

論文

주기가열법을 이용한 탄소/에폭시 및 다공성 단열재의 진공 열확산도 측정

남기원*, 공철원**+, 이영무**, Akira Ohnishi***

Thermal Diffusivity Measurement of Carbon/Epoxy and Porous Thermal Insulation Material under Vacuum Condition Using Cyclic Heating Method

Gi-Won Nam*, Cheol-Won Kong**+, Yeong-Moo Yi**, and Akira Ohnishi***

ABSTRACT

Cyclic heating method is useful method for measuring the thermal diffusivity of porous materials. The main object of this paper is to develop and verify the thermal diffusivity measuring system of porous materials under vacuum condition. To verify this method, thermal diffusivities of the alumina (Al_2O_3) specimen and polystyrene foam were measured. Thermal diffusivities of these specimens were agreed with reference values. Thermal diffusivities of carbon/epoxy and porous insulation material were measured at atmospheric room temperature condition and vacuum condition respectively. Thermal diffusivities of carbon/epoxy and porous insulation material under vacuum are reduced by 66.4% and 64.9% compared to the thermal diffusivities under the atmospheric condition. These differences are considered the effect of the porous insulation material with an air.

초 록

열주기법은 다공성 소재의 열확산도를 측정하는데 유용한 방법이다. 본 논문의 주 목적은 진공환경에서 다공성 소재의 열확산도 측정 시스템을 개발하고 검증하는데 있다. 이 방법을 검증하기 위하여 알루미늄 시편과 폴리스티렌 폼의 열확산도를 측정하였다. 이 시편들의 열확산도는 참고값과 일치하였다. 탄소/에폭시 소재와 다공성 단열소재의 열확산도를 대기상온과 대기진공 환경에서 측정하였다. 탄소/에폭시 소재와 다공성 단열소재의 진공환경에서 열확산도는 대기환경에 비하여 각각 66.4%와 64.9% 감소하였다. 이 차이는 소재내의 기공에 있는 공기의 영향으로 추정된다.

Key Words : Thermal Diffusivity(열확산도), Porous Materials(다공성 소재), Cyclic Heating Method(열주기법)

1. 서 론

복합재 소재나 단열재를 우주 구조물에 적용시키기 위해서는 진공 상태의 열확산도 값을 알아야 최적의 설계를 할 수 있다. 우주 비행체의 무게대비 고효율 단열을 위해서는 다공성 소재의 적용이 필요하다. 이러한 다공성 소재의 열전도 물성을 측정하는 기술은 기존의 다공성이 아닌 소재의 열전도

측정과는 다르게 접근할 필요가 있다. 열전도도 및 열확산도를 측정하는 방법에는 가장 널리 사용되는 레이저섬광법(Laser flash method)부터, 열선법(Hot wire method), 보호열판법(Guarded hot plate method)과 열흐름법(heat flow meter method) 등이 있다. 보호열판법과 열흐름법 등은 낮은 열전도도를 갖는 재료의 열전도도 측정에 적절하다고 알려져 있으나, 그 원리 및 측정 장치가 단순하지 않다. 본 논문에서는

* 한국항공우주연구원 구조팀

** 한국항공우주연구원 구조팀, 교신저자(E-mail:kcw@kari.re.kr)

*** 한국항공우주연구원 우주발사체 기술실

Japan Aerospace Exploration Agency

참고한 문헌으로는 복합재료의 열전도도 측정[1~3], 다공성 재료의 열전도 물성[4~6], 열전도 물성 측정방법과 우주용 소재에 관련[7~10]이다. 그런데 우주용 소재로 사용될 무게대비 열전도 특성이 우수한 다공성 소재에 대한 진공 열전도 물성에 대한 연구는 미흡하였다. 따라서 본 논문에서는 다공성 재료의 열전도 물성을 측정하는 방법으로 열주기법을 이용하여 측정장치를 제작하였다. 그리고 기준이 되는 시편을 통하여 측정방법에 대하여 검증을 한 다음 샘플시편에 대한 진공 열물성 값을 측정하였다.

2. 측정시편

열확산도의 기준 값이 있는 알루미늄(Al_2O_3)와 폴리스티렌 폼을 이용하여 실험방법의 타당성을 검증하였다. 그리고 우주비행체에 적용되는 탄소/에폭시(이하 SP #1)소재와 단열 소재(이하 SP #2)의 열확산도를 각각 상온($25^{\circ}C$) 대기과 상온 진공의 두 가지 조건에 대해 측정하였다.

Fig. 1은 탄소/에폭시 시편(SP #1)의 크기 및 장착 사진이다. SP #1의 크기는 $30mm \times 30mm \times 1mm$ 이다. Fig. 2는 측정하고자 하는 다공성 단열소재 시편 SP #2단면의 50배와 350배 광학 현미경 확대 사진이다.

SP #2 시편은 항공우주관련 제작 회사에서 단열재로 주로 사용하는 수지계열 재료로 스프레이 가공 형식의 점착성 물질이다. 측정 시편의 크기는 $25mm \times 25mm \times 1.85mm$ 이다.

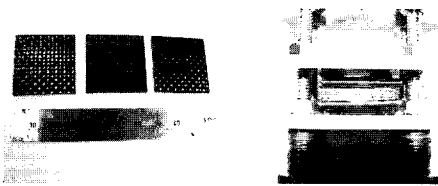
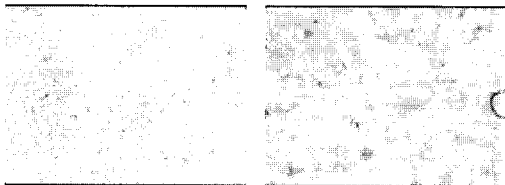


Fig. 1 Test Specimen #1(SP#1).



(a) 50 times (b) 350 times

Fig. 2 Cross Section of SP#2.

3. 측정방법

3.1 주기가열법

주기 가열법은 측정하고자 하는 재료의 한 면에 주기를 가진 열을 가하고 다른 면에서 온도를 측정하여 그 위상차를 구하는 방법이다. 식 (1)은 주기 가열법을 적용하여 열확산도를 구하는 식을 나타냈다. 식 (2)는 식 (1)로 구한 열확산도에 재료의 밀도와 비열을 구해 열전도도를 계산하는 식이다[11].

$$\alpha = \frac{\pi d^2 f}{\phi^2} \tag{1}$$

$$\lambda = \rho C_p \alpha \tag{2}$$

α : 열확산도(m^2/s) d : 시편두께(m)

f : 주파수(Hz) ϕ : 위상차(rad)

C_p : 비열($kJ/kg \cdot K$) ρ : 밀도(kg/m^3)

λ : 열전도도($W/m \cdot K$)

식 (1)에서 측정 시편의 두께인 d 는 열전대(thermocouple) 사이의 최단 거리를 의미하기도 한다. 다공성 단열재의 실험 값과 비교하기 위해 Kunii의 법칙을 사용하였다. Kunii의 법칙은 식 (3)과 (4)에 나타내었다[12].

$$\frac{\lambda_c}{\lambda_s} = 1 - e^{2/3} + e^{2/3} \left\{ \left(1 - e^{1/3} \right) + \frac{e^{1/3}}{\left(\lambda_g / \lambda_s + (2/3) (h_r d_p / \lambda_s) \right)} \right\}^{-1} \tag{3}$$

$$h_r = \frac{0.2268}{1 + e(1 - \epsilon) / \{ 2(1 - \epsilon)\epsilon \}} \left(\frac{T}{100} \right)^3 \tag{4}$$

식 (3)에서 λ_c 는 다공성 재료의 유효 열전도도, λ_s 는 기공이 없는 고체상태의 열전도도, λ_g 는 기공 내부 기체의 열전도도, h_r 은 복사 열전도도, e 는 기공율, $\epsilon(0 < \epsilon < 1)$ 은 열방사율, d_p 는 기공의 크기, T 는 시편의 온도를 의미한다. 이때 기공율 e 는 식 (5)와 같이 계산한다.

$$e = \frac{V_g}{V_0} = \frac{V_g}{V_s + V_g} \tag{5}$$

여기서 V 는 체적을 의미하며 아래첨자 0, s, g는 각각 다공질, 기공이 없는 고체상태, 기공 내부 기체의 체적을 말한다.

온도가 $34^{\circ}C$ 일 때 대기압 조건에서 기공내부의 열전도도는 $\lambda_g = 0.02623 \text{ W/m} \cdot K$ 이며, 이는 공기의 열전도도로 가정한다. 진공 환경일 경우 이 값을 0에 근사하여 계산하였다.

3.2 위상차 측정방법

위상차 측정은 열 저항을 히터에 대한 열 응답으로 측정하는

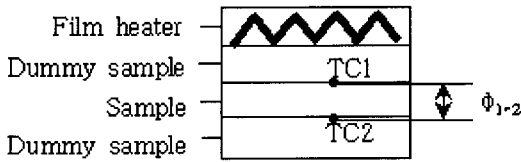


Fig. 3 Sample Configuration of Thermal Diffusivity Measurement.

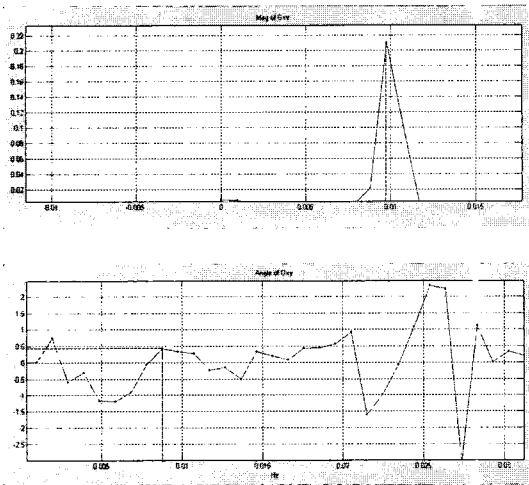


Fig. 4 Example of FFT Results.

것이다. Fig. 3과 같이 시편과 히터를 장착하고 위상차를 구하였다. 동일한 크기와 재료의 시편 3개를 적층하여 가운데 시편의 윗면과 아랫면에 열전대를 부착하였다.

필름 히터로 싸인(sine) 파형의 열을 가하고 시편의 윗면과 아랫면에 부착된 두 열전대 신호의 위상차($\Phi_{1,2}$)를 측정한다. 필름히터에 가해진 전압과 주파수는 시편 소재의 종류와 분위기 온도에 따라 다르다. 전압의 경우는 등온상자의 온도가 원하는 온도에 맞추어 지면 필름히터를 0~15V의 구간에서 기준과 진폭을 변화시키면서 식 (6)으로 정의된 구간을 만족하는 조건을 반복적인 방법으로 검색한다. 주파수 설정은 주파수와 위상차 제곱의 관계가 선형적인 구간을 주파수 별로 획득한 데이터를 처리하여 정하였다. 예를 들어 5절의 폴리스티렌 폼의 경우 0.005Hz~0.02 Hz가 선형구간 이었다. 주파수의 변화에 따른 열확산도의 편차는 3% 이내였다.

시편의 온도를 측정할 때의 기준으로 본 논문에서는 0.01K 이하로 온도 안정화가 된 후의 데이터를 취득하는 기준을 식 (6)과 같이 설정하였다.

$$|T(t_1) - T(t_2)| < 0.01K \tag{6}$$

여기서 $T(t_1)$ 은 t_1 시간에서의 온도이며, $T(t_2)$ 는 시간 t_2 에서

의 온도이다. 이러한 기준을 만족하는 5주기 데이터로 하나의 위상차를 계산하고 15개의 위상차 값을 평균하여 하나의 열확산도를 측정하였다. 위상차의 계산은 예를 들어 Fig. 4와 같이 FFT와 교차스펙트럼(cross spectrum)을 이용하여 측정하였다.

4. 측정장치

열확산도 측정 장치의 개략적인 구성도는 Fig. 5에 나타나 있고 Fig. 6는 실제 실험 장치이다. Fig. 3에 나타난 시편과 필름 히터를 등온상자(isothermal box)에 넣고 이를 다시 시험 챔버(test chamber)에 넣는다. 필름 히터에는 DC 파워플라이(DC power supply)로 싸인(sine) 파형의 전압을 공급해 주며 이는 PC로 제어한다. 이때 DC 파워플라이와 PC 사이의 통신은 USB/GPIB로 한다.

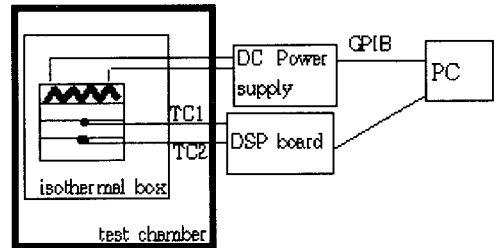


Fig. 5 Schematic Diagram of Measurement Device.

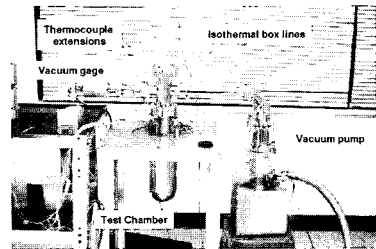


Fig. 6 Measurement System.

시편의 윗면과 아랫면에 부착된 열전대의 신호는 DSP 보드를 통하여 얻어 분석한다. 필름 히터에 싸인 파형 공급 전압을 제어하고 두 열전대 온도 신호를 받아 처리하는 데는 National Instrument 사의 Labview 8.0 프로그램을 사용하였다.

등온상자는 온도를 올려주고 등온을 유지하기 위한 장치로 상온~300°C까지 1°C의 정밀도로 제어가 가능하도록 제작되었다. 이때 시험챔버는 외부환경과 실험 장치를 차단해 주는 역할을 하며, 진공 실험 시 진공 펌프와 연결된다. 등온상자는 전체 분위기 온도를 올려주는 역할을 하며 필름 히터는 0.01°C의 정밀도로 온도를 제어 한다.

5. 시험결과

5.1 주기가열법의 검증

주기 가열법의 타당성을 검증하기 위해 온도에 따른 열확산도 값이 잘 나타난 알루미늄(Al_2O_3)의 열확산도를 $47.5^\circ C(320.5K)$ 대기 환경에서 측정하였다. 이때 측정 시편의 두께는 5.7mm였다.

Table 1 Material Properties of Al_2O_3 Specimen

	Value	Measurement method
Density	3.92 g/cm ³	Archimedes
Hardness	1600 HV 10	Test load 10 kgf
Thermal conductivity	300 W/mK	Laser Flash
Purity	Component (wt %) $Al_2O_3 > 99.7$ $MgO < 0.1$ $SiO_2 < 0.1$ $Na_2O < 0.05$ $Fe_2O_3 < 0.02$	Spectroscopic analysis

알루미늄 시편의 물성은 Table 1에 나타내었다. 온도에 따른 알루미늄의 열확산도 실험식은 참고문헌을 인용한 다음과 같다[13].

$$\alpha = \frac{3.86 \times 10^{-3}}{T - 87.6} - 1.49 \times 10^{-5} + 3.08 \times 10^{-8} \cdot T \quad (7)$$

$$- 2.65 \times 10^{-11} \cdot T^2 + 8.27 \times 10^{-15} \cdot T^3$$

여기서 $\alpha(m^2/s)$ 는 열확산도, $T(K)$ 는 온도이다. 식 (7)로 구한 열확산도 값을 표준 값(reference)이라 정의하고 실험값과 표준값을 Table 2에 나타내었다. $47.5^\circ C(320.5K)$ 에서 주기 가열법으로 측정된 값과 식 (7)로 구한 표준 값의 차이는 6.6%였다.

Table 2 Comparison of Measurement Value and Reference Value

온도	측정값 (m^2/s)	표준값 (m^2/s)	차이
$47.5^\circ C$ (320.5K)	9.7×10^6	9.1×10^6	6.6%

다공성 소재의 열확산도 측정 검증대상으로 선택한 폴리스티렌 폼에 대하여서는 일본측 공동연구자와 함께 각각 시험결과를 비교 검증하였다.

일본시험센터(Japan Testing Center)에서 구한 폴리스티렌 폼의 열확산도로 참고할 수치는 $7.38 \times 10^6 m^2/s$ 이다. 주기가열법으로 측정된 결과 한국은 평균 $8.00 \times 10^7 m^2/s$ 였으며 일본측 시험결과는 평균 $8.15 \times 10^7 m^2/s$ 였다. 두 결과 모두 참고수치와 10% 내외의 차이를 보였으며 두 결과는 서로 일치하였다. 그리고 진공에서 열확산도는 한국이 $2.97 \times 10^7 m^2/s$ 으로 62.8% 감소하였으며 이는 일본측 결과와도 유사하였다.

5.2 탄소/에폭시 시편 (SP#1) 측정 결과

우주 비행체 구조물의 외피로 주로 사용되는 탄소/에폭시의 열확산도를 $25^\circ C$ 대기조건과 $31^\circ C$ 진공($5.00 \times 10^{-5} torr$) 조건에서 각각 측정 하였다. Fig. 7에 이 측정값을 도시하였고, Table 3에 측정된 열확산도 값을 나타내었다.

상온 진공 환경에서의 실험 결과는 상온 대기 실험 결과에 비해 약 66.4% 감소하였다. 본 시험 값에서 진공상태의 온도가 대기 조건과 $6^\circ C$ 정도 차이가 나는 이유는 4절에서 설명한 등온상자가 상온에서는 분위기 온도를 정확히 맞추기 어렵기 때문이다.

이 온도 차에 의한 열확산도의 차이는 Kunii 이론식으로 추정해보면 0.0015%내일 것으로 계산되며 따라서 66.4%의 감소에 온도의 변수는 영향을 미치지 않은 것으로 판단된다.

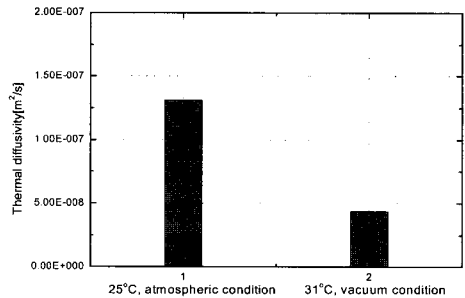


Fig. 7 Thermal Diffusivities of SP#1.

Table 3 Thermal Diffusivities of SP#1

	25°C Atmospheric Condition	31°C Vacuum Condition
Thermal diffusivity	$1.31 \times 10^{-7} m^2/s$	$4.40 \times 10^{-8} m^2/s$

5.3 단열소재 시편(SP#2) 시험결과

주기 가열법을 이용하여 상온($25^\circ C$) 대기환경과 상온 진공($7.05 \times 10^{-5} torr$) 환경 의 두 가지 조건에서 각각 열확산도를 측정하였다. 진공도는 SP#1과 비교해 약 $2 \times 10^{-5} torr$ 차이가 나나 이 차이는 측정된 열확산도 값에 영향을 주지 않는다.

Table 4 Test Results of SP#2

Temperature	Atmospheric condition
25 °C (298K)	Max. $2.60 \times 10^{-7} m^2/s$
	Min. $2.47 \times 10^{-7} m^2/s$
	Avg. $2.52 \times 10^{-7} m^2/s$
Temperature	Vacuum condition ($7.5 \times 10^{-5} torr$)
	Max. $8.96 \times 10^{-8} m^2/s$
	Min. $8.74 \times 10^{-8} m^2/s$
	Avg. $8.88 \times 10^{-8} m^2/s$

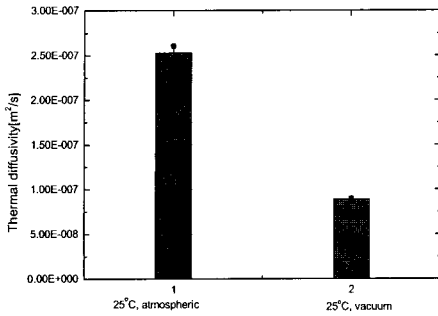


Fig. 8 Thermal Diffusivities of SP#2.

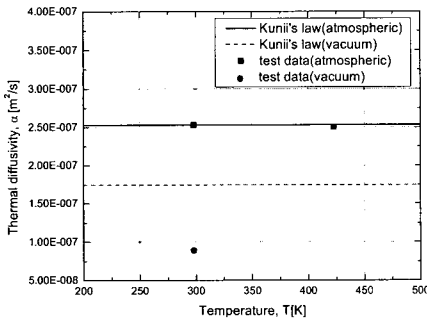


Fig. 9 Comparison of Test Results and Calculated Results.

Table 5 Material Properties for Kunii's Law

Parameter	Value
ρ (kg/m ³)	313.2
e	0.6749
ϵ	0.1 (assumed value)
d_p (m)	5×10^{-5}
Cp (kJ/kg·K)	1256
λ_s (W/m·K)	0.298

두 가지 조건에서의 측정결과와 최대, 최소, 평균 값을 Table 4에 나타내었다. Fig. 8은 평균 값과 분산을 막대 그래프로 나타낸 것이다. 상온 고진공 환경에서 실험결과는 상온 대기 실험 결과에 비해 64.9% 감소하였다.

Fig. 9는 Kunii의 법칙으로 계산한 열확산도와 실험 결과를 비교한 그래프이다. Kunii의 법칙을 계산하기 위한 파라미터는 Table 5에 나타내었다. Table 5에서 ρ , Cp 는 각각 측정된 값이며 e , d_p 는 2절의 Fig. 2와 같은 현미경 사진의 이미지 분석을 이용하여 계산하였다. 그리고 λ_s 는 원소재의 열전도도로 가정하였다. ϵ 는 유사소재의 값으로 가정했는데 ϵ 의 변화가 예상되는 범위에서는 결과에 미치는 영향은 크지 않았다.

상온 대기 환경에서의 실험 결과와 고온 대기에서의 실험

결과를 Kunii의 법칙으로 계산한 결과(2.52×10^{-7} m²/s)와 비교해 볼 때 1% 이내로 일치한 반면, 상온 진공에서의 실험 결과는 Kunii의 법칙으로 계산한 값(1.74×10^{-7} m²/s) 보다 49.2% 감소하였다. 그리고 대기조건 423K(150°C)의 측정결과도 Kunii이론과 비교하였을 때 잘 일치하였다.

Fig. 9에서 Kunii의 이론으로 추정된 진공에서 값은 3절의 식 (3)에서 λ_s 가 0에 가까운 값으로 가정한 것이다. Kunii의 이론이 진공열전도를 예측하기 위해서 개발된 이론은 아니지만 진공상태 시험값에 대한 참고수치로 본 논문에 기록하였다. 다공성 소재의 진공 열전도에 대한 이론 개발 등은 향후 필요할 것으로 판단된다.

폴리스티렌폼, 탄소/에폭시(SP #1), 다공성 단열재(SP #2)의 진공 열확산도는 대기 열확산도에 비하여 각각 62.8%, 66.4%와 64.9% 감소하였다. 재료내부에 기공이 있는 소재의 진공 열확산도는 대기조건의 열확산도와 비교하여 60% 이상 감소하는 결과를 얻었다. 이는 일본측 공동연구자의 시험결과와도 유사하다. 따라서 다공성 소재를 이용한 우주구조물 단열설계에서는 대기 열확산도 뿐만 진공 열확산도 측정값을 이용하면 무게측면에서 최적 설계가 될 것으로 생각된다.

6. 결론

주기 가열법을 이용한 열확산도 측정방법을 검증하고, 복합재 소재 및 단열재에 대하여 대기와 진공상태의 열확산도 측정값을 제시하였다.

주기 가열법의 타당성을 검증하기 위해 알루미늄의 열확산도를 측정하였다. 측정값과 표준값은 6.6% 차이를 보였다. 다공성 소재의 검증을 위하여 선택한 폴리스티렌폼의 측정결과는 참고치와 10%이내의 차이를 보였으며 이는 일본측 공동연구 결과와도 일치한다.

탄소/에폭시 재료인 SP #1과 다공성 단열 재료인 SP #2의 열확산도를 상온 대기와 상온 진공환경의 두 가지 조건에서 각각 측정하였고, SP #2의 결과는 다공성 물질의 유효열전도도를 계산하는 Kunii의 법칙으로 계산하였다.

진공 환경에서의 실험결과는 대기압 환경에서 측정된 값에 비해 각각 66.4%와 64.9% 정도 감소하였다. 그리고 표준시편으로 선택한 폴리스티렌폼은 62.8% 감소하였다.

다공성 소재를 이용한 우주구조물 단열설계에서는 대기 열확산도 뿐만 아니라, 진공 열확산도 측정값을 이용하면 최적 설계에 도움이 될 것이다.

후 기

본 연구 일부는 한국과학재단 지원 국제협력연구(과제번호:

F01-2005-000-10052-0) 사업의 지원에 의해 수행되었으며 이에 대한 감사를 드립니다.

참고문헌

- 1) 김희영, 김평완, 홍순형, 김연철, 예병한, 정발, “레이저 섬광법을 이용한 Carbon/Phenolic 및 Silica/Phenolic 내열복합재료의 열전도도 분석,” 한국복합재료 학회지, 제12권, 제3호, 1999, pp. 75-83.
- 2) 구남서, 문영규, 우경식, “CF3327 평직복합재료의 열전도도,” 한국복합재료학회지, 제15권, 제5호, 2002, pp.27-34.
- 3) H. Nagano, H. Kato, A. Ohishi, Y. Nagasaka, “Measurement of the Thermal Diffusivity of an Anisotropic Graphite Sheet Using Lasher - Heating AC Calorimetric Method,” *International Journal of Thermophysics*, Vol. 22, No. 1, 2001, pp. 301-312.
- 4) 조장호, 김영채, 이성철, “다공성 고온 절연체의 열전도도 특성,” *Journal of Korean Association of Crystal Growth*, Vol. 7, No. 3, 1997, pp. 504-513.
- 5) W. N. Dos Santos, “Experimental Investigation of the Effect of moisture on the Thermal Conductivity and Specific Heat of Porous Ceramic Materials,” *Journal of Material Science*, Vol. 35, 2000, pp. 3977-3982.
- 6) 이상준, “다공성 물질에서의 열전도도 특성 연구,” 포항공과대학, MSC 9726M17, 1998.
- 7) Megumi Akoshima, Tetsuya Baba, Hideuki Kato, “Development of a Thermal Diffusivity Standard by the Laser Flash method,” *The 25th Japan Symposium on Thermophysical Properties*, 2004.
- 8) Ryoza Kato, Ichiro Hatta, “A New Method to Measure the Thermal Conductivity of Thin Films Deposited on a Substrate by a Thermo-Reflectance Technique(III),” *Thermal Conductivity Measurement of the Thermally Oxidized SiO₂ Films on a Silicone Wafer*, 2004.
- 9) K. Fukuzawa, A. Ohnishi, Y. Nagasaka, “Total Hemispherical Emittance of Polyimide Films for Space Use in the Temperature Range from 174K 700K,” *International Journal of Thermophysics*, Vol. 23, No. 1, 2002, pp. 319-331.
- 10) 열물성 측정 및 분석 세미나, 한국과학기술원, 2006.
- 11) 大村高弘, 坪井幹憲 “周期加熱法による耐火材の熱伝導率測定,” *ニチアス技術時報*, 4号, No. 326, 2001.
- 12) *Thermophysical Properties Handbook*, Japan Society of Thermophysical Properties, 2000, pp. 179-178.
- 13) *Standard Material Series*, Japan Fine Ceramics Center (JFCC).