 크게 충·방전회로와 trigger 회로로 구성되어 있다. 사용된 변압기의 용량은  $4 \text{ kW}(200 \text{ V})$ 이다. 콘덴서에  $0 \sim 200 \text{ V}$  사이의 원하는 전압을 충전시키기 위하여 변압기의 입력에 TRIAC을 설치하여 충전되는 전압의 일부를 분배한 전압과 기준전압을 비교하여 충전전압조절회로에서 TRIAC을 ON/OFF하도록 하였다. 충전에너지는  $\text{CV}^2 / 2$ ( C는 콘덴서용량, V는 충전전압 )이므로 충전전압과 콘덴서 용량을 조절하여 충전에너지를 선택 할 수 있도록 하였다. 실험시 콘덴서 용량은,  $12,000 \mu\text{F}$ 이고 내압이  $200 \text{ V}$ 인 콘덴서 7개를 병렬로 연결하여,  $84,000 \mu\text{F}$ 가 되게하고, 방전 전압은  $120 \text{ V}$ 로 하였다.

Flash lamp를 방전 시키기 위해서는 trigger 시켜주어야 한다.

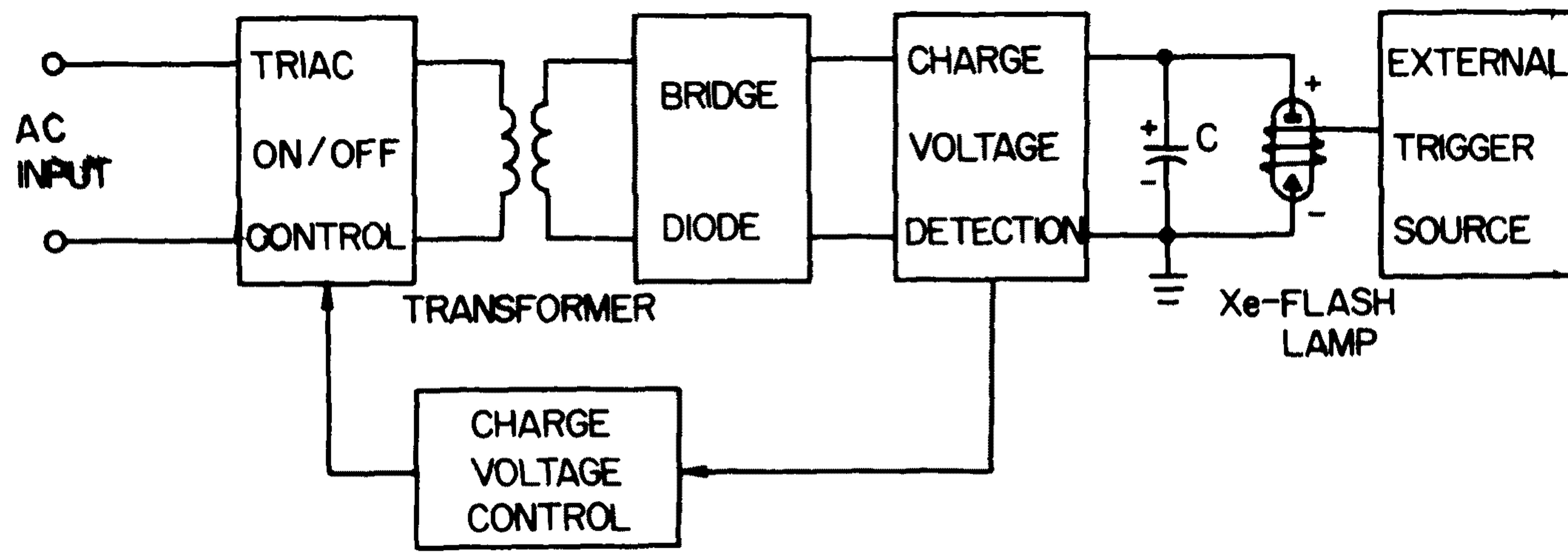


Fig.3-4(a). Schematic diagram of the pulse power supply.

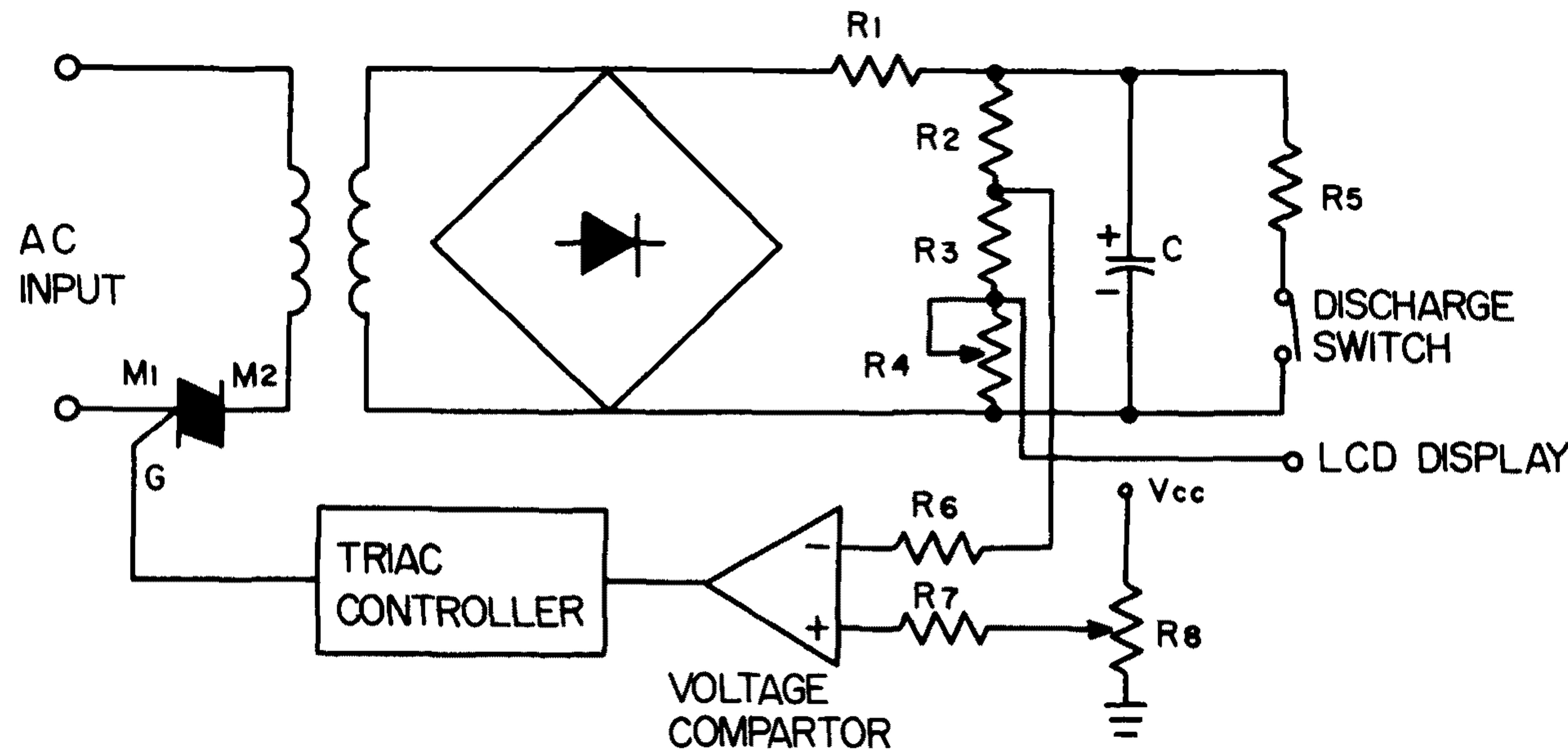


Fig.3-4(b). Charging and discharging circuit of pulse power supply.

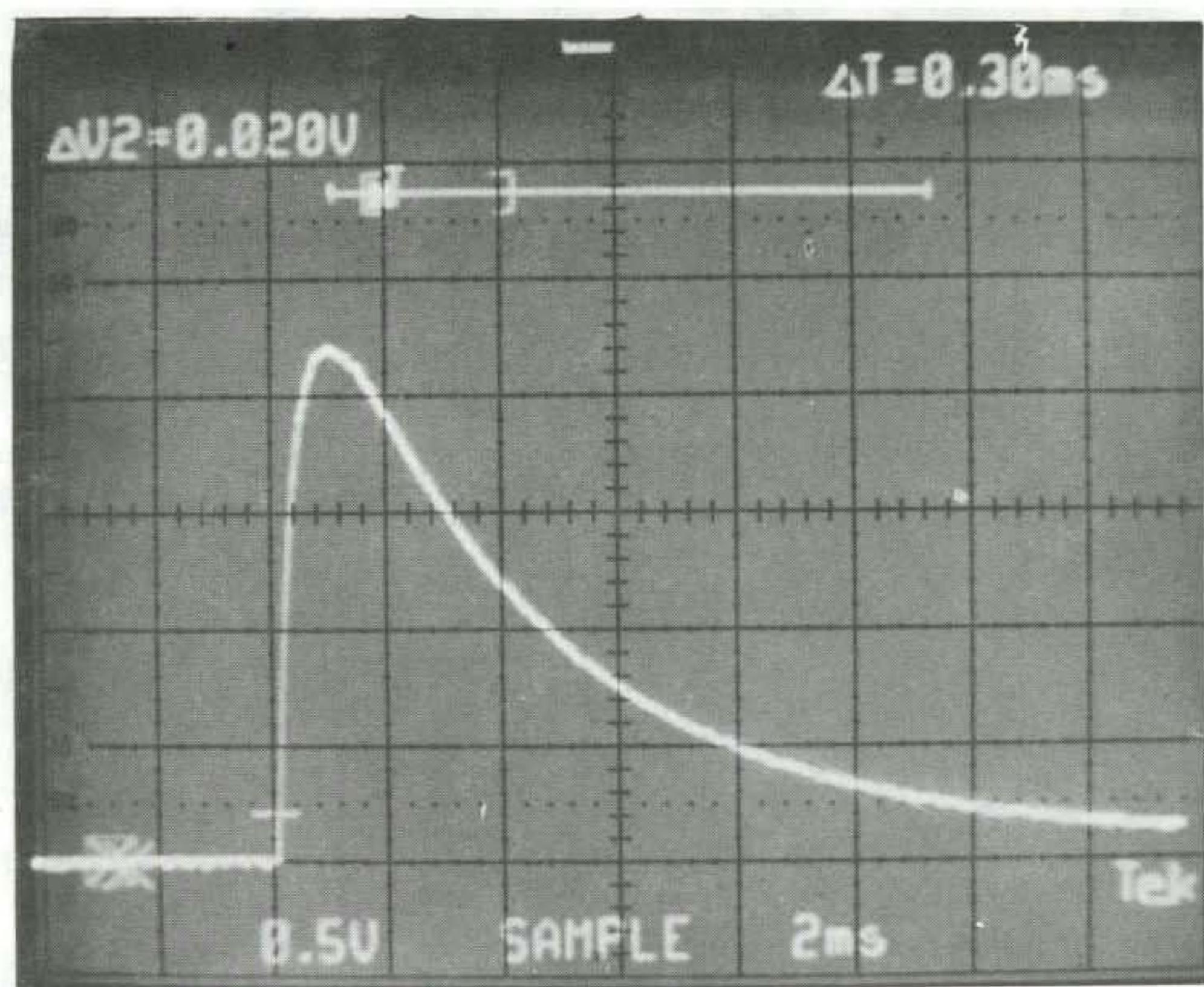


Fig.3-5. Profile of discharging pulse from xenon flash lamp  
(2ms/div).

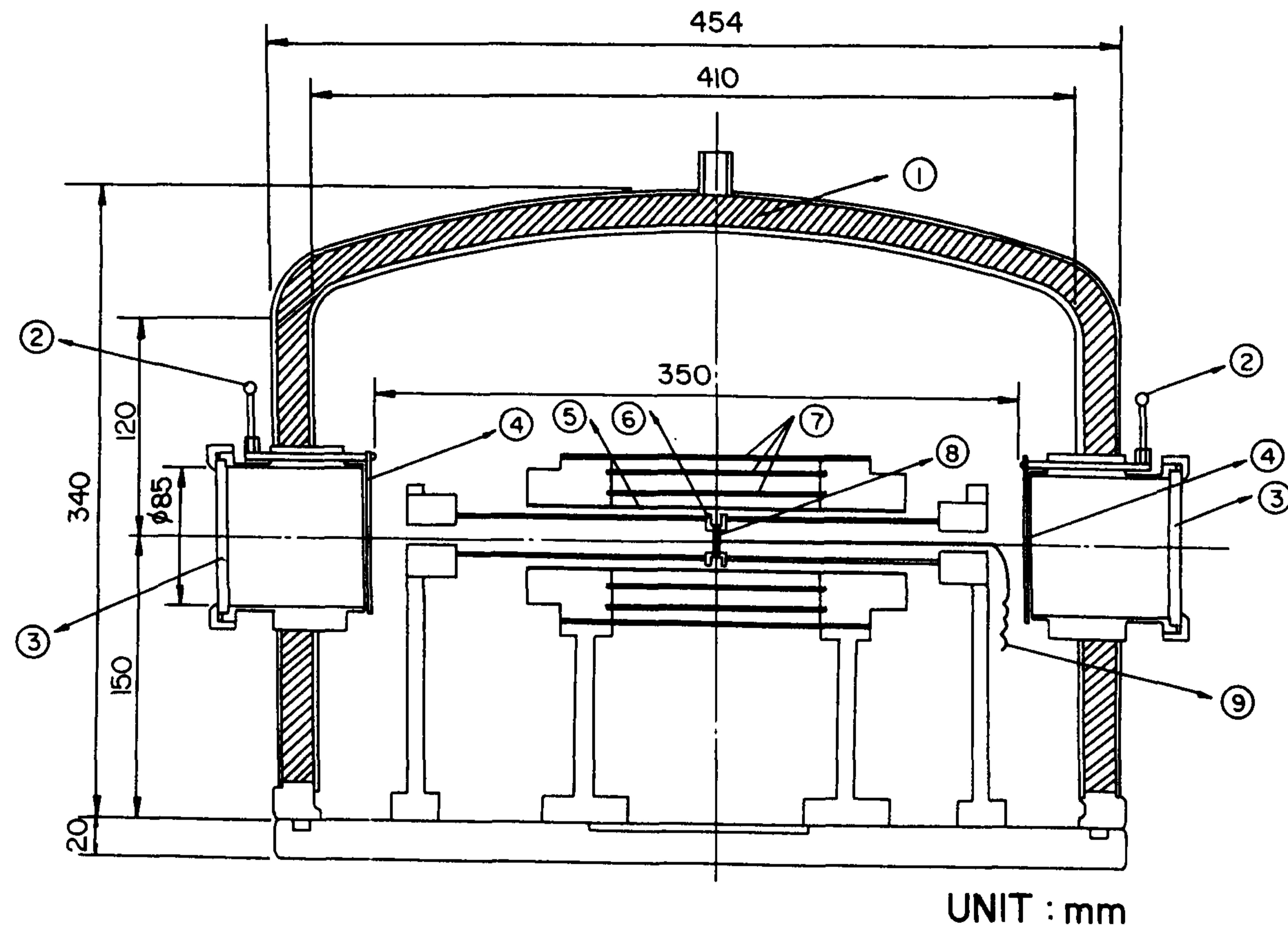


Fig.3-6. High temperature vacuum furnace.

- 1: cooling water, 2: shutter lever,
- 3: quartz window, 4: shutter, 5: heater,
- 6: specimen holder, 7: reflector, 8: specimen,
- 9: thermocouple

Trigger로는 출력 pulse 전압이 40 kV인 상용 CW power supply의 igniter를 이용하였다.

Fig.3-5는 xenon flash lamp에서 발생된 섬광을 silicon photo diode를 사용하여 digital storage oscilloscope(TEKTRONICS 2221)로 잡은것을 사진 찍은 것이다. Pulse 지속시간이 약 4 ms임을 알 수 있다.

## 제 2 절 시편 지지부

### 1. 진공 장치

열물성 측정중 금속 시편주위의 기류에 의한 열손실을 방지하고 시편의 온도를 고온으로 올릴때 heater의 산화를 막기 위해서는 시편을 고온 진공로속에서 지지해야 한다. Fig.3-6에는 고온 진공조와 그 내부의 단면도를 나타내었다. 본 진공조는 2차년도에 측정온도를 2,000°C까지 올릴때도 사용할 예정이므로 냉각이 잘 되도록 하기 위해서 이중 stainless steel 구조로 하여 벽사이에는 냉각수를 순환시키도록 하였다. Xenon flash lamp에서 발생하는 섬광이 입사하는 쪽과 그 반대쪽은 적외선을 잘 투과시키기 위하여 quartz window( $\phi = 85\text{mm}$ )를 설치하였고, 시편과 heater에서의 복사열에 의한 window의 손상을 방지하기 위하여, window 안쪽에는 알미늄 판으로 shutter를 설치하여 실험시 heater의 온도가 안정화 될때까지 닫아 두도록 하였다.

진공도는 rotary pump와 diffusion pump를 사용하여 상온에서 약  $8 \times 10^{-7}$  torr가 되게 하였고 진공계기로는,  $10^{-3}$  torr 까지인 저진공에서는 가

이슬러관을 사용하고 그 이상의 고진공에서는 cold cathode ionization gage (Balzers IKR 020 과 IKG 010)를 사용하였다. 진공조 내부는 직경 410 mm, 높이 270mm이며 Fig.3-7은 전체 진공장치 외형의 사진을 보여주고 있다.

## 2. Heater와 시편지지대

시편 주위는 heater 와, heater에서의 복사열을 차단하기 위한 다섯겹의 반사막으로 둘러싸여 있다. Heater와 이 반사막은 두께  $50\ \mu\text{m}$ 인 tantalum foil 을 직경 50mm 내외, 길이 150mm인 cylinder 형태로 말아놓은 것이다. Heater에 공급되는 전원은 최대 50V, 300A이며 자동 온도 조절기와 SCR로 동작된다.

시편지지대는 molybdenum으로 이루어진 3개의 bar 와 그것들을 끼워서 지지할 수 있는 4개의 ring으로 구성되어 있고 시편을 지지한 중심부는 cylinder 형 heater 속으로 들어가서 heater 와는 닿지 않도록 되어 있다. Heater에 전원을 공급하는 electrode 는 copper 로 제작하였고 냉각을 위하여 내부에는 냉각수를 순환시키게 하였다.

Heater 및 시편지지대 등을 고정하기 위한 block 들은, 절연성이 강하고 초고온에서도 견뎌야 함은 물론 진공조내에서 out gassing 이 일어나지 않아야 하므로 알루미나로 제작하여  $1,800^\circ\text{C}$ 에서 소결시킨 것이다.

자동온도 조절기의 센서로는 직경 0.1mm인 K-type(chromel-alumel) 열전대를, spot welder 로 접점을 만들어서, 사용하였고 시편 뒷면의 온도변화도 같은 type 의 열전대를 사용하여 감지하게 했는데, 두 열전대의 끝점

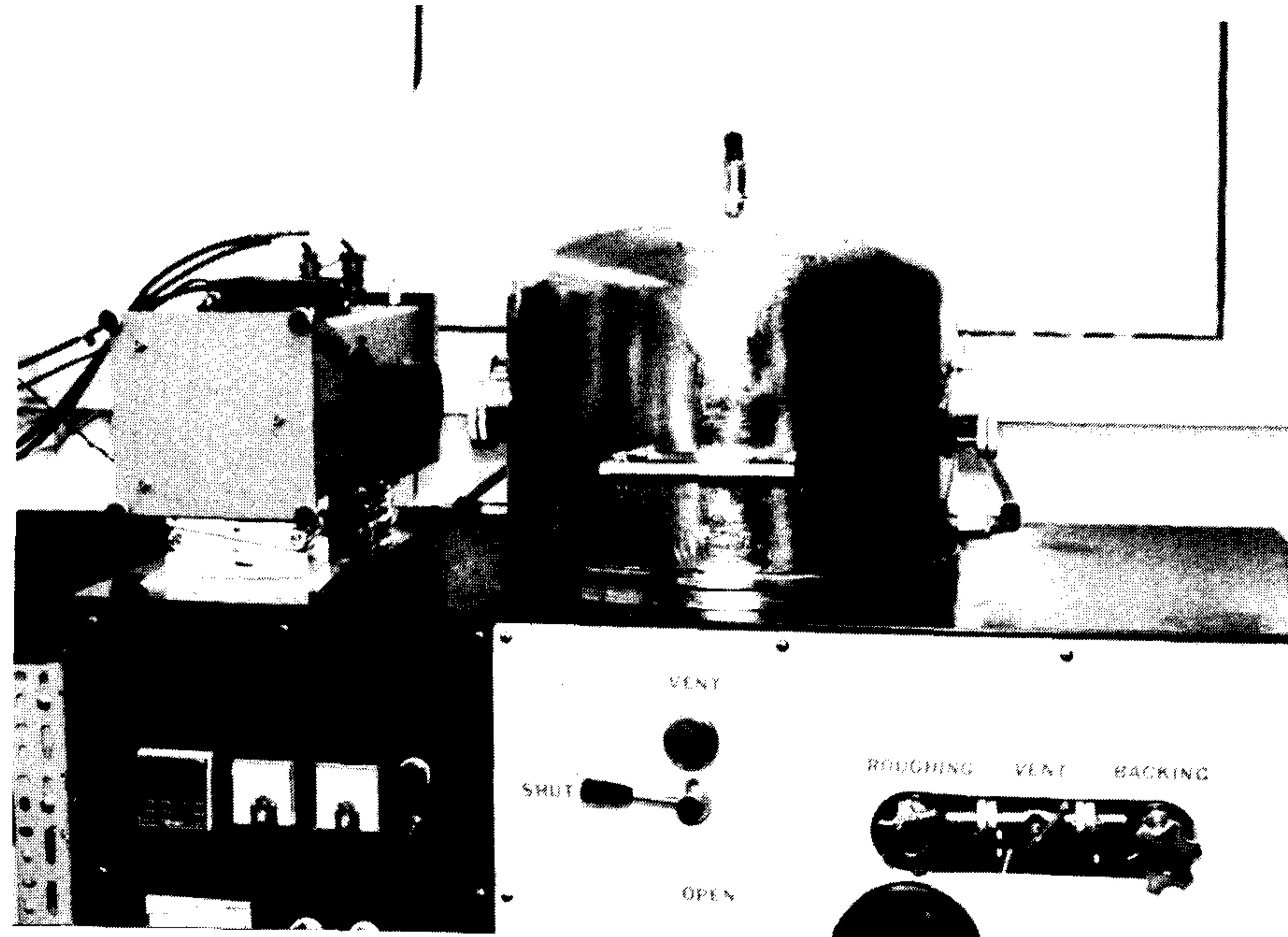


Fig.3-7. Photograph of the vacuum system.

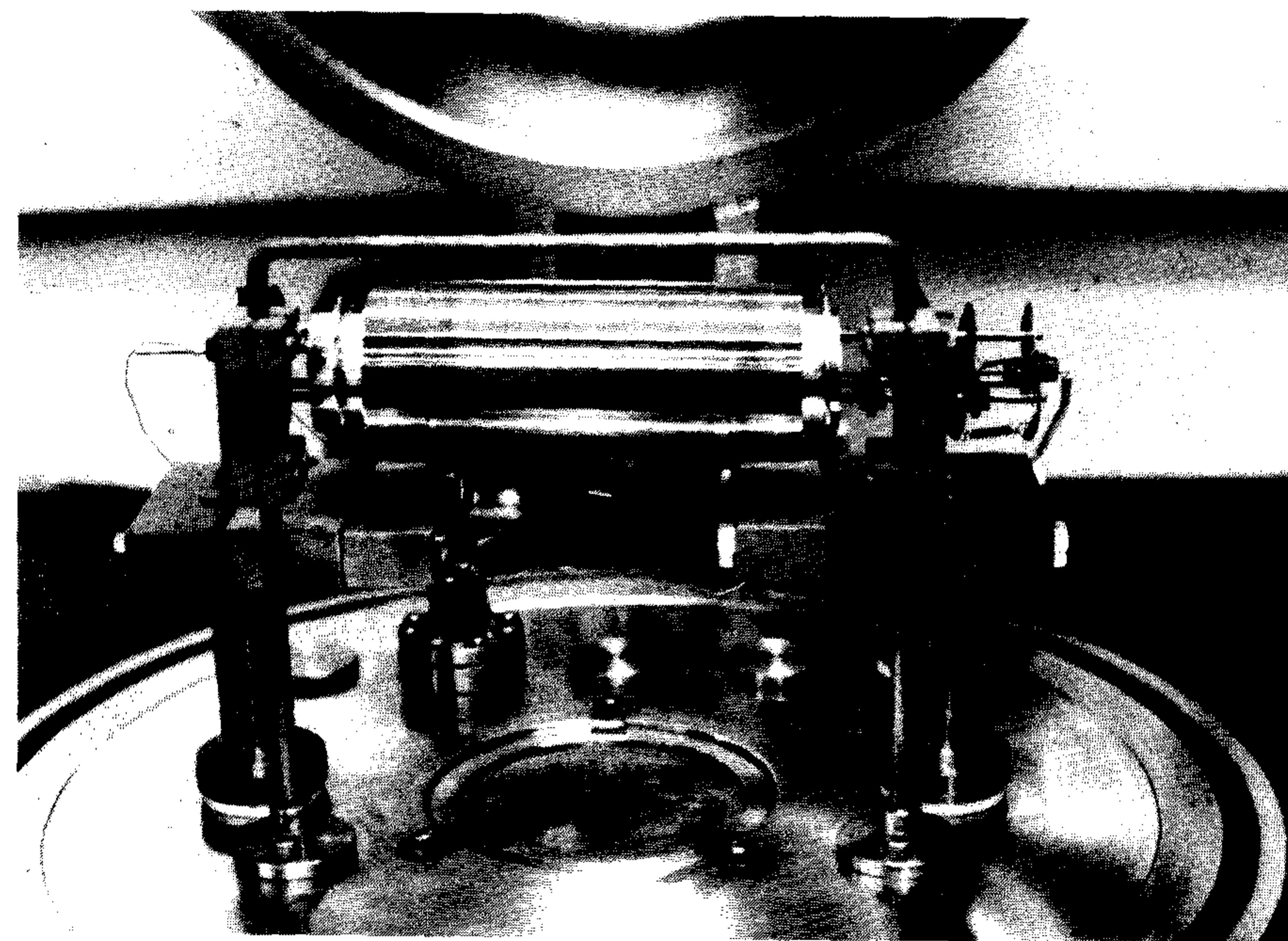


Fig.3-8. Photograph of the heater and specimen holder

이 1mm 떨어지게 intrinsic type 으로 하여 spring 으로 밀착시켰다.

Fig.3-8 은 heater 와 시편지지대를 포함한 진공조 내부의 사진이다.

### 제 3 절 신호처리부

시편의 온도측정은 K type 열전대를 사용하였다. 측정온도범위가 상온 – 800 °C 정도이므로 열전대의 기전력은 1 – 40 mV정도 발생된다. Flash lamp에서 에너지가 방전되면 시편후면에서의 온도상승은 약 10-15 μV 정도이다.

비열을 측정하기위한 data 수집은 열전대기전력을 직접 multimeter (HP 3458A) 를 사용하여 측정하고, GPIB를 통하여 computer 로 전송한다. 신호의 측정시간은 flash lamp 가 방전되기전 수초동안부터 시편온도하강까지 약 60 초간 측정하였다.

열확산도 측정 data 수집은 미약한 열전대의 신호를 증폭하여 온도변화 폭을 크게 하여 보는것이 좋으므로 열전대 신호와 외부에서 전압 reference 를 만들어 2개를 차동증폭 한후 pre-amplifier (EG & G 113) 를 이용하여 10,000배정도 증폭한다. 열전대 신호가 매우 작기 때문에 전원잡음이 크게 나타나므로 low-pass filter 를 사용하여 잡음제거를 행하였다. 시편의 온도 상승은 수 ms 내에서 일어나기 때문에 digital storage oscilloscope 의 single sweep mode 를 사용하여 flash lamp 가 방전됨과 동시에 triggering되어 과형을 저장한다. Oscilloscope에 저장된 과형은 GPIB를 이용하여 computer 로 전송한다. Computer 로 전송된 data 는 TEKTRONICS 의 SPD (signal processing & display) software 에서 신호처리하여 사용하였다.

## 제 4 장 이론해석

열확산계수를 시편 후면의 온도 - 시간 관계식으로부터 계산하기 위해서는 시편 주위의 경계조건 및 초기조건을 이론식과 부합하도록 가정해야 한다. 본 연구에서는 두께  $L$ 이고 반경이  $a$ 인 얇은 원판형 시편의 열확산계수를 정확히 계산하기 위하여 실제의 실험조건과 부합되도록 경계조건과 초기조건을 가정하여 원통좌표계로 표현된 열전달 지배방정식을 풀었다.

이때 사용된 가정은 다음과 같다.

- (1) 열원의 흐름은 축방향과 경방향인 2차원 흐름이다.
- (2) 시편에 가해진 순간적인 열유속은 시간의 함수이며, 시편전면에 걸쳐 균일하게 흡수된다.
- (3) 시편의 열적 및 물리적성질은 균질하다.
- (4) 시편의 전면과 후면에서 대류열전달은 없으며, 복사열손실만이 존재한다.
- (5) 시편의 온도와 주위 유체사이의 온도차는 거의 없다.

이상과 같은 가정하에서 Fig.4-1과 같이 시편전면에 열유속이 가해지고 시편후면 및 경방향의 표면에서 열손실이 있을 때 시편내부의 열전달 지배방정식은 다음과 같다.

$$\frac{\partial^2 u}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u}{\partial r} + \frac{\partial^2 u}{\partial z^2} + \frac{q(r, z, t)}{k} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial u}{\partial t} \quad (4-1)$$

여기서  $u = T(r, z, t) - T_\infty$ 이며  $k$ 는 열전도도,  $\alpha$ 는 열확산계수를 각각

나타낸다. 앞의 가정(5)를 이용하면 시편표면으로부터의 복사열전달은 다음과 같이 표시된다.

$$\sigma \varepsilon (T^4 - T_\infty^4) = h_i (T - T_\infty) \quad (4-2)$$

여기서  $h_i$ 는 복사열전달 계수로서 다음과 같다.

$$h_i = 4\sigma \varepsilon_i T_\infty^3 \quad (i = 1, 2, 3) \quad (4-3)$$

윗식에서  $\sigma$ 는 Stefan-Boltzmann 상수이고  $\varepsilon$ 는 복사율이며 하첨자  $i$ 의 1,2,3은 각각 시편의 전면과 후면 및 경방향의 원주면을 나타낸다. 식(4-1)의 해를 구하기 위한 초기조건 및 경계조건은 다음과 같다.

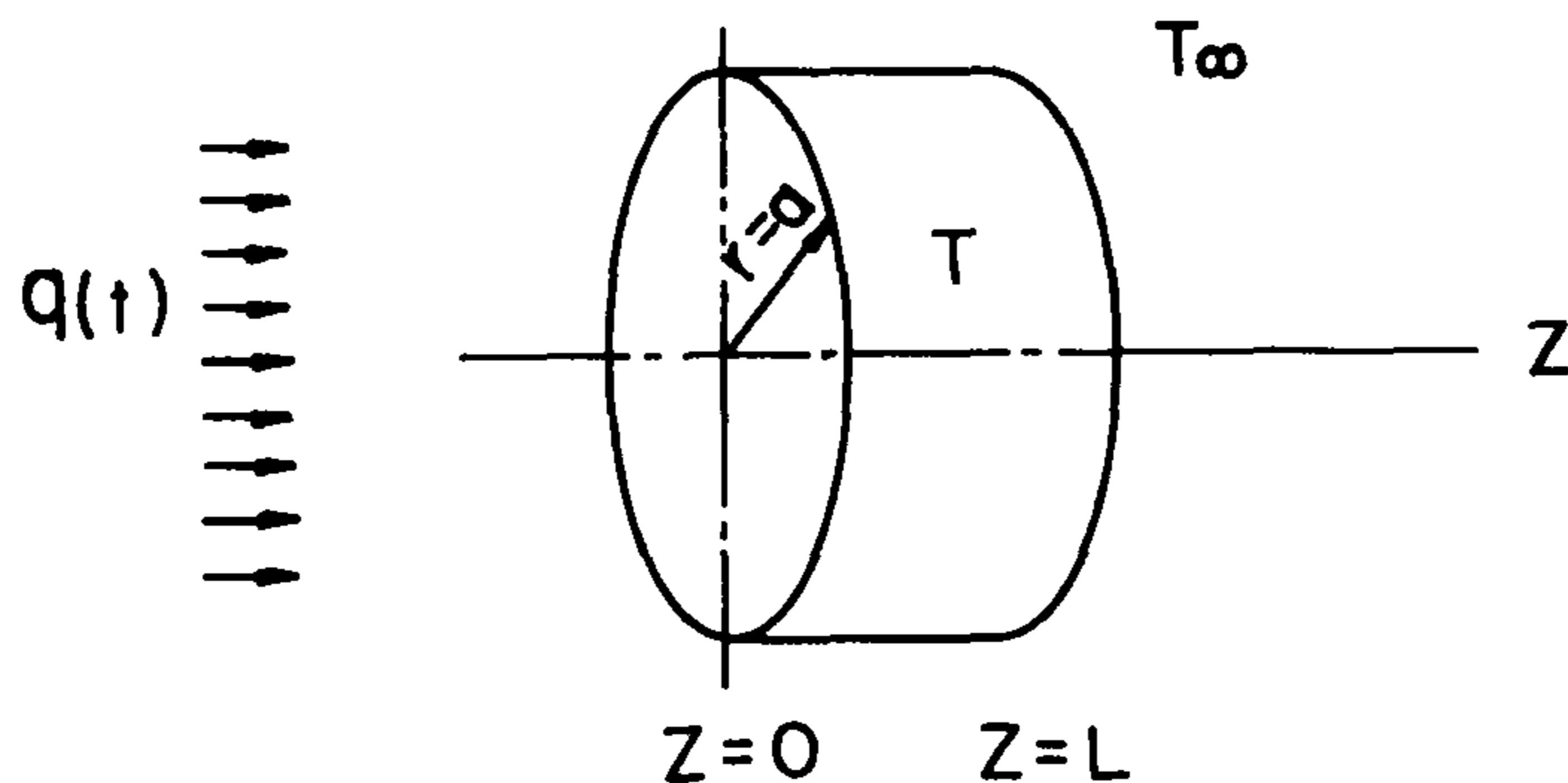


Fig.4-1. Boundary condition of a cylindrically shaped specimen.

$$u = 0, \text{ at } t = 0 \quad (4-4)$$

$$-k \frac{\partial u}{\partial z} + h_1 u = 0 \quad \text{in } z = 0 \quad (4-5)$$

$$k \frac{\partial u}{\partial z} + h_2 u = 0 \quad \text{in } z = L \quad (4-6)$$

$$k \frac{\partial u}{\partial r} + h_3 u = 0 \quad \text{in } r = a \quad (4-7)$$

$$u = \text{finite} \quad \text{at} \quad r = 0 \quad (4-8)$$

위 문제의 해를 integral transform 방식으로 구하기 위하여 먼저 고유함수 (eigen-function)를 구하여야 한다. 방정식 (4-1)에 해당하는 고유함수는 다음과 같다.

$$R_o(\beta_m, r) = J_o(\beta_m r) \quad (4-9)$$

$$Z(n_p, z) = n_p \cos(n_p z) + H_1 \sin(n_p z) \quad (4-10)$$

여기서  $\beta_m$  과  $n_p$  는 각각 다음 식의 양의 근이다.

$$-\beta_m J_1(\beta_m a) + H_3 J_o(\beta_m a) = 0 \quad (4-11)$$

$$\tan(n_p L) = n_p (H_1 + H_2) / (n_p^2 - H_1 H_2) \quad (4-12)$$

이 transform operator 를 이용하여 식 (4-1) 을 적분변환하면 다음과 같다

$$\frac{\tilde{du}}{dt} + \alpha(\beta_m^2 + n_p^2) \tilde{u}(\beta_m, n_p, t) = \frac{\alpha}{k} \tilde{q}(\beta_m, n_p, t) \quad (4-13)$$

$$\tilde{u}(\beta_m, n_p, t) = 0, \quad t = 0 \quad (4-14)$$

식 (4-13)의 해를 구하여 역적분 변환하면, 다음과 같은 식이 얻어진다.

$$u(r, z, t) = \sum_{m=1}^{\infty} \sum_{p=1}^{\infty} \frac{R_o(\beta_m, r) Z(n_p, z)}{N(\beta_m) N(n_p)} e^{-\alpha(\beta_m^2 + n_p^2)t} \\ \times \left[ \frac{\alpha}{k} \int_0^t e^{\alpha(\beta_m^2 + n_p^2)t'} \tilde{q}(\beta_m, n_p, z') dt' \right] \quad (4-15)$$

여기서  $N(\beta_m)$  과  $N(n_p)$  는 다음과 같다.

$$\frac{1}{N(\beta_m)} = \frac{2}{J_o^2(\beta_m a)} \cdot \frac{\beta_m^2}{a^2(H_3^2 + \beta_m^2)} \quad (4-16)$$

$$\frac{1}{N(n_p)} = 2 \left[ (n_p^2 + H_1^2) \left( L + \frac{H_2}{n_p^2 + H_2^2} \right) + H_1 \right]^{-1} \quad (4-17)$$

본 실험에서는 열원으로서 xenon flash lamp 를 사용하였으므로 열원의 함수를 다음과 같이 놓을 수 있다.

$$q(r, z, t) = E \delta(z) \frac{t}{t_p^2} e^{-t/t_p} \quad (4-18)$$

여기서  $t_p$  는 xenon flash lamp 에 의해서 발생된 열의 peak time 이다.

위의 열원의 함수  $q(r, z, t)$  를 식 (4-15)에 대입하면 시편의 온도변화는 다음과 같이 주어진다.

$$u(r, z, t) = Ea \sum_{m=1}^{\infty} \sum_{p=1}^{\infty} \frac{R_o(\beta_m, r) Z(n_p, z)}{N(\beta_m) N(n_p)} e^{-\alpha(\beta_m^2 + n_p^2)t} \\ \times \frac{\alpha}{k} \left[ \frac{n_p}{\beta_m} J_1(\beta_m, a) \frac{1}{t_p^2 B_{mn}^2} (1 + (B_{mn} \cdot t - 1) e^{B_{mn} t}) \right] \quad (4-19)$$

실험조건에 따라서 시편의 후면 중심온도를 최대상승온도로 나누면 무차원 온도계수  $V$  는 다음과 같다.

$$V = \frac{u(0, L, t)}{u(0, L, t_{max})} = \left[ \sum_{m=1}^{\infty} \sum_{p=1}^{\infty} \frac{Z(n_p, L)}{N(\beta_m) N(n_p)} \cdot A_{mn} \cdot I_{mn} \right] \\ \div \left[ \sum_{m=1}^{\infty} \sum_{p=1}^{\infty} \frac{Z(n_p, L)}{N(\beta_m) N(n_p)} A_{mn} \cdot I_{mn} \right]_{t=t_{max}} \quad (4-20)$$

$$A_{mn} = \frac{n_p}{\beta_m} J_1(\beta_m, a) \quad (4-21)$$

$$B_{mn} = \alpha (\beta_m^2 + n_p^2) - \frac{1}{t_p} \quad (4-22)$$

$$I_{mn} = \frac{1}{t_p^2 B_{mn}^2} [e^{-t/t_p} (B_{mn} \cdot t - 1) + e^{-\alpha(\beta_m^2 + n_p^2)t}] \quad (4-23)$$

여기서  $t_{\max}$  는 시편후면의 온도가 최대로 상승되는데 소요되는 시간이다. 식 (4-20) 을 사용하여 data reduction method 로 열확산도  $\alpha$  를 구하고자 할 때는  $t_{1/2}$ ,  $t_{\max}$  값을 실험에서 측정하고  $V = 0.5$  로 두어서 미지의 값  $\alpha$  를 결정할 수 있다.

본 실험에서 사용하려는 data reduction method 는 bisection method 인데 이 방법은 수렴속도는 늦으나 식 (4-20) 과 같이 비선형성이 큰 방정식에서는 안정된 수렴성을 보여준다.

열확산도를 구하는 수치해석 프로그램은 실험장치제어에 사용되는 16 비트 micro-computer 내에 내장되어 있어 실험이 끝나면 곧, 축적된 실험 데이터로 부터 열확산도를 계산할 수 있도록 하였다. 열확산도를 구하는 수치 해석 프로그램은 부록에 수록하였다.

일명 half - interval method 로도 불리우는 bisection method 는 Newton - Raphson method 에 비하여 안정성이 좋은 반면 최초 초기치를 잘못 선정하여 initial interval 사이에 해가 존재하지 않거나 해가 여러개인 방정식의 경우에는 발산하는 경향이 있다.

식 (4-20) 은 monotonic increase 하는 방정식이므로 초기치의 선정을 적절히 조절함으로써 이와 같은 문제점을 해결할 수 있었다.

## 제 5 장 금속의 열물성측정 및 논의

본 연구에서 제작, 구성한 열물성 측정장치로 금속의 열물성을 측정하였다. 금속에는 여러 종류가 있지만 대표적으로 구리와 알미늄의 열물성을 측정하고 나머지 여러 종류의 금속들은 측정장치의 성능보완 및 측정장치의 자동화가 이루어진 후에 측정하여 data base에 수록할 계획이다.

구리와 알미늄의 융점이 각각  $1,080^{\circ}\text{C}$  와  $660^{\circ}\text{C}$  부근이므로 본 실험에서 는 각각의 측정온도 영역을  $800^{\circ}\text{C}$  와  $500^{\circ}\text{C}$  로 하였다.

### 제 1 절 시편준비 및 열확산도 측정

#### 1. 시편 준비

순도가 99.95 % 이상인 산업용 구리와 알미늄을 직경 10 mm, 두께 2 mm 가 되게 공작 가공하였다. 여기서 두께를 2 mm로 한 것은, 두께가 2 mm 이상일 때 유한 섬광효과가 작으며 실제로 xenon lamp에서 시편표면에 공급되는 에너지가 pulse laser를 열원으로 할 때에 비해 매우 약하기 때문에 시편의 두께를 가능한 한 최소로 해야했기 때문이다. 공작가공된 시편은 SiC 및 알루미나 powder ( grain size :  $0.3 \mu\text{m}$  )를 연마제로 사용하여 순차적으로 연마하여 표면의 광택이 유지되게 하였다.

실제로 시편의 두께가 측정결과에 큰 영향을 미치므로 연마가 완료된 시편의 두께를 마이크로메타로 측정한 결과 구리와 알루미늄이 각각 1.977 mm 와 1.965 mm 였다. 또한 열확산도 계산시 시편의 밀도가 필요하므로 이를 계산하기 위하여 측정된 시편의 질량은 구리가 1.378 g, 알루미늄이 0.409 g 이었다.

## 2. 열확산도 측정

본 연구에서 수행한 열확산도 측정방법은 다음과 같다.

- (1) 진공조를 열어서 시편을 시편지지대에 장착시키고 xenon lamp 를 CW power supply 에 연결시켜 lamp 를 켜서 baem 이 시편에 정확히 입사되도록 정렬한다.
- (2) 진공조를 닫고 진공펌프를 작동시켜서 진공도가 약  $10^{-7}$  torr order 정도가 되게 한 후에 heater 의 온도조절기를 조절하여 측정하고자 하는 온도를 set 한다.
- (3) 대략 20 분 경과하면 온도가 거의 고정되면 이때 lamp housing 을 pulse power supply 에 연결하여 방전 전압이 120 V 가 되게 pulse 를 발생시켜 시편에 입사시킨다.
- (4) 시편 뒷면의 순간적인 온도변화를 열전대 ( K-type )로 측정하면 약  $15 \mu\text{V}$  가 되는데 이것을, amp 와 filter 를 거쳐서 적당한 크기로 조정하여 digital storage oscilloscope 와 GPIB card 를 통하여 computer 로 입력하여 저장한다.
- (5) 저장되어진 신호에 남아있는 일부분의 잡음은 software 를 사용하여 제거하고 print 한 뒤 half time 인  $t_{1/2}$  을 구한다.
- (6) 대략  $100^\circ\text{C}$  간격으로 다른 온도점에서도 같은 방법으로 half time 을 측정한 후에 이미 computer 에 입력되어 있는 program 을 이용하여 열확산도를 계산한다.

## 3. 열확산도 측정결과 및 논의

약  $15 \mu\text{V}$  정도의 미약한 열전대 신호를 oscilloscope 로 측정하기 위해서는 수만배 증폭되어야 하는데 이 과정에서 잡음이 게재 되므로 필터를 써

서 잡음을 제거하여야 한다. 일반적으로, 전기적필터를 쓰게되면 신호의 시간지연 ( time delay ) 때문에 software를 사용한 digital filtering 을 주로하지만 본 연구에서는 이러한 software가 갖추어지지 않은 관계로 전기적 필터를 사용하여 잡음을 어느정도 제거하고 computer로 curve 를 smoothing 한 뒤에 시간지연을 계산하여 보상하였다. Fig.5-1 과 Fig.5-2는 smoothing 되지 않은 curve 와 smoothing 된 curve 를 보여주고 있는데 고주파 잡음이 어느정도 제거되기는 해도 완전히 제거되지 않음을 알 수 있다. 그러나  $t_{1/2}$  을 구하는데는 어려움이 없다.

시간지연은 다음과 같은 방법으로 계산하였다. 즉, high speed mode 에서 초당 sampling 갯수가  $10^5$  개인 digital volt meter(HP 3458A)를 사용하여 상온에서의 구리와 알미늄의  $t_{1/2}$  을 구한 뒤에, 시간지연이 시간편이(time shift) 와 시간확장 ( time broadening )의 합으로 이루어진다고 가정하여  $y = ax + b$ 의 형태로 ( $y$ 는 지연된 시간,  $x$ 는 실제 시간) 2 원 1 차 연립 방정식을 세워서 계수  $a$ 와  $b$ 를 구하여  $x$ 를 계산하였다.

Fig.5-3 과 Fig.5-4 는, 측정한  $t_{1/2}$  을 부록에 있는 computer program 에 대입하여 계산한 구리와 알미늄의 열확산도이다 (점선은 TPRC에서 추천한 값). Program 수행시 TP ( peak time )는 Fig.3-5에서 구한 1 ms 로 대입하고 TM(max. time)은 직접측정한 값 구리 : 4.86 s, 알미늄: 3.42 s 로 대입하였다. 또한 emissivity는 구리 : 0.04, 알미늄: 0.05로 대입하였다.<sup>24)</sup>

온도상승에 따라 전체적으로 단조감소함을 보여주고 있으며 TPRC의 추천값에 비해 대략 10 % 이내에 존재함을 알 수 있다. TPRC 의 추천값은 정확한 측정치가 아니고 여러 문헌에서 수집한 것을 분석한 하나의 기준치이므로 이 deviation 자체는 크게 문제가 되지 못한다. 그러나 좀더 측정값의 신뢰도를 높이기 위해서는 digital filter 를 사용한 신호처리 및 광원의 에너지분포의 균일화 등이 이루어져야 하는데 이것은 2 차년도 연구에서 수행할 계획이다.

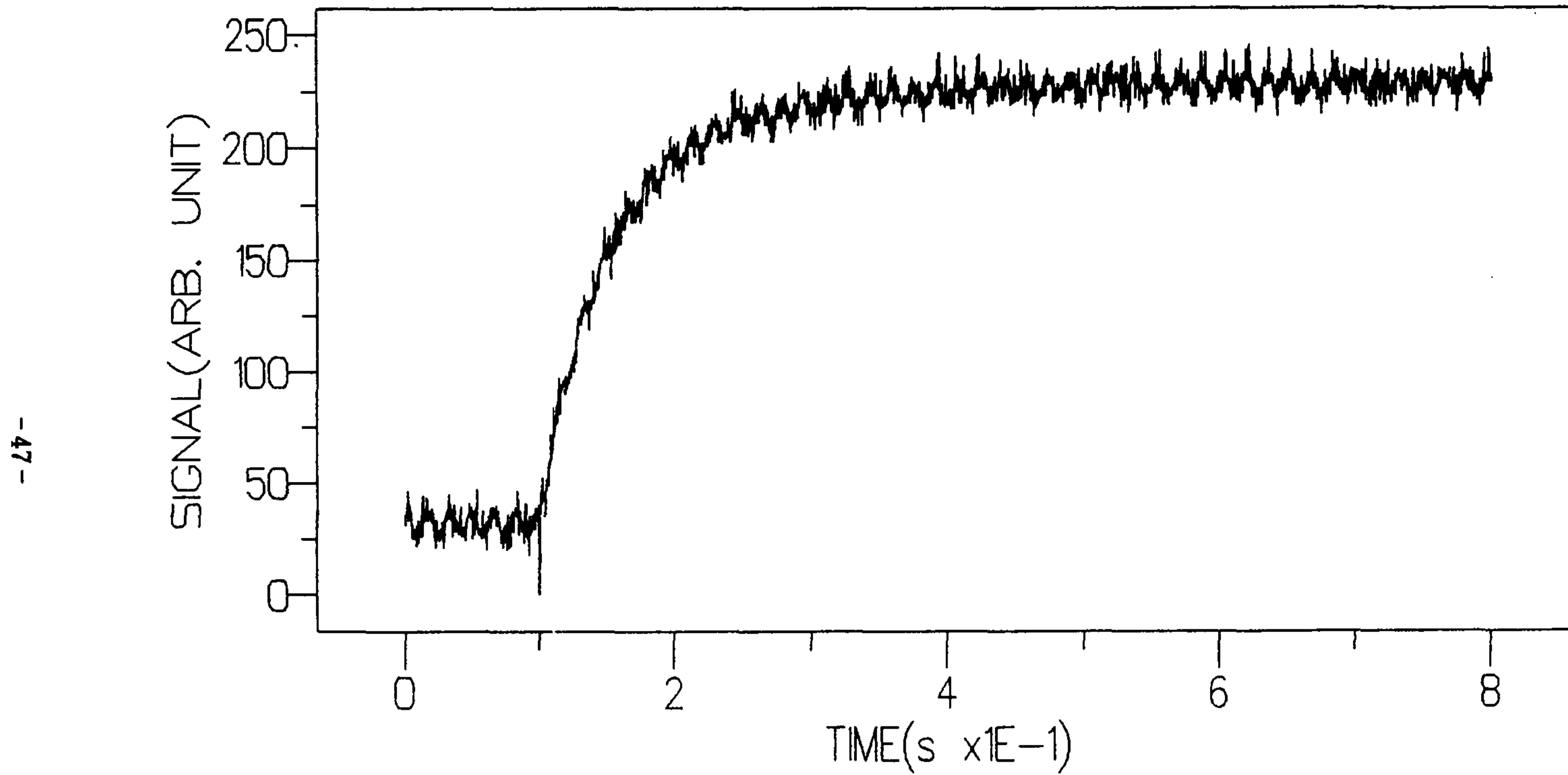


Fig.5-1. Detected signal of thermocouple (before smoothing).

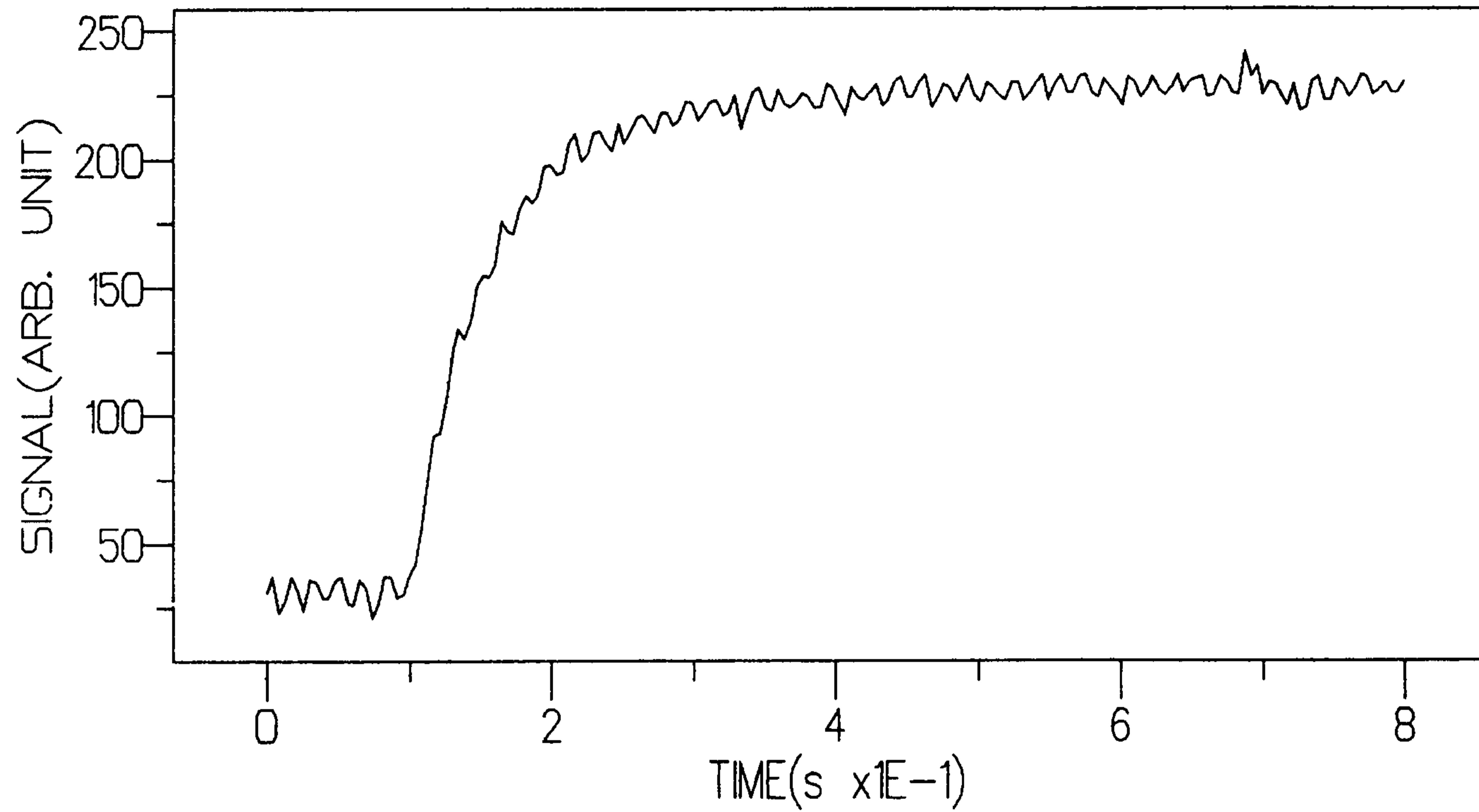


Fig.5-2. Detected signal of thermocouple (after smooting).

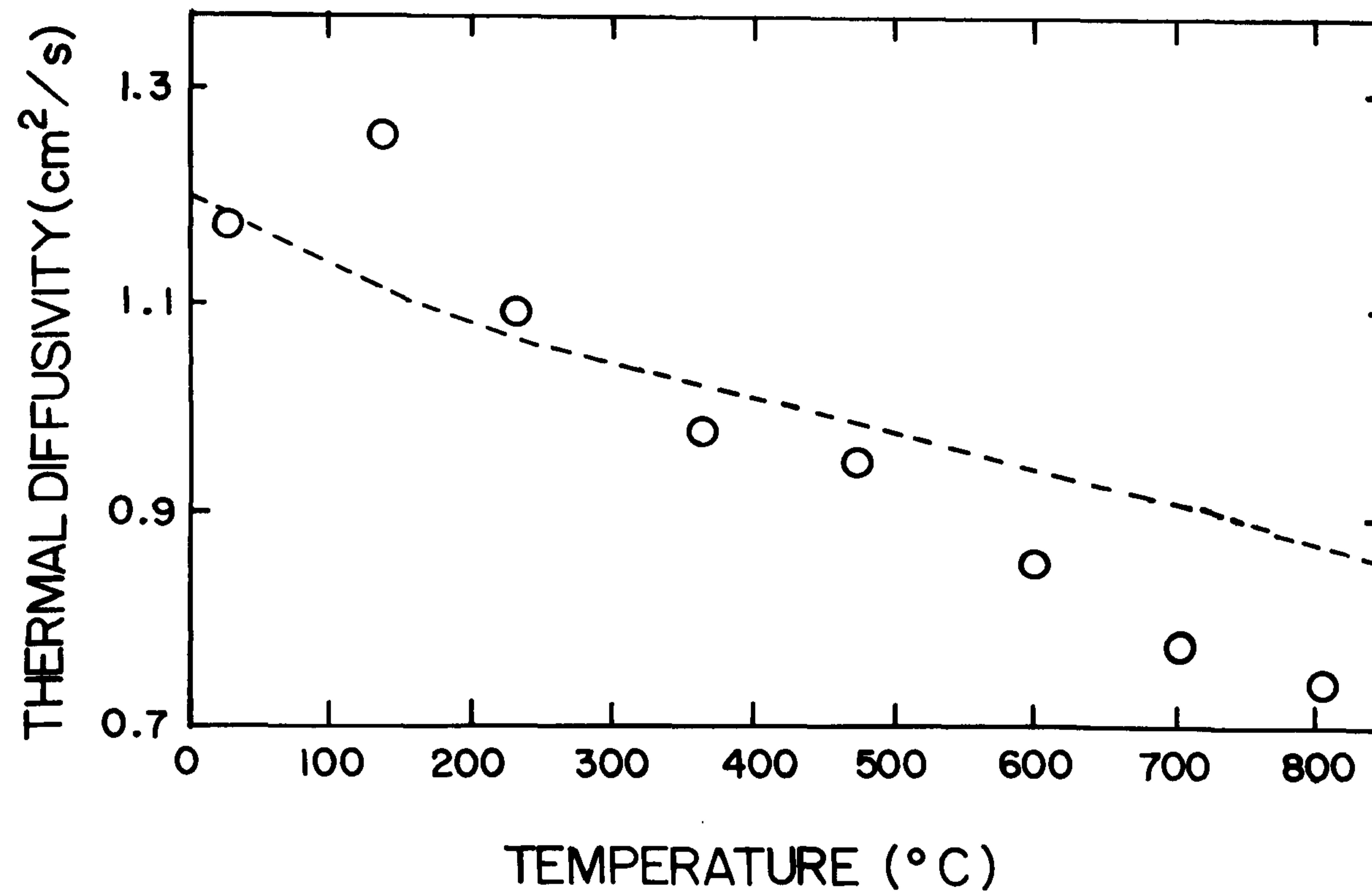


Fig. 5-3. Measured thermal diffusivity of copper specimen.  
(diameter: 10.00 mm, thickness: 1.977 mm,  
mass: 1.378 g)  
broken line: recommended values of TPRC

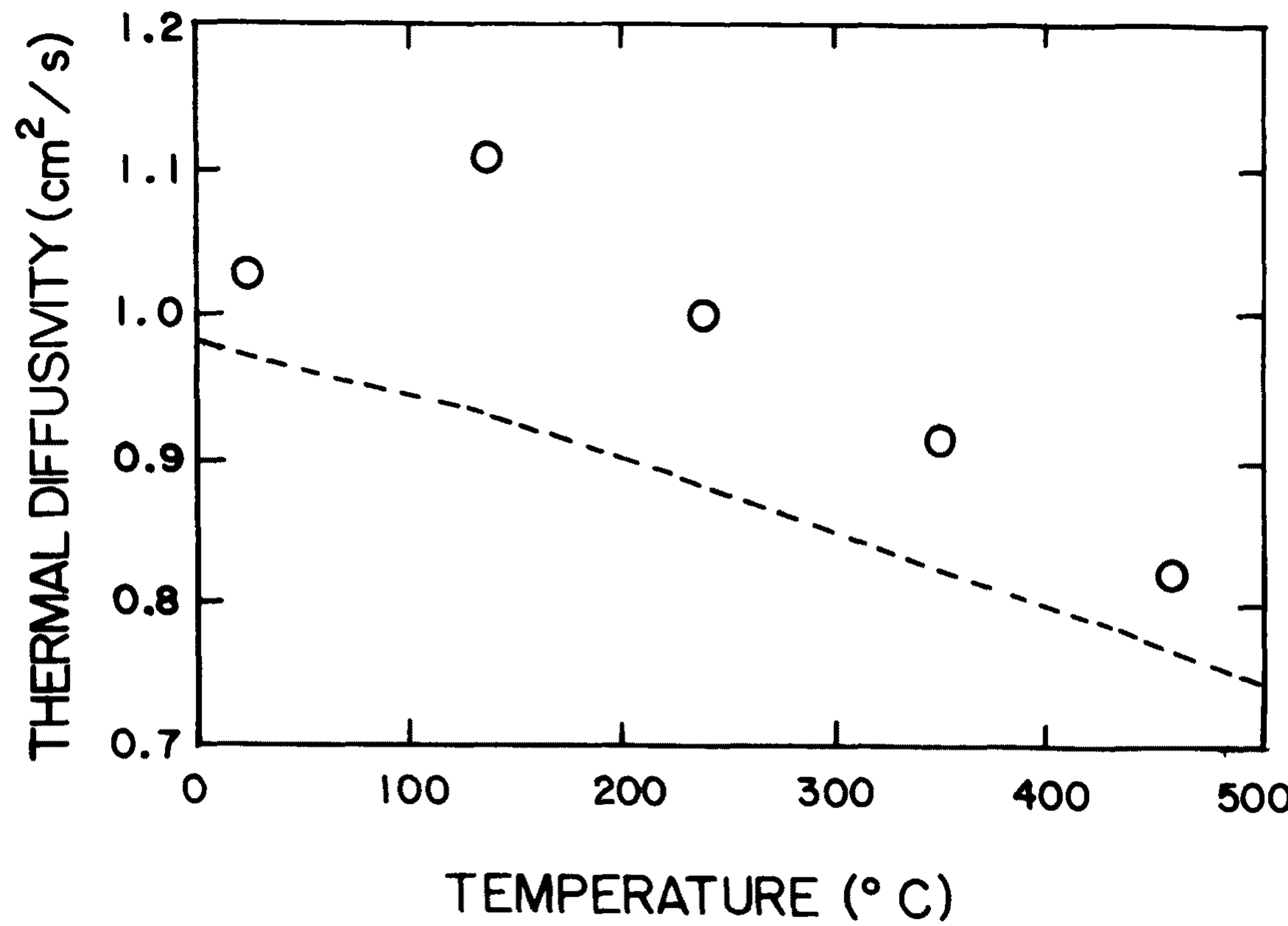


Fig.5-4. Measured thermal diffusivity of aluminium specimen.  
(diameter: 10.00 mm, thickness: 1.965 mm,  
mass: 0.409 g)  
broken line: recommended values of TPRC.

## 제 2 절 비열 측정

### 1. 비열측정

본 연구에서 수행한 copper 와 aluminium의 비열측정순서는 다음과 같다. 기준시편으로는 알루미나 ( $Al_2O_3$ ) 원판을 사용하였고, 상온에서의 수광판으로는 glassy carbon 을 고온에서는 시편표면에 콜로이드상의 graphite 도료를 얇게 입혀서 사용하였다. Table 5-1 에는 금속시편과 알루미나 원판 및 수광판의 질량과 두께가 나타나 있다. 이들의 직경은 모두 10 mm이다.

- (1) 알루미나 원판의 한쪽면에 silicon grease 를 얇게 바른다.
- (2) Glassy carbon 수광판을 silicon grease 층 위에 부착시킨다. 이때 기포가 생기지 않도록 주의한다.
- (3) 알루미나 원판과 glassy carbon 의 접합시편을 진공장치속의 시편지지대에 부착하고 진공장치를 가동한다.
- (4) 상온에서 섬광을 glassy carbon 에 조사하여 열전대 (직경 0.1 mm K-type )와 디지털 볼트메타 ( HP 3458A )로 알루미나+glassy carbon 의 온도상승을 측정하고 섬광의 강도에 비례하는 값 ( beam splitter 에서 반사된 일부분의 섬광에너지 )을 energy meter (Scientech 36-0201 )로 읽는다.
- (5) 이상과 같은 방법으로 copper 및 aluminium 시편에 대해서도 측정 한다.
- (6) 측정치를 이용하여 시편의 비열을 아래식을 이용하여 계산한다.

$$Q_1 = a \cdot P_1 = (C_{p1} m_1 + C_{p3} m_3) \cdot T_1 \quad (5-1)$$

$$Q_2 = a \cdot P_2 = (C_{p2} m_2 + C_{p3} m_3) \cdot T_2 \quad (5-2)$$

$Q$  : 흡수열량,  $a$  : glassy carbon의 흡수정수

$C_p$  : 비열,  $m$  : 질량,

$T$  : 온도상승  $P$  : 섬광의 에너지에 비례하는 양

첨자 1,2,3은 각각 알루미나, 시편, glassy carbon을 의미함.

즉,  $P$ 와  $T$  그리고  $m$ 을 측정하고  $C_{p1}$ 과  $C_{p3}$ 은 문헌치를 이용하면 위의 두 식에 의해 시편의 비열  $C_{p2}$ 를 구하는 것이 가능하다.<sup>25)</sup> 여기서 silicon grease의 열용량을 미소하므로 무시하였다. Table 5-2에는 상온부근에서의  $C_{p1}$ 과  $C_{p3}$ 을 나타내었다.

(7) 상온 이외의 온도에서의 비열은, 시편의 실온에서의 비열을 이미 알고 있으므로, 시편의 표면에 콜로이드상 graphite 막을 얇게 입혀서 측정하게 되는데 상온에 대한 다른 온도일 때의 비열의 비를 구하고 난 후 각 온도에 있어서의 비열값을 계산한다.

Table 5-1. Mass and thickness of the specimens, glassy carbon and alumina plate.

material	copper	aluminium	glassy carbon	alumina
mass (g)	0.7088	0.2018	0.0555	0.3281
thickness (mm)	1.036	0.978	0.507	1.071

Table 5-2. Specific heat of alumina and glassy carbon near room temperature ( $C_{p1}$  and  $C_{p3}$ )<sup>25)</sup>

temperature (K)	$C_{p1}$ (J/gK)	$C_{p3}$ (J/gK)
260	0.6846	0.6029
270	0.7102	0.6330
280	0.7343	0.6627
290	0.7572	0.6920
300	0.7788	0.7209
310	0.7994	0.7498
350	0.8713	0.8615

## 2. 비열측정결과 및 논의

Fig.5-5 ~ Fig.5-7에는 각각 glassy carbon을 부착한 알루미나, copper 및 aluminium의 시간에 따른 온도변화를 열전대의 신호크기로 나타내었다. 각각을  $t = 0$  까지 외삽시켜 그때의 온도를 구하여 온도변화를 계산한 결과  $1.412^{\circ}\text{C}$ ,  $1.401^{\circ}\text{C}$  그리고  $1.903^{\circ}\text{C}$ 로 나타났다. 섬광의 에너지는 매 pulse마다 조금씩 다르지만, 약  $0.8\text{ J}$  정도였다. 이 값을과 Table 5-1 Table 5-2의 값을 식 (5-1)과 식 (5-2)에 대입하여 계산하면 상온 ( $24.6^{\circ}\text{C}$ )에서의 구리와 알루미늄의 비열은 각각  $0.360\text{ J/gK}$ 와  $0.880\text{ J/gK}$ 로 나타났으며 이 값을 기준으로 고온에서의 비열을 측정한 결과가 Fig.5-8 과 Fig.5-9에 각각 나타나 있다.

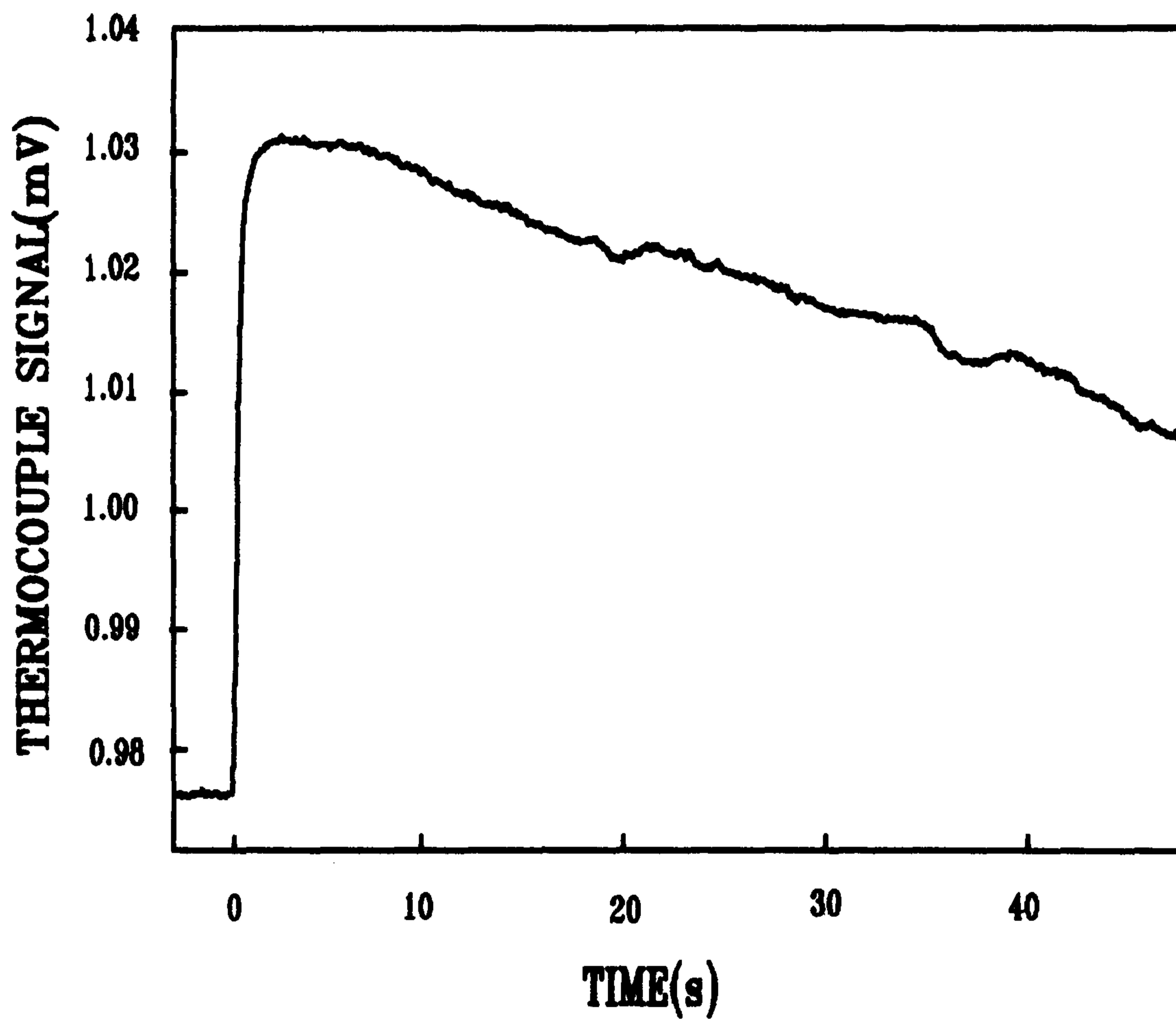


Fig. 5-5. Temperature variation of  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{glassy carbon}$ .

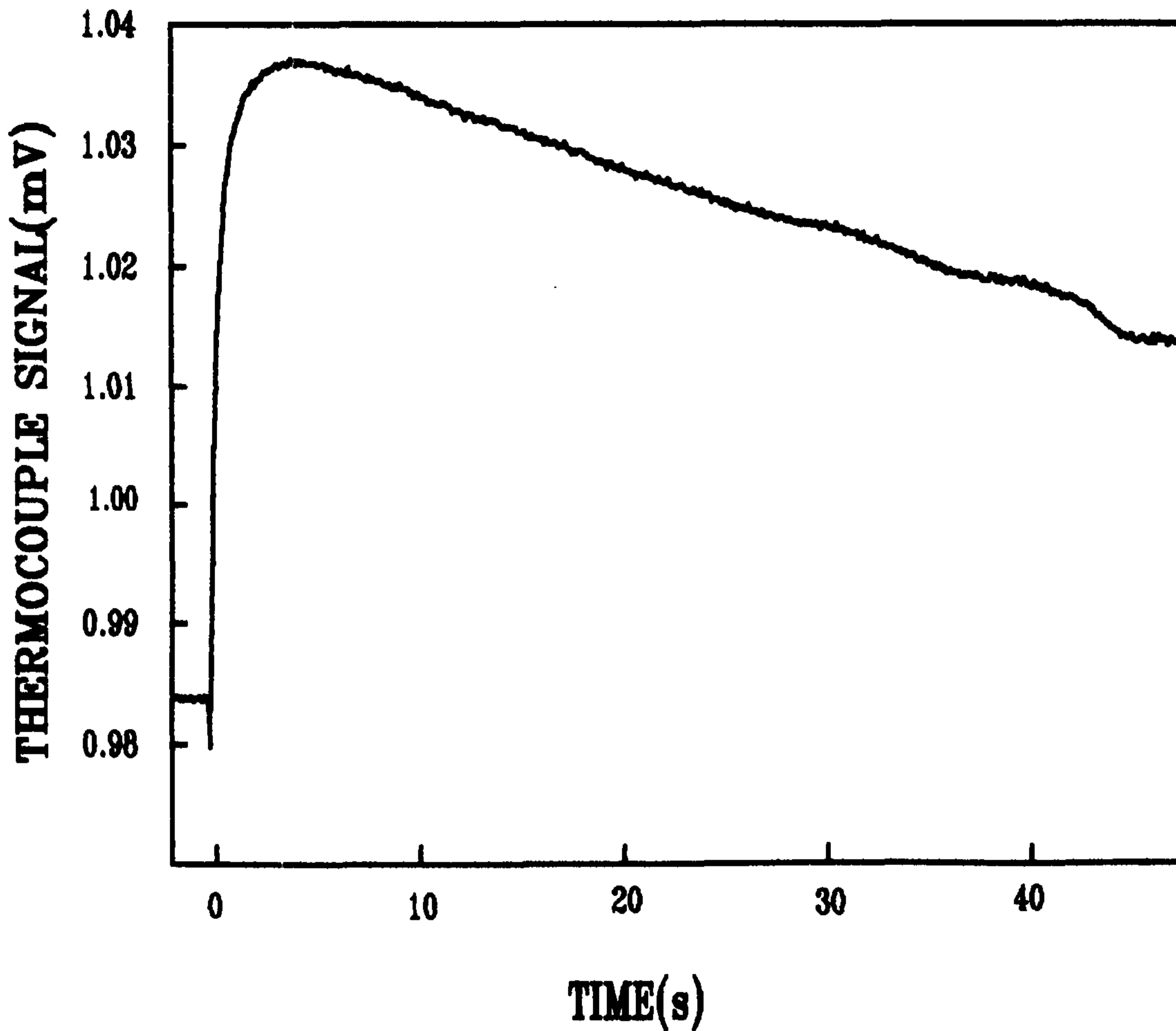


Fig.5-6. Temperature variation of copper + glassy carbon.

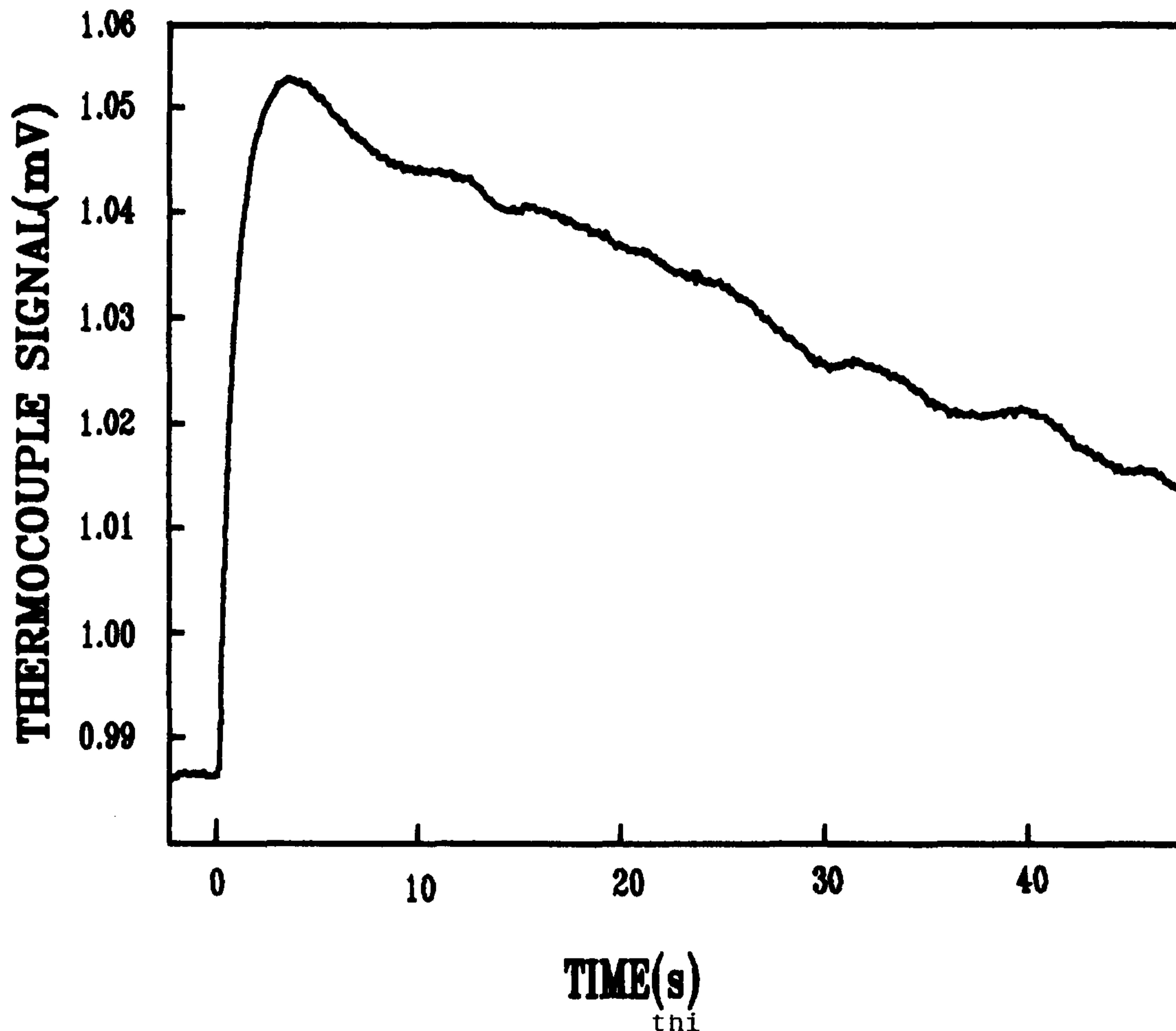


Fig.5-7. Temperature variation of aluminium + glassy carbon.

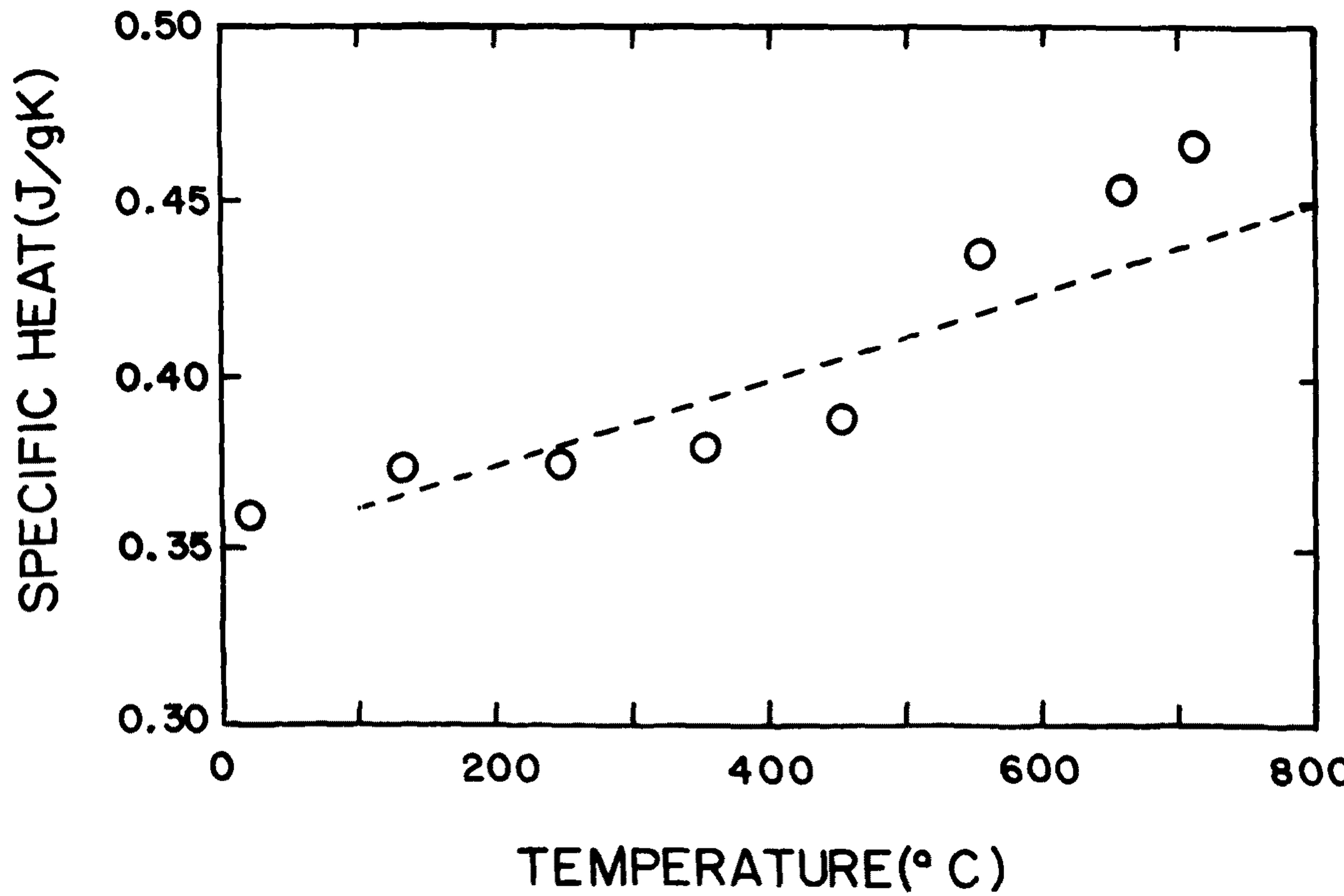


Fig. 5-8. Measured specific heat of copper specimen.  
(diameter: 10.00 mm, thickness: 1.036 mm,  
mass: 0.7088 g)  
broken line: recommended values of TPRC.

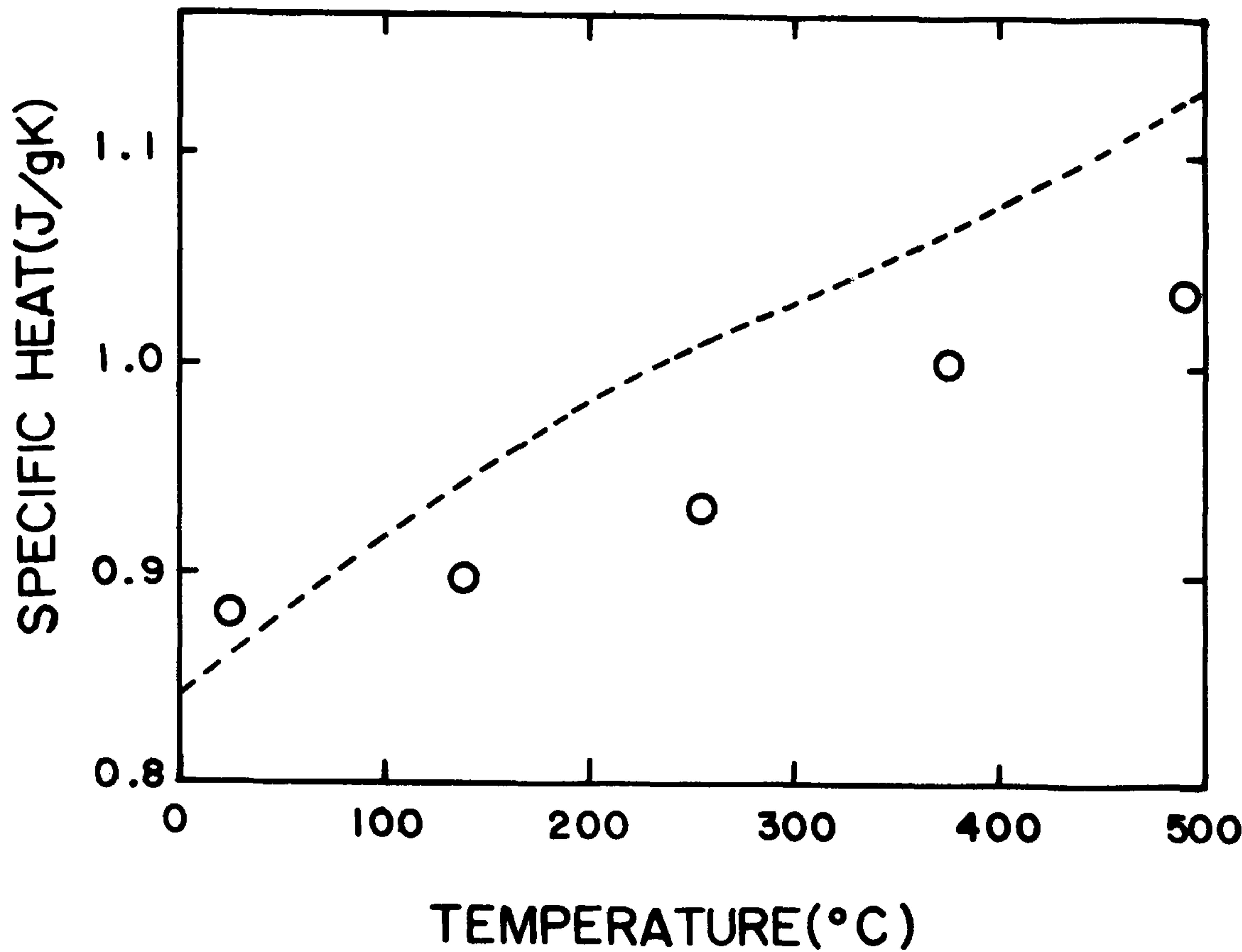


Fig.5-9. Measured specific heat of aluminium specimen.  
(diameter: 10.00 mm, thickness: 0.978 mm,  
mass: 0.2018 g)  
broken line: recommended values of TPRC.

구리는  $800^{\circ}\text{C}$  가까이까지 측정하였으나 알루미늄은 융점이  $600^{\circ}\text{C}$  부근 이므로  $500^{\circ}\text{C}$  까지 측정하였다. 각 그림에서의 점선은 TPRC에서 추천한 값인데 이 값들에 비해 구리는  $\pm 5\%$ , 알루미늄은  $\pm 8\%$  이내에 존재함을 알 수 있고 온도가 증가함에 따라 완만하게 증가하는 경향을 보이고 있다. 추천값에 비해서 deviation이 생기는 원인에는 여러가지가 있을 수 있으나 가장 중요한 것이 열원의 평면에너지 분포의 불균일이라 생각되며 이것은 열원이 pulse laser로 대치되면 개선될 것으로 생각된다.

여기서 측정 data들의 온도간격이 균일하지 않은 것은, 온도조절기에서 조절되는 heater 주변온도 간격은 일정하지만 시편온도는 이와 조금씩 다르며 시편의 온도를 기준으로 표시했기 때문이다.

### 제 3 절 열전도도 계산

Fig.5-10 과 Fig.5-11 은, 앞 절에서 측정한 구리와 알미늄의 열확산도와 비열을 식(2-10)에 대입하여 열전도도를 계산한 결과이다. 각각의 밀도는  $8.872 \text{ g/cm}^3$  과  $2.655 \text{ g/cm}^3$  를 대입하였다. 또한 비열과 열확산도의 측정 온도점이 조금씩 다르기 때문에 열확산도 측정 온도점을 기준으로 하여, 비열값은 측정치를 최소자승법으로 fitting 해서 구한 값을 대입하였다.

Table 5-3. Measured thermal diffusivity, thermal conductivity and specific heat of copper.

T ( $^{\circ}\text{C}$ )	diffusivity ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )	conductivity (W/cmK)	specific heat (J/gK)
25.32	1.174	$0.378 \times 1000$	0.364
137.28	1.264	0.406	0.367
234.63	1.095	0.356	0.372
366.00	0.967	0.330	0.384
475.00	0.947	0.338	0.402
599.71	0.851	0.328	0.437
707.09	0.779	0.326	0.473
807.00	0.745	0.344	0.520

열확산도와 마찬가지로 온도상승에 따라 감소하는 경향을 보이고 있으나 개연성이 좀 줄어들었다. 이것은 비열 측정오차와 열확산도 측정오차가 같아 포함되어 있기 때문이다. 구리의 경우 대개  $3.1 \sim 4.0 \text{ W/cmK}$  알루미늄은  $2.2 \sim 2.6 \text{ W/cmK}$ 에 분포하고 있어 여러 문헌들의 값과 비슷함을 알 수 있는 만족한 결과라 생각된다.

Table 5-3 과 Table 5-4에는 측정, 계산되어진 구리와 알루미늄의 열확산도, 비열 및 열전도도가 각각 정리되어 있다.

Table 5-4. Measured thermal diffusivity, thermal conductivity and specific heat of aluminium.

T ( $^{\circ}\text{C}$ )	diffusivity ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )	conductivity ( $\text{W/cmK}$ )	specific heat ( $\text{J/gK}$ )
24.95	1.024	0.240	0.880
136.85	1.107	0.262	0.889
238.63	0.998	0.245	0.923
349.33	0.910	0.236	0.972
457.35	0.802	0.217	1.015

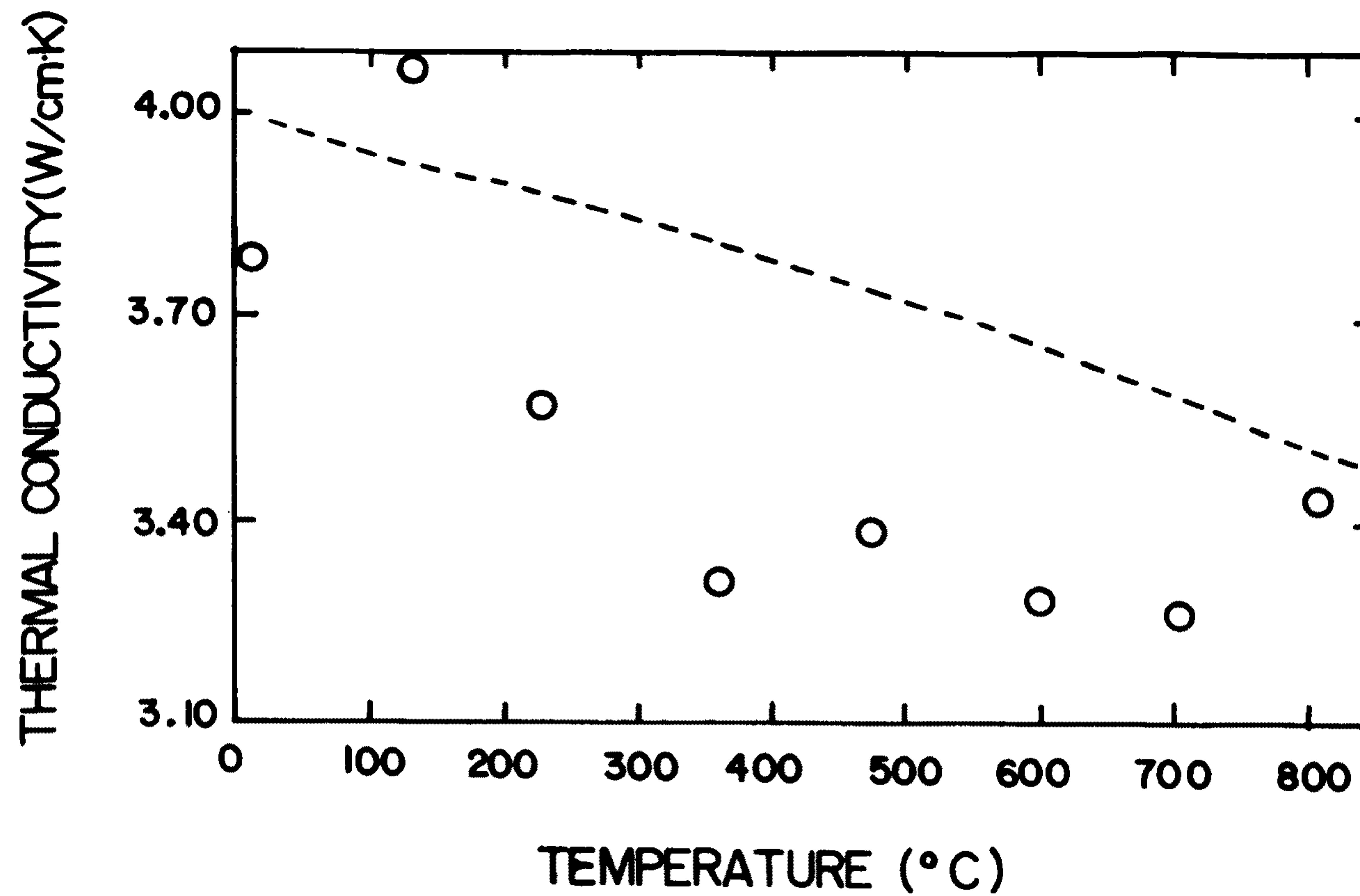


Fig. 5-10. Calculated thermal conductivity of copper using the measured values of thermal diffusivity and specific heat.

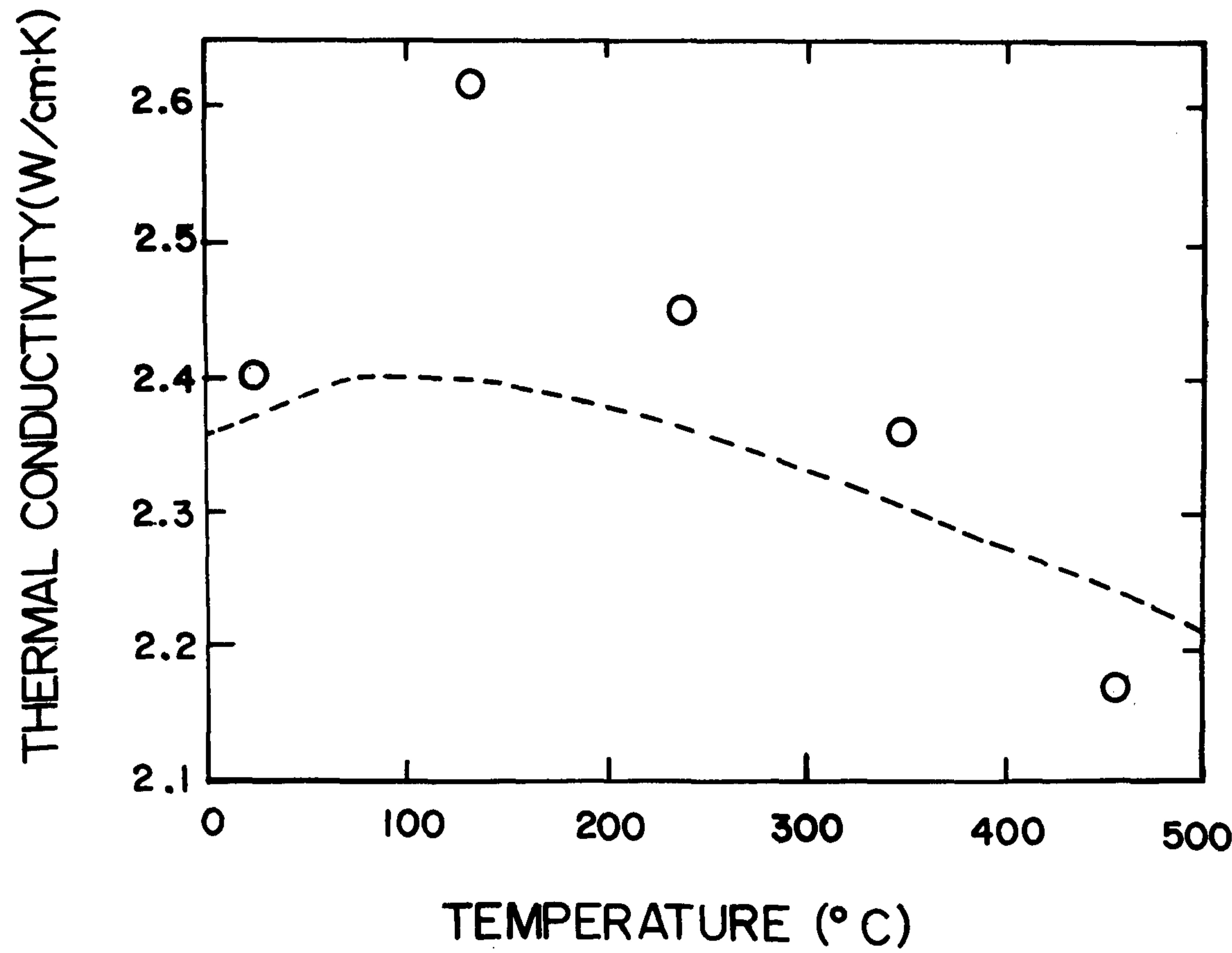


Fig. 5-11. Calculated thermal conductivity of aluminium using the measured values of thermal diffusivity and specific heat.

## 제6장 결 론

섬광법을 사용한 상온~ $2,000^{\circ}\text{C}$  영역에서의 금속과 내열재의 열물성 측정 연구의 1차년도 연구인 상온~ $800^{\circ}\text{C}$ 에서의 금속의 열물성(열확산도, 비열, 열전도도) 측정연구를 수행하였다. 금속시편을 지지할 수 있는 고온 진공로와 xenon flash lamp 를 광원으로 하는 광학시스템을 써서 측정장치를 구성하고 유한 섬광시간효과 및 복사열 손실을 고려한 열확산도 계산용 computer program 을 작성하였다. 대표적으로 널리 사용되고 있는 금속인 구리와 알미늄의 열확산도와 비열을 측정하고 이것을 이용하여 열전도도를 계산하였다. 열확산도와 비열은 TPRC 의 추천값과 10 % 이내의 차이로 일치함을 알 수 있었고 열전도도는 각각  $3.1 \sim 4.0 \text{ W/cm K}$  와  $2.1 \sim 2.6 \text{ W/cm K}$  사이에 분포함을 알 수 있었다. 측정치의 신뢰도 향상을 위해서는 software 를 사용한 증폭된 열전대 신호의 digital filtering 및 고출력 pulse laser 를 사용한 섬광의 에너지 분포의 균일화와 신호크기의 증대가 필수적임을 알 수 있었다.

본 연구 결과 상온~ $800^{\circ}\text{C}$  영역에서의 금속의 열물성 측정기술이 확보되었으며 차기에는 측정 정확도향상 연구와 보다 다양한 여러 물질의 열물성 측정연구를 수행할 계획이다.

## 참 고 문 헌

- (1) A.J. Klein, "Carbon/Carbon Composites", Metal Progress 11/86, 64 (1986).
- (2) 이충희외, "대형강괴열처리 기술현황 조사연구" KSRI-88-60-IR(1988).
- (3) 김석원, "초고온 열불성 측정기술", 측정표준 11(2), 33 (1988).
- (4) "Progress Report for Period Ending", Metals and Ceramics Division, Oak Ridge National Laboratory, September 30 (1986).
- (5) "Center for Chemical Engineering Technical Activities", NBSIR 86-3059 (1987).
- (6) "Annual Research Report", Mechanical Engineering, Purdue University (1986).
- (7) 일본 계량연구소 요람(1988).
- (8) "Latest Development in Thermal Conductivity Measurement by Laser Flash Methods", TIP. NO. 74R, SINKU-RIKO, INC. (1988).
- (9) Catalog of Tokyo Industry (1988).
- (10) PTB 소개 자료(1977).
- (11) R.E. Taylor, "A Description of the Thermophysical Properties Research Laboratory", School of Mechanical Engineering, Purdue University (1985).

- (12) W.J. Parker, "Thermal Diffusivity Measurements Using the Flash Technique", J. Appl. Phys. 32, 1679 (1961).
- (13) R.E. Taylor and J.A. Cape, "Finite Pulse-time Effects in the Flash Diffusivity Technique", Appl. Phys. Lett. 15, 212 (1964).
- (14) A.R. Mendelsohn, "The Effect of Heat Loss on the Flash Method of Determining Thermal Diffusivity", Appl. Phys. Lett. 2, 19 (1961).
- (15) K.D. Maglic et al., "Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods 1", Plenum Press, New York, pp.305-336 (1984).
- (16) H.S. Carslaw and J.C. Jaeger, "Conduction of Heat in Solids 2nd ed.", Oxford Univ Press, Oxford, p.258 (1959).
- (17) Y. Takahashi, "Measurement of Thermophysical Properties by Laser-Flash Method", Netsu Bussei, 1, 3 (1987).
- (18) T. Baba, T. Arai and A. Ono, "Laser Beam Profile Measurement by a Thermographic Technique", Rev. Sci. Instrum. 57, 2739 (1986).
- (19) R.E. Taylor, "Critical Evaluation of Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity", Report PRF-6764, TPRC (1973).
- (20) Y. Takahashi, "Heat-capacity Measurement by the Laser-flash calorimetry", Netsu Sokutei no Shinpo 5, 41 (1987).

- (21) Y.S. Tolukian, et al., "Specific Heat", Thermophysical Properties of Matter Vol.4, IFI/Plenum, New York and Washington (1970).
- (22) Y.S. Tolukian, et al., "Thermal Conductivity", Thermophysical Properties of Matter Vol.1, IFI/Plenum, New York and Washington (1970).
- (23) W. Koechner, "Solid-State Laser Engineering", Springer-Verlag, New York (1976).
- (24) Y.S. Tolukian, et al., "Thermal Radiative Properties", Thermophysical Properties of Matter Vol.7, IFI/Plenum, New York and Washington (1970).
- (25) Y. Takahashi, et al., "동경대학 공학부 총합시험소연보" 35, 209 (1976).

여 백

부록 : 열화산도 계산용 program

```
C ***** CALCULATION OF THERMAL DIFFUSIVITY *****
C
C
C TO THE THERMAL CONDUCTIVITY AND THERMAL DIFFUSIVIYT
C OF SAMPLES WITH RADIATION HEAT LOSS FOR AN EXPONENTIAL
C TYPE HEAT PULSE
C
C
C ## DESCRIPTION OF PARAMETER ##
C
C SUBS; NAME OF MATERIAL
C L; THICKNESS OF SAMPLE (m)
C A; RADIUS OF SAMPLE (m)
C C; SPECIFIC HEAT OF SAMPLE {J/(kg*)}
C DEN; DENSITY OF SAMPLE (kg/m**3)
C TH; HALF TIME (SEC)
C TP; PEAK TIME OF INPUT PULSE (SEC)
C TM; MAXIMUM TIME (SEC)
C SIG; STEFAN-BOLTZMAN CONST. {W/(M**2*K**4)}
C SUTEMP; SURROUNDING TEMP. (K)
C EMI; EMISSIVITY
C
C
C
C
CHARACTER SUBS*5
INTEGER AGAIN
REAL K,L,MSUM,J0,J1,NRAM,NBETA,IM,IH,MMBSJ0,MMBSJ1
OPEN(5,FILE='TPP.DAT')
OPEN(6,FILE='TPP.OUT')
READ(5,1550)SUBS
READ(5,1551)L,A,DEN,C
READ(5,1552)SIG,EMI1,EMI2,EMI3
READ(5,1553)SUTEMP,TH,TM,TP
1550 FORMAT(A5)
1551 FORMAT(2F10.8,F9.4,F6.2)
1552 FORMAT(F15.13,3F8.6)
1553 FORMAT(F10.5,F12.10,2F9.7)
WRITE(6,999)SUBS
999 FORMAT(5X,A4,/)

        WRITE(6,1000)L,A,SIG,DEN,C,TH,TM,TP,EMI1,EMI2,EMI3,SUTEMP
1000 FORMAT(10X,'INPUT DATA',/,5X,'L=',F12.5,/,5X,'A=',F12.5,/,5X,
  &'SIG=',F13.11,/,5X,'DEN=',F12.5,/,5X,'C=',F12.5,/,5X,'TH=',
  &F12.5,/,5X,'TM=',F12.5,/,5X,'TP=',F12.5,/,5X,'EMI1=',F12.5,/,5X,
  &'EMI2=',F12.5,/,5X,'EMI3=',F12.5,/,5X,'SUTEMP=',F12.5,//)
```

```

C
C
C
C   ERM; CALCULATIION ERROR CRITERION RATIO OF BESEL FUNCTION
C   EPSZ; VARIATION RATIO OF (ZHSUMN-ZHSUMO)/ZHSUMN
C   EPSR; (HSUMN-HSUMO)/HSUMN
C   CRTN1; (V-0.5)/0.5
C   CRTN2; (ALN-ALO)/ALN
C
C
C
C
      ERM=0.0010
      EPSZ=0.01
      EPSR=0.1
      CRTN1=0.001
      CRTN2=0.001
      PI=3.141593
      AL=0.139*L**2/TH*0.5
      DAL=0.5
      AGAIN=1.
      STEP=1.
*****
      WRITE(6,1220)AL
      1220 FORMAT(10X,'ASSUMED THERMAL DIFFUSIVITY (PARKER)='E15.7/)
*****
      GO TO 10
10      ALO=ALN
      GOO=GN
30      AGAIN=AGAIN+1.0
      AL=ALO*(1.0+DAL)
10      HSUM=0.0
      MSUM=0.0
      K=DEN*C*AL
      H1=4.*SIG*EMI1*SUTEMP**3/K
      H2=4.*SIG*EMI2*SUTEMP**3/K
      H3=4.*SIG*EMI3*SUTEMP**3/K
C
      OARAM=0.00001
      ARAM=OARAM
      DARAM=PI
      INDIX1=1
40      CALL ECONR(ARAM,H3,A,ARAMT)
      ARAM=ARAMT
      RAM=ARAM/A
C

```

```

ZHSUM=0.
ZMSUM=0.
INDIX2=1
OBETA=-PI/2.
BETA=SQRT(H1*H2*L**2)+0.001
DBETA=PI
50 CALL ECONZ(BETA,L,H1,H2,BETAT,INDIX2)
BETA=BETAT
C
ARG1=TM/TP
ARG2=TH/TP
IF(ARG2.GT.100.)GO TO 60
T2=EXP(-ARG2)
IF(ARG1.GT.100.)GO TO 70
T1=EXP(-ARG1)
GO TO 80
60 T2=0.
70 T1=0.
80 Y=AL*(RAM**2+BETA**2)
CMN=1.0/(TP*Y-1.)
J0=MMBSJ0(ARAM,ERM)
J1=MMBSJ1(ARAM,ERM)
NRAM=J0**2*(A**2)*(H3**2+RAM**2)/(2.*RAM**2)
NBETA=((BETA**2+H1**2)*(L+(H2/(BETA**2+H2**2)))+H1)/2.
Z=BETA*COS(BETA*L)+H1*SIN(BETA*L)
ARGT1=Y*TM
ARGT2=Y*TH
IF(ARGT2.GE.100.)GO TO 55
TT2=EXP(-ARGT2)
IF(ARGT1.GE.100.)GO TO 65
TT1=EXP(-ARGT1)
GO TO 75
55 TT2=0.
65 TT1=0.
75 IM=(CMN)**2*(T1*(TM*(Y-1./TP)-1.)+TT1)
IH=(CMN)**2*(T2*(TH*(Y-1./TP)-1.)+TT2)
ZHTERM=Z*BETA*J1*IH/(NRAM*NBETA*RAM)
ZMTERM=Z*BETA*J1*IM/(NRAM*NBETA*RAM)
ZHSUM=ZHSUM+ZHTERM
ZMSUM=ZMSUM+ZMTERM
ZHSUMN=ZHSUM
IF(INDIX2.GT.1)GO TO 90
100 INDIX2=INDIX2+1
BETA=OBETA+(FLOAT(INDIX2)-1.)*DBETA
ZHSUMO=ZHSUMN
GO TO 50

```

```

90  COMTE1=ABS((ZHSUMN-ZHSUMO)/ZHSUMN)
    IF(COMTE1.GE.EPSZ)GO TO 100
C
    HSUM=HSUM+ZHSUM
    MSUM=MSUM+ZMSUM
    HSUMN=HSUM
    IF(INDIX1.GT.1)GO TO 110
120  INDIX1=INDIX1+1
    ARAM=OARAM+(FLOAT(INDIX1)-1.)*DARAM
    HSUMO=HSUMN
    GO TO 40
110  COMSUM=ABS((HSUMN-HSUMO)/HSUMN)
    IF(COMSUM.GE.EPSR)GO TO 120
C
    V=HSUM/MSUM
    DEMAND=0.5
    G=V-DEMAND
    GN=G
    ALN=AL
C*****
    WRITE(*,1230)AGAIN,V,AL
    WRITE(6,1230)AGAIN,V,AL
1230 FORMAT(5X,'AGAIN=',I5,5X,'V=',F5.3,5X,'AL=',E15.7)
C*****
    IF(AGAIN.EQ.1)GO TO 20
    IF(GN*GOO)150,160,20
150  RATIO=ABS(G/DEMAND)
    IF(RATIO.LE.CRTN1)GO TO 170
180  STEP=STEP+1.0
    DAL=DAL/STEP
    GO TO 30
170  RATIO2=ABS((ALN-AL0)/ALN)
    IF(RATIO2.GE.CRTN2)GO TO 180
160  K=DEN*C*AL
    WRITE(6,300)V,RATIO2,AGAIN,DEN,C,AL,K
300  FORMAT(///,10X,'*****OUTPUT DATA*****',///,
&10X,'V=',F12.4,/,10X,'RATIO2=',F12.6,/,10X,'AGAIN=',I4,/,
&10X,'DENSITY=',F12.4,/,10X,'SPECIFIC HEAT=',F12.4,/,10X,
&'THERMAL DIFFUSIVITY=',E15.7,/,10X,'THERMAL CONDUCTIVITY=',E15.7)
    STOP
    END
C
C
C
C
C

```



```

10   X2=XM
    ERROR=XM-X1
    GO TO 7
30   X1=XM
    ERROR=X2-XM
7    IF(ERROR.LE.EPS)GO TO 20
    GO TO 5
20   Y=XM/L
    RETURN
    END
C
C
C
FUNCTION MMBSJ1(X1,ERM)
REAL MMBSJ1
IX=0
SUM=0.
GO TO 100
200 IX=IX+1
SUMO=SUMN
100 FAC=1.
IF(IX.EQ.0) GO TO 20
DO 10 IK=1,IX
FAC=FAC*IK
10 CONTINUE
20 FAC1=1.
IXP1=IX+1
DO 30 IK=1,IXP1
FAC1=FAC1*IK
30 CONTINUE
TERM=(-1.)**IX*X1**((2.*IX+1.)/(2.**((2.*IX+1.)*FAC*FAC1)))
SUM=SUM+TERM
SUMN=SUM
IF(IX.EQ.0) GO TO 200
RATIO=ABS((SUMN-SUMO)/SUMN)
IF(RATIO.GE.ERM)GO TO 200
MMBSJ1=SUM
RETURN
END
C
C
C
C
FUNCTION MMBSJ0(X,ERM)
REAL MMBSJ0
IX=0

```

```
SUM=0.  
GO TO 100  
200 IX=IX+1  
SUMO=SUMN  
100 FAC=1.  
IF(IX.EQ.0) GO TO 30  
DO 10 IK=1,IX  
FAC=FAC*IK  
10 CONTINUE  
30 TERM=(-1.)**IX*X**((2.*IX)/(2.**((2.*IX)*FAC*FAC))  
SUM=SUM+TERM  
SUMN=SUM  
IF(IX.EQ.0) GO TO 200  
RATIO=ABS((SUMN-SUMO)/SUMN)  
IF(RATIO.GE.ERM)GO TO 200  
MMBSJO=SUM  
RETURN  
END
```

\*\*\*\* INPUT DATA \*\*\*\*

COPP

0.00197 0.01000 2665.0 1015.0  
0.0000005669 0.050 0.050 0.050  
730.500 0.0088000 3.26 0.00100

\*\*\*\*\* OUTPUT FILE \*\*\*\*\*

COPP

INPUT DATA

L= .00197  
A= .01000  
SIG= .00000005669  
DEN= 2665.00000  
C= 1015.00000  
TH= .00880  
TM= 3.26000  
TP= .00100  
EMI1= .05000  
EMI2= .05000  
EMI3= .05000  
SUTEMP= 730.50000

ASSUMED THERMAL DIFFUSIVITY (PARKER)= .3065029E-04

AGAIN= 1	V= .054	AL= .3065029E-04
AGAIN= 2	V= .187	AL= .4597544E-04
AGAIN= 3	V= .407	AL= .6896316E-04
AGAIN= 4	V= .651	AL= .1034447E-03
AGAIN= 5	V= .544	AL= .8620395E-04
AGAIN= 6	V= .456	AL= .7471009E-04
AGAIN= 7	V= .505	AL= .8093593E-04
AGAIN= 8	V= .469	AL= .7626654E-04
AGAIN= 9	V= .482	AL= .7785543E-04
AGAIN= 10	V= .494	AL= .7947742E-04
AGAIN= 11	V= .507	AL= .8113320E-04
AGAIN= 12	V= .497	AL= .7980857E-04
AGAIN= 13	V= .500	AL= .8014111E-04
AGAIN= 14	V= .502	AL= .8047503E-04
AGAIN= 15	V= .500	AL= .8019676E-04

\*\*\*\*\*OUTPUT DATA\*\*\*\*\*

V= .5002  
RATIO2=.000694  
AGAIN= 15  
DENSITY= 2665.0000  
SPECIFIC HEAT= 1015.0000  
THERMAL DIFFUSIVITY= .8019676E-04  
THERMAL CONDUCTIVITY= .2169302E+03