

## 論文抄錄

## 레이저 閃光법에 의한 熱擴散度の 測定

Susumu Namba,\* Pil Hyon Kim,\* Naoharu Kinoshita\*\* and Tsutomu Arai\*\*

(Measurement of Thermal Diffusivity by the Laser Flash Method)

Scientific papers of the I. P. C. R. Vol. 62, No. 1, 8~13, March, 1968

루비 레이저 펄스는 閃光법에 의한 熱擴散度測定에서 에너지源으로 사용되어 왔다. 레이저 펄스를 照射하면 試料의 表面이 加熱된다. 보통의 閃光법에 있어서와같이 熱擴散도는 뒷면이 熱電對로 探知된 最大溫度上昇의 折半에 到達하는데 必要한 時間으로 決定된다. 이러한 方法으로 測定된 여러가지 金屬들의 熱擴散度の 값은 앞서 報告된 것들과 잘 一致하고 있다. 또한 니켈, 銅페라이트와  $Pb(Zr_{0.52}-Ti_{0.48})O_3$ 의 熱擴散度の 熱依存度는 각 物質의 큐리點 以上の 溫度에 이르기까지 測定되었다. 그 測定の 精度는 약  $\pm 5\%$ 이다. 레이저 閃光법은 高溫에서의 固體의 熱特性을 測定하는데 適合하다는 것이 確認되었다.

## 1. 緒 論

物質의 熱의 特性을 測定하기 위한 閃光법은 比較的 높은 精度로 몇개의 金屬들의 熱擴散度を 測定한 Parker 外傳<sup>(1)</sup>에 의해서 發展되었다. 레이저 펄스가 에너지源으로서 사용된 閃光법은 레이저 閃光法이라고 불리워진다.<sup>(2), (3)</sup> 閃光法에서 얇은 試料의 앞면은 閃光의 高强度인 短期間의 펄스로 照射된다. 試料의 뒷면의 瞬間

의인 溫度上昇은 다음으로 熱擴散에 關係된다.

$$\alpha = AL^2/\pi^2 t_{1/2} \quad (1)$$

여기서  $\alpha$ 는 熱擴散度이고 단위는  $(cm^2/sec)$ 이며  $t_{1/2}$ 은 뒷면이 最大溫度 上昇의 折半에 到達하는데 必要한 時間을 나타내며  $L$ 은 試料의 두께이고 단위는  $(cm)$ 이며  $A$ 는 常數인데 熱損失을 無視할 수 있고  $t_{1/2}$ 이 빛의 펄스時間보다 훨씬 클 때는 1.37과 같아진다. Xenon 閃光램프는 보통 펄스에너지源으로서 사용되었지만 그것이 試料에 가까이 있어야만 試料表面에 充分量の 에너지를 傳達할 수 있다.

高溫에서 光源의 過熱을 막기 위하여 光源을 試料에서 멀리 떨어진 곳에 두어야 한다. 반면에 레이저는 레이저 펄스의 高指向性 때문에 試料에서 멀리 떨어진 곳까지도 充分한 에너지를 供給하여 뒷면의 溫度上昇은 쉽게 測定할 수 있게 한다. 레이저 閃光법은 보통 Ångström法에 비해서 다음과 같은 利點을 가지고 있다.

- 1) 器具가 比較的 簡單하다.
- 2) 試料의 크기가 작다.
- 3) 測定에 必要한 時間이 짧다 ( $\sim 100msec$ )
- 4) 高溫에서의 測定이 比較的 쉽다.

이 論文에서는 여러가지 金屬과 레이저 閃光法으로 測定된 非金屬物質들의 熱擴散度が 取扱되었고 그 器具의 特性이 論議되었다.

## II. 實驗器具 및 方法

金屬의 熱擴散度 測定을 위한 器具의 實驗裝置는 그림1에서와 같다. 總出力 에너지와 루비 레이저의 펄스時間은 각각 약 2joule와 1msec였다. 루비 레이저의 한 代表的인 오실로스코프의 기록은 그림2에서와 같다. 두께 0.06~0.2cm, 面

\* 難波 進, 金洞鉉(Semiconductors Laboratory)

\*\* 木下直治 新井 勤(Faculty of Engineering, Toyo University)

(1) W. J. PARKER, R. J. JENKINS, C. P. BUTLER, and G. L. ABBOTT J. Appl. Phys., 32, 1679 (1961)

(2) H. W. DEEM and W. D. WOOD: Rev. Sci. Instr., 33, 1107 (1962)

(3) M. M. MAKATA: "Proc. of the 8th Annual Electron and Laser Beam Symp.", The University of Michigan, P. 107 (1966)

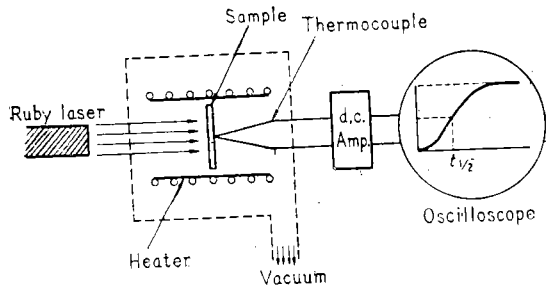


그림1. 實驗裝置의 부분線圖

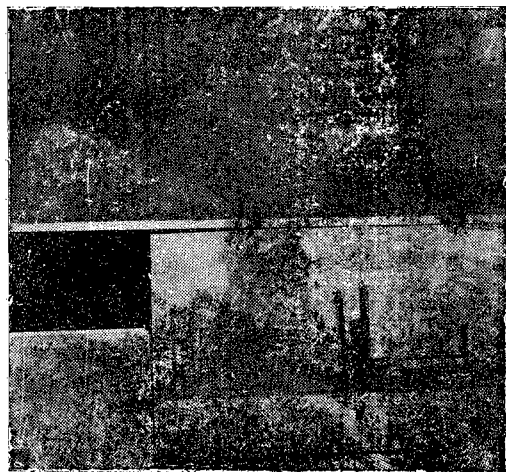
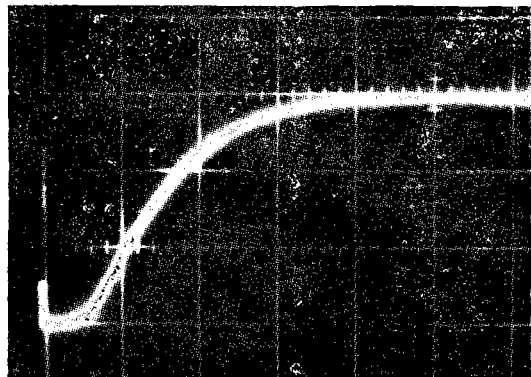


그림2. 루비 레이저의 出力트레이스圖  
(200 $\mu$ s/div)

積 1.5cm<sup>2</sup>인 金屬試料는 그것의 熱的絶緣을 充分히 할수 있도록 圓筒型爐 속에서 絶緣體에 의해서 支持되고 있다. 試料가 레이저 빔으로 照射될때 레이저 에너지는 試料 앞면의 極히 얇은 層에서 吸收되어 熱에너지로 變形되며 그 熱에너지는 熱傳導에 의해서 뒷면으로 傳達된다 그 結果로 生기는 뒷면의 溫度上昇은 뒷면의 中心에 단단히 接着된 直徑 0.01~0.02cm의 크로멜아루멜 熱電對로 測定된다.

金屬試料의 경우에는 熱電線은 뒷면의 溫度上昇을 正確히 指示하기 위하여 약 0.1cm間隔으로 溶接된다. 非金屬試料의 경우에는 傳導性銀箔을 한 金屬이 金屬이 熱電線 사이의 熱抵抗을 最小로 하기 위하여 그것들을 試料에 固着되게 만드는데 使用된다. 뒷면의 溫度上昇에 該當하

는 出力信號는 增幅되어 오실로스코프에 기록된다. 熱電線을 完全히 遮蔽하는 것은 트리거 雜音을 除去하는데 必要하다. 빛에 대해 高反射度나 透過도를 가진 試料에 대해서 表面은 鏡고 얇은 필름으로 덮여져야 한다. 루비 레이저빔의 경우에는 carbon black으로 입혀진 燒結된 아루미나의 溫度上昇은 그것이 입혀지지 않은 試料의 溫度上昇보다 5倍 더 크다. 만일 交流抵抗히타가 試料의 溫度를 높이기 위해 使用된다면 非誘導的으로 감겨진 히타가 使用되어야 하거나 히타의 電力供給이 그것으로 부터 生긴 雜音을 除去하기 위하여 測定時間에 中斷되어야 한다. 高溫測定에서 試料는 그것이 酸化되는 것을 防止하고 對流로 因하는 熱損失을 抑制하기 위하여 眞空室에 두어져야 한다. 試料의 뒷면에서의 溫度上昇에 해당하는 오실로스코프 기록의 典型的인 例는 그림3에서 보여진바와 같이 그 試料는 두께 0.06cm의 스테인레스 鋼으로 만들어 진다 熱擴散度는 方程式(1)을 使用해서 計算되며  $t_{1/2}$ 은 그림3으로 부터 측정된다. 시간  $tc(=L^2 \pi^2 \alpha)$ 가 필스 時間보다 훨씬 크지 않을때 試料로 부터의 熱損失이 無視될 수 없을때 方程式(1)의 값을 決定하기 위하여 較正<sup>(4)(5)</sup>하는 것이 必要하다.



시료 : 스테인레스 鋼  
두께 : 0.06cm

그림3. 試料(10ms/div)背面에서의 溫度上昇

## IV. 結 果

室溫에서 레이저 閃光法으로 測定된 여러 金屬들의 熱擴散度の 값은 표1<sup>(6)</sup>에 記錄되어 있다. 이러한 값들은 有限한 펄스時間 效果를 較正 하므로서 計算된다. AIP Handbook data도 또한 參考로 표1에 기록되어 있다. 測定된 값들은 레이저 閃光法이 簡單함에도 報告된 것들과 잘 一致하고 있다.

99.4% Ni의 熱擴散度の 溫度依存性は 그림3에서 보여준것과 같은 큐리點을 包含한 넓은 溫度範圍에서 測定되었다. 니켈의 試料은 두께가 0.1 cm이고 넓이가 1.5cm<sup>2</sup>이다.

表面이 약 2joules의 레이저빔에 의해서 照射될 때 그 뒷면의 溫度上昇은 약 3°였다. 熱擴散度는 니켈의 큐리點에 該當하는 약 320°C에 이르기까지 溫度를 增加시킬때 減少하고 또 높은 溫度에 대해서는 增加한다. 그 데이터는<sup>(8)</sup> 熱擴散度の 값과 使用된 니켈試料의 不純度에 依存하는 큐리點과의 僅小한 差異를 除外한다면 Siedles外들<sup>(8)</sup> 이 測定한 값과 모순이 없다. 測定の 精度는 약 ±5%였는데 修正된 Ångström法으로 본 精度보다 더 좋은것처럼 보인다. 燒結된 銅케라이트의 熱擴散度の 溫度依存性は 그림5에 보여진바와 같다. 位相變換點과 큐리點은 각각 약 360°C와 44°C이다. 燒結된 Pb (Zr<sub>0.52</sub>-Ti<sub>0.48</sub>) O<sub>3</sub>의 熱擴散度の 溫度 依存性は 그림6에 보여진바와 같다.

큐리點은 약 320°C이다

TABLE I. Thermal diffusivity of various metal

Sample	L(cm)	$\alpha$ (cm <sup>2</sup> /sec)	$\alpha^*$ (cm <sup>2</sup> /sec)
Fe	0.200	0.21	0.22
Mo	0.198	0.53	0.54
Ni	0.105	0.16	0.16
Ta	0.203	0.28	0.24
Ti	0.200	0.10	0.09
W	0.109	0.70	0.76
Zn	0.180	0.40	0.41
St. Steel	0.060	0.04	0.04

$\alpha^*$ :from AIP Handbook

## IV. 考 察

레이저 閃光法에 의한 熱擴散度の 測定된 값은 方程式 (1)의 計算에서 境界條件이 測定時에 完全히 滿足될때만이 믿을만한 것이다. 正確한 結果를 얻기위하여 다음과 같은 條件이 滿足되어야 한다.

1) 試料을 熱的으로 絕緣된다. 즉: 熱傳導와 放射에 의한 熱損失은 無視할 수 있다.

2) 레이저 펄스는 瞬間的인 熱源으로서 看做될 수 있다. 즉: 레이저의 펄스 期間(T)은 時間  $t_c$ 보다 더 작아야 한다.

3) 試料의 表面은 均一하게 레이저 光으로 照射된다.

4) 試料面의 面積은 두께에 比해서 充分히 크다. 試料의 뒷면이 最大溫度上昇에 到達하는데 要하는 時間인 약 몇 10分の 1秒동안 熱的으로 絕緣된다고 假定될 때 그條件은 充分히 滿足되는 것이다. 熱傳導에 의한 熱損失을 덜기 위하여 試料은 眞空室안에서 可能的 限 적은 接觸面積을 가진 絕緣 홀다에 의해서 支持된다. 放射에 의한 熱損失은 溫度와 함께 增加하지만 그것은 Cape와 Lehman<sup>(4)</sup>의 計算에서 보여준 것과 같은 融點以下の 溫度를 가진 金屬에 대해서 무시할 수 있는 것 같다. 만일 레이저빔이 瞬間的인 熱源( $T \ll t_c$ )이라면 그 둘째條件은 滿足되는 것이

(4) J. A. CAPE and G. W. LEHMAN: J. Appl. Phys. 34, 1939 (1963)

(5) R. E. TAYLOR and J. A. CAPE: Appl. Phys. Letters, 5, 212 (1964)

(6) S. NAMBA, P. H. KIM, and T. ARAI: Oyo Buturi (in Japanese) 36, 661 (1967)

(7) S. NAMBA, P. H. KIM, T. ARAI: Japan J. Appl. Phys., 6, 1019 (1967)

(8) P. H. SIDLES and G. C. DANIELSON: J. Appl. Phys., 25, 58 (1954)

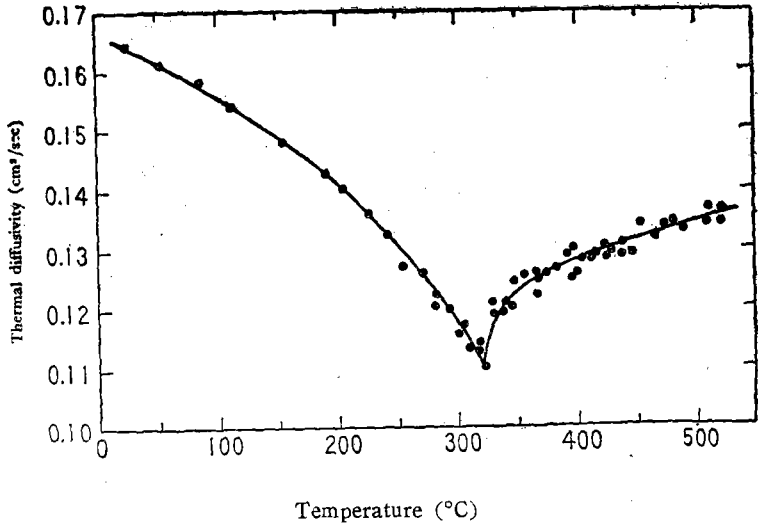


그림 4 99.4% 니켈의 熱擴散度の 溫度依存性

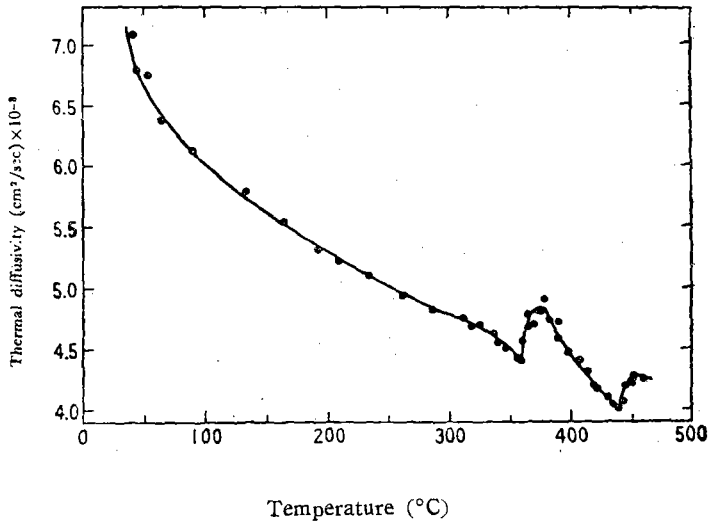


그림 5 銅페라이트의 熱擴散度の 溫度依存性

다. 둘째 條件이 滿足되지 않을때 方程式(1)의 常數A는 計算上으로 나온 1.37보다 더 크다는 것을 알 수 있다. 이러한 効果는 A의 較正曲線을 주었던 Cape外들<sup>(4)(5)</sup>에 의해서 “有限펄스 時間效果”라고 불리워 진다. tc의 보다 큰값을 얻기 위하여 이보다 두터운 試料를 使用함으로써 그 둘째 條件은 確實한 것이 될수있지만 뒷

면의 溫度上昇이 너무 작아지므로 正確히 測定 될수 없게된다. 약 2joules의 出力을 내는 루비 레이저가 使用될때에 適合한 試料의 두께는 擴散도가 1cm²/Sec 보다 적은 金屬에 대해서 약 0.1 ~ 0.2cm가 된다.

세째 條件은 레이저펄스의 均一性이 空間적으로 不足하기 때문에 滿足스럽지 못한 것 같다. 그

Thermal diffusivity (cm<sup>2</sup>/S) × 10<sup>-3</sup>

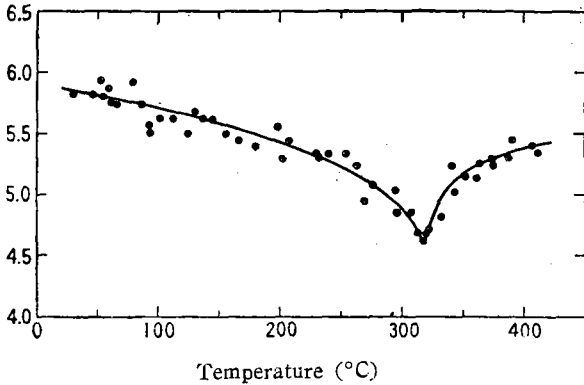


그림 6 Pb(Zr<sub>0.52</sub>-Ti<sub>0.48</sub>)O<sub>3</sub>의 열확산도의 온도 의존성

그러나 實驗에서 擴散도의 測定値는 레이저빔의 界內의 試料의 位置 變化에 의해서 變化되지 않았다. 그러한 事實은 세계 條件이 滿足스럽다는 것을 보여준다. 表面을 高熱擴散도의 낮은 金屬膜으로 입히는 것은 試料表面 위에서 溫度分布를 均一하게 하는 方法들중의 하나다. 比較條件은 表面에서 레이저빔의 Spot크기가 직경이 1cm보다 더 크지만 試料의 두께는 0.2cm보다 작기 때문에 滿足스럽다. 즉: 測定誤差는 t<sub>1/2</sub>值의 눈금과 試料 두께의 計算上誤差에 基因했다. 方程式(1)에서의 試料두께 L은 試料 熱電對사이의 接觸條件에 依存하는 有效試料두께와 代置되어야 한다. 金屬試料에서는 熱電對가 試料속으로 들어가게 溶接될 때 非金屬物質의 有效試料두께는 試料와 熱電對사이의 熱抵抗 때문에 測定된 試料두께보다 더 커지는 傾向이 있다. Pb(Zr<sub>0.52</sub>-Ti<sub>0.48</sub>)O<sub>3</sub>와 같은 ferro-electric 物質의 測定에서 t<sub>1/2</sub>의 눈금상의 誤差는 熱電氣와 壓電氣에 基因될 수 있는 오실로스코프 기록上的 Zero-level의 變動 때문에 큐리點 아래로 보다 더 커지는 傾向이 있다. 이러한 方法에서 만일 試料에 吸收된 레이저에너지가 推定된다면 試料

의 比熱은 閃光法에 있어서와 같이 다음과 같은 方程式에 의해서 決定된다.

$$DC = Q'LT_m \tag{2}$$

여기는 D는 單位가 (g/cm<sup>3</sup>)인 密度이고 C는 單位가 (cal/g c)인 比熱이며 Q는 單位가 (cal/cm<sup>2</sup>)인 吸收된 레이저에너지이고 T<sub>m</sub>은 試料에서의 最大溫度이다. 熱傳導도는 關係式

$$K = \alpha CD \tag{3}$$

로 주어진다. 여기서 K는 單位가 (cal cm·sec. °C)인 熱傳導도이다. 다음의 것은 試料에서의 吸收된 에너지를 計算하는 方法中의 하나다 試料의 表面과 比熱을 알아낼 수 있는 標準試料는 똑같이 얇은 검은 物質로 입혀진다. 照射된 레이저에너지는 暈路에 놓여진 거울에서 部分的으로 反射되는 暈을 探知하므로써 推定된다. 照射된 레이저에너지로부터 試料에서 測定된 溫度와 標準試料의 比熱과 검은 物質의 吸收가 決定된다. 그러므로 試料에서 吸收된 에너지는 照射된 레이저 에너지에서나 검은 物質의 吸收度에서나 다 推定된다.

### V. 結 論

루비레이저빔은 熱特性을 測定하는 가장 우수한 方法中의 하나인 閃光法에서 에너지源으로서 使用되어 왔다. 이 方法으로 測定된 여러 物質들의 熱擴散도의 값은 앞서 報告된 精度 ±5% 內에서 一致했다. 레이저 閃光法은 레이저가 試料의 溫度를 올리기 到 充分한 에너지를 가지고 있고 또 그것의 高指向性 때문에 爐로부터 遠距離에서 動作될 수 있기 때문에 高溫에서의 熱의 特性을 測定하는데 適合하다. 한 새로운 器具가 試料에 吸收된 레이저에너지가 推定하므로써 熱傳導도, 熱擴散도 그리고 試料의 比熱을 測定하기 위하여 만들어지고 있다. 著者들은 銅페라이트 試料를 製作時 이 研究所의 Dr. T. Okada에 게 많은 도움을 입고 있다.