

암석 열전도도 측정을 위한 Laser Flash Method와 Divided-bar Method 비교

오재호¹ · 김형찬¹ · 박정민^{2*}

¹한국지질자원연구원, ²충남대학교

A Comparison of Laser Flash and the Divided-bar Methods of Measuring Thermal Conductivity of Rocks

Jaeho Oh¹, Hyoung Chan Kim¹ and Jeongmin Park^{2*}

¹Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources, Daejeon 305-350, Korea

²Chungnam National University, Daejeon 305-764, Korea

In this study, we conducted the study of the merits and demerits of the laser flash and the divided-bar methods for measuring the thermal conductivity of rocks and investigated applicability of the divided-bar apparatus which was developed by KIGAM. The laser flash method can measure thermal diffusivity, specific heat capacity, and thermal conductivity of rocks with even small thickness ($<\sim 3$ mm) in the high temperature range($25\text{--}200^\circ\text{C}$) in non-contact mode. For the laser flash method, samples must be uniform and homogeneous. In the case of the divided-bar method, the apparatus measures only thermal conductivity of rock samples at the room temperature. We measured thermal conductivities of 12 rock samples with low density and high porosity using two methods. In the laser flash method, there exist potential errors caused by the effect of pulse dispersion and reflection by various minerals and porosity in rock samples; the difference in thermal conductivity values measured on the front surface and the opposite surface ranges from 0.001 to 0.140 W/mK with the standard deviation of 0.003 ~ 0.089 W/mK, which seems to be caused by heterogeneity of rock samples. On the contrary, the divided-bar apparatus shows stable thermal conductivity measurements and relatively small measurement errors; the difference in thermal conductivity values, just as we applied to the laser flash method, is 0.001 ~ 0.016 W/mK with the standard deviation 0.001 ~ 0.034 W/mK. In turn, the divided-bar method can be applied to more thick samples that are more representative of bulk thermal conductivity.

Key words : laser flash method, divided-bar method, thermal diffusivity, thermal conductivity, porosity

본 연구에서는 암석 열전도도 측정을 위해 많이 사용하고 있는 Laser flash method와 Divided-bar method의 장단점을 비교 분석하여 자체 제작한 Divided-bar apparatus의 적용 가능성을 분석하고자 하였다. Laser flash method는 비접촉식으로 아주 작은 시료(두께 3 mm 이하)에 적합하며, 높은 온도($25^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$)의 범위까지 비열, 열확산률, 열전도도 측정이 가능하다. 시료의 조건은 물질이 균등, 균일해야 한다. 반면 Divided-bar method는 주로 상온에서 열전도도만 측정할 수 있다. 밀도가 낮고 공극이 큰 12개의 암석 시료를 두 가지 방법으로 측정 분석해 보았다. Laser flash method로 측정한 결과, 암석 시료 표면의 공극 분포가 일정하지 않으며, 광물 조성이 균등, 균일하지 않아 표면에 laser pulse로 열을 가할 때 반사 및 산란작용의 영향으로 시료 전면과 반대면으로 측정했을 때의 열전도도 차이가 0.001 ~ 0.140 W/mK 범위, 표준편차 0.003 ~ 0.089 W/mK 범위로 나타났다. divided-bar apparatus의 경우, 비교적 두꺼운 암석 시료를 측정할 수 있어 암석 열전도도 대표성이 높고, 시료를 밀착하여 열전달을 하므로 전면과 반대면으로 측정했을 때의 열전도도 차이는 0.001 ~ 0.016 W/mK, 표준편차 0.001 ~ 0.034 W/mK 범위로 Laser flash method에 비해 비교적 안정된 값을 보인다.

주요어 : laser flash, divided-bar, 열확산률, 열전도도, 공극

*Corresponding author: min2000u@naver.com

1. 서 론

최근 지열에너지에 대한 연구가 활발해지면서 기초적인 암석의 열물성 측정 빈도가 많아졌다. 특히 암석의 열전도도는 지구내부의 지열 특성을 파악하는데 가장 중요한 요소이다(Herrin and Deming, 1996). 시추공에서의 온도검증자료를 이용한 지온경사(geothermal gradient)와 암석의 열전도도를 이용하여 지열류량을 산출하며, 지열 부존량 산출에도 필수적이다. 외국의 경우, Birch and Clark(1940)에 의해 암석 열전도도에 대한 체계적인 연구가 시작되었으며, 국내에서도 전국에 분포하는 암석을 채취하고 암종별 열물성을 측정하여 이에 대한 활발한 연구가 진행되고 있다(Park *et al.*, 2007, 2009). 암석 열전도도와 국내 분포하는 시추공의 온도검증자료를 이용한 지열류량을 산출(Kim and Song, 1999) 등, 한국의 지열류량 특성의 연구가 수행되고 있으며(Kim and Lee, 2007), 지열부존량 및 이상대 판단을 위한 지열분포 주제도가 계속 업그레이드되고 있다(Kim *et al.*, 2006). 국내 석재의 열전달 특성을 위한 연구에도 활용되며(Song *et al.*, 1996), 지층의 열물성을 이용하는 히트펌프 냉난방 시스템이 2000년 초부터 보급되어 활발히 증가 추세에 있다. 히트펌프 냉난방 시스템은 폐쇄형이나 SCW (Standing column well) 방식의 경우 지중열교환기의 용량을 결정하는데 지층의 열전도는 매우 중요한 역할을 한다(Shim *et al.*, 2006).

이러한 암석의 열전도 측정을 위해 많은 장비들이 개발되어 왔다. 한국지질자원연구원의 열전도도 측정 장비의 변화 역사를 보면, 우리나라 지열연구 초창기 1970년 전후에서는 액체의 비등점을 이용한 scholeder method(Mizutani *et al.*, 1970)의 측정기로 암석의 열

전도도를 측정하였다. 1980년대에 들어서는 box probe 법인 일본 Showadenko사의 QTM(Quick Thermal conductivity Meter)기기를 주로 이용하여 암석 열전도도를 측정하였다. 이는 열선법으로 암석 표면에 열선을 대고 열을 가하여 전달되는 온도를 측정하는 방식이다. 1990년대 후반 부터는 열전도도 측정의 가장 전형적인 방법인 Divided-bar 방식의 일종인 미국 Anter 사의 Tm2022를 이용하여 암석 열전도도를 측정하였으나 측정시간이 1개의 시료 측정에 6시간 이상이 걸리는 문제가 있었다. 최근에는 Laser flash method(섬광법)를 이용하는 고가의 LFA-447(독일 Netzsch사) 열물성측정기를 이용하고 있다. 이 기기는 Laser를 이용하여 시료 전면에 열을 가하고 시료 후면에 적외선 온도계를 이용하여 최고 온도에 도달하는 시간을 측정하는 비접촉식으로 열화산률을 측정하는 기기이며, 표준시료를 이용하여 상대비교로 열전도도를 측정하는 방식이다. 그 외에도 열전도도 측정을 위한 기기로 Needle probe 방식(Von Herzen & Maxwell, 1959)이 있으며, 이는 심해저 퇴적 지층, 토양이나 미고결암 등을 측정할 때 유리하다.

이번 연구에서는 최근 많이 사용하고 있는 Laser flash method의 LFA-447 기기와 자체 제작한 Divided-bar apparatus의 장비 비교를 통해 장단점을 비교 분석하고자 하였다.

2. 측정원리 및 장단점 비교

2.1. Laser Flash Method

Laser flash를 이용하여 암석의 열화산률을 산출하는 원리는 Parker *et al.*(1961)에 의해 제안되었으며, 독일 Netzsch사에서 개발한 LFA-447 (Fig. 1)모델 기기

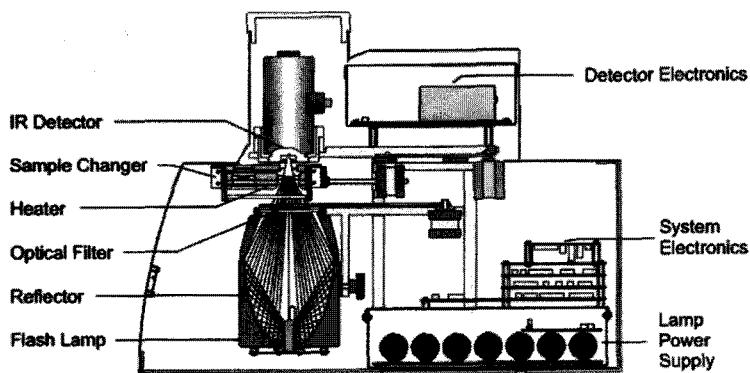


Fig. 1. Schematic of the LFA-447 based on the laser flash method.

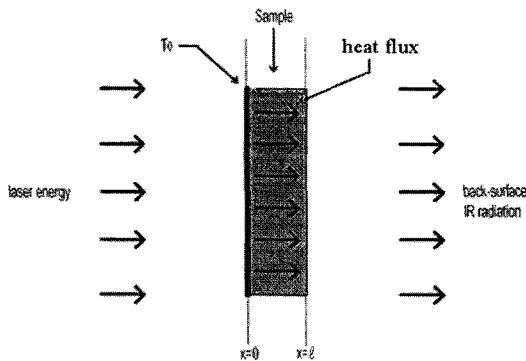


Fig. 2. Schematic of heating to the front surface sample by laser pulse and measuring the temperature as a function of time using an IR detector.

에 대하여 분석하였다.

이 방법은 Fig. 2와 같이 시료 표면을 에너지 밀도가 균일한 Laser pulse로 균일하게 가열하고 시료 후면에서 적외선 온도계로 시간에 따른 온도 변화를 측정한다. 시료의 두께와 열의 확산에 필요한 시간으로부터 열확산계수를 산출한다. 여기서 주어진 열에너지의 양과 이미 측정된 밀도를 알게 되면 표준시료와 상대 비고로 열전도도를 산출할 수 있다. 측정 조건은

- (1) 시료는 균질해야 하며
- (2) 시료의 표면은 균일하게 가열되고
- (3) 시료는 외부와 단열되어야 하며
- (4) 시료는 불투명하고 열이 흡수되어야 한다.(반사가 되어서는 안된다)
- (5) 시료 표면의 가열시간은 열이 시료 표면에서 후면까지 전달되는 시간보다 충분히 짧아야 한다.

Fig. 2에서와 같이 온도는 한 방향(x)으로 수직 전달 된다는 가정 하에 시간(t)에 따른 모든 지점의 온도 변화 $T(x,t)$ 는 열확산률(α)과의 관계에서 아래 식을 만족 한다.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad (1)$$

초기온도 $x=0$ 에서의 에너지(Q_0), 시료의 밀도(ρ), 비열(C_p), 시료의 두께(l)일 때 단열 하의 초기 조건과 경계조건이

$$T(x,0) = \frac{Q_0}{\rho C_p l} \quad (2), \quad \frac{\partial T(0,t)}{\partial x} = 0; \quad \frac{\partial T(l,t)}{\partial x} = 0 \quad (3)$$

이므로, 이때 시료 후면의 시간에 따른 열 관계식 해 (Parker et al., 1961)는

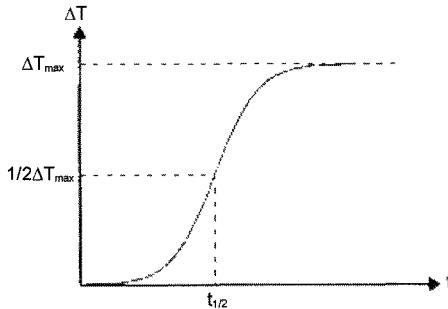


Fig. 3. Theoretical curve of temperature raise at the rear surface of the sample.

$$\frac{\Delta T}{\Delta T_{max}} = 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \cdot \exp(-n^2 \pi^2 \alpha t l^{-2}) \quad (4)$$

이며, 이를 도시하면 Fig. 3과 같다.

시료 가열 후 시료 후면에서의 온도상승(ΔT)이 최대값 ΔT_{max} 의 1/2에 도달했을 때($\Delta T/\Delta T_{max}=1/2$)의 시간을 $t_{1/2}$ (half time)이라고 하면, $\pi^2 \alpha t_{1/2} l^2$ 은 1.37 이므로 열확산계수 α 는

$$\alpha = \frac{1.37 l^2}{\pi^2 t_{1/2}} = \frac{0.138785 l^2}{t_{1/2}} \quad (5)$$

즉, 시료의 두께 l 을 알고, half time $t_{1/2}$ 를 측정하면 열확산률을 계산할 수 있다.

열전도도(λ)를 구하기 위해서는 비열을 산출해야 한다. 비열(C_p)은 laser pulse 에너지(Q), 질량(m), 시료의 온도차(ΔT)를 이용하면 아래 식으로 표현이 가능하므로

$$C_p = \frac{Q}{m \Delta T} \quad (6)$$

비열 값을 알고 있는 표준시료(Table 1)와 측정하려는 시료를 같은 기기에서 똑같은 laser pulse 에너지(Q)로 가했을 때,

$$Q = (m C_p \Delta T)_{ref} = (m C_p \Delta T)_{sample} \quad (7)$$

이므로, 윗 식(7)을 이용하여 비열을 구할 수 있다.

열전도도는 열확산률과 밀도, 비열을 이용하여 아래 식으로 구할 수 있다.

$$\lambda = \alpha \rho C_p \quad (8)$$

2.2. Divided-bar Method

정상상태의 암석 열전도도측정 방식인 Divided-bar

Table 1. Thermal diffusivity and thermal conductivity as a function of temperature for Certified Reference Material BCR-724 from Institute for Reference Material

Certified Reference Material BCR-724	
Glass-ceramic (Pyroceram9606)	
Thermal Diffusivity, α	
Certified value ¹⁾ [m ² /s·10 ⁻⁶]	Uncertainty ²⁾ [%]
$\alpha = 4.406 - 1.351 \cdot 10^{-2}T + 2.133 \cdot 10^{-5}T^2 - 1.541 \cdot 10^{-8}T^3 + 4.147 \cdot 10^{-12}T^4$	6.1
Thermal Conductivity, λ	
Certified value ¹⁾ [W/mK]	Uncertainty ²⁾ [%]
$\lambda = 2.332 + 515.1/T$	6.1

apparatus는 Benfield에 의해 처음 개발되어(Benfield, 1939) 암석의 열전도도 측정은 거의 이 기기로 측정되어 였으며, 지금까지도 많이 이용되고 있다. 온도 조정은 물을 주로 이용하였으며, 전기 히터를 이용하여 높은 온도에서도 측정할 수 있는 기기들이 개발되었다. Fig. 4는 전형적인 Divided-bar apparatus의 모식도이며, 쉽게 제작할 수 있는 장점이 있다.

Fig. 4에서와 같이 상부와 하부에 열전도도가 높은 구리 재질의 고온 및 저온의 실린더를 설치해서 온도 차이를 발생시키고 정 중앙에 시료를 넣어 열전도도를 측정하는 방식이다. 시료와 상부 실린더 사이, 시료와 하부 실린더 사이에 낮은 열전도도를 갖는 동일 물질

의 spacer 삽입하여 온도 차이를 만들어 열류량을 발생시킨다. spacer 양쪽에는 열전도도가 높은 구리를 삽입하고 온도센서를 부착한다. 일반적으로 열의 대류 영향을 최소화 하도록 하부에 저온 실린더, 상부에 고온 실린더를 설치한다. 저온 실린더와 고온 실린더의 온도 차이는 측정하려는 시료의 온도 중간 값에 맞춰 조정할 수 있다. Fig. 4에서는 하부 20°C, 상부 40°C에 맞추어 시료 측정온도는 30°C에서의 열전도도를 측정 할 수 있다.

25°C에서의 시료 측정을 위해서는 10 ~ 40°C로 맞추면 된다. Fig. 5는 자체 제작한 Divided-bar apparatus

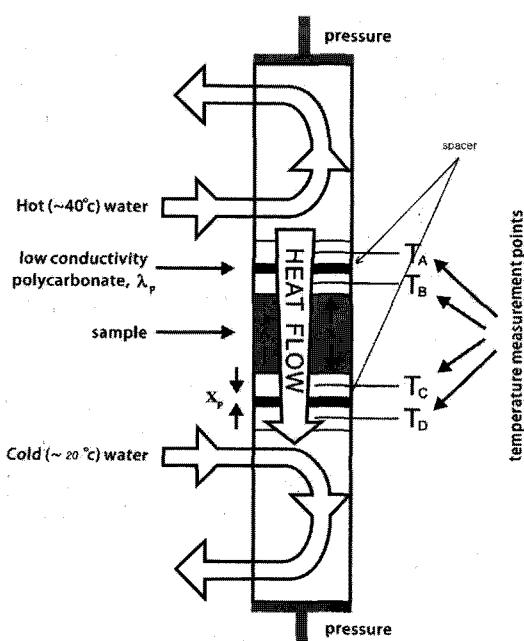


Fig. 4. Schematic of a typical divided-bar apparatus (Beardmore and Cull, 2001).

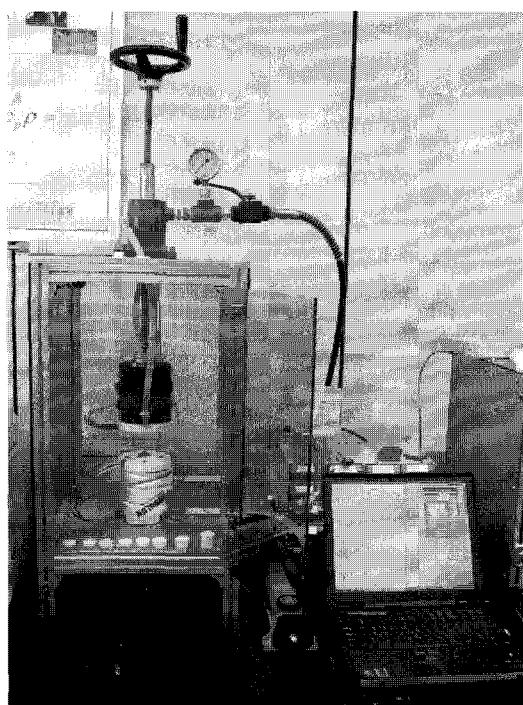


Fig. 5. Divided-bar apparatus developed by KIGAM.

이다. 직경 10 cm, 높이 10 cm의 상하부 실린더를 제작하였고 spacer는 열전도도가 0.21 ~ 0.25 W/mK인 polycarbonate 재질의 25.4 mm 직경에 1 mm 디스크를 제작하여 삽입하였다. spacer 양쪽에는 구리 재질로 만든 25.4 mm 직경에 5 mm 디스크에 작은 구멍을 뚫어 온도센서를 넣을 수 있도록 제작하여 부착하였다. 가능한 얇을수록 좋으나 온도센서의 크기를 고려하여 두께를 정해야 한다. 온도 센서에도 여러 가지 종류가 있다. thermocouple과 thermister 가 있는데 전자는 열팽창이 다른 두 금속선을 센서로 주로 고온(수백°C 이상)에서 사용하며, 후자는 열에 따라 저항이 변하는 센서로 저온(100°C 이내)에서 주로 사용한다. 자체 제작된 기기에서는 thermister 종류로서 정밀도가 높은 pt-100 센서를 사용하였다. 온도센서를 datalogger에 연결하여 컴퓨터에서 온도신호를 받을 수 있게 하였다. 온도의 정밀도는 $\pm 0.005^\circ\text{C}$ 이며 표준온도계와 비교 보정하였으며, 또한 4개의 온도센서가 오차 $\pm 0.005^\circ\text{C}$ 이내에 들도록 보정하였다.

열전도측정을 위한 이론적 원리는 다음과 같다.

Fourier법칙에서 열류량 Q 는 열전도도 λ , 시료의 온도차 ΔT , 시료의 두께 Δx 라 할 때 관계식은 아래와 같다.

$$Q = \lambda \times \frac{\Delta T}{\Delta x} \quad (9)$$

Fig. 4에서와 같이 spacer와 시료사이에 있는 온도를 각각 T_a , T_b , T_c , T_d , spacer 열전도도와 두께를 각각 λ_p , x_p , 시료의 열전도도와 두께를 각각 λ_s , x_s 이라 할 때 $T_1 = T_a - T_b$, $T_2 = T_c - T_d$, $T_s = T_b - T_c$ 이라하면 상부 spacer 사이의 열류량 Q_{pb} , 시료 사이의 열류량 Q_s , 하부 spacer 사이 열류량 Q_{pd} 는 모두 같으므로

$$Q = \lambda_p \times \frac{T_1}{x_p} = \lambda_s \times \frac{T_s}{x_s} = \lambda_p \times \frac{T_2}{x_p} \quad (10)$$

$$\lambda_s = \frac{T_1 + T_2}{T_s} x_s \frac{\lambda_p}{2x_p} \quad (11)$$

이므로 $\frac{\lambda_p}{2x_p} = C$ 라하면, 실제 시료의 열전도도 측정값은

$$\lambda_{s(measured)} = \frac{T_1 + T_2}{T_s} x_s C \quad (12)$$

이다.

그러나 실제 기기에서는 시료의 접촉부에 접촉저항(R)이 생기므로 열저항(thermal resistance)식으로 바꾸려면 열저항은 시료 두께를 열전도도로 나눈 값이고, 접촉저항(R)을 빼주어야 하므로,

$$\frac{x_s}{\lambda_{s(corrected)}} = \frac{x_s}{\lambda_{s(measured)}} - R \quad (13)$$

$$\frac{x_s}{\lambda_{s(corrected)}} = \frac{T_s}{(T_1 + T_2)} \times \frac{1}{C} - R \quad (14)$$

여기서 $1/C$ 와 R 값은 표준시료를 이용해 실험식으로 구한다. Laser flash method에서 사용한 동일한 표준시료 BCR-724(pyroceram 9606)를 두께가 다르게 여러 개의 시료를 측정하여 구할 수 있다. 측정기기의 저온실린더에 10°C, 고온실린더에 40°C를 유지시켜 측정하였다.

Table 2는 두께가 다른 8개의 표준시료를 기기에 넣어 측정한 결과이다. 표준시료의 열전도도는 Table 1에 표시된 열전도도식에 T_b 와 T_c 사이의 중간 온도를 적용시켰을 때의 열전도도 값이다.

Table 2. Summary of measurements of standard samples BCR-724(pyroceram 9606) with different thicknesses measured by the divided-bar apparatus

standard sample pyroceram9606	$T_a(\text{ }^\circ\text{C})$	$T_b(\text{ }^\circ\text{C})$	$T_c(\text{ }^\circ\text{C})$	$T_d(\text{ }^\circ\text{C})$	thermal conductivity λ_s (W/mK)	thickness $x_s(\text{mm})$	thermal resistance x_s/λ_s ($10^{-3}\text{m}^2\text{K/W}$)	$T_s/(T_1+T_2)$
S-1	39.259	26.702	24.108	11.389	4.006	2.981	0.744	0.103
S-2	39.264	27.355	23.402	11.344	4.006	5.069	1.265	0.165
S-3	39.296	28.205	22.539	11.308	4.007	7.770	1.939	0.254
S-4	39.333	28.696	22.030	11.285	4.007	9.807	2.448	0.312
S-5	39.350	29.536	21.230	11.246	4.006	13.087	3.266	0.420
S-6	39.405	31.343	19.289	11.151	4.007	23.495	5.864	0.744
S-7	39.467	32.755	17.686	11.051	4.007	36.582	9.129	1.129
S-8	39.481	33.349	16.923	10.938	4.008	44.352	11.066	1.355

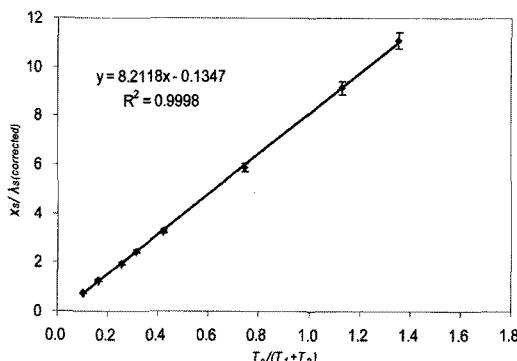


Fig. 6. $x_s / \lambda_{s(\text{corrected})}$ vs. $T_s / (T_1 + T_2)$ curve.

Fig. 6은 divided-bar apparatus로 측정한 온도함수 ($T_s / (T_1 + T_2)$)와 열저항 $x_s / \lambda_{s(\text{corrected})}$ 의 관계를 나타낸 그래프이다. 각 두께에 대한 온도변화에서 계산된 온도함수에 대한 열저항값을 도시하여 회기분석한 결과 8개의 시료의 선형회귀분석 상관계수(R^2)는 0.9998을 보였으며, $I/C = 8.2118$, 접촉저항(R)은 0.1347로 계산되었다.

측정시료는 열저항 범위 내에서 측정해야 한다. 위 기기의 경우 열저항범위는 $0.74 \sim 11.1 \times 10^{-3} \text{ m}^2\text{K/W}$ 이다.

2.3. 열전도도 측정에 대한 기기의 장단점

laser flash method와 divided-bar method의 장단점에 대해 분석해 보았다.

laser flash method는 비접촉식으로 측정할 수 있으며 200°C까지 온도를 높일 수 있는 장점이 있다. 측정시간도 한 온도에서 측정할 때 시료당 약 6분정도 걸리며, 직경 2.54 mm, 두께 3 mm 이내의 작은 시료를 측정할 수 있다. 또한 열확산률 뿐만 아니라 표준시료를 이용하여 상대적 분석을 통해 비열을 계산하고 밀도를 측정하면 열전도도를 산출할 수 있다. 단점으로는 일단 고가의 장비이며, 시료 측정 시 표면에 laser pulse를 주사하여 반사효과를 줄이고 열을 잘 받을 수 있도록 graphite 코팅을 해 주어야 하므로 여기에서 코팅 두께에 따른 오차가 발생한다(Lim et al., 2009). 또한 시료의 두께가 중요한 함수에 들어가므로 시료가 작을수록 두께 측정 오차에 의한 영향이 큰 편이다. 특히 암석의 경우 시료가 균일하지 않고 구성광물의 편중이 될 수 있으며, 얇은 두께의 시료를 이용해야 하는 점은 암석의 대표성에 문제가 있으며(Cha et al., 2011), laser pulse의 산란이 있을 수 도 있다.

또한 암석 시료에 graphite 코팅을 하므로 재측정 시에 graphite가 흡수되어 측정값에 영향을 준다(Lim et al., 2009).

divided-bar method의 경우는 접촉식으로 시료가 두 껌을수록 정확하다. 자체 제작이 용이하며, 시료의 크기에 맞춰 plate를 바꿔 측정할 수 있는 장점이 있다. 측정시간은 시료의 두께에 따라 다르나 일반적인 암석의 경우 1개 시료 당 약 15분 정도 걸린다.

반면에 시료 접촉식으로 직접 열전도도를 측정하는 것이므로 시료 성형에 있어서 표면이 매크로워야 하며 접촉면에 틈이 생기지 않아야 한다. 이를 위해 thermal compound를 시료 양면에 발라 시료에 밀착이 되도록 해야 하는데 여기에서 두께의 오차가 발생할 수가 있으므로 두껍지 않도록 해야 한다. 시료 측정 시에 위 실린더 및 아래 실린더의 열 발생에 의한 영향을 받을 수 있으므로 실린더에 열 차단을 위한 단열재로 열방출을 막아주어야 한다. 또한 외부의 온도 영향을 받을 수 있기 때문에 실험실의 항온, 항습 및 시료 삽입부의 외부열 차단 장치가 필요하다. 한편 열전도도 측정 범위는 기기 보정 시에 실시한 표준시료 열저항 값의 범위 내에서 측정해야 한다. 측정온도는 물을 이용하므로 최대 약 80°C 정도까지 올릴 수 있으나 더 높은 온도를 측정할 경우 별도의 전기적 heater 설치가 필요하다. 암석 시료를 측정할 경우 시료의 두께가 약 25.4 mm 정도에서도 측정이 가능하고 접촉식이므로 양방향 측정 시에도 정확한 값을 측정할 수 있으며, Laser flash method에서 사용되는 시료보다 두껍기 때문에 암석이 갖는 물성의 대표성이 높다.

3. 암석시료 측정 결과 비교 분석

암석 시료를 두 기기를 이용 측정하여 그 결과를 비교 분석하였다. 실험에 사용된 암석 시료는 공극률이 큰 화산암류로 조면암과 응회암, 현무암을 이용하였다. 측정방법은 Laser flash method가 비접촉식으로 시료 표면에 Laser pulse를 주사하기 때문에 반대 면에서 주사할 때와의 차이는 없는지 알아 보기 위하여 1차 측정 후 다시 반대 면으로 돌려서 측정하였으며, 12개 시료와 표준시료까지 측정한 후 다시 2차로 같은 방법으로 측정하였다. 좀 더 많이 측정하는 것이 좋으나 앞에서 언급한 바와 같이 시료 표면에 graphite 코팅을 해야 하므로 2차 측정 시에는 graphite가 시료에 흡수되어 이에 대한 영향이 커질 수 있어 더 이상 측

정은 어려웠다. 또한 Laser flash method에서 사용한 시료를 Divided-bar method에 이용할 때 접촉식이므로 압력을 $10 \text{ kgf}/\text{m}^2$ 로 가해주는데 이때 시료가 얇고 약해 잘 부서져 다시 시료 성형을 해야 하는 문제가 있었다. 그러므로 실험에 사용된 시료는 암석을 직경 25 mm로 코어링하여 Laser flash method를 이용하기 위한 3 mm 두께의 시료와 divided-bar method를 이용할 시료 13 ~ 17 mm 두께 시료를 만들었다.

시료의 밀도와 공극률은 암석 시료를 103°C 의 건조 오븐에 24시간 이상 건조하여 무게를 측정하고, 다시 1기압 진공 오븐에 시료를 물에 담그고 48시간 동안 함수 시킨 후 무게와 물속에서 시료 무게를 측정한 후

부피를 계산하여 구하였다. 비록 같은 시료이지만 두께에 따라 약간의 물성 차이가 있다. 이는 공극의 위치와 광물의 편중 등 여러 가지 이유가 있을 것으로 판단되며, 얇은 두께의 시료 보다는 두꺼운 시료가 좀 더 대표성이 있을 것으로 판단된다. 약간의 물성차이는 있지만 두 기기의 열전도도 측정값을 비교해 보았다.

Table 3 및 4는 두 기기로 시료를 측정한 결과이다. 공극률에 대한 두 기기의 정밀도 및 재현성의 문제가 없는지 비교해 보기위하여 공극률이 다양한 시료 12 개와 표준시료를 선택하였다.

Laser flash method에 사용될 얇은 시료는 밀도가 $1.959 \sim 2.587 \text{ g}/\text{cm}^3$, 공극률 $0.4 \sim 23.6\%$ 범위이며,

Table 3. Result of thermal properties of samples using Laser flash method

sample no.	thickness (mm)	density (g/cm ³)	porosity (%)	diffusivity (mm ² /sec.)	specific capacity (J/gK)	thermal conductivity (W/mK)	differential value (f-b)	thermal conductivity (W/mK) average	STD
no-01	f1			0.683	0.893	1.517	0.023		
	b1	2.961	2.487	4.6%	0.681	0.909	1.540		
	f2			0.679	0.900	1.519		1.531	0.015
	b2			0.686	0.907	1.547	0.028		
no-02	f1			0.696	0.816	1.460	0.016		
	b1	3.111	2.573	1.6%	0.700	0.820	1.477		
	f2			0.703	0.805	1.455		1.465	0.009
	b2			0.699	0.816	1.467	0.012		
no-03	f1			0.699	0.814	1.459	0.049		
	b1	3.098	2.565	2.2%	0.704	0.835	1.508		
	f2			0.702	0.832	1.499		1.505	0.040
	b2			0.699	0.868	1.556	0.057		
no-04	f1			0.506	0.808	0.800	0.012		
	b1	3.158	1.959	23.6%	0.505	0.796	0.788		
	f2			0.490	0.839	0.806		0.796	0.009
	b2			0.490	0.822	0.788	0.017		
no-05	f1			0.748	0.869	1.681	0.058		
	b1	3.355	2.585	1.0%	0.743	0.845	1.623		
	f2			0.749	0.891	1.725		1.670	0.044
	b2			0.750	0.852	1.651	0.074		
no-06	f1			0.723	0.820	1.535	0.016		
	b1	3.158	2.587	0.7%	0.722	0.813	1.519		
	f2			0.725	0.900	1.689		1.604	0.089
	b2			0.724	0.893	1.672	0.017		
no-07	f1			0.614	0.792	1.114	0.009		
	b1	3.471	2.290	6.4%	0.624	0.785	1.122		
	f2			0.643	0.732	1.077		1.111	0.024
	b2			0.616	0.802	1.131	0.054		
no-08	f1			0.646	0.778	1.293	0.001		
	b1	3.382	2.573	6.5%	0.645	0.778	1.291		
	f2			0.642	0.850	1.405		1.340	0.057
	b2			0.645	0.826	1.370	0.035		

Table 3. Continued

sample no.	thickness (mm)	density (g/cm ³)	porosity (%)	diffusivity (mm ² /sec.)	specific capacity (J/gK)	thermal conductivity (W/mK)	differential value (f-b)	thermal conductivity (W/mK) average	STD								
no-09	f1 b1 f2 b2	3.139	2.482 4.5%	0.717	0.856	1.524	0.078	1.454	0.048								
				0.707	0.824	1.446											
				0.710	0.811	1.430	0.013										
				0.706	0.809	1.417											
no-10	f1 b1 f2 b2	3.016	2.562 0.4%	0.777	0.830	1.652	0.001	1.651	0.003								
				0.776	0.832	1.653											
				0.781	0.823	1.647	0.006										
				0.766	0.842	1.652											
no-11	f1 b1 f2 b2	3.184	2.347 8.7%	0.719	1.043	1.759	0.106	1.722	0.085								
				0.693	1.016	1.653											
				0.733	1.061	1.825	0.175										
				0.687	1.024	1.650											
no-12	f1 b1 f2 b2	3.139	2.266 12.1%	0.589	0.889	1.187	0.021	1.202	0.011								
				0.592	0.900	1.208											
				0.596	0.899	1.213	0.013										
				0.591	0.897	1.200											
reference																	
BCR724																	
f1																	
b1																	
b2																	

※ f1 : first measured sample to one direction

b1 : first measured sample to reverse direction against f1

f2 : second measured sample to same direction with f1

b2 : second measured sample to same direction with b1

differential value(f-b) : absolute value of differential with one direction and reverse

Table 4. Result of thermal properties of samples using Divided-bar method

sample no.	thickness (mm)	density (g/cm ³)	porosity (%)	thermal conductivity (W/mK)	differential value (f-b)	thermal conductivity (W/mK) average	standard deviation		
no-01	f1 b1 f2 b2	16.837	2.491 2.5%	1.459	0.018	1.460	0.014		
				1.441					
				1.472	0.004				
				1.468					
no-02	f1 b1 f2 b2	16.458	2.557 0.6%	1.551	0.019	1.547	0.010		
				1.532					
				1.556	0.008				
				1.548					
no-03	f1 b1 f2 b2	16.892	2.543 2.4%	1.458	0.005	1.469	0.010		
				1.463					
				1.476	0.002				
				1.478					
no-04	f1 b1 f2 b2	15.516	1.949 22.0%	0.845	0.010	0.865	0.029		
				0.835					
				0.890	0.001				
				0.891					

Table 4. Continued

sample no.	thickness (mm)	density (g/cm ³)	porosity (%)	thermal conductivity (W/mK)	differential value (f-b)	thermal conductivity (W/mK) average	standard deviation	
no-05	f1 b1 f2 b2	16.829	2.571	1.8%	1.596	0.026	0.014	
					1.622			
					1.620	0.006		
					1.626			
no-06	f1 b1 f2 b2	17.026	2.570	0.5%	1.574	0.001	0.001	
					1.575			
					1.575	0.002		
					1.577			
no-07	f1 b1 f2 b2	16.712	2.332	10.2%	1.234	0.004	0.003	
					1.238			
					1.240	0.001		
					1.241			
no-08	f1 b1 f2 b2	16.968	2.511	7.0%	1.351	0.004	0.034	
					1.347			
					1.416	0.020		
					1.396			
no-09	f1 b1 f2 b2	17.202	2.485	3.9%	1.385	0.003	0.016	
					1.388			
					1.411	0.006		
					1.417			
no-10	f1 b1 f2 b2	17.070	2.588	0.2%	1.651	0.015	0.010	
					1.636			
					1.661	0.015		
					1.646			
no-11	f1 b1 f2 b2	16.583	2.327	9.9%	1.250	0.002	0.009	
					1.252			
					1.261	0.009		
					1.270			
no-12	f1 b1 f2 b2	13.070	1.787	30.8%	0.946	0.005	0.006	
					0.951			
					0.956	0.003		
					0.959			
reference								
BCR724	f1 b1 f2 b2	13.087	2.607	0.0%	4.006	0.002	0.003	
					4.008			
					4.010	0.002		
					4.012			

※ f1 : first measured sample to one direction

b1 : first measured sample to reverse direction against f1

f2 : second measured sample to same direction with f1

b2 : second measured sample to same direction with b1

differential value(f-b) : absolute value of differential with one direction and reverse

Divided-bar method에 사용될 두꺼운 시료는 밀도가 1.787~2.588 g/cm³, 공극률 0.2~30.8% 범위이다.

두 기기의 측정값의 상관관계를 알아보기 위하여 Fig. 7과 같이 도시하였다. 공극률이 큰 no.11, no.12

시료를 제외하고는 전반적으로 선형회귀분석 상관계수 (R^2)는 0.9537로 일직선상의 비례가 잘 맞는 편이다. 그러나 공극률이 큰 그룹에서도 상관관계가 잘 일치하는 시료가 있어 공극률 외에도 두 측정값의 차이를 발

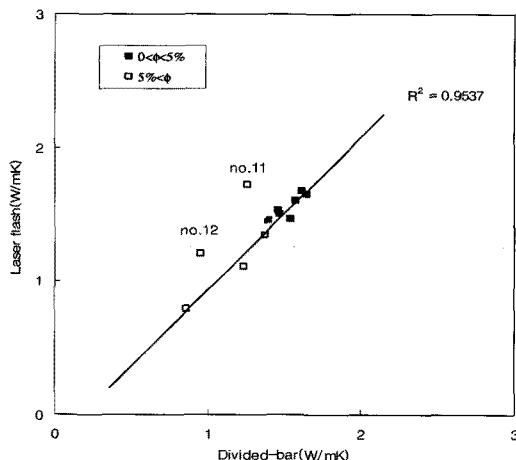


Fig. 7. A comparison of rock thermal conductivities with different porosity measured by the laser flash method and

생시기는 다른 요인이 있을 것으로 추정된다.

Fig. 8은 1개 시료를 4회씩 측정한 열전도도의 표준 편차를 비교한 것으로 공극률에 상관없이 두 기기에서 편차가 보인다. 그러나 Laser flash method에서의 표준편자는 $0.003 \sim 0.089$ W/mK 범위로 나타나나, Divided-bar method에서는 표준편차 0.001 ~ 0.034 W/mK 범위로 비교적 안정적인 값을 보인다. 공극률에 의한 표준편차 차이는 보이지 않기 때문에 다른 요인이 있을 것으로 판단된다.

Fig. 9는 암석시료를 1차 측정 후 동일 시료를 위아

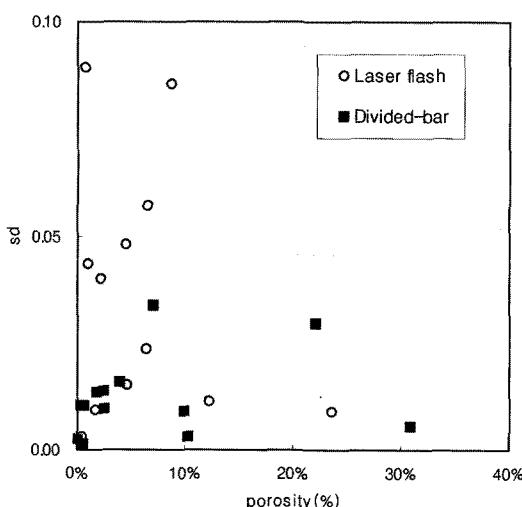


Fig. 8. Porosity versus standard deviation of thermal conductivity values measured by the laser flash method and the divided-bar method.

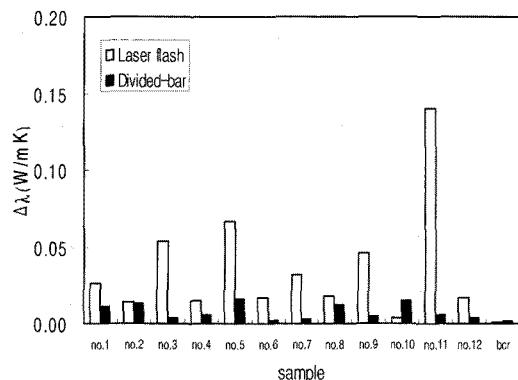


Fig. 9. Difference between thermal conductivities of the face and back of samples measured by the laser flash method and the divided-bar method.

래를 바꾸어 2차 측정하는 방법으로 2회씩 측정한 결과로 1, 2차 측정값의 차이를 평균한 값을 도시한 것이다. Fig. 9에서 볼 수 있는 바와 같이 Laser flash method에서 측정된 값은 $0.001 \sim 0.140$ W/mK 범위로 나타났으며, Divided-bar method에서 측정된 값은 $0.001 \sim 0.016$ W/mK으로 Laser flash method에서 측정된 값보다 안정된 값을 보였다. 이는 Laser pulse로 열을 가했을 때 시료 전면부와 후면부의 표면이 광물 조성이나 공극의 분포가 다를 경우 열전달이 반사 및 산란 작용으로 인한 오차가 발생할 것으로 판단되며, Divided-bar method 경우 시료 양면에 밀착되어 열을 전달하므로 laser pulse로 열을 주사하는 것보다 안정된 값을 보이는 것으로 판단된다.

4. 결 론

지금까지의 실험결과를 보면, Laser flash method는 열확산률, 비열, 열전도도를 측정할 수 있다는 장점이 있으며, 측정조건에서 시료는 균질해야 한다는 것과 표면이 균일해야 한다는 것을 만족해야 할 것으로 판단된다. 암석의 경우 광물의 조합이므로 시표표면의 광물조성이 다를 수 있기 때문에 오차가 생길 것으로 보인다. 그러므로 Laser flash method로 암석의 열전도도를 측정할 때는 앞뒤면 측정하여 평균값을 구하는 것이 타당하다.

Divided-bar method는 열전도도만을 직접 측정할 수 있는 단점이 있으나 자체 제작이 용이하다. 특히 암석의 경우 공극이 포함되어 있고, 광물의 조성이 균질하지도 않기 때문에 Laser flash method 보다는 안

정이 높으며, 특히 시료 접촉식으로 측정하기 때문에 양방향 측정 시에 편차가 거의 없다. 또한 시료의 두께도 Laser flash method 보다는 두꺼운 시료를 측정할 수 있어 암석의 물성에 대해 대표성을 높일 수 있다.

이번 실험에서 좀 더 광범위하고 다양한 암석을 이용하였으면 하는 아쉬움이 있지만 암석의 특성 중 공극률이 높은 경우의 기기 적용성을 테스트하는 것이 목적이었기 때문에 밀도가 낮고 열전도도가 낮은 암석을 선택했다. 지금까지 제주도나 울릉도의 화산암같이 공극이 큰 암석의 열전도도 측정이 어려웠다. 그러나 Divided-bar apparatus를 자체 제작하여 테스트한 결과 암석 시료 측정에 적합하다는 결론을 얻었다.

사 사

이번 연구는 한국지질자원연구원 기본사업인 저온 지열 열병합 발전에 활용 가능한 심부 지열수 자원 확보 기술 개발 사업(GP2009-16)의 지원으로 수행되었으며, 독일 Netzsch사의 LFA-447 사용설명서와 Crustal Heat Flow(Beardmore & Cull, 2001) 책을 위주로 기기 원리 및 이론을 인용하였다. 끝으로 암석시료 채취에 수고해주신 이병태 선생님께 감사드린다.

참고문헌

- Beardmore, G.R. and Cull, J.P. (2001) Crustal heat flow: A guide to measurement and modeling, Cambridge Univ. Press, 324p.
- Benfield, A.E. (1939) Terrestrial heat flow in Great Britain. Proceedings of the Royal Society of London, 173A, p.428-450.
- Birch, F. and Clark, H. (1940) The thermal conductivity of rocks and its dependance upon temperature and composition, Am. J. Sci., v.238, n.8, p.529-558.
- Herrin, J.M. and Deming, D. (1996) Thermal conductivity of U.S. coals, J. Geophys. Res., v.101, n.B11, p.25381-25386.
- Cha, J.H., Koo, M.H., Kim, Y.S. and Lee, Y. (2011) Analyzing Effective Thermal Conductivity of Rocks Using Structural Models, Econ. Environ. Geol., v.44, n.2, p.171-180.
- Kim, H.C. and Song, M.Y. (1999) A Study on the Effective Utilization of Temperature Logging data for calculating Geothermal gradient, Econ. Environ. Geol., v.32, n.5, p.503-517.
- Kim, H.C., Lee, Y. and Park, J. (2006) GIS spatial D/B formation of geothermal data and Distribution of Heat Flow of Korea, Preceeding of the 2006 Spring Workshop of Korean Soc. New and Renewable Energy, p.459-460.
- Kim, H.C. and Lee, Y. (2007) Heat flow in the Republic of Korea, Journal of Geophysical Research, 112, B05413, doi:10.1029/2006JB004266
- Lim, K.H., Kim, S.K. and Chung, M.K. (2009) Improvement of thermal diffusivity measurement of thin samples and error prediction, Proceeding of the 2009 Fall workshop of Korean Soc. Mechanical Engineers, p.1687-1692.
- Mizutani, H., Baba, K., Kobayashi, N., Chang, C.C., Lee, C.H. and Kong, Y.S. (1970) Heat Flow in Korea, Tech-tonophysics, v.10, p.183-203.
- Park, J., Kim, H.C., Lee, Y. and Song, M.Y. (2007) A study on thermal properties of rocks from Gyeonggi-do, Gangwon-do, Chungchung-do, Korea, Econ. Environ. Geol., v.40, n.6, p.761-769.
- Park, J., Kim, H.C., Lee, Y., Shim, B.W. and Song, M.Y. (2009) Thermal Properties of Rocks in the Republic of Korea, Econ. Environ. Geol., v.42, n.6, p.591-598
- Parker, W.J., Jenkins, R.J., Buter, C.P. and Abbott, G.L. (1961) Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity and thermal conductivity, J. Appl. Phys., v.32, n.9, p.1679-1684.
- Shim, B.O., Lee, Y., Kim, H.C. and Song, Y. (2006) Investigation of Thermal and Hydraulic Characteristics for the Performance Analysis of a Borehole Heat Exchanger, Jour. Korean Soc. Geosys. Engin., v.43, n.2, p.97-105.
- Song, M.Y., Kim, H.C. and Jun, U.S. (1996) The measurements of Heat transfer on some rock specimens in Korea, Jour. Korean Earth Science Society, v.17, n.6, p.458-464
- Von Herzen, R.P. and Maxwell, A.E. (1959) The measurement of thermal conductivity of deep-sea sediments by a needle probe method, Journal of Geophysical Research, v.64, p.1557-1563.