

〈논 문〉

## 레이저 플래쉬 방법에 의한 SiC/C 계 경사기능재료의 열물성 측정

목재균\* · 유재석\*\* · 馬場哲也\*\*\*

(1995년 8월 5일 접수)

### Measurement of Thermal Properties of SiC/C Functionally Gradient Materials by Laser Flash Method

J. K. Mok, J. Yoo and T. Baba

**Key Words :** Laser Flash Method(레이저 플래쉬 방법), Functionally Gradient Material (FGM : 경사기능재료), Multi-Target Radiometer(다중검출방사계), CVD Method(화학증착법)

#### Abstract

Laser flash technique was applied to measure thermal properties of FGM made by a CVD method. System stability and reproducibility of this measuring system were proved and calibrated with glassy carbon used as reference material. Specimens was prepared by cutting FGM diagonally. Measurements were performed for a wide range of temperatures up to 1500K. Relative heat capacity of the FGM specimen was scattered with in  $\pm 13\%$  at room temperature and at high temperature above 1200K, and  $\pm 3\%$  at medium temperature range. On the other hand, thermal diffusivity data showed excellent reproducibility and stability through the whole temperature range. In conclusion, the multi-target radiometer can be applied to measure the thermal properties of non homogeneous materials like FGM.

#### 1. 서 론

우주왕복 비행체와 세라믹가스터빈의 실용화를 위해서는 고도의 내열특성을 갖는 재료의 개발이 필수적이다. 왜냐하면 우주왕복비행체나 가스터빈 등은 외부로부터 매우 큰 열충격(thermal shock)과 열응력(thermal stress)을 받게되며 이에 대하여 비행체의 구조물과 내부 시스템을 보호할 수 있어야 하기 때문이다. 일반적으로 기계류는 강도가 크

고 성형성이 좋은 금속으로 이루어져 있으며, 기능상 고온에 노출된 부위에 한하여 내열성이 우수한 세라믹 제품으로 대체하거나 세라믹 코팅을 하여 사용하고 있다. 그러나 이와 같은 구조는 급격한 온도변화가 일어날 때 서로 다른 열적 성질로 인하여 소손의 위험이 많다. 만약 주어진 재료의 열물성이 연속적으로 변화하도록 만들 수 있다면 이 문제는 해결될 수 있을 것이다. 이와 같은 아이디어를 기본으로 하여 경사기능재료(Functionally Gradient Materials:FGM)에 대한 개념이 일본에서 정립되었으며, 몇년 전부터 일본과 유럽을 중심으로 활발한 연구개발이 이루어지고 있다.<sup>(1)</sup> 경사기능재료의 제조방법은 여러 가지가 있으며, 일본내의 여러

\*아주대학교 대학원

\*\*회원, 아주대학교 기계공학과

\*\*\*일본계량연구소

산업체와 대학연구소에서는 각각의 방법에 대한 개별적인 연구가 활발하게 진행되고 있다.<sup>(2)</sup> 경사기능재료는 그 사용 목적, 즉 기계적, 전기적, 화학적, 광학적, 핵적 또는 생물학적인 용도에 대하여 그 재료의 구성성분이 다르게 된다. 특히 SiC/C계 경사기능재료는 열응력 완화기능과 초고온 내열재료로서 기계적 특성이 우수하여 우주왕복 비행체와 세라믹가스터빈의 실용화를 위한 재료로 주목되고 있다. 특수한 목적을 위한 재료를 개발하기 위해서는 재료의 설계와 제조기법, 경사기능재료인 경우 합성기법, 그리고 특성평가가 합리적이고 유기적으로 이루어져야 한다. 특히 기계적인 목적을 위한 경사기능재료는 초고온내열재료로서 그 특성평가는 고온환경에서 이루어져야 한다. 따라서 이를 위하여 고온 열물성 평가방법에 대한 연구가 요구되고 있다. 고온 환경에서 실험을 수행하기 위해서는 접촉식 측정방법보다는 비접촉 방법이 유리하며, 최근에 이를 위한 대안으로 레이저플래쉬 방법(the laser flash method)이 개발되어 그 재현성과 정도를 향상시키기 위한 많은 연구가 진행되고 있다.<sup>(3,4)</sup> 실제로 레이저플래쉬 방법에 대한 측정이론은 1961년 Paker에 의하여 제안되었으나 최근에서야 측정이론에 대한 가정을 만족시킬 수 있게 됨에 따라 급속한 발전을 보게 되었다.<sup>(5)</sup> 이 방법에 적용된 가정들은 시료가 균일한 등방성 재료에 대하여 쉽게 만족시킬 수 있으나 경사기능재료와 같은 비균질성의 두꺼운 재료에 대하여 적용하기 위해서는 측정방법 및 측정결과에 대한 보정방법이 다양한 측정조건에 대하여 실험을 통하여 정립되어야 한다. 특히 경사기능재료의 경우 구성성분에 대한 각각의 열물성은 설계단계에서 이미 설정되므로 중간 개발과정 또는 실제에 적용하기 위해서는 재료에 대한 열물성 분포를 알아내는 것이 매우 중요하다. 이에 대한 것이 1990년 T. Baba 등에 의하여 시도되었으며 레이저플래쉬 방법으로 경사기능재료에 대한 열물성을 측정할 수 있음을 보여주었다.<sup>(6)</sup> 그러나 이것은 단일 채널을 사용하므로써 비교적 짧은 기간이지만 여러 번의 실험을 통하여 재료 전체에 대한 열물성 분포를 얻을 수 있었다. 따라서 이를 보완하기 위하여 다중 채널의 장치에 대한 설계와 검증이 필요하게 되었다. 본 연구에서는 일본특허 平4-76446 방법<sup>(7)</sup>에 의하여 구성된 다중 채널 레이저플래쉬 방법을 사용하여 일본석유주식회사(NIPPON OIL Co. Ltd)에서 화학증착법으로

제조한 SiC/C계 경사기능재료에 대한 열물성을 측정하여 재료의 특성 및 측정방법에 대한 적용 타당성을 검토하고자 한다.<sup>(8)</sup>

## 2. 측정 원리 및 장치

### 2.1 측정 원리

레이저플래쉬 방법에 의한 열물성 측정법은 1961년 Paker에 의해 처음 제안되었다. 즉, Fig. 1과 같이 무한평판에서 시료의 두께 방향으로만 열전달이 일어나는 1차원 전도방정식에 대한 수학적 모델을 통하여 시간에 따른 온도분포를 다음과 같이 구할 수 있다.

$$T(x,t) = T_M \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos \frac{n\pi x}{L} \frac{\sin(n\pi x_p/L)}{n\pi x_p/L} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} at\right) \right] \quad (1)$$

여기에서  $T_M = Q/\rho c_p L$ 이며,  $\rho$ 는 평판의 밀도,  $c_p$ 는 정압비열 그리고  $Q$ 는 레이저의 순간적인 펄스 열에 의해서 무한평판의 한면에 균일하게 가해지는 에너지이며,  $a$ 는 열확산계수이다. 또한  $x_p$ 는 조사된 레이저의 침투 깊이이다. 식 (1)에서  $L$ 에 비하여  $x_p$ 가 매우 작은 경우  $n \ll L/\pi x_p$ 의 범위에서  $\sin(n\pi x_p/L)/n\pi x_p/L \approx 1$ 로 볼 수 있으며, 따라서 시료의 뒷면인  $x=L$ 에서 식 (1)은 다음과 같이 된다.

$$T(L,t) = T_M \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} at\right) \right] \quad (2)$$

여기서  $(\pi^2/L^2) at = \omega$ 로 놓으면 다음과 같은 식이 된다.

$$T(L,t) = T_M \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega) \right] \quad (3)$$

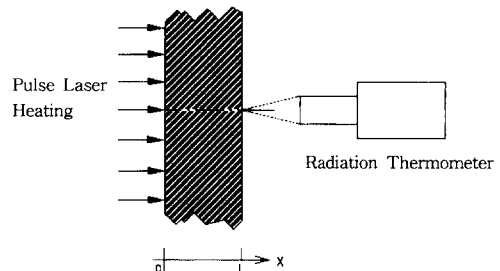


Fig. 1 1-Dimensional heat conduction model by pulse laser heating

여기서  $T(L,t)/T_M$ 을 1/2로 놓으면  $\omega=1.37$ 의 값을 갖게 되고, 따라서 열확산계수  $\alpha$ 는 다음과 같이 얻어진다.

$$\alpha = 1.37 \frac{L^2}{\pi^2 t_{1/2}} = 0.1388 \frac{L^2}{t_{1/2}} \quad (4)$$

식 (4)에 의하면 시편의 두께  $L$ 을 알고 있을 때 시료 배면의 온도가 최고 온도의 1/2에 도달하는 시간을 측정함으로써 열확산계수를 구할 수 있다.<sup>(9)</sup> (Fig. 2)

레이저플래쉬 방법은 금속 또는 세라믹 등의 고온측정에 가장 유용한 방법으로 3000K까지 측정이 가능하며 현재 실험적으로 폭넓게 검증되고 있다. 측정방법의 장점으로서는 단시간 측정이 가능하며, 데이터 취득이 용이하고 작은 시편에 대해서도 측정이 가능하다는 점을 들 수 있다. 또한 고온 및

저온에서의 측정이 가능하며, 전도성재료와 비전도성재료에 모두 응용할 수 있다. 만약 조사된 레이저의 흡수 에너지를 정밀하게 측정할 수 있다면, 동일 시료와 동일 장치에 의하여 열확산 계수와 열용량 및 열전도 계수를 동시에 측정할 수 있다. 레

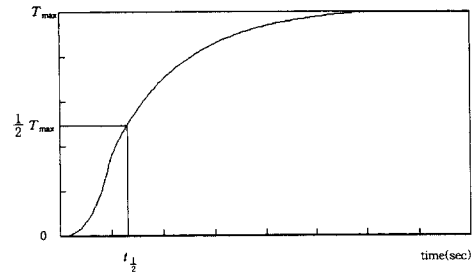


Fig. 2 Ideal temperature excursion curve obtained by the laser flash method

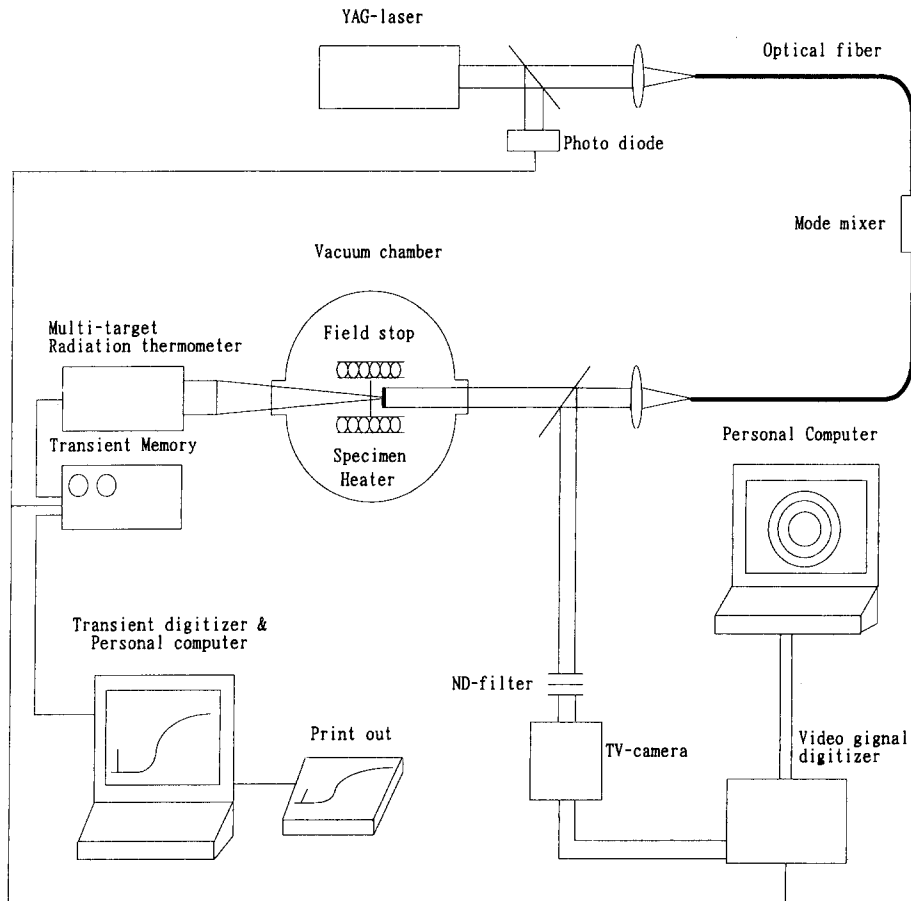


Fig. 3 Experimental Apparatus of the Laser Flash Method

이저플래쉬 방법에 의한 열불성 측정은 다음과 같은 가정을 전제로 이루어진다. 즉 레이저펄스의 시간폭은 시료의 온도상승 시간  $t_{1/2}$ 에 비하여 무시할 수 있을 정도의 순간가열과정이며, 레이저빔의 에너지는 공간적으로 균질한 분포를 가지며 시료의 얇은 표면층내에서 균일하게 흡수된다. 또한 시료는 단열된 상태로써 특히 고온에 따른 열복사차폐 (thermal radiation shield)가 잘 되어 있어야 하며, 시료 자체는 불투명 재료로서 균질이며 치밀해야 한다.

2.2 측정장치의 구성

Fig. 3은 레이저플래쉬 방법에 의한 다중열불성 측정장치의 구성도를 나타내고 있다. 시료를 가열하기 위하여 Nd-glass 레이저를 사용하였고, 공간적으로 균일한 에너지 분포를 갖게 하기 위하여 모드믹서(mode mixer)를  $\phi 1.6\text{mm}$ 의 광섬유로 이루어진 광유로에 설치하였다. 시료를 가열하기 위한 히터가 내장된 진공조는  $10^{-4}$  Torr 정도의 진공도를 터보 진공시스템에 의하여 유지하고 있다. 시료 후면의 열적레직(thermo-profile)을 검출해내기 위하여 열 개의 InSb 적외선 센서로 이루어진 방사온도계(일본특허 4-76446)를 설치하였으며, 여기서의 출력을 트랜지언트메모리(ELK3000 : 12채널)에 저장하였다가 컴퓨터내의 해석 프로그램을 구동시켜 결과를 출력한다. 레이저 출구의 Si 포토다이오드는 시스템 구동 프로그램과 레이저 분포를 모니터링할 때 필요한 외부 트리거 신호를 위한 것이다.

본 실험에 사용된 다중-검출기 레이저플래쉬 장치는 시편의 후면에 나타나는 서로 다른 위치에서의 열적 레직을 동시에 검출할 수 있도록 열 개의 InSb 적외선 센서를 평행하게 배열하여 제작하였다. 이것은 시편의 불균질성에 대한 조건을 보완하기 위한 것이다. 본 실험에서의 방사계는 비교적 원거리에 초점이 맺도록 하여야 하므로 초점거리 176.88mm, 직경 70mm의  $\text{CaF}_2$  코팅렌즈를 사용하였다.

3. 재료의 제조 및 시편제작

3.1 재료의 제조

시편은  $\text{SiCl}_4$ ,  $\text{CH}_4$  그리고  $\text{H}_2$ 가스를 주원료로 하여 물리화학 증착법에 따라 제조하였다.<sup>(8)</sup> 먼저 여러 조성비에 해당하는 균질모재를 제조하여 이를

각각에 대하여 특성평가를 수행한 후, 실험결과를 바탕으로 경사기능재료의 조성 및 두께 등을 설계하여 제작하게 된다. 일정한 혼합비율을 갖는 균질모재(이 균질모재는 FGM이 아님 : non-FGM)에 대한 상온에서의 열팽창계수는 Fig. 4에, 열전도율은 Fig. 5에 표시되어 있다. 이 결과는 일본 眞空理工(株)에서 레이저플래쉬 방법에 의하여 실온에서 측정된 데이터이다.<sup>(8)</sup> 본 연구에 사용된 시료는 외부의 열충격에 의하여 Fig. 5 형태의 열저항을 나타내게 되어 내부 시스템을 보호할 수 있게 된다. 또한 시료전체에 걸쳐 Fig. 4 형태의 열응력을 나타내게 되므로 균열에 대하여 저항할 수 있다. 경사기능재료는 이와 같은 자료를 기초로 설계되지

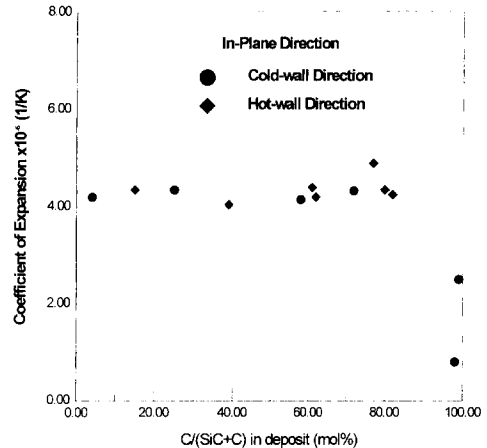


Fig. 4 Coefficient of thermal expansion of SiC/C non-FGM[7]

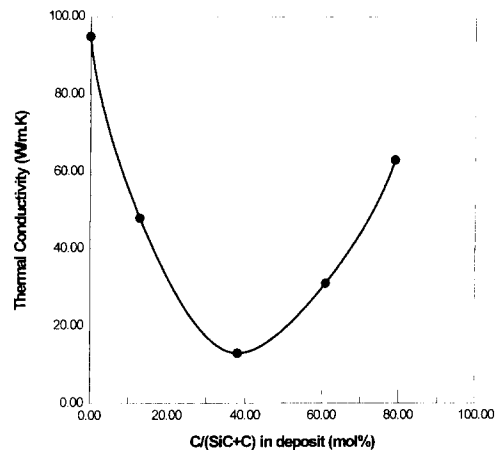


Fig. 5 Thermal conductivity of SiC non-FGM[7]

**Table 1** 6 step FGM Composition

Step	SiC (mol %)	C (mol %)	Precipitation thickness (mm)
1	100	0	0.24
2	85	15	0.34
3	60	40	0.48
4	50	50	0.42
5	40	60	0.36
6	20	80	0.14

**Table 2** Density of SiC/C non-FGM

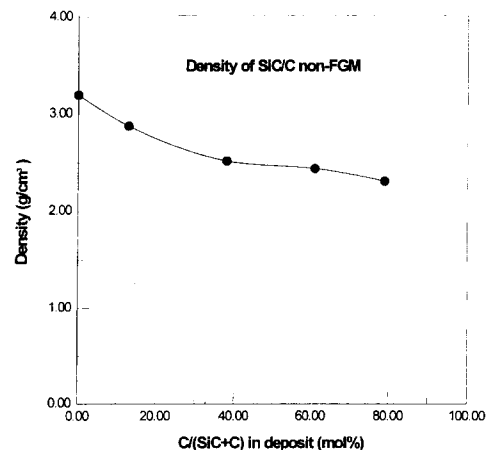
Composition	Measuring value (gram/cm <sup>3</sup> )	Theoretical value (gram/cm <sup>3</sup> )
SiC	3.20	3.21
SiC-13 mol% C	2.88	3.15
SiC-38 mol% C	2.52	3.01
SiC-61 mol% C	2.44	2.84
SiC-79 mol% C	2.31	2.63

만 균질재료가 단계적이거나 연속적으로 변화하며 경사기능재료를 형성할 때 제조공정상의 특징을 갖게 되므로 고온에서도 동일한 성질을 갖는지 검증하는 것은 매우 중요한 개발과정에 속한다. 일반적으로 재료는  $\text{SiCl}_4/\text{CH}_4$ 의 혼합비율을 바꾸어 가면서 단계적이거나 연속적인 조성의 변화를 갖도록 제조되는데 본 연구에 사용된 시료는 여섯 단계를 거치면서 만들어졌다. 이에 대한 조성비 및 두께는 Table 1에 나타내었다. Table 2에는 재료를 구성하는 재료의 이론적인 밀도와 일정성분으로 균일하게 제작한 시편에 대한 밀도를 비교 표시하였으며, 밀도의 측정치를 Fig. 6에 나타내었다. 시편으로부터 측정된 값이 이론적으로 환산한 것보다 다소 작은데 이는 공정중에 재료 내부에 기공이 발생하였기 때문이다.

### 3.2 시편제작

레이저플래쉬 방법에 의하여 열물성을 측정하기 위해서는 기본적으로 시료 전면에 입사된 열에너지에 대하여 시료의 후면에서 시료 전체의 특성을 나타내는 열적패적을 검출하여야 한다. 그러나 일반적으로 경사기능재료인 경우 두께가 비교적 두껍고

재료 자체의 열저항이 매우 크므로 열적패적을 검출하기가 용이하지 않다. 또한 단계적인 조성의 변화를 갖는 재료이므로 열에너지의 조사면을 바꾸게 되면 그 결과도 다르게 나타난다. 이를 해결하기 위하여 본 실험에서는 Fig. 7에 나타낸 것처럼 경사기능재료의 앞 뒤면을 경사지게 절단하여 레이저



**Fig. 6** Density variations with carbon content on non-FGM[7]

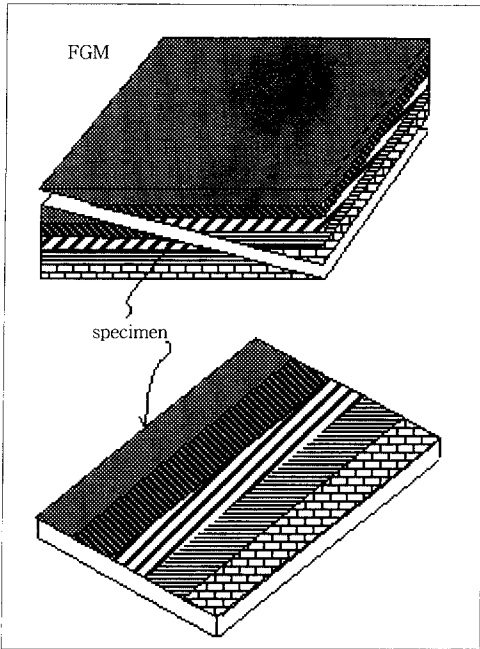


Fig. 7 Preparation of specimen

플래쉬 방법에 적용할 수 있는 시편을 제작하였다. 이러한 방법은 이미 1990년에 T. Baba 등에 의하여 시도된 방법이다.<sup>(6)</sup> 만약 이렇게 제작된 시편의 두께가 재료를 이루는 각각의 조성단계에 비하여 충분히 얇다면 흡수 에너지에 대하여 일차원적인 열확산에 대한 가정을 만족시킬 수 있을 것이기 때문이다. 본 실험에서는 11mm×10mm, 두께 1.049mm

의 시편을 제작하였다. 본 시편은 흑연으로 만들어진 홀더에 텅스텐박의 지지로 진공조내에 설치하였다. 홀더 내의 시편에 대한 사진을 Photo 1에 나타내었다.

#### 4. 실험

먼저 방사온도시스템을 교정하기 위하여 표준시료를 사용하여 실험장치를 구성하고 방사시스템을 수평으로 편위시키면서 레이저가 조사된 시편 후면의 열적케적을 측정하여 각각의 InSb 검출기가 나타내는 출력의 편위를 기록하였다. 이에 따라 각각의 검출기가 최대이득(maximum gain)을 나타내는 위치를 알아내었다. 그리고 검출기의 위치와 출력에 대한 결과를 이용하여 각각의 검출기에 대한 출력이 균일화되도록 시스템 프로그램에서 교정작업을 수행하였다. 본 실험에서는 표준시료로 그라시카본(glassy carbon 두께 1.009mm, 직경 10mm)을 사용하였으며, 표준시료는 측정원리에서 기술한 레이저플래쉬 방법이 제시하는 시료에 대한 제반 조건을 만족한다고 가정하였다. 그라시카본을 가지고 상온에서 측정하였을 때 본 실험에 사용된 다중검출방사계의 열확산율에 대한 표준편차는 최대 0.43%였으며, 각각의 적외선 센서의 열확산계수에 대한 재현성은 최대 0.26%의 표준편차를 나타내었다. 시료를 가열하기 위한 히터는 텅스텐 박판으로 만들어 진공조내에 고정하였으며, DC 파워 서플라이에 의하여 구동된다. 또한 터보 진공시스템은 진

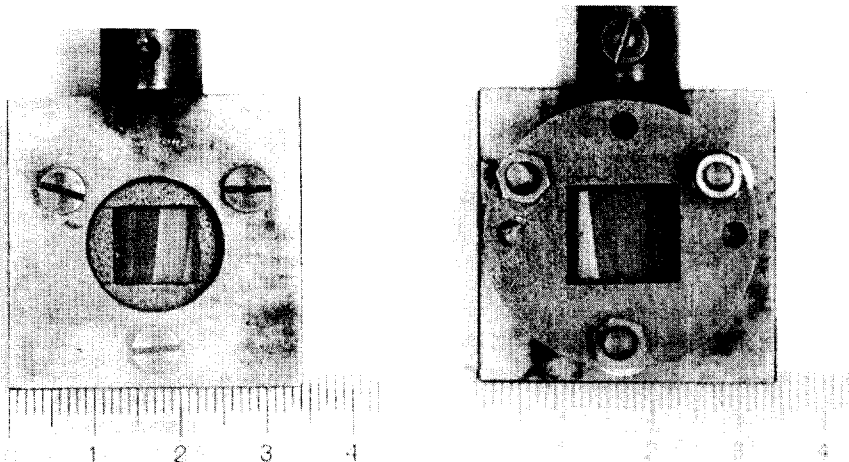


Photo 1 The specimen and specimen holder

공조내를 10-4Torr 정도의 진공도를 유지시켜, 시료 및 히터의 산화 그리고 시료에 대한 대류열전달 모드를 억제시켰다. 경사기능재료로 제작한 시편은 텅스텐 박판과 탄소 플레이트로 만든 시료 홀더로 지지하고, 수평방향을 따라 열전도도가 단계적으로 변화하도록 고정시켰다. 시편은 Photo.1에 나타낸 바와 같고 실험전에 시편의 표면방사율을 균일화시키기 위하여 방사율이 0.85인 드라이 그라파이트 필름(dry graphite film lubricant: DGF)을 도포하였으며, 또한 해석 프로그램을 이용하여 DGF의 방사율을 보정하였다.

진공조내의 시편이 측정하고자 하는 온도에서 안정화되면 레이저를 발진시킨다. 이때 레이저 출구에 설치된 실리콘 포토다이오드로부터의 외부 트리거 신호에 따라 컴퓨터의 시스템 프로그램이 구동된다. 시스템 프로그램에 의하여 트랜지언트메모리에 저장된 열 개의 검출기의 출력신호는 해석 프로그램에 의하여 처리된 후 출력된다. 본 실험에서 출력된 결과는 열확산계수와 상대열용량이다. 이 중에서 열확산계수는 비열이나 밀도 등의 물성치보다 변화의 폭이 상대적으로 크게 나타나므로 특히 중요한 물성치이다.

## 5. 결과 및 고찰

### 5.1 재료의 열물성

상온에서 일정 성분의 균질재료(non-FGM)에 대한 선풍창계수는 탄소의 함유물량이 증가하여도 일정한 값을 나타낸다. (Fig. 4) 그러나 Fig. 8에서와 같이 경사기능재료의 상대열용량은 탄소의 함유물량이 증가하면서 약간 감소하였다. 이것은 선풍창계수와 상대열용량이 이온의 진동에 기인하는 물리량인 점으로 볼 때 온도에 대하여 변화양상이 비슷하다는 일반적인 사실과 다르다. 이것은 탄소 함유물량의 증가에 따라 두 가지의 다른 물질로 구성되는 재료에 대하여 공극률과 같은 비균질 요소가 증가하기 때문인 것으로 생각된다. 실제로 탄소 함유물량의 증가에 따라 밀도가 감소하며, 그 경향이 상대열용량의 변화에 대한 것과 유사하다. (Fig. 6) 이것은 경사기능재료의 제조방법과 공정에 따라 다르게 될 것이므로 열충격에 대한 기능은 제조방법 및 조건에 따라 다를 수 있다. 여기서의 상대열용량은 그라시카본을 사용하여 각각의 적외선 센서에서 일정한 출력신호가 나올 수 있도록 시스템 프로

그램을 교정한 후 경사기능재료에 대하여 부위별 출력진폭의 변화를 측정하는 것이다. 그러므로 이것은 경사기능재료를 구성하는 부위별 열용량의 비교 값이 된다. 특히 세라믹과 같은 재료에서는 외부의 온도변화에 대하여 포논모드의 열팽창 현상이 비례 관계를 나타내므로 출력진폭의 온도에 따른 분포를 알면 외부의 급격한 온도변화, 즉 열충격에 대한 재료의 열팽창 거동을 예측할 수 있게 된다. Fig. 9는 온도에 따른 상대열용량의 변화를 나타냈다. 그림에서 온도에 따라 상대열용량이 일정하므로 구성재료의 열팽창 차이로 인한 균열은 생기지 않을 것으로 판단된다. 또한 온도가 상승할수록 상대열용량에 대한 공극률의 기여도가 작아져 혼합되는

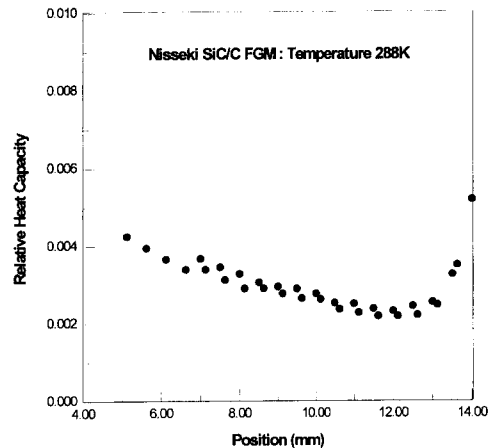


Fig. 8 Relative heat capacity at room temperature

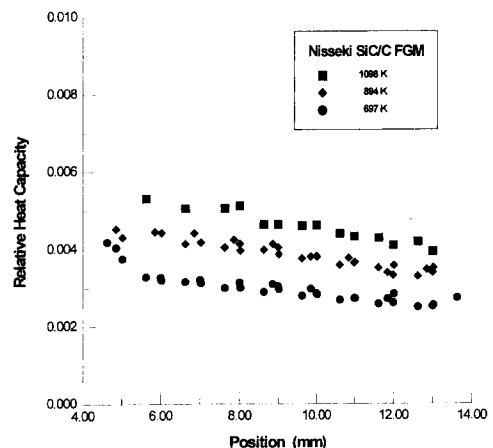


Fig. 9 Relative heat capacity variation at various temperature

탄소의 함유물량의 증가에도 불구하고 일정한 상대 열용량을 나타냄을 알 수 있다. 그러나 온도가 상승할수록 전반적으로 상대열용량은 증가한다. 실제로 탄소(graphite)의 선펡창계수는 상온에서 100°C까지의 구간에서 0.6에서 4.3까지 변화하며, 선펡창계수와 상대열용량의 온도에 따른 변화경향이 유사하므로<sup>(10)</sup> 온도의 증가에 따라 상대열용량이 증가한 것은 타당한 결과로 생각된다.

열확산계수는 동등한 출력이득을 갖도록 보정된 열 개의 적외선 센서를 미소거리 만큼씩 이동하면서 측정하였다. 상온에서 측정한 열확산계수를 Fig. 10에 나타내었다. 이것은 탄소의 함유물량에 따른 상대열용량 및 밀도의 변화정도를 고려할 때 Fig. 5에 표시한 일정성분의 균일재료에서의 열전도계수의 변화와 유사할 것으로 예측된다. 실제로 Fig. 10과 Fig. 5를 비교하면 그 경향이 같은 것을 알 수 있다. 또한 상온에서 본 시료의 균일성분 비율에 따른 선펡창계수가 일정하므로(Fig. 4) 상대열용량의 변화 또한 일정하다고 가정하면 열확산계수는 열전도계수와 같은 경향을 갖게 될 것이다. 비금속재료에서는 자유전자의 역할보다 이온의 진동에 의한 열전달 모드가 지배적이므로 위와 같이 상대열용량 및 밀도가 일정한 조건에서는 온도의 증가에 따라 열전도계수 및 열확산율이 감소한다. 온도의 증가에 따른 열확산율의 변화가 Fig. 11에 나타나 있다. 실리콘 카바이드(silicon carbide)의 물질이 큰 부분은 탄소의 물질이 큰 부분에 비하여 온도의 상승에 따른 열확산율의 변화가 크다. 이것은 구성 성분들의 온도에 따른 열전도계수의 감소

경향이 크고, 작은 것에 따른 것이다. 실제로 단결정의 실리콘 카바이드의 열전도계수는 37.8°C에서 93.3°C까지는 88.2(W/mK)를 나타내며, 148.9°C에서는 84.0로서 온도의 상승에 따라 약간의 감소현상을 보이며 이것은 일반적인 세라믹 재료나 유기재료의 거동에 부합된 것이다.<sup>(11)</sup> 만약 시편의 어느 한 쪽에 온도변화가 있게 되면 Fig. 11에 보인 것과 같은 경향으로 연속적이고 급격한 열저항의 변화가 예상된다. 본 연구에서 사용한 시편의 경우 온도가 높은 조건일수록 외부 열충격에 대한 내부의 열저항변화가 작아지므로 고온 환경에서도 연속적이면서 변화의 폭이 큰 재료의 개발이 이루어져야 한다. 그러나 세라믹과 같은 절연재료에서는 금속과 같은 전도성 재료에 비하여 온도에 따른 변화가 크게 나타나지는 않는다. 그러므로 합성 조건에 따른 열물성의 변화를 측정하는 것은 경사기능재료의 제조에 있어서 매우 중요한 과정이 된다.

5.2 장치의 적용성 검토

본 장치에서 상대열용량의 측정은 열확산계수가 최고온도 및 최고온도의 반에 해당하는 온도에도 달하는 시간을 측정하여 확산하는 방법과는 달리 측정온도의 조건에서 일정한 에너지의 레이저를 조사했을 때 상승하는 시료의 온도를 측정하여 구한다. 따라서 열확산계수의 측정보다 데이터의 산란이 나타날 수 있으며, 실제로 고온일수록 그 정도가 심한 것을 볼 수 있다. 실제로 경사기능재료의 상대열용량 측정에서의 데이터의 산란성은 상온과

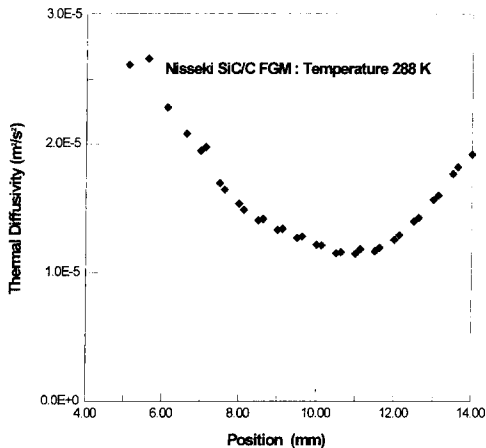


Fig. 10 Thermal diffusivity at room temperature

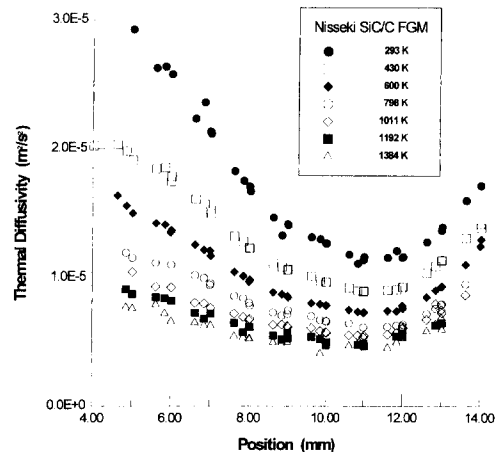


Fig. 11 Thermal diffusivity variation at various temperature



1200K 이상의 고온 영역에서 최고  $\pm 13\%$  정도였으며, 중간온도의 범위에서는  $\pm 3\%$ 의 산란성을 보였다. (Fig. 9) 따라서 고온에서도 시료의 온도를 일정하게 유지하기 위한 방안이 모색되어야 하며, 더욱 정밀한 해상도를 갖는 장치가 필요하다.<sup>(12)</sup>

열확산계수의 측정에서는 데이터의 재현성이 좋고 그 산란정도가 매우 작아 경사기능재료에 대한 열확산계수 평가방법으로 적당하다고 판단된다. 또한 레이저플래쉬 방법의 적용을 위하여 대각선으로 절취한 시편의 제작방법도 적용가능하다. 단, 조사된 레이저의 열에너지에 대하여 일차원 열전도 모드를 만족시킬 수 있는 두께를 판정하기 위한 실험이 필요하며, 이에 대한 경험은 고온의 실험환경에서 두께가 얇기 때문에 일어날 수 있는 시편의 파손을 줄일 수 있기도 한 것이다.

## 6. 결 론

본 연구에서는 경사기능재료의 개발과정에서 소재 및 시작품에 대한 특성평가 방법으로서 레이저 플래쉬 방법이 적절하게 사용될 수 있는지를 실험을 통하여 알아보았다. 일차적으로 레이저플래쉬 방법에 있어서 표준물질로 추천되고 있는 그라시카 본으로 장치의 안정성을 검토하였다. 이 물질에 대하여는 안정되고 재현성 있는 결과를 보여주었다. 그러나 동일한 장치에서 경사기능재료로 실험하였을 때 상대열용량 측정에서의 데이터의 산란성은 상온과 1200K 이상의 고온 영역에서 최고  $\pm 13\%$  정도였으며, 중간온도의 범위에서는  $\pm 3\%$ 의 산란성을 보였다. 따라서 시료의 가열기구, 검출소자의 노이즈 그리고 전기적인 필터의 특성평가 등의 재현성 향상을 위한 노력이 필요한 것으로 판단된다. 그러나 열확산계수의 측정에서는 전체의 온도범위에 걸쳐 재현성 있는 결과를 보였다. 또한 대각선으로 절단하여 제작한 경사기능재료의 시편으로 1500K 정도까지 파손 없이 실험을 수행할 수 있었으며, 일차원 열전도에 대한 조건을 만족시키기 위하여 시료 두께에 대한 영향을 각각의 경우마다 검토할 필요가 있었다. 본 실험에서는 특히 열 개의 적외선 센서로 이루어진 다중 검출 광계측시스템이 경사기능재료와 같은 비균질 재료에 대한 열물성 평가장치로 유용하게 사용될 수 있음을 보여주었다.

본 연구에서 사용한 경사기능재료는 온도가 증가

할수록 상대열용량은 증가하고 열확산계수는 감소하는 경향을 보인다. 그러나 온도의 변화에 대하여 상대열용량이 일정하므로 열팽창은 고르게 되어 열응력의 분포가 균일할 것으로 판단된다. 또한 외부의 온도변화에 대하여 재료 내부의 열저항은 열확산율의 분포와 같이 급격하고 연속적인 변화를 보일 것으로 판단된다. 단지 고온영역에서 열확산율의 변화폭이 둔화되는 것으로 보아 열 흐름에 대한 열저항이 고온 영역에서 감소할 것으로 판단된다. 또한 성분이 일정한 균질재료와 여러 가지의 균질 재료로 이루어진 경사기능재료 사이에 환산한 밀도가 서로 다른 것은 합성에 따른 기공형성이 원인인 것으로 판단되며, 이러한 기공은 고온영역에서 나쁜 영향을 줄 수 있으므로 여러 가지의 실험공정과 모델 설정을 통하여 정량적으로 연구되어야 한다.

## 후 기

본 연구는 터보 동력기계 연구센터의 지원으로 수행되었으며 관계자 여러분에게 감사드립니다.

## 참고문헌

- (1) 野村茂昭, 1989, "宇宙航空用材料の熱的問題と熱物性," 日本熱物性研究會セミナー, pp. 39~44
- (2) 新野正之, 熊川彰長, 1992, "傾斜機能材料開發の現況と展望," *Netsu Bussei*, Vol. 6, No. 3, pp. 193~199
- (3) Cezairliyan, A., Baba, T. and Taylor, R., 1994, "A High-Temperature Laser-Pulse Thermal Diffusivity Apparatus," *Bulletin of NRLM*, pp. 395~419
- (4) Baba, T. and Cezairliyan, A., 1994, "Thermal Diffusivity of POCO AXM-5Q1 Graphite in the Range 1500 to 2500 K Measured by a Laser-Pulse Technique," *Int. J. of Thermophysics*, Vol. 15, No. 2, pp. 343~364
- (5) Paker, W. J., Jenkins, R. J., Butler, C. P. and Abbott, G. L., 1961, "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity," *J. of Applied Physics*, Vol. 32, pp. 1679~1684
- (6) Baba, T., Matsumoto, T. and Ono, A., 1990,

- “Feasibility Study of Thermophysical Property Distribution Measurement of Functionally Gradient Materials,” *The 1st Int. Symp.*, FGM, Sendai, pp. 285~290
- (7) 馬場哲也, 小野 晃, 1992, “熱物性測定方法,” 日本國特許廳(JP), 平4-76446
- (8) 上村誠一, 平井敏雄 etc, 1990, “化學氣相析出法によるSiC/C系傾斜機能材料の合成と評價,” *J. of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, Vol. 37, pp. 275~282
- (9) 국립공업기술원, 1993, “고체재료의 열물성계측기술과 표준물질에 관한 연구,” 2차년도 중간 보고서
- (10) ALI OMAR, M., 1975, *Elementary Solid State Physics*, Addison-Wesley Publishing Co.
- (11) Daniel, D. Pollock, 1990, *Physics of Engineering Materials*, Prentice Hall
- (12) Phark, J. W., Lee, W. S., Hong J. H. and Mok, J. K., 1995 “Effect of Data Sampling Resolution and Filtering Frequency on the Laser Flash Thermal Diffusivity Measurement,” *4th Asian Thermophysical Properties Conference*, submitted