

레이저 섬광법을 사용한 Zircaloy-4의 열확산도 측정장치 개발

Development of Thermal Diffusivity Measurement System for Zircaloy-4 with Laser Flash Method.

김윤구, 박봉찬, 노우영, 박영철

삼창기업(주) 부설 연구소
경기도 안양시 동안구 관양동 889-3

요 약

레이저 섬광법을 이용하여 열물성 측정 장치를 개발하였다. Nd:YAG 펄스 레이저를 광원으로 사용하여 진공로속에 시편을 장착하여 상온에서부터 1500K까지의 온도 구간에서 금속 등의 물질에 대한 열물성을 측정할 수 있다. 개발된 장비는 3% 이내의 재현성을 가지고 측정이 가능하다. 또한 시료의 온도측정 방법으로 열전대를 사용하는 것과 적외선 검출기를 사용하는 방식으로 제작하였다. 이를 이용하여 Zircaloy-4의 온도에 따른 열물성을 측정하였고 이는 기존의 다른 실험 데이터와 그 경향이 일치함을 보였다. Zircaloy-4는 온도가 증가함에 따라 500K 이상에서 열확산도가 커지는 경향이 있는 것으로 나타났다.

Abstract

Thermal diffusivity measuring system with laser flash method, was developed. Nd:YAG pulse laser was used as light source in this system. Metal and other material can be measured with this and temperature was detected by thermocouples or infrared temperature detector. This system has a reproducibility within 3%. The thermal properties of Zircaloy-4 was measured and it shows a trend of being higher with temperature increase over 500K temperature area.

1 서론

고온내열재료의 중요한 성질중 하나인 열물성을 측정하는 방법은 그 시편의 특성에 따라 여러 가지 방법이 있다. 그 중 1961년에 Parker[1]에 의해 제시된 섬광법을 이용한 측정방법이 가장 많이 사용되고 있다. 이는 섬광법에서 필요한 시편이 크기가 작고 모양이 단순하여 취급이 용이하다는 장점과, 최근들어 루비 레이저, Nd:YAG 레이저등의 고출력 레이저 기술의 개발에 기인한다. 또한 레이저 섬광법은 금속 또는 세라믹등의 고온 열물성 측정에 유리하며, 이론상 3000K까지의

측정이 가능하다. 레이저 설파광법은 그 외에도 열확산 계수를 측정하므로써 별도의 실험없이 열전도도 계수를 수식으로 유도해 낼 수 있고, 짧은 시간의 실험으로 열물성을 측정할 수 있다. 본 연구에서는 이러한 레이저 설파광법을 이용한 열물성 측정장치를 개발하고 Zircaloy-4의 온도에 따른 열물성을 측정하였다.

2. 설파광법 측정 이론.

레이저 설파광법은 시편 전면에 순간적인 설파광으로 열을 가한 후 시료 후면의 시간에 따른 온도 이력을 측정하므로써 시료의 열적 특성을 측정하는 방법이다. 그림 1 과 같이 무한 평판에서 짧은 시간안에 시료의 전면에서 열이 가해진다고 하자 시료에서 열전달이 두께방향으로만 일어난다고 하면 뒷면에서의 온도는 다음 그래프와 같다. 이 뒷면의 온도변화는 시료의 열확산도 및 열전도도와 상관한다.

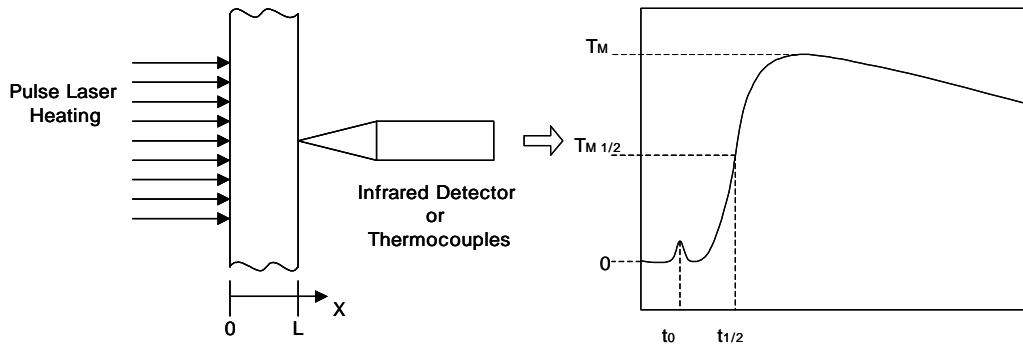


그림 1 레이저 설파광법

위와 같은 조건에서 1차원 열전도방정식으로부터 시간에 따른 시료에서의 온도분포를 다음과 같은 식으로 구할 수 있다.[4]

$$T(L, t) = T_M \left[1 + 2 \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t \right) \right] \quad (1)$$

여기서 $\frac{\pi^2}{L^2} \alpha t = \omega$ 로 놓으면 다음과 같이 된다.

$$T(L, t) = T_M \left[1 + 2 \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \exp(-n^2 \omega) \right] \quad (2)$$

$T(L, t) / T_M$ 을 1/2 이라고 하면 $\omega = 1.37$ 이되고 열확산계수 α 는 다음과 같은 값을 갖게 된다.

$$\alpha = 1.37 \frac{L^2}{\pi^2 t_{1/2}} = 0.1388 \frac{L^2}{t_{1/2}} \quad (3)$$

즉, 식(3)에 의하여 시편의 두께 L을 알고있을 때 뒷면의 온도가 최고온도의 1/2에 이르는 시간을 알면 열확산 계수를 구할 수 있다. 이와 같은 방법을 반시간법이라고 한다. 열확산도를 구하는데에는 이외에 몇가지 다른 방법들도 있다.

3. 실험장치 구성.

1. 광원부

사용된 레이저는 Spectron 사의 SL406 모델로 1064 nm 의 Nd:YAG 펄스 레이저이다. 최대 출력은 2.5J 이고 펄스 지연시간은 10nsec 이다. 레이저에 광섬유를 직접 사용할 수 있게 초점렌즈가 장착되어있다. 레이저는 외부의 트리거신호에 의해 펄스 레이저를 발진한다. 또한 광섬유로 전달된 레이저광은 콜리메타에 의해 다시 평행광으로 변환되어 시료에 조사된다. 시료에 조사되는 광의 균일도는 정확한 측정을 위해서 중요하다. 따라서 Mode Mixer를 설치하여 광의 균일도를 높였다. 발생한 펄스레이저를 시편에 조사시키기 위한 정렬을 위하여 He:Ne 레이저를 광섬유에 설치할 수 있고 이를 통하여 시료에 레이저를 조사시킬 수 있게 광로를 조절한다.

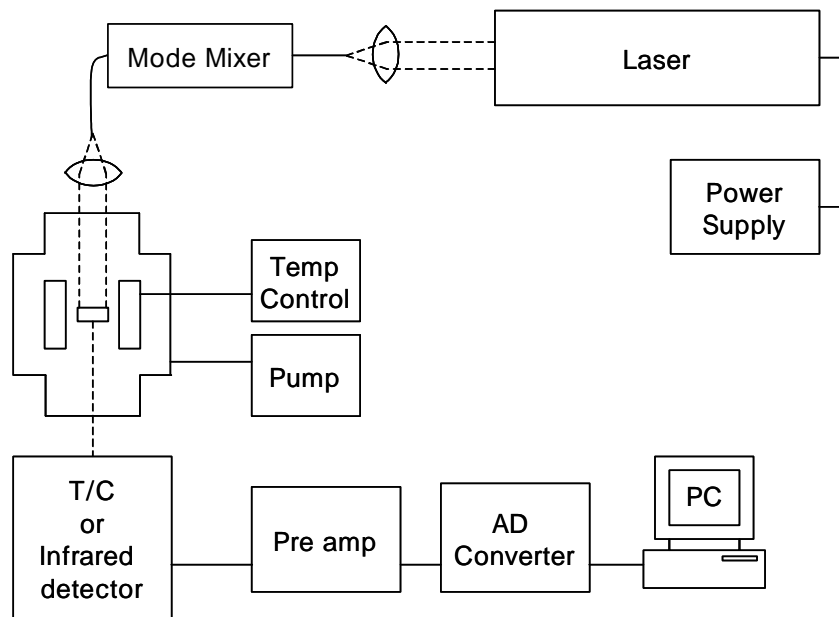


그림 2 레이저 섬광법을 이용한 열확산도 측정장치 구성도

2. 진공조

시편이 위치하는 진공조는 작은 크기로 온도는 1500K 까지 사용할 수 있고 진공도는 터보펌프를 사용하여 10^{-6} Torr 까지 낮출 수 있다. 2개의 창이 있고 하나는 레이저 입사를 위한 Quartz 창이고 다른 하나는 적외선 파장에 투과율이 좋은 CaF_2 를 사용하여 적외선 온도 측정장치를 사용할 수 있도록 하였다. 진공조는 수냉식이고 2중 벽으로 설계하였다. 시료지지부는 고온에서 사용됨을 감안하여 몰리브덴과 세라믹으로 제작하였고 세라믹 시편 지지부는 시편과의 접촉을 최소가 되도록 설계하여 시편 지지대로의 열손실을 줄였다.

3. 온도 측정

온도의 측정은 열전대를 사용하는 방법과 적외선 온도 측정 장치를 사용하는 방법을 가능하게 하였다. 적외선 Detector는 Judson Technologies 사의 인듐 안티모나이드(InSb) 적외선 검출기로 냉각 Dewar가 있어 액체질소로 냉각하여 사용한다. 신호는 같이 제공된 프리앰프를 통하여 증폭

된후 NI사의 DAQ 카드를 통해 PC로 보내어진다. DAQ 카드에서 신호는 0.1msec 마다 측정한다. K-type의 열전대는 직경 0.1mm의 가는 것으로 열전대로의 열전달을 최소화하였다. 열전대의 신호 또한 고속 OP-amp로 증폭하여 DAQ로 보내진다.

4. 시편

시편은 직경 10mm의 원형크기의 시편을 사용한다. 두께는 0.5-4mm 사이의 것이 적당하며 이는 시편의 열적 특성에 따라 다르다 본 실험에서 사용된 Zircaloy-4 시편은 두께 0.6mm이고 직경은 10mm 로 가공하였다. 사용된 Zircaloy는 산화막이 형성되기 전의 것이다. 금속재료인 경우 표면의 반사율로 인하여 레이저가 반사되는 경우가 있으므로 Graphite로 코팅한다. 또한 표면의 가공 상태에 따라 측정되는 값이 달라질 수 있다.

4. 실험결과.

1970년도에 Wheeler[5]는 변조된 전자빔 기술로 Zircaloy-2에 대한 열확산도 자료를 제시하였다. 이는 550K-925K 의 온도구간에서의 자료였는데 시료의 두께에 따라 그 값이 일정하지 않았다. Walter[6]의 보고서에서는 이러한 시편의 두께나 방향에 따른 영향을 연구하였다. 그림 에 Walter의 보고서에 서 인용된 Harwell 과 Manchester의 측정 값을 나타내었다. (H:Harwell M:Manchester)

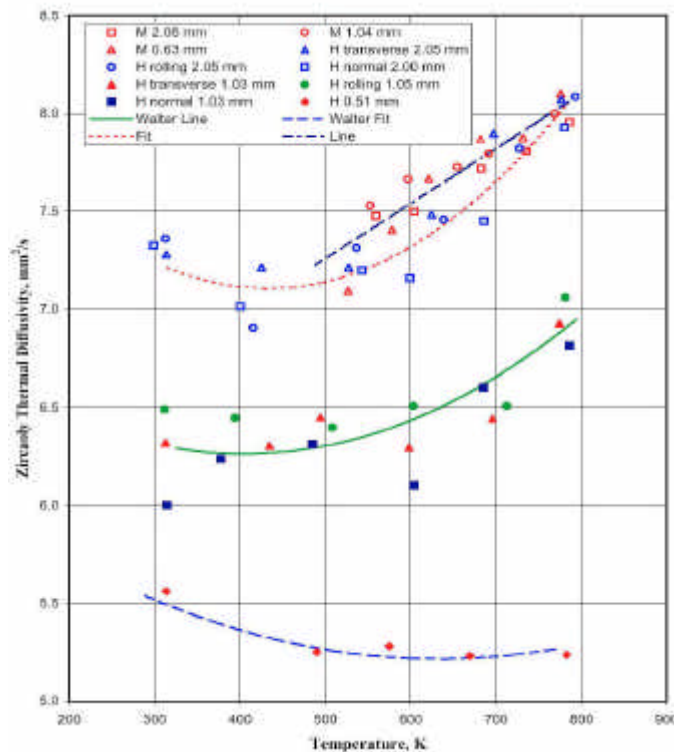


그림3. Walter의 보고서의 Zircaloy 열확산도 측정 DATA

열전대를 사용한 Harwell의 결과는 Wheeler의 실험결과에서처럼 시편의 두께에 따라 열확산도

측정값이 바뀌었다. 그러나 적외선 온도 검출기를 사용한 Manchester의 실험에서는 두께에 관계 없이 일정한 값을 나타내었다. 즉 열전대의 접합부분의 열전도도가 시편의 두께에 따라 측정값에 미치는 영향이 다르므로 위와 같은 오차가 발생한 것으로 보인다. 재료의 두께가 두꺼우면 열전대 접합부분의 영향이 작아져서 적외선 검출기로 측정한 값과 거의 같음을 보여준다. 본 실험에서 측정한 열전대를 이용한 측정 결과는 Harwell의 것과 비슷한 경향을 보인다.

다음은 실온에서 측정한 Zircaloy-4의 열 확산도 측정 데이터와 온도에 따른 열 확산도 측정 데이터이다. 각각의 측정결과 3% 안의 오차로 재현성이 확인되었다. 열전대로 측정한 값들은 이전의 데이터들처럼 Systematic 오차나 시편 표면의 가공상태에 따른 오차가 어느정도 있는 것으로 나타났지만 적외선 온도 검출기를 사용하면 이러한 오차는 크게 줄어들 것으로 예상된다. 측정된 값은 이전의 데이터에서 나타난바와 같이 500K 이상에서 열확산도가 늘어나는 경향이 있는 것으로 나타났다.

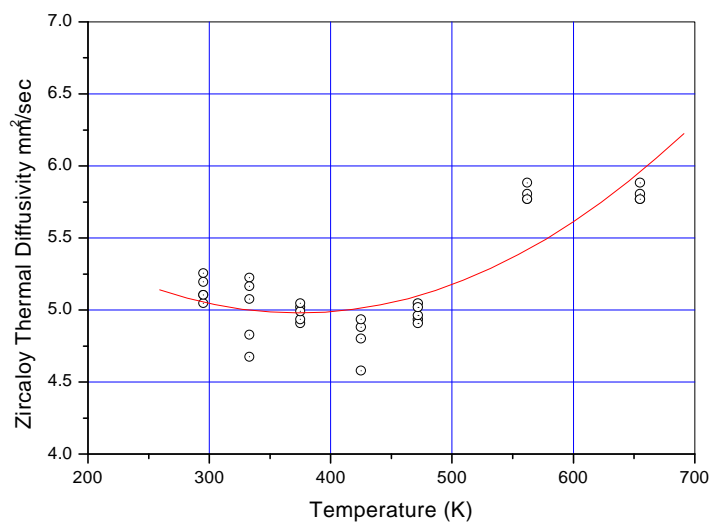
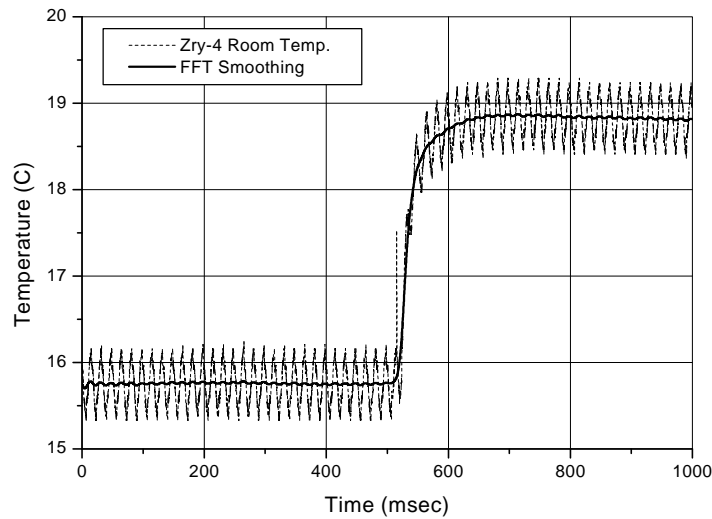


그림4. Zircaloy의 열확산도 측정 실험

5. 결론.

레이저 섬광법을 이용하여 금속등의 열확산도 측정장치를 개발하였고 Zircaloy-4의 온도때 따른 열확산도를 측정하여 그 경향을 분석하였다. 개발된 장비는 상온에서 1500 K 의 온도 구간에서 측정이 가능하다. 또한 시료의 크기가 작고 가공이 간편하여 취급이 용이하다. 짧은시간에 측정이 가능하고 현재 열확산도를 측정하는 가장 정확하고 많이 쓰이는 방법중 하나이다. 개발된 장비에서는 적외선 온도 측정장치를 사용하여 표면의 온도를 보다 정확히 측정할 수 있게 하였다. 측정된 Zircaloy-4의 열확산도는 기존의 자료와 그 경향이 일치함을 보였고 500K 이상에서 증가하는 경향을 보였다. 사용된 시편은 산화되지 않은 것이다.

참고문헌

- 1) Parker,W.J., Jenkins,C.P., Butter,C.P., and Annott,G.L. "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity" J. Appl. Phys., Vol. 32, 1961, pp.1679-1684
- 2) Arai,T., Baba,T., and Ono,A. "Themaographic Investigation of Laser Flash Diffusivity Measurement" High Temp.-High. Press., Vol. 19, 1987, pp.269-273.
- 3) Cezairliyan, A., Baba, T. and Talyor,R., "A-high Temperature Laser-Pulse Thermal Diffusivity Apparatus" 1994, Bulletin of NRLM, pp.395-419
- 4) H. S. Carslaw and J. C. Jaeger, Conduction of Heat in Solids, 2nd ed. (Oxford Univ., Oxford, 1959), p.258
- 5) Wheeler, Some Anomalous Thermal Diffusivity Results on Hafnium, Niobium and Zircaloy 2, Rev. Int. Hautes Temper. et Refract. 7, 335-340 (1970)
- 6) A.J. Walter, R.M. Dell, K.E. Gilchrist, and R.Taylor, A comparative study of the thermal diffusivities of stainless, hafnium, and Zircaloy, High Temp.-High Press. 4, 349-446(1972)
- 7) 김석원, 이상현, 박승우, 김승태, 초고온열물성 측정기술 개발(제1차년도), KSRI-89-58-IR(1989)
- 8) 국립공업기술원, 공업기반 기술개발 사업 최종보고서, 통상산업부, 1995