

<論 文>

方形波 펄스 加熱에 의한 Al_2O_3 , Si_3N_4 , SiC 系列의 熱物性值 測定에 관한 研究

車京玉* · 張熙碩* · 李興周**

(1989년 7월 20일 접수)

A Study on the Measurement of Thermophysical Properties of Al_2O_3 , Si_3N_4 and SiC Series by a Single Rectangular Pulse Heating

Kyung Ok Cha, Hee Seok Chang and Hung Joo Lee

Key Words: Thermophysical Properties(熱物性值), Transient Heat Flow Method(過渡熱流法), Square Wave Pulse Heating Method(方形波 펄스加熱法), High Temperature(高溫)

Abstract

In this study, thermophysical properties of the engineering ceramic materials such as Al_2O_3 , Si_3N_4 and SiC were measured by a single rectangular pulse heating method. The values of thermal diffusivities, specific heats, and thermal conductivities were measured as a function of temperature ranging from room temperature to 1300K. The measured thermal properties of one group of ceramic material were compared with those of other group and discussed in detail in connection with the chemical composition. Thus, some criteria for thermal design with the engineering ceramic materials were proposed.

기 호 설 명

<p>a : 熱擴散係數(cm^2/s)</p> <p>B_o : Biot數($= W_o \ell / k$)</p> <p>B_i : Biot數($= W_i \ell / k$)</p> <p>B_r : Biot數($= W_r r_o / k$)</p> <p>C : 比熱($cal/g^{\circ}C$ 혹은 J/gK)</p> <p>F_o : Fourier數($= at / \ell^2$)</p> <p>F_o^* : 펄스幅 δ에 의한 Fourier數($= a\delta / \ell^2$)</p> <p>$H_o(H)$: 輻射熱流速(cal/cm^2s)</p> <p>k : 熱傳達係數($cal/cms^{\circ}C$ 혹은 W/mK)</p> <p>ℓ : 試料의 두께(cm)</p> <p>M : 比熱補正係數</p> <p>r_o : 試料半徑(cm)</p>	<p>T : 絕對溫度(K)</p> <p>T_o : 初期絕對溫度(K)</p> <p>t : 時間(s)</p> <p>$W_x = 4\epsilon x \sigma T_o^3 (x=0, \ell, r)$</p> <p>$x$: 試料後面으로부터 距離(cm)</p> <p>α : 輻射熱損失 파라미터</p> <p>β : 輻射熱損失 파라미터</p> <p>γ_o : 試料의 半徑, 두께比($= r_o / \ell$)</p> <p>δ : 加熱 方形波 펄스의 時間幅(S)</p> <p>ϵ_x : 放射率($x=0, \ell$)</p> <p>σ : Stefan-Boltzmann 常數(W/cm^2K^4)</p> <p>θ : 溫度上昇(K)</p> <p>θ_{const} : 輻射熱損失이 없을 경우 試料後面(中心)의 最高上昇溫度($^{\circ}C$)</p> <p>θ_{max} : 輻射熱損失이 있을 경우 試料後面中心의 最</p>
---	--

*정희원, 명지대학교 공과대학 기계공학과

**정희원, 육군사관학교 병기공학과

高上昇溫度(°C)

θ : 無次元溫度上昇 $[= \theta / (H_0 \ell / k)]$

ρ : 密度(g/cm³)

1. 序 論

最近 急速度로 發展하고 있는 高度技術은 使用될 수 있는 材料에 대해서도 力學的 性質, 電磁氣的, 光學的, 熱的, 生物的 性質 등이 使用目的에 適合하면서 뛰어난 特殊性質의 것을 要求하고 있다. 이러한 要求를 充足시킬 수 있는 材料로서 세라믹에 많은 관심이 最近 集中되고 있다.

세라믹(ceramic) 材料는 金屬이나 高分子材料에 비해서 우수한 性質이 認定되고 있는 점들을 살펴 보면, 高溫荷重下에서의 良好한 機械的 性質, 高耐熱 性質, 특이한 電子的 性質, 磁氣的 性質, 光學的 性質, 化學的 性質, 耐放射性 및 經濟性 등을 들 수 있다. 물론 다른 材料와 比較한다면, 세라믹 材料가 지니고 있는 불리한 性質도 없는 것은 아니다. 즉 脆弱性 및 弱한 耐衝擊性뿐만 아니라 成形하기 곤란한 점 등을 들 수 있다.

특히 세라믹材料에 관해서는 熱的 特性的 규명에 대한 研究가 時扱히 必要하다. 그 이유는 熱的 性質인 熱物性值가 熱絕緣用으로 耐火斷熱材와 保溫材 또는 熱傳達用으로 熱交換器를 비롯하여 電子材料 및 自動車用, 機械構造用 등에 利用되고 있는 세라믹材料의 性能을 直接 決定하는 데는 熱物性值가 가장 重要하며 특히 核融合爐 第1壁과 같은 急加熱·急冷 등의 가혹한 熱的 環境에서 이용되고 있는 材料의 性能을 판단하는 重要한 性質이기 때문이다.

1980년 以前까지는 斷熱材조차도 그 熱物性值가 實驗的으로 測定된 것이 거의 없었으며, 化學組成의 重量比率를 變化시킬 경우에 대한 推測 및 豫見을 못하였다. 그런데 석유파동 以後 모든 分野로부터 에너지 合理化가 대두되면서 材料의 基礎物性인 熱物性值의 正確한 測定데이터가 要求되고 있었으나 實際 實驗測定時 어려운 難點들이 많고, 또한 모든 新素材의 熱機械設計時 필요한 熱物性值에 관한 實測데이터가 없어 設計를 不可能하게 하였다. 이런 背景에서 1863년 Ångström⁽¹⁾는 準定常狀態에 달했던 固體內部的 傳導溫度波와 被加熱面의 溫度波의 位相差 또는 振幅比로부터 熱擴散係數를 求할 수 있는 周期的 加熱法을 發表하였다. 한편

Tanasawa⁽²⁾는 濕物質에 應用하여 溫度勾配에 의한 水分의 移動을 防止함으로써 熱擴散係數의 測定에 成功하였다. 그 후 많은 사람들에 의해서 測定裝置의 改良^(3,4)을 함으로써 高溫領域까지 發展시켰다^(5,6). 이 裝置의 特徵은 주로 900°C 이상 高溫領域測定에 적합하고 測定에 迅速하다는 점이다. 그러나 裝置의 費用이 高價이면서, 精密度에 問題가 많다고 보고되고 있다. 이와같이 加熱源이 定常法에서는 試料자체가 比較的 커다란 블록이 되어야 했고, 또한 試片이 定常狀態로 達할 때까지 오랜 時間을 要하면서, 測定中에도 周圍의 熱覺亂의 影響을 받기 쉽기 때문에 正確한 熱物性에 대한 測定值를 얻기까지는 상당한 熟練을 要求하고 있다. 그 原因은 여러가지가 있지만 그 중 하나는 完全한 熱絕緣材料가 없다는 것이 커다란 要因이다. 따라서 新素材의 研究開發의 觀點에서 熱物性值의 廣範圍한 使用을 위하여 簡便하면서 高精密度 測定の 必要性이 增大하고 있다. 더욱이 眞空技術의 進歩로 보다 용이하게 高眞空에 의하여 우수한 熱絕緣이 얻어지도록 함으로써 熱物性值의 迅速簡便한 測定法에 關한 研究가 活潑히 進行되었다. 그중 1961년 Parker⁽⁶⁾는 펄스加熱法을 發表하여 從來 定常狀態法과는 比較할 수 없을 정도로 짧은 時間에 熱擴散係數를 求하였다. 이때 測定時間이 10ms~1s로서 대단히 짧지만 強烈한 加熱源이 要求되고 있으며 最近 레이저 펄스 또는 플래시 광원이 利用되고 있다. 즉 플래시 램프 또는 레이저光源이 試料에 瞬間的으로 投射되게 하여 試料 뒷면의 溫度上昇과정을 測定하는 것이다. 이 方法은 瞬間的 펄스에 의한 加熱이기 때문에 加熱에너지가 적어서 感度を 높이는 데는 熱傳導係數가 良好한 金屬이라도 얹지 않으면 안 되었다. 그러므로 粒子가 거칠은 세라믹에는 測定이 困難하다. 또한 레이저를 사용할 경우 빔(beam)內 光源의 均一度에 限度가 있어 精密度의 向上을 妨害하고 있다고 하였다⁽⁷⁾. 한편 Kumada⁽⁸⁾에 의한 스텝加熱法은 펄스加熱法의 우수한 점을 살린 것으로서, 廣範圍한 材料에 적용시키고자, 加熱源에너지를 強烈하게 할 目的으로 어떤 瞬間에 連續的 스텝形態로 試料를 加熱하는 方法이다. 또한 高溫까지 높은 精密度로 測定하기 위하여 試料에서 輻射熱損失의 影響도 考慮한 것이다. 이때 測定時間은 一般적으로 數秒이다. 試料의 直徑은 10~15mm의 原板이며, 眞空高溫爐 속에서 所要溫度까지 加熱하여 溫度가 一定할 경우 즉시

스텝光源을 試料前面에 投射시킨다. 이때 試料後面의 溫度上昇은 가느다란 熱電對에 의해서 裝置에 記憶되게 했다. 이 溫度上昇曲線은 컴퓨터에 入力되어 理論結果를 얻어 熱擴散係數를 求하였으나, 特殊한 材料인 耐火物이나 非金屬과 같은 熱傳達係數가 낮은 材料에는 測定이 부적당하였다. 그러나 Cowan^(9,10)는 스텝加熱法도 그다지 有望한 測定方法이 못된다고 하였다.

Kobayashi⁽¹¹⁾는 스텝加熱法을 發展시켜 試料前面을 光源의 지속시간이 方形波인 펄스加熱法을 報告하였다. 이 方法도 단한번으로 강한 熱源을 投射시켜 熱物性值를 測定하는 것이다. 또한 이 方法에서는 試料인 有限圓柱를 理論에서 取扱하였다. 測定은 스텝加熱法과 基本的으로 變함이 없지만, 스텝加熱法을 理論的으로 檢計하고, 그 原理에 따른 測定裝置를 改良하여 測定結果를 얻었다⁽¹¹⁾. 이 方法도 역시 非正常 加熱法으로 熱擴散 係數, 比熱 그리고 熱傳導 係數를 求할 수가 있었다. 그렇지만 比熱을 求하는데도 標準試料를 사용하여 熱擴散 係數 測定時와 유사한 操作을 몇번씩 反復 하여야만 하였다.

本 研究에서는 試片을 有限原板으로 하고 方形波 펄스加熱을 採用한 경우 理論的인 檢討와 實驗測定으로서 그 方法을 적용할 때 測定裝置와 컴퓨터를 直接 接續시켜 試料의 熱物性值인 熱擴散係數와 比熱 그리고 熱傳導係數를 보다 높은 正確度로 測定하였다. 또한 高溫에 있어서 試料表面으로부터 그 주위에 放出하는 熱損失을 考慮하였고, 初期條件 및 境界條件을 實驗條件과 符合되도록 假定함으로써 無次元 溫度上昇을 求할 수 있는 熱傳達 支配方程式의 解를 變數分離法으로 解析하였다. 測定에 사용했던 試料는 內燃機關, 熱交換機, 機械要素, 化學反應裝置 等 機械構造用 및 機械部品用 材料로서 耐蝕性이 우수하면서, 高溫度下에서 強度가 크고, 熱膨脹係數가 比較的 적고, 熱的變形이 적은 高性能セラ믹인 알루미늄(Al_2O_3), 炭化珪素(SiC), 窒化珪素(Si_3N_4) 系列을 常溫에서 約 1300K 溫度範圍까지 熱物性值를 測定하고, 同一系統의 試料라 할지라도 化學組成을 重量比率로 첨가했을 경우 熱物性值가 다르기 때문에 그들 사이의 關係에 대해서도 檢討하였다.

2. 理論解析

2.1 熱擴散係數의 測定

本 解析에서 原板形 試片의 熱擴散方程式을 方形波 펄스加熱法에 利用할 수 있도록 하기 위하여 境界條件과 初期條件 및 熱源을 가능한 範圍內에서 實驗과 符合되도록 다음과 같이 假定하였다.

- (1) 熱源의 흐름은 軸方向과 半徑方向인 2次元 熱傳導이다.
- (2) 試片에 가하여진 瞬間的인 熱流速은 時間的인 函數이며 試片前面에 均一하게 吸收된다.
- (3) 試片의 前·後面 및 圓柱面에서 對流熱傳達은 없으나 輻射에 의한 熱損失만이 存在한다.
- (4) 試片의 熱的 및 物理的性質은 均一하다.
- (5) 熱源을 投射하기 前 試片과 周圍流體 사이의 溫度差는 거의 없다.

위와 같은 假定下에서 Fig. 1처럼 初期溫度 T_0 (K)는 周圍와 熱平衡狀態이며 無次元溫度는 $\theta=0$ 라고 한다. 한편 高眞空속에 놓여져 있는 原板形 試片의 前面($x=l$)에 一定한 強度의 輻射熱流速 H_0/ϵ_1 을 時間幅 δ 인 方形波펄스로 加熱시켜 보면 試片으로부터 溫度上昇이 發生된다.

試片前面을 初期條件下에서 輻射熱流速으로 加熱할 경우 試片全表面의 輻射熱損失을 고려한다면, 熱傳達方程式 및 境界條件은 다음 式과 같다.

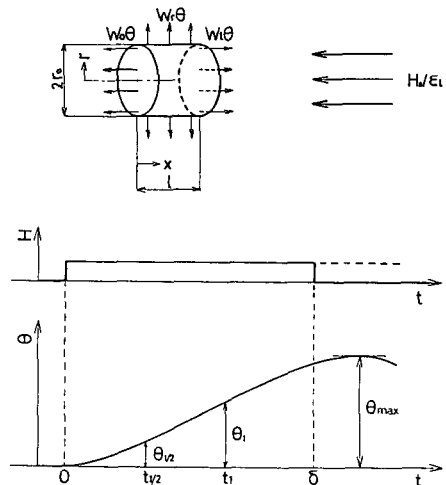


Fig. 1 Principle of the measurement by square wave pulse heating on a finite cylindrical specimen

熱傳達支配方程式：

$$\frac{1}{r} \frac{\partial \theta}{\partial r} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial r^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} = \frac{1}{a} \frac{\partial \theta}{\partial t} \quad (0 < x < 1) \quad (1)$$

境界條件 및 初期條件：

$x=0$ 에서

$$k \frac{\partial \theta}{\partial x} = W_o \theta \quad (2)$$

$x=\ell$ 에서

$$k \frac{\partial \theta}{\partial x} = H_o - W_l \theta \quad (3)$$

$r=r_o$ 에서

$$k \frac{\partial \theta}{\partial r} = -W_r \theta \quad (4)$$

$t \leq 0$ 에서

$$\theta = 0 \quad (5)$$

$t \rightarrow \infty$ 에서

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} \rightarrow 0 \quad (6)$$

위에서 사용된 輻射熱損失은 다음의 過程을 거쳐 線形化되었다.

輻射熱流速을 받아서 溫度가 θ 만큼 上昇했던 試料表面으로부터 周圍쪽의 輻射熱損失은 實際測定時 θ 가 $2 \sim 4^\circ\text{C}$ 정도이기 때문에 $T_o \gg \theta$ 로 간주해도 큰 支障이 없으므로,

$$\epsilon_o \sigma (T_o + \theta)^4 - \epsilon_o \sigma T_o^4 \approx 4 \epsilon_o \sigma T_o^3 \theta = W_o \theta \quad (7)$$

윗 式은 試料前面($x=\ell$) 및 試料側面($r=r_o$)의 $W_l \theta$, $W_r \theta$ 에 관해서도 마찬가지 式이 된다. 또한 試料의 物性值 k , C_p , ρ 는 좁은 常溫範圍內에서 一定한 값이며, 輻射熱流速 H_o 는 試料前面에 가해진 物量이다.

한편 熱傳達支配方程式과 境界條件 및 初期條件을 無次元化하면,

$$\Theta = \frac{\theta}{H_o \ell / k} : \text{無次元溫度}$$

$$F_o = at / \ell^2, \quad F_\delta = a\delta / \ell^2 : \text{Fourier數}$$

$$R = \frac{r}{r_o} : \text{無次元半徑}$$

$$X = \frac{x}{\ell} : \text{無次元길이}$$

$$\gamma_o = \frac{r_o}{\ell} : \text{形狀係數}$$

$$B_o = \frac{W_o \ell}{k}, \quad B_l = \frac{W_l \ell}{k}, \quad B_r = \frac{W_r r}{k} : \text{Biot數}$$

有限原板狀試料의 前面을 $t=0$ 에 따라서 스텝 函數로 加熱하면 위의 數式展開로부터 理論溫度上昇解가 얻어진다. 이때 얻어진 解에서 $t=\delta$ 만큼 지

어진 스텝 函數加熱에 의한 解를 빼면 一定한 時間幅 δ 의 方形波 펄스 加熱의 解가 求하여진다. 즉 方形波 펄스加熱에 따른 無次元 溫度上昇의 理論解는 다음 式과 같다⁽¹²⁾.

$$\begin{aligned} \Theta(R, X, F_o) &= \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2B_r J_o(W_n R)}{(W_n^2 + B_r^2) J_o(W_n)} \\ &\times \left[\frac{U_n \cosh(U_n X) + B_o \sinh(U_n X)}{\alpha U_n \cosh U_n + (\beta + U_n^2) \sinh U_n} \right. \\ &- 2 \sum_{m=1}^{\infty} \frac{V_m \cos(V_m X) + B_o \sin(V_m X)}{(V_m^2 + U_n^2) D_m} \\ &\left. \times e^{-(V_m^2 + U_n^2) F_o} \right] \quad (0 < F_o \leq F_\delta) \quad (8) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Theta(R, X, F_o) &= 4 \sum_{n=1}^{\infty} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{B_r J_o(W_n R)}{(W_n^2 + B_r^2) J_o(W_n)} \\ &\times \frac{V_m \cos(V_m X) + B_o \sin(V_m X)}{(V_m^2 + U_n^2) D_m} \\ &\times e^{-(V_m^2 + U_n^2) F_o} \{e^{(V_m^2 + U_n^2) F_o} - 1\} \quad (F_o > F_\delta) \quad (9) \end{aligned}$$

但,

$W_n : W J_1(W) - B_r J_o(W) = 0$ 의 n 번째의 根 $J_o(W)$, $J_1(W)$ 는 各各 0次, 1次의 Bessel함수이다.

$V_m : \alpha v \cos v + (\beta - v) \sin v = 0$ 의 m 번째의 양의 根

$$U_n = W_n / r_o, \quad a = B_o + B_l, \quad B = B_o B_l$$

$$\begin{aligned} D_m : \sin V_m \left[1 + \alpha - \frac{2\beta}{\alpha} + \frac{V_m^2}{\alpha} + \frac{\beta}{V_m^2} \right. \\ \left. + \frac{\beta^2}{\alpha V_m^2} \right] \end{aligned}$$

試料의 後面中心溫度는 式 (8), 式 (9)에 있어서 $X=0, R=0$ 로 놓으면 다음과 같이 式이 주어진다.

$$\begin{aligned} \Theta(0, 0, F_o) &= \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2B_r}{(W_n^2 + B_r^2) J_o(W_n)} \\ &\times \left[\frac{U_n}{\alpha U_n \cosh U_n + (\beta + U_n^2) \sinh U_n} \right. \\ &- 2 \sum_{m=1}^{\infty} \frac{V_m}{(V_m^2 + U_n^2) D_m} e^{-(V_m^2 + U_n^2) F_o} \\ &\left. \right] \quad (0 < F_o \leq F_\delta) \quad (10) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Theta(0, 0, F_o) &= 4 \sum_{n=1}^{\infty} \sum_{m=1}^{\infty} \frac{B_r}{(V_m^2 + U_n^2) J_o(W_n)} \\ &\times \frac{V_m}{(V_m^2 + U_n^2) D_m} \cdot e^{-(V_m^2 + U_n^2) F_o} \\ &\times \{e^{(V_m^2 + U_n^2) F_o} - 1\} \quad (F_o > F_\delta) \quad (11) \end{aligned}$$

여기서 試料表面의 相當放射率이 모두 같다고 한다면

$$B_o = B_l = \frac{\alpha}{2}, \quad \beta = \frac{\alpha^2}{4}, \quad B_r = B_o \gamma_o = \alpha \frac{\gamma_o}{2}$$

가 된다. 이때 試料의 形狀係數 $\gamma_o = r_o / \ell$ 가 주어지

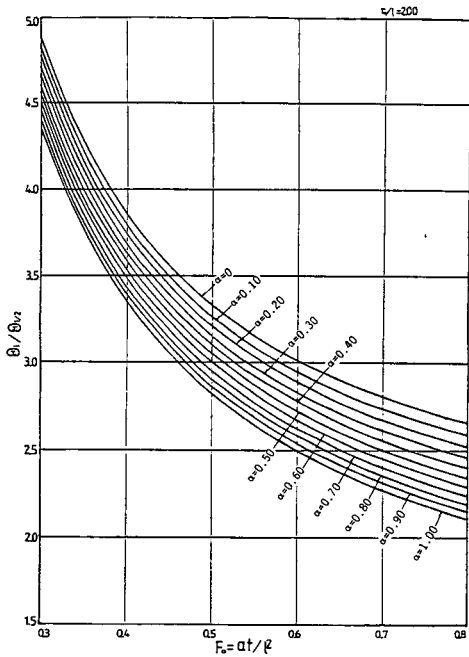


Fig. 2 Relation between the ratio of temperature rise and Fourier number

며 식 (10)은 α 만인, 식 (11)은 α 및 F_s 가 각각 파라미터로서 F_0 를 변수로 한 식이 된다. 특히 식 (10), 식 (11)에서 주어진 이론 온도 상승 곡선에 있어 $F_{01} < F_s$ 와 같이 2개의 시간 $F_0, F_{0,1/2} (F_{0,1/2} = 1/2 F_{01})$ 에 대한 무차원 온도 상승비 $\Theta_1(0,0, F_{01}) / \Theta_1(0,0, F_{0,1/2})$ 로 취하여 $F_{01} (\rightarrow F_0)$ 에 관해서 정리한다면 α 를 파라미터로써 온도비-Fourier 수 곡선이 얻어진다. 또한 $F_{01} > F_s$ 가 될 경우 α 및 $F_0/F_s = t/\delta$ 를 파라미터로 간주하면서 F_0 를 변수로 취한 곡선이 된다.

Fig. 2는 컴퓨터로 계산한 온도비-Fourier 수 곡선의 한 예를 나타낸 것이다. 또한 실험에서測定되었던 온도 상승 곡선으로부터 任意的 時間 t 및 $1/2t (t < \delta$ 인 경우에는 파라미터 t/δ 값을 만족한 t 및 $1/2t$)에 대한 온도 상승비로부터 온도비를 구한다. 이때 α 값이 주어진다 면 Fig. 2에서 $F_0 = at/l^2$ 가 決定될 수 있다. 여기서 試片의 두께 l , 時間 t 는 이미 알고 있기 때문에 熱擴散係數 a 가 求하여진다.

만약 試料表面으로부터 輻射熱損失이 無視될 때 ($\alpha=0$)의 方形波 펄스加熱에 의한 理論解 $\Theta(X, F_0)$ 도 스텝 函數 加熱에 의한 경우의 理論解⁽¹²⁾로

부터 얻을 수 있다. 즉 試料後面에 관한 무차원 온도 상승은 다음과 같은 식으로 求한다.

$$\Theta(0, F_0) = F_0 \left[\frac{1}{6} + \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} e^{-n^2 \pi^2 F_0} \right] \quad (0 < F_0 \leq F_s) \quad (12)$$

$$\Theta(0, F_0) = F_s + \frac{2}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{(-1)^n}{n^2} e^{-n^2 \pi^2 F_0} \times (e^{n^2 \pi^2 F_s} - 1) \quad (F_0 > F_s) \quad (13)$$

式 (12) 및 式 (13)으로부터 Fig. 2에 표시한 것처럼 온도비-Fourier 수 곡선이 얻어지므로써 輻射熱損失이 無視될 경우에도 熱擴散係數를 求할 수가 있다.

2.2 比熱測定

試料表面의 溫度가 常溫附近에서 輻射熱損失이 無視될 경우 試料前面 ($x=l$)에 대하여 輻射熱流速 H_0/ϵ_l 이 時間幅 δ 인 方形波 펄스로 加熱했을 때 試料後面 ($x=0$)의 溫度上昇에 대한 무차원 溫度는 $F_0 \rightarrow \infty (t \rightarrow \infty)$ 으로 하면 一定한 값

$$\Theta_{const} = F_s = a\delta / l^2$$

에 達한다. 즉

$$\Theta_{const} = \frac{H_0 \delta}{\rho C l} \quad (14)$$

比熱을 이미 알고 있는 標準試料를 사용하고 同一測定裝置를 사용한다면 θ_{const} 는 δ, C, ρ, l 은 既知이므로 式 (14)에서 熱流速 H_0 의 값은 다음 식에 의해서 計算된다.

$$H_0 = \frac{\rho C l \theta_{const}}{\delta} \quad (15)$$

式 (15)에서 求하여진 H_0 에 따라 測定하고자 한 試料를 方形波 펄스로 加熱시켜 溫度上昇值 θ_{const} 를 測定함으로써 다음과 같은 식에 의해서 比熱 C 가 計算되도록 한다. 즉

$$C = \frac{H_0 \delta}{\rho l \theta_{const}} \quad (16)$$

한편 高溫에서 輻射熱損失이 無視될 수 없도록 한다면 實驗으로부터 測定된 原板型 試料의 後面中心 溫度上昇曲線은 最大值 θ_{max} 를 갖는 形狀이 된다. 그러므로 比熱 C 는 θ_{const} 대신 θ_{max} 를 사용하여 다음과 같이 補正係數 M 을 포함한 식으로 나타낼 수 있다.

$$C = \frac{H_0 \delta}{\rho l \theta_{max} M} \quad (17)$$

$$M = \frac{\theta_{const}}{\theta_{max}} = \frac{\Theta_{const}}{\Theta_{max}} \quad (18)$$

여기서 Θ_{max} 는 式 (11)로부터 溫度上昇이 最高로 나타내고 있다. 比熱補正係數 M 는 式 (18)에 의하

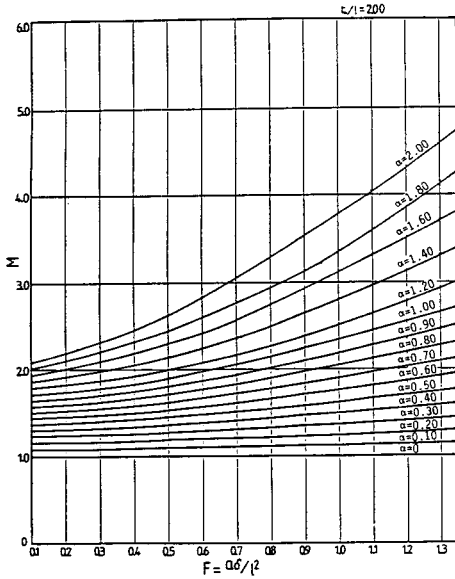


Fig. 3 Relation between temperature correction factor M and Fourier number F_s

여 이론 온도 상승 곡선으로부터 계산할 수 있음을 알 수 있지만 형태 계수 $\gamma_0 = r_0/l$ 가 일정 경우에는 α 를 파라미터로 하고, F_s 를 변수로 하는 식이 된다.

Fig. 3은 비열 보정 계수 M 의 한 예를 나타내었다. 그러므로 실험에 따라 시험체 후면 중심의 온도 상승의 최대치 θ_{max} 를 측정하고, 별도로 측정된 α 값을 사용해서 F_s 값을 계산함으로써 F_s 에 대한 M 의 값을 Fig. 3에서 구한다면 식 (17)에 의하여 비열 C 의 값이 계산되도록 하였다.

2.3 輻射 熱損失 파라미터 α 를 구하는 방법

시험체 온도가 상온으로부터 400°C 정도는 輻射熱損失이 대단히 작기 때문에 $\alpha=0$ 로 간주해도 지장이 없다. 그러나 400°C 이상 온도라면 輻射熱損失은 무시될 수가 없다. 이런 경우에는 α 를 정해서 그 영향을 고려하여야 한다.

α 를 구하는 방법에는 시험체의 비열이 온도 함수로서 구하여질 때 다음과 같이 용이하게 얻어진다. 그러나 일반적으로 비열도前述한 바와 같이 측정하여 그 값을 사용하면 더욱 좋다. 따라서 α 는 輻射熱損失 파라미터로서

$$\alpha = R_0 l \{1 + (\epsilon_i / \epsilon_0)\} \tag{19}$$

$$R_0 = 4 \epsilon_0 \sigma T_0^3 / k \tag{20}$$

가 된다. 여기서 $\epsilon_0, \epsilon_i, \epsilon_r$ 는 시험체의 兩面 및 側面の 放射率, σ 는 Stefan-Boltzmann 常數이다.

비열을 이미 알고, α 는 위 식으로 표시되며 R_0 를 구할 수 있다면 α 가 결정된다. 즉

$$R_0 = 4 \epsilon_0 \sigma T_0^3 / k = 4 \epsilon_0 \sigma T_0^3 / \rho c \alpha_1 \tag{21}$$

이므로 비열 C 가 既知인 경우 C 가 測定된 온도附近에서 熱擴散係數值 α_1 를 測定하여 R_0 를 決定한다. 이것을 이용하여 求한 輻射熱損失 파라미터 α 를 사용하므로 正確한 熱擴散係數 α 가 決定된다.

(at/l^2)에서 α 쪽의 의존성은 대단히 적기 때문에 이 操作을 數次例 反復시킨다면 a 값은 즉시 얻어지므로 이 값을 採用하면 좋다. 實際로 測定時 試料溫度는 室溫에서 段階的으로 상승시키며 동시에 測定하는 것이므로 前의 溫度에서 값을 차례로 사용하여 求할 수가 있다. α 값이 비록 10%의 誤差가 있어도 그 때문에 a 의 誤差는 2% 以下로 되어 實用上으로 支障이 없는 範圍의 誤差가 된다. α 의 값을 $\pm 10\%$ 程度의 精密度에서 求하는 일은 어렵지 않기 때문에 1000°C 以上 高溫에서도 高精度로써 求할 수 있는 것이 理論的으로 可能함을 알 수 있다.

3. 實驗裝置 및 實驗方法

以上的 測定原理에 바탕을 둔 測定裝置의 概要를 Fig. 4에 표시하였다. 測定에 사용했던 試料는 直徑 9.5~10mm, 두께는 試料의 種類에 따라 1.5~2.5mm 程度이다. 試料는 爐의 中央部에 놓였으며, 對流에 의한 熱損失防止 및 試料와 爐材의 酸化防止를 위하여 爐內의 擴散펌프와 오일回轉펌프에 의해 10^{-4} mmHg 以上の 高眞空으로 유지하였다. 試料溫度는 물리브덴 히터에 흐르는 電流置를 調整함으로써 所要值로 設定한다.

試料溫度가 一定하게 도달하여 熱平衡狀態가 이루어졌을 때 測는 아크램프로부터 一定한 強度의 輻射熱流速이 서터를 瞬間的으로 눌러줌으로써 原板狀試料의 上面에 方形波펄스狀의 熱量으로 投射된다.

試料後面 中心에 관한 溫度上昇은 1000°C까지는 Chromel-Alumel 熱電對로, 1000°C 이상은 Pt-Pt/Rh 熱電對에 의해서 測定한다. 이때에 電壓補償裝置를 通하여 熱平衡狀態의 溫度에 相當한 熱起電力을 相殺시킨 상태에서 方形波펄스加熱에 의한 溫度上昇부분만을 直流增幅器에 入力하면서

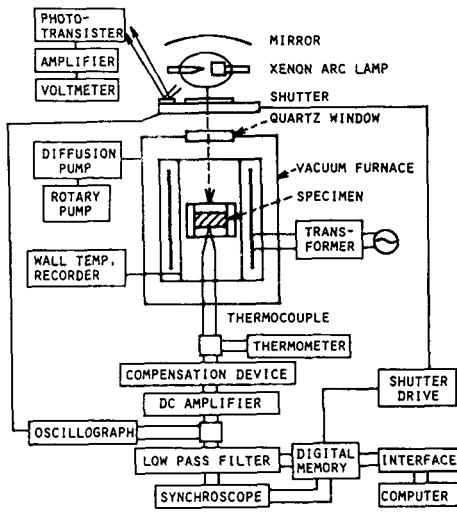


Fig. 4 Block diagram of the square wave pulse heating method

저역필타를 통해서 부분 저장하였다. 디지털 스트리치 오실로스코프는 디지털 메모리에 저장된 온도 상승곡선을 확인하기 위하여 사용한다. 이때 試料 온도는 디지털 온도計로 測定한다. 또한 試料의 온도 상승곡선은 오실로그래프에 記錄되기도 한다. 특히 디지털 메모리에 저장되며 測定된 온도 상승곡선은 인터페이스를 통하여 컴퓨터에 入力되면서 所定의 데이터 處理를 거쳐 熱擴散係數 및 比熱이 計算된다. 이 사이 時間幅 $\delta=3\sim 6$ 초의 方形波 펄스로 試料에 加熱할 때 온도 상승곡선 測定에 20초 정도, 디지털 메모리로부터 計算機에 온도 상승 데이터를 入力할 경우에는 60~100초, 計算機에 대한 데이터 處理 時間을 10초 정도 必要로 하고 있지만, 거의 120초 정도에서 熱擴散係數와 比熱이 測定되고 있다.

Fig. 4에 표시되어 있는 Photo-transistor, 增幅器, 電壓計의 部分은 照度計이며, 反射光을 電氣量으로 變換하고, 이것을 熱流速 強度로 換算시키기 위하여 사용하고 있다.

比熱測定에는 熱流速 H_0 값이 必要로 하다. 本實驗에서는 混合法을 이용하여 常溫에서의 比熱이 이미 測定되어 있는 試料를 사용하므로 제논 아크램프의 熱流速을 決定하고, 이것을 바탕으로 高溫에서의 比熱測定을 하였다. 역시 熱流速의 強度를 一定하게 하기 위하여 제논 아크램프에 흐르고 있는 電流值을 一定值로 設定하고 있지만 熱流速值에

는 偏差가 發生되기 때문에 이 偏差를 補正할 目的으로 熱流速補正線圖를 利用한다. 즉 常溫에서 熱流速值을 決定할 때 아크램프에 흐르고 있는 設定電流值로부터 多少增加 혹은 減少시켰던 狀態로 수차례 실행하여 定한다. 熱流速 H 對 照度計의 出力電壓值에서 나타난 熱流速補正線圖를 作成하고 이것을 式으로 표시하여 計算機에 記憶시킴으로써 高溫領域에서 比熱을 測定할 경우 그때의 照度計의 出力電壓值을 計算機에 入力되도록 하므로 設定值 H_0 에서 偏差가 補正된 熱流速值 H 가 計算된다. 또한 投射時間 δ 사이에 照度計의 出力電壓值가 一定值로 되기도 전에 熱流速이 變動함을 알 수 있지만, 이 變動은 熱流速值로 換算한다면 比較的 클 경우에도 1~2% 程度이므로 照度計의 出力電壓值의 平均값을 사용하여 熱流速值을 計算하고 있다.

4. 實驗測定結果

4.1 熱擴散係數

Fig. 5~7은 대표적인 엔지니어링 세라믹인 Al_2O_3 , Si_3N_4 , SiC 系列의 熱擴散係數의 測定結果이다. 알루미늄 세라믹(Al_2O_3)은 알루미늄과 酸素의

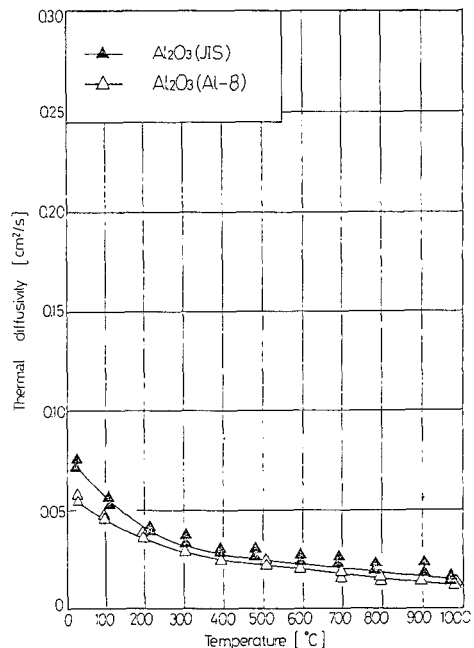


Fig. 5 Thermal diffusivity of alumina ceramic series

강한 결합을 가지고 있고 酸化物 중에서 가장 硬度가 높으며, 微細한 結晶이 緻密하게 燒結된 多結晶體이다. 또한 熱的, 機械的 特性이 優秀하기 때문에 현재 가장 많이 사용되고 있는 세라믹 材料이다. Fig. 5는 Al_2O_3 系列의 熱擴散係數의 測定結果이다. Al_2O_3 는 白色이며, Al-8은 핑크색으로써 研磨用 材料이다. 더욱이 Al_2O_3 는 Al-8보다 熱擴散係數가 약간 높다. 常溫일 경우 Al_2O_3 와 Al-8의 熱擴散係數는 약간의 差異를 나타내었지만 約 600 K 以上の 溫度에서는 거의 一定한 間隔으로 漸進的 次元에서 낮아지고 있다. 그러나 1300K 以上에서 熱擴散係數는 그다지 큰 變化없이 直線的으로 나타나지 않겠는가 推測을 해본다.

窒化硅素(Si_3N_4)는 機械的 強度가 크고 高溫에 있어 強度低下가 적은 優秀한 特性을 가진 新工業 材料로써 注目을 받고 있다. 이 窒化硅素는 高強度에서 熱膨脹率이 대단히 작고 優秀한 耐衝擊性을 가지고 있기 때문에 常溫으로부터 高溫에 이르기까지 構造部材로서의 應用을 試圖하고 있는 세라믹 材料이다. Fig. 6은 Si_3N_4 의 熱擴散係數의 測定結果이다. Si_3N_4 는 黑灰色으로써 熱擴散係數가 常溫에서 780K까지는 變化의 幅이 약간 크지만 그 以上の 溫度에서는 漸次的으로 낮아지고 있다. 그러나 Al_2O_3 보다 Si_3N_4 의 熱擴散係數가 높다는 것을 알 수 있으나, 高溫일수록 거의 접근하는 傾向을 보이고 있다.

Fig. 7은 SiC 系列의 熱擴散係數의 測定結果이다. SiC 系列 모두가 黑色으로써 SE-10은 反應燒結이고, SC-101은 高溫프레스, SC-201은 常壓으로 製造된 것이다. 常溫에서는 SC-101의 熱擴散係數가 월등히 큰 값을 나타내 보이고 있다. 또한 SE-10도 初期溫度에서는 비록 SC-101보다 1.205 cm^2/s 정도 낮지만 溫度上昇에 따라 약간씩 間격이 減少하여 570K 부근에서는 一致點을 이루고 있으며, 그 以上の 溫度上昇에서는 SC-101과 SE-10은 거의 같은 方向으로 減少의 傾向이 뚜렷하게 나타내 보이고 있다. SC-201은 常溫에서 SC-101보다 무려 0.75 cm^2/s 가 낮다. 그렇지만 溫度上昇에 비해서 熱擴散係數가 큰 變化 없이 낮아지고 있다. SiC系列 중 熱擴散係數값이 가장 낮은 SiC (JIS)는 SC-101에 비해서 가장 낮지만, SC-201과는 큰 차이가 없이 同一한 幅을 유지하면서 같은 方向으로 熱擴散係數가 줄어들고 있고 SiC 系列 高溫附近에서 漸次的으로 熱擴散係數의 幅이 줄어

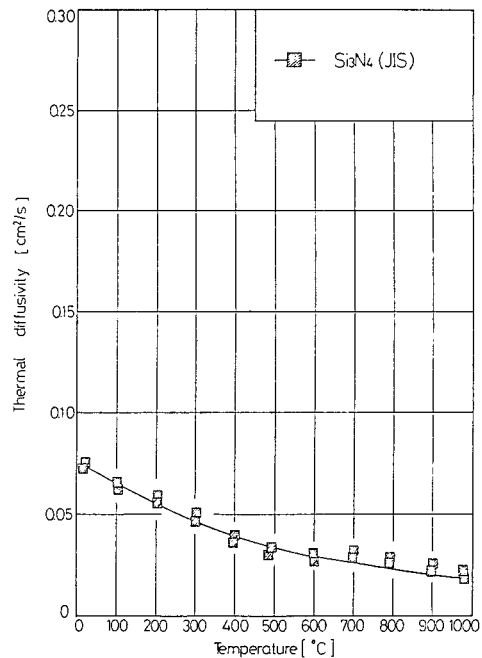


Fig. 6 Thermal diffusivity of silicon nitride ceramic

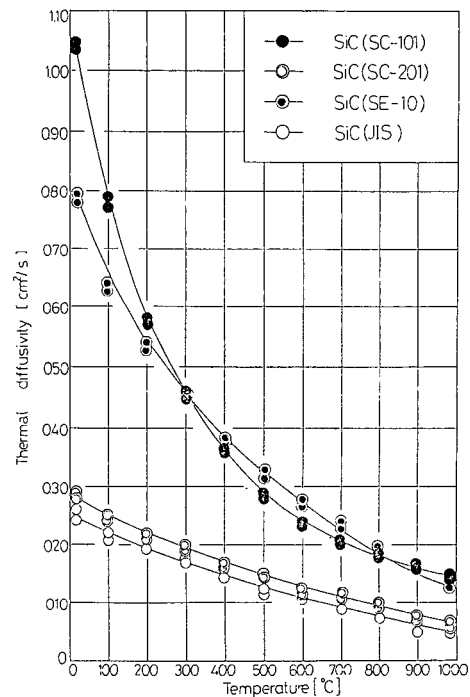


Fig. 7 Thermal diffusivity of silicon carbide ceramic series

들고 있다. 특히 SC-101과 SE-10은 常溫에서 큰 差異를 이루고 있었으나 約 1300K 附近에서는 거의 같은 값을 보이고 있다. 물론 熱擴散係數는 언제나 溫度가 上昇하면 減少하는 데 특히 SiC 系列이 뚜렷하게 잘 나타내 보이고 있다.

4.2 比 熱

Fig. 8은 Al_2O_3 系列의 比熱測定結果이다. Al_2O_3 와 Al-8은 常溫에서 比熱값이 약간의 차이가 있으나 約 500K 以上에서는 Al-8이 Al_2O_3 보다 크다. 그러나 Al-8은 漸次的인 增加를 보이고 있다.

Fig. 9는 Si_3N_4 의 比熱測定結果이며 Al_2O_3 와 비슷하게 溫度上昇에 따라 약간씩 增加를 보이고 있다. 그러나 Si_3N_4 의 比熱은 Al_2O_3 系列에 비해서 큰 차이 없이 약간 높다.

Fig. 10은 SiC 系列의 比熱測定 結果이다. SiC도 溫度依存性에 의하여 比熱이 거의 一定한 間隔으로 增加하고 있다. 한편 Sc-201과 SE-10은 同一하게 直線的인 增加로 나타내지만, SiC(JIS)는 常溫에서는 SC-201 및 SE-10과 같이 比熱값이 같았으나 溫度上昇에 따라 변화가 그다지 크지 않고 약간씩 增加를 나타낼 뿐이다. SC-101은 다른 엔지니어링

세라믹보다는 가장 큰 比熱값을 나타내 보이고 있다.

Fig. 8~10을 비교해 보면 SiC(JIS)는 가장 작은 比熱값을 나타내고 있다.

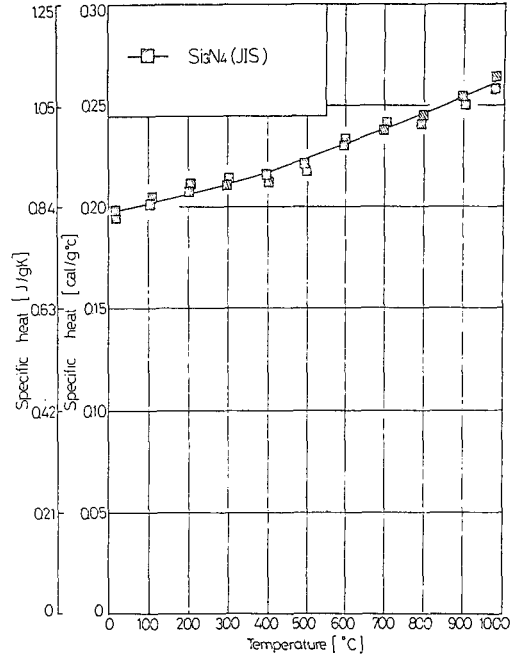


Fig. 9 Specific heat of Si_3N_4 .

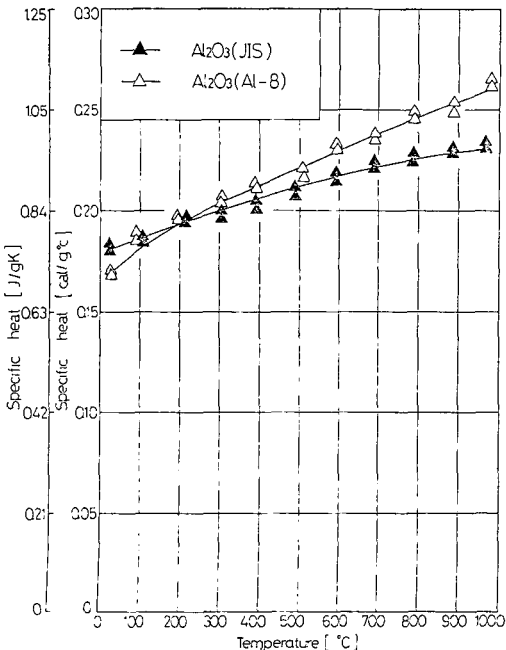


Fig. 8 Specific heat of Al_2O_3 series

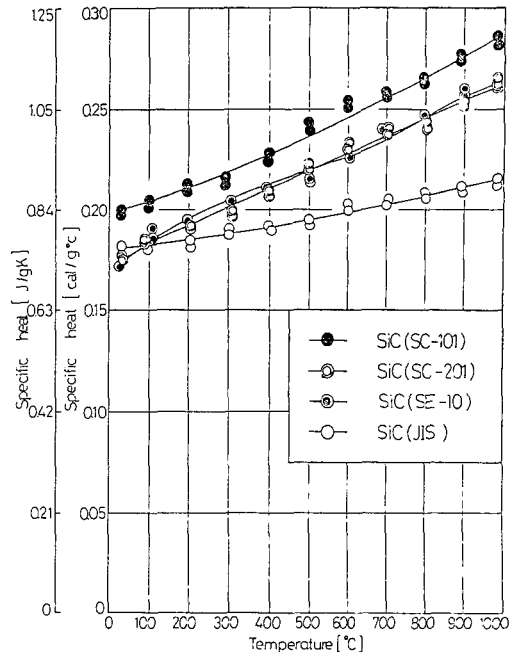


Fig. 10 Specific heat of SiC series

4.3 熱傳導係數

熱傳導係數는 高溫에서 使用되는 일이 많은 엔지니어링 세라믹에 대해서 특히 重要한 性質이다. 더욱이 目的에 따라 높은 熱傳導係數가 要求되는 경우와 될 수 있는대로 熱傳導係數를 낮추고 싶을 경우가 있으며 그 特性에 의해서 使用할 必要가 있다.

材料의 熱傳導係數는 比熱과 熱傳達媒體의 平均自由行路, 그 運動速度 사이의 關係가 있다. 세라믹의 熱傳導는 溫度와 함께 低下하는 경우가 많으나 이것은 溫度가 上昇하면 平均自由行路가 減少하기 때문이다. 그러나 엔지니어링 세라믹재료에서는 自由行路가 거의 一定하고 比熱 C가 增加하므로 熱傳導係數는 溫度와 함께 上昇한다.

熱傳導係數는 溫度依存성이 큰 物質이므로 高溫에서의 熱應力計算에 利用할 때 室溫附近의 값을 그대로는 使用할 수가 없다. 물론 熱傳導係數 k 는 測定된 熱擴散係數 a , 比熱 C 및 別途로 求했던 密度 ρ 로부터 $k = \rho a C$ 의 關係式에서 算出한다. 이 結果 엔지니어링 세라믹의 熱傳導係數를 Fig. 11~13에 나타내었다. Al_2O_3 , Si_3N_4 는 熱傳導係數가 比較的 노지만 이들에 비해서 SiC 系列은 熱傳導係數가 상당히 높은 값을 갖고 있다. 물론 溫度

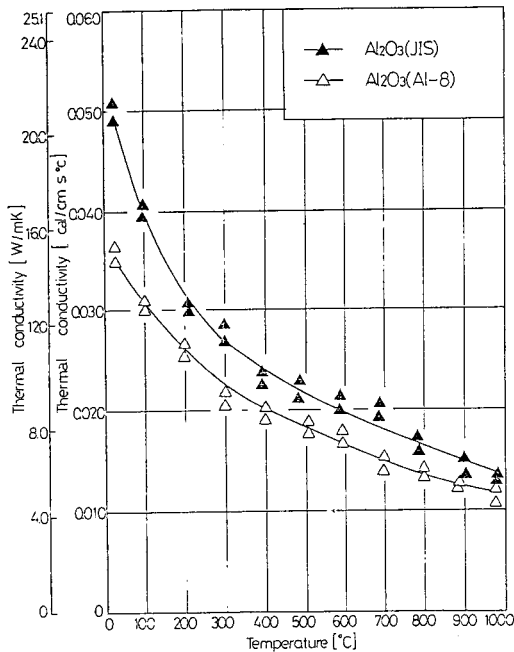


Fig. 11 Thermal conductivity of Al₂O₃ series

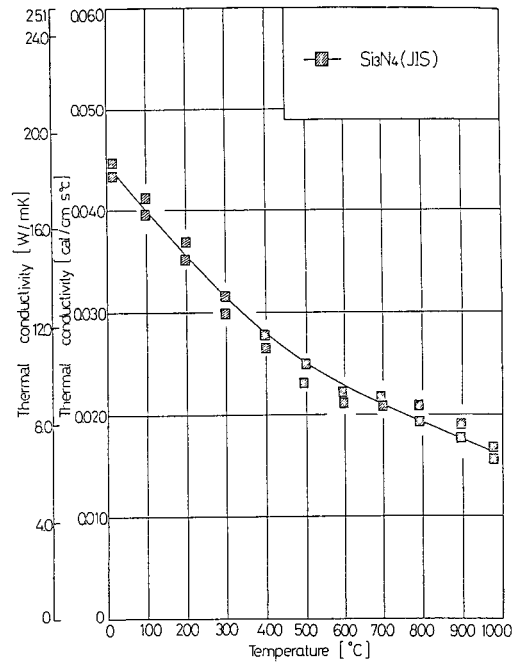


Fig. 12 Thermal conductivity of Si₃N₄

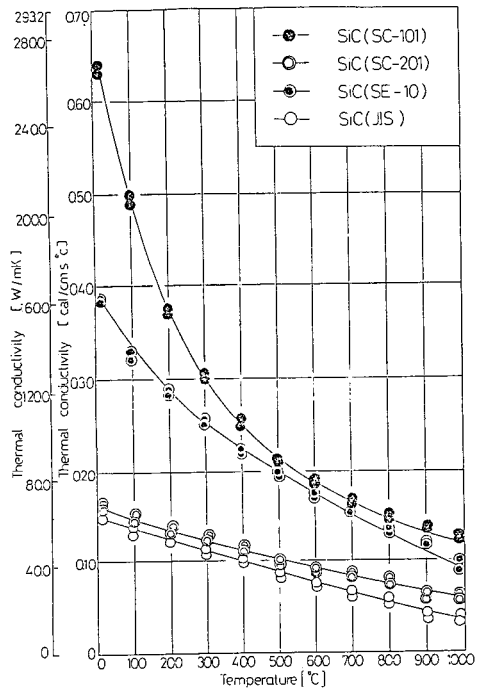


Fig. 13 Thermal conductivity of SiC series

依存성에 의해서 Al_2O_3 와 Si_3N_4 의 熱傳導係數는 同 - 범주속에서 變하고 있다. SiC 系列의 SC-101과 SE-10은 溫度상승에 따라 熱傳導係數의 變化幅이 크고 특히 常溫에서 約 800K까지는 熱傳導係數가 急進의으로 낮아지지만 그 以上 溫度에서는 거의 直線의으로 약간씩 減少를 보이고 있다. SC-201과 SiC(JIS)는 溫度상승에 따른 變化는 다른 엔지니어링 세라믹에 比해서 그렇게 크지 않다. 그러나 SC-201과 SiC(JIS)는 거의 同一한 間격으로 溫度上昇과 더불어 熱傳導係數가 完만하게 減少를 보이고 있다. 또한 SiC系列의 熱傳導係數 測定結果를 比較한다면 高溫領域일수록 一定值를 유지하고 점차 줄어들면서 一致點에 도달함을 나타내고 있다. 이와같이 金屬材料에서는 電子의 運動과 그 原子의 相互作用에 의한 熱傳導 係數의 기여가 크지만 세라믹에는 格子振動에 의한 熱傳導가 支配의이다.

4.4 密度

測定에 사용했던 엔지니어링 세라믹 試料의 體積密度는 Table 1에 표시하였다.

Table 1 Bulk density of the sample

Sample		Bulk density (g/cm ³)
Al ₂ O ₃	JIS	3.880
	Al-8	3.587
Si ₃ N ₄		3.070
SiC	SC-101	3.074
	SC-201	3.214
	SE-10	2.7879
	JIS	3.3023

5. 試料치수 및 不均一加熱의 影響

非定常熱源法の 原理는 試料를 無限平板으로 取扱하고 理論을 세웠던 것이다. 그러나 實際試料는 無限平板이 아니고 有限이기 때문에 誤差를 檢討해야 할 必要가 있다. 有限의 原板이 아닌 圓柱로서 方形波 펄스狀加熱에 의하여 試料의 側面을 포함 全面으로부터 輻射熱損失이 있는 경우의 解를 求하고 그것을 基礎로 測定誤差를 檢討한 Kumada의

研究⁽¹³⁾에 의하면 輻射熱損失이 無視할 수 없는 高溫에서도 直徑/두께 = d/l 가 5~8 以上이라면 無限平板으로 取扱해도 支障이 없다. 이들의 數式은 Fourier數와 α 값에 의해 다르지만 上限數値는 Fourier數와 α 값에 無關係로 支障이 없는 치수比이다.

한편 不均一加熱의 影響에 關하여 理論에서는 어느 것이라도 加熱의 強度가 試料面에 따라 一定量이라고 假定하고 있다. 그렇지만 實際로는 理想에 가깝게 一定量으로 加熱한다는 것은 어렵다. 가령 例를 들면 光源으로 많이 使用하고 있는 固體 레이저에서는 最高狀態인 빛의 強度는 빔 斷面上 正規分布에 있다고 말할 수 있다. 이와같이 加熱強度의 不均一에 起因한 誤差에 있어서 理論의 檢討를 고려한 Kumada의 연구⁽¹⁴⁾에 의하면 方形波 펄스 加熱인 경우 不均一한 양상을 2次 拋物面分布로 가정하고 熱擴散係數測定인 경우에 關하여 표시한다면 다음과 같다.

$d/l \leq 1.0$ 에서는 誤差는 거의 없다. 그러나 $1.0 \leq d/l \leq 3.0$ 범위에서는 誤差가 2% 정도가 된다.

本 研究에서 製作한 세라믹재료의 試片크기는 $d=9.5\sim 10mm$, $l=1.5\sim 2.5mm$. $3.8 \leq d/l \leq 6.7$ 이므로 Kumada^(13,14)의 結果에서 無限平板으로 取扱해도 무방할 것이고 a 의 測定誤差는 2~5% 정도가 될 것이다.

6. 結 論

本 研究에서는 엔지니어링 세라믹材料의 開發과 利用에 있어서 특히 重要的 熱의特性和 測定法에 關해서 記述하였으며, 現在까지 研究報告된 적이 없는 세라믹 材料를 使用하여 熱物性值를 測定한 實驗結果 얻은 結論은 다음과 같다.

(1) 試料全表面으로부터 輻射熱損失을 고려했던 方形波펄스加熱法에 의한 熱物性值 測定裝置를 計算機와 接續함으로써 自動測定시스템을 構成하여 自動化를 試驗했던 결과 대단히 짧은 時間으로 耐火物인 엔지니어링 세라믹의 熱擴散係數 및 比熱, 熱傳導係數의 값을 高精度로 測定할 수 있다는 것을 보였다.

(2) 엔지니어링 세라믹의 代表的인 Al_2O_3 와 Si_3O_4 의 熱擴散係數는 常溫에서 高溫에 이르기까지 큰 差異는 없는 것을 알 수 있지만 SiC는 溫度依存性의 影響을 받아 減少를 나타내고 있다.

(3) Al_2O_3 , Si_3O_4 , SiC 系列의 比熱은 常溫에서 溫度上昇에 따라 거의 같은 범위로 上昇함을 보여 주고 있다.

(4) 알루미늄, 炭化珪素, 窒化珪素의 熱傳導係數는 比熱의 溫度依存性의 影響을 받아 高溫에서 溫度上昇과 함께 SiC, Si_3O_4 , Al_2O_3 순으로 減少하고 있음을 알 수 있다.

後 記

本 研究는 1988年度 文敎部 支援 韓國學術振興財團의 支援에 의하여 이루어진 것으로 財團 關係者 께 感謝를 표합니다. 그리고 本 研究에 도움을 주신 小林清志 教授에게 感謝의 뜻을 표합니다.

參 考 文 獻

- (1) Angström, A.J., 1863, "New Method of Determining the Thermal Conductivity of Bodies", *Phil. Mag.*, Vol. 25, pp. 130~142.
- (2) Tanasawa, Y., 1935, "A New Method for the Measurement of the Thermal Constants of West Substance", *JSME*, Vol. 1, No. 1, pp. 217~226.
- (3) King, R.W., 1915, "A Method of Measuring Heat Conductivities", *Phys. Rev.*, Vol. 6, pp. 437~445.
- (4) Sidles, P.H. and Danielson, G.C., 1954, "Thermal Diffusivity of Metals at High Temperature", *J. Appl. Phys.*, Vol. 25, No. 1, pp. 58~66.
- (5) Cerceo, M. and Childers, H.M., 1963, "Thermal Diffusivity by Electron Bombardment Heating", *J. Apps. Phys.*, Vol. 34, No. 5, pp. 1445~1449.
- (6) Parker, W.J., 1961, "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity", *J. Appl. Phys.*, Vol. 32, pp. 1679~1680.
- (7) Kumada and Kobayshi, 1967, "A Method of Measuring Thermal Diffusivity by Heating of Step-Function", *Nihon Genshiryoku Gakkaishi*, Vol. 9, No. 2, pp. 58~64.
- (8) Kumada and Kobayshi, 1968, "A Method Measuring Thermal Diffusivity of a Small Solid Disk by Step-wise Heating", *Technology Report, Tohoku Univ.*, Vol. 32, pp. 43~60.
- (9) Cowan, R.D., 1961, "Proposed method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures", *J. Appl. Phys.*, Vol. 32, pp. 1363~1370.
- (10) Cowan, R.D., 1963, "Pulse Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperature", *J. Appl. Phys.*, Vol. 34, pp. 926~927.
- (11) Kobayshi, K. and Kobayashi, T., 1977, "Study on the Thermal Property Measurement by Finite width Pulse Heating", 14th National Heat Transfer Symposium of Japan, pp. 220~222.
- (12) Carslaw, H.S. and Jaeger, J.C., 1959, "Conduction of Heat in Solid", Oxford at the Clarendon Press, Second Edition, pp. 227~228.
- (13) Kumada and Kobayashi, 1968, "A Method Measuring Thermal Diffusivity of a Small Solid Disk by Step-Wise Heating", *Technology Report, Tohoku Univ.*, Vol. 32, pp. 43~60.
- (14) Kobayashi, 1974, "Quickness Measuring Method of Thermal Constants by Non-Steady Method", *Journal of the JSME.*, Vol. 77, No. 668, pp. 68~75.