

비파괴 검사 응용을 위한 광섬유 수소 가스 센서의 개발

윤의중

호서대학교 전기전자제어공학부
충남 아산시 배방면 세출리 산29-1, 336-795

정명희

안양대학교 영상처리학과
경기도 안양시 만안구 안양 5동 708-113, 430-714

(1998년 8월 24일 받음, 1998년 11월 6일 최종수정본 받음)

본 논문에서는 수소(H₂)의 주입에 따라 자화(자기적 성질)와 strain (elastic 성질)의 변화가 최대가 될 수 있는 Fe/Zr 다층박막으로 구성된 센서재료를 개발하였다. Sputtering (RF diode) 진공 적층 시스템을 이용하여 sequential sputtering 방식으로 변조파장(λ)이 $3 \text{ \AA} \leq \lambda \leq 50 \text{ \AA}$ 이고 Fe₈₀Zr₂₀의 성분을 가진 compositionally modulated(CM)된 Fe/Zr 다층박막을 적층시킨 후 전기분해 방법으로 수소를 주입시켜 수소에 의해 변화된 자화 및 strain 이 최대가 되는 Fe/Zr 박막을 선택하였다. 박막 재료가 수소화 된 후의 자기적 성질의 변화는 히스테리시스 graph와 vibrating sample magnetometer (VSM)를 통해, 그리고 strain 의 변화는 laser heterodyne interferometer (LHI) 등으로 분석되어 졌다. 선택된 최적의 센서재료는 single-mode 광섬유를 이용한 Michelson interferometer의 sensing arm에 직접 coating 되어 주입된 수소의 양을 간접적으로 측정할 수 있는 Fiber-optic H₂ gas 센서에 응용되었다. 개발된 센서는 진단하고자 하는 구조물 내의 부식(수소화에 의한) 정도를 손쉽게, 정확하게 감지할 수 있을 것으로 기대 되므로 비파괴 검사(non-destructive test evaluation; NDE) 응용에 사용될 수 있다.

I. 서 론

비파괴 검사 (non-destructive test evaluation; NDE)법을 이용한 현존 하고있는 모든 구조의 안전성 진단에 관한 연구는 구조 자체를 파괴하지 않고도 내부구조의 상태를 알 수 있어 비용과 시간을 절약 할 수 있다는 큰 장점 때문에 오늘날 국내외의 공학 자들에게 중요한 연구대상이 되어왔다[1].

진단 하고자하는 구조 표면에서는 볼 수 없는 표면 바로 밑의 층에 존재하는 균열, 부식, 결함 정도를 빠르고, 정확하고, 손쉽게, 값싼 방법으로 알아내기 위해 국내의 연구자들은 부단히 노력 해왔고 앞으로도 연구가 계속될 전망이다. 이러한 비파괴 검사 system에서 가장 중요한 부분은 센서 부분으로 전기 자기적 간섭 (electromagnetic interference; EMI)에 영향을 받지 않는 감지 기술과 결함을 예민하게 감지할 수 있는 센서 재료의 개발은 아주 중요한 연구대상이 되어 왔다. 광섬유를 이용한 감지 기술은 그 자체가 가지고 있는 전기 자기적 간섭에 영향을 받지 않고 감지력이 뛰어난 우수한 성질로 인해 오늘날 센서응용에 많이 이용되고

있다. 또한 감지력이 뛰어난 센서 재료의 개발은 센서의 감도를 좌우하는 핵심부분으로 부단한 연구가 계속 되고 있다.

최근의 연구에 따르면[1], 센서재료로서 자성재료를 사용하면 구조표면 바로 밑의 층에 존재하는 균열과 결함들이 센서재료 내에 유도되는 eddy current 분포의 자기장을 비정상(anomalies)적으로 만드는 현상을 이용하여 이러한 균열과 결함정도를 빠르고, 정확하고, 손쉽게 영상(mapping) 시킬 수 있다는 것이 알려졌다. 또한 최근에[2-5] Fe/Zr 다층박막 재료가 수소의 주입에 따라 그 자체의 elastic 성질과 자기적 성질이 민감하게 변한다는 것이 알려졌다. 따라서 fiber-optic interferometer와 stress에 민감한 센서 재료를 결합시키면 아주 우수한 센서를 만들 수 있으며 비파괴검사 system에 응용될 수 있다.

본 논문에서는 수소(H₂)의 주입에 따라 자화와 strain의 변화가 극대화 될 수 있는 Fe/Zr 다층박막으로 구성된 센서재료를 개발하였다. 수소화후 자기적인 성질 변화와 strain의 변화를 서로 비교하여 상관 관계를 유출하였다. 또한 선택된 최적의 센서재료는 fiber-

optic Michelson interferometer의 sensing arm에 coating 되어 주입된 H₂의 양을 간접적으로 측정할 수 있는 Fiber-optic H₂ gas 센서에 응용되었다.

개발된 센서는 비파괴 검사용 센서로 이용 가능하여 구조의 부식정도를 아주 손쉽고, 정확하고, 빠르고, 저비용으로 측정 할 수 있다. 또한 Fe/Zr 센서 재료는 박막형태 뿐만 아니라 기계적 합금(mechanical alloying) 방법을 통해 분말형태로 만들 수 있으며 이를 이용한 magnetic tagging 기술에로의 응용도 생각할 수 있는 기대효과가 있다.

II. 실험

각각 5 inch의 직경을 갖는 두 개의 Fe(순도: 99.95%)와 Zr(순도: 99.95%) target들로부터 순차적인 스퍼터링(rf diode)을 수행하여 3 Å~50 Å의 변조파장 ($\lambda = (\text{Fe 단 일층 두께}) + (\text{Zr 단 일층 두께})$)과 Fe₈₀Zr₂₀의 성분을 갖는 compositionally modulated(CM)된 여러 다층박막들을 두께가 155 μm이고 직경이 22 mm인 회전하는 glass 기판 위에 적층 시켰다(Fig. 1). CM 다층박막들의 두께는 800 Å~900 Å이었다. Fig. 2에 나타낸

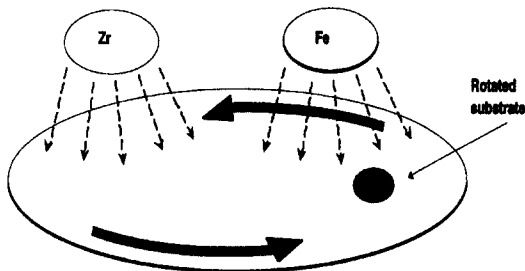


Fig. 1. Schematic diagram of sequential sputtering of the CM Fe/Zr multilayers.

바와 같이 CM 다층박막의 변조파장 범위는 균일한 alloy의 경우($\lambda=3 \text{ \AA}$)와 Fe층과 Zr층이 뚜렷이 구분되는 경우($\lambda=50 \text{ \AA}$)를 구별하기 위해 선택되었다. 초기진공은 1×10^{-7} Torr 였고 적층시 Ar 압력은 10 mtorr 였다. 같은 Fe₈₀Zr₂₀의 성분을 갖는 다층박막들을 얻기 위해 Fe/Zr비를 2로 유지시키면서 기판의 회전속도를 0.7($\lambda=50 \text{ \AA}$ 의 경우)에서 11($\lambda=3 \text{ \AA}$ 의 경우)까지 변화시켰다. 박막들은 2 Normal 농도의 인산(H₃PO₄)과 Pt 양극을 가진 전기분해 전지 내에서 26.3 mA/cm²의 일정한 직류전류밀도를 사용하여 5 s~5 min동안 수소화되었다(Fig. 3). Fe₈₀Zr₂₀의 성분은 수소화시 박막들의 포화자화를 최대로 증가시키기 때문에 선택되었다[3]. 적층 직후, 수소화 직후, 그리고 그에 이어서 300 K의 상온 공기 중에 일정기간 노출 직후의 모든 박막들에 대한 자기적 성질들이 히스테리시스 graph와 VSM을 통해 측정되었다. 수소화에 의해 다층박막에 유도된 strain은 laser heterodyne interferometer(LHI)[6]를 사용하여 길이가 4.9 mm이고 폭이 2 mm인 cantilever의 공

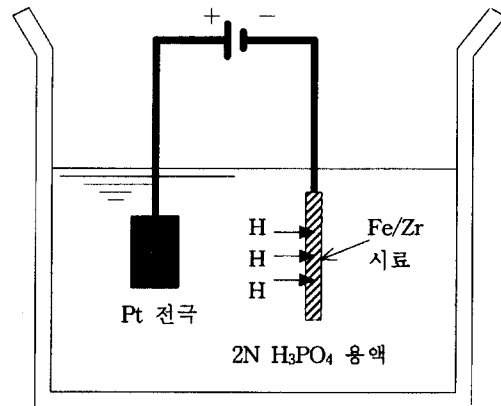


Fig. 3. Set up for an electrolytic hydrogenation.

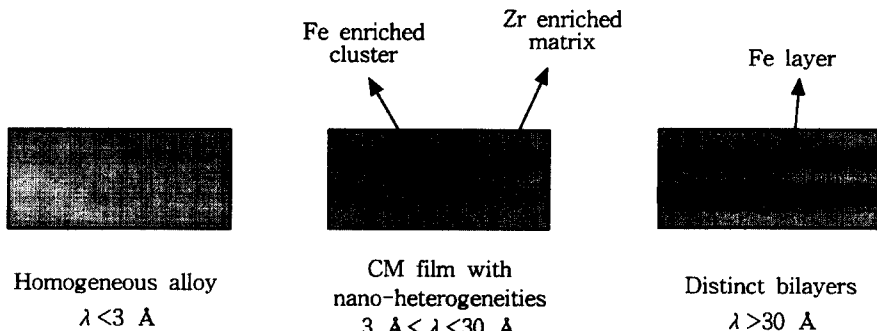


Fig. 2. The assumed cross-sectional views of the CM Fe/Zr multilayers as a function of the CM modulation wavelength, λ .

진 주파수의 변화를 측정함으로써 얻어졌다. 박막의 X-ray diffraction(XRD) 해석은 Cu K α radiation source를 가진 기존의 2 θ diffractometer 로 수행되었다.

III. 결과 및 고찰

3.1 CM Fe/Zr 다층박막의 자기 특성

Fig. 4는 적층된(수소화 되지 않은) Fe₈₀Zr₂₀ CM 다층박막들의 변조파장 (modulation wavelength), λ 에 따른 자성 및 구조적 특성을 나타낸다. Fig. 4(a)의 H_c (coercivity) - λ 특성에서 알 수 있듯이 $\lambda \leq 30$ Å인 박막들은 작은 H_c 값을 갖는데 이는 박막 내에 Fe 함유가 많은 cluster(참고문헌[3]에서 minor FM2 phase로 정의)들이 존재하여 연속적인 network를 형성하기 때문으로 풀이된다. 또한 M_s (자화) - λ 특성에 의하면 $\lambda \leq 30$ Å인 박막은 약한 강자성 상태(작은 M_s)를 나타내지만 $\lambda = 50$ Å인 박막은 강한 강자성 상태(큰 M_s)를 나타낸다. 따라서 이 결과로부터 $\lambda > 30$ Å인 박막내부에는 연속적이고, 결정인 Fe sublayer들이 존재함을 알 수 있다. 이와 같은 사실은 박막들의 X-ray diffraction data로부터 재차 확인되었다(Fig. 4(b)&(c)). 즉, $\lambda = 50$ Å인 박막의 경우에만 분명한 Fe XRD peak가 발견되었고(Fig. 4(c)), $\lambda \leq 30$ Å인 박막의 경우에는 peak가

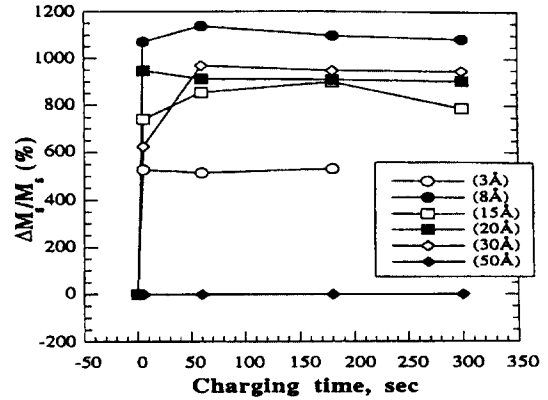


Fig. 5. The change in the M_s with hydrogen charging time for different modulation wavelengths.

발견되지 않았다(Fig. 4(b)). 또한 Fig. 4는 $\lambda > 30$ Å에서 비정질의 Fe이 결정질의 Fe로 변환되는 증거를 제시한다. 따라서 Fig. 4의 결과는 Fig. 2의 가정이 옳바르다는 것을 증명한다.

Fig. 5는 수소화 되는 시간과 λ 에 따른 ΔM_s 의 변화율(%)을 나타낸다. 여기서 M_s 는 M_{sh} (수소화 후에 변한 M_s) M_s 를 표시한다. Fig. 5로부터 다음과 같은 세 가지의 특징을 알 수 있다: 1) $\lambda = 50$ Å인 박막의 경우 수소화에 따른 M_s 의 변화가 없고, 2) $\lambda = 8$ Å인 박막에 수소화에 따라 최고 1100%의 M_s 증가를 얻을 수

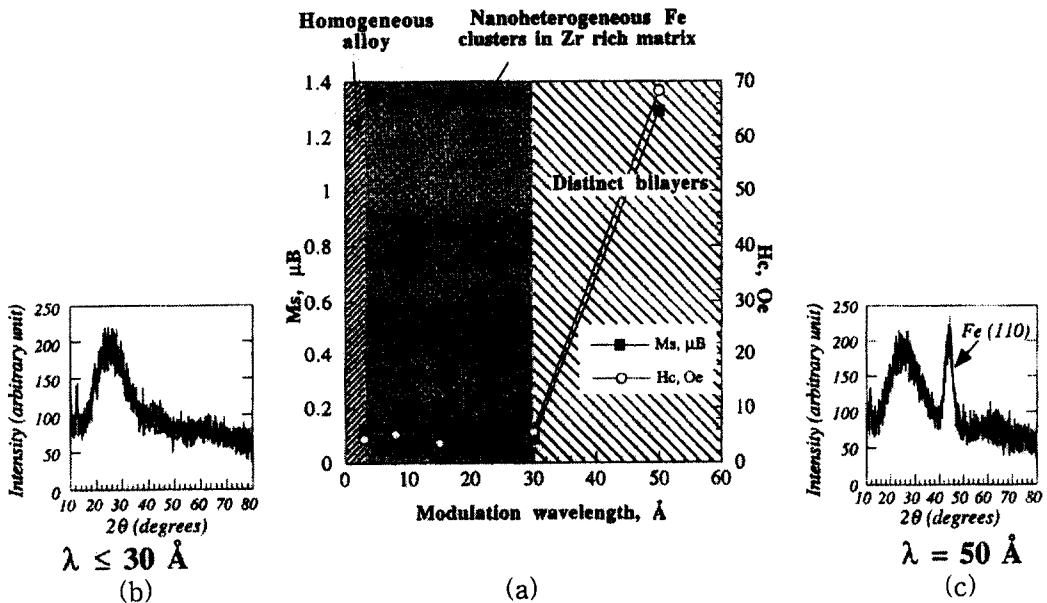


Fig. 4. (a) Variation in the M_s and H_c of as-deposited CM Fe/Zr multilayers with modulation wavelength, λ ; XRD spectra for as-deposited CM Fe/Zr multilayers with (b) $\lambda \leq 30$ Å and (c) $\lambda = 50$ Å.

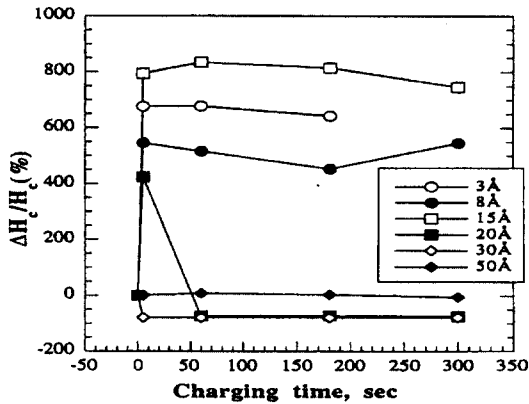


Fig. 6. The change in the H_c with hydrogen charging time for different modulation wavelengths.

있으며, 3) $\lambda \leq 30 \text{ \AA}$ 인 박막들의 경우에는 처음 5초 동안의 수소화 후에 M_s 가 가장 급격하게(500 %이상) 증가하고 있다. 1)의 현상은 Fig. 4의 결과에서 설명한 바와 같이 연속적인 Fe층의 존재로 설명되어 질 수 있다. 즉, $\lambda=50 \text{ \AA}$ 인 박막의 M_s 값은 연속적인 Fe층에 의해 결정되므로 수소가 주입되어도 영향을 받지 않는다. 3)의 경우 5초 동안 빠르게 주입된 수소원자들이 전기음성도의 차가 더 큰 Zr원자들과 선택적으로 결합할 때 그 Zr원자들과 연결되어 있던 Fe원자들을 밀어내어 Fe원자 덩어리를 형성시키고, 따라서 약자성상(PM1 phase)을 강자성상(FM1' phase)으로 변환시켜 M_s 가 증가된다고 믿어진다[3].

수소화시간과 λ 에 따른 coercivity의 변화율(%)은 Fig. 6에 나타나 있다. 여기서 $\Delta H_c = H_{ch}$ (수소화 후에 변한 H_c)- H_c 이다. $\lambda=50 \text{ \AA}$ 인 박막의 경우 M_s 와 마찬가지로 수소화에 따른 H_c 의 변화가 없고, $\lambda < 30 \text{ \AA}$ 인 박막들의 경우에는 처음 5초 동안의 수소화 후에 H_c 가 가장 급격하게(500~900 %) 증가하고 있다. 이와 같은 H_c 의 증가는 주입된 수소원자들이 PM1 phase를 FM1' phase로 변환시킬 때 박막내부에 유도되는 strain의 증가 때문으로 생각된다. $\lambda=20 \text{ \AA}$ 인 박막들의 H_c 값은 처음 5초의 수소화 후에 크게 증가($\Delta H_c = 500 \%$)했다가 5분간의 수소화 후에 급격하게 감소($\Delta H_c = -75 \%$)하였다. 즉, H_c 는 실제로 20 Oe에서 1.5 Oe로 감소했다. 이러한 H_c 의 감소는 수소화에 의해 유도된 일종의 structural relaxation현상으로 볼 수 있다.

3.2 CM Fe/Zr 다층박막의 elastic 특성측정

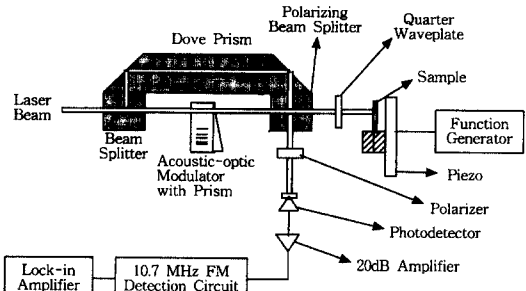


Fig. 7. Schematic of the laser heterodyne interferometer (LHI) system including detection system.

박막이 적층된 sample들을 cantilever (2 mm의 폭, 4.9 mm의 길이) 형태로 자른 후 2개의 aluminum block 사이에 고정시키고 laser heterodyne interferometer (LHI)를 사용하여 수소화 되지 않은 $\text{Fe}_{80}\text{Zr}_{20}$ CM 다층 박막들의 공진 주파수를 측정하였다. Sample block은 function 발생기에 의해 구동되는 piezo위에 고정시켰다. 100 mV의 voltage amplitude를 사용하여 piezo에서 $\sim 0.5 \text{ \AA}$ 의 진동 크기를 얻을 수 있었다. Fig. 7은 신호의 경로

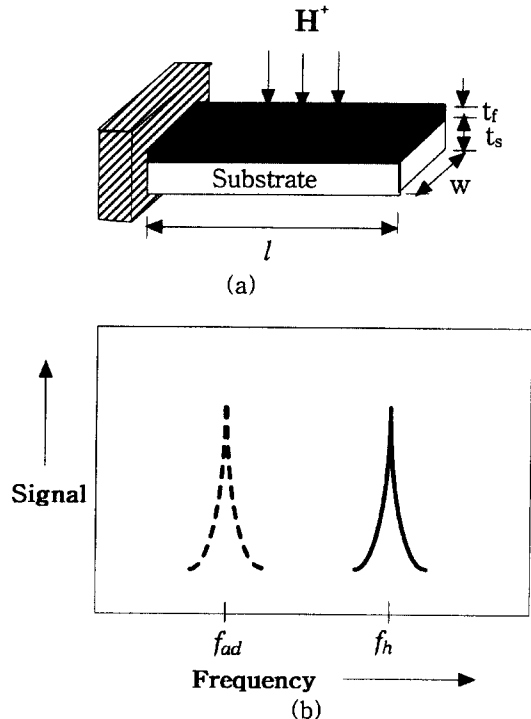


Fig. 8. (a) The hydrogenated cantilever and (b) resonance frequency shift on hydrogenation; where f_{ad} is the as-deposited resonant frequency and f_h is the shifted resonant frequency.

상에 80 MHz acousto-optic modulator를 사용하는 Michelson interferometer의 일종인 LHI의 개략도를 나타낸다. LHI system에 대해서는 다른 참고문헌[6]에 자세히 기술되어있다. 이러한 LHI를 이용하여 수소화에 의해 다층박막에 유도된 strain은 다음과 같은 원리로 측정되었다(Fig. 8참조). 수소화 되기 전의 다층박막들의 공진 주파수(f_{ad})를 측정한 후 고정된 sample block을 2절에서 기술한 방법으로 수소화 시키고 수소화 된 후 다층박막들의 공진 주파수(f_h)를 측정하여 shift된 공진 주파수($\Delta f = f_h - f_{ad}$)를 얻는다. 그리고 Δf 와 strain(ϵ) 사이의 관계식을 유출하여 ϵ 를 계산한다.

우선 박막이 적층 되지 않은 glass substrate 자체의 Young's modulus(E_s)를 결정하기 위해 cantilever 형태의 glass substrate의 second harmonic 공진 주파수, f_s 를 LHI를 이용하여 측정하고

$$f_s = \frac{22}{4\pi} \frac{t_s}{l^2} \sqrt{\frac{E_s}{3\rho_s}} \quad (1)$$

식을 사용하였다. 여기서 t_s, l, ρ_s 는 각각 substrate의 두께, 길이, 밀도를 나타낸다. Second harmonic의 공진 주파수는 peak resolution과 signal/noise비를 증대시키기 때문에 사용되었다. $t_s=155 \mu\text{m}$, $\rho_s=2.401 \text{ g/cm}^3$ 을 사용하여 (1)식으로부터 $E_s=26.1 \text{ GPa}$ 의 값을 얻었다. 다층박막이 2 mm × 4.9 mm의 glass substrate 위에 적층된 composite cantilever에서 f_{ad} 는

$$f_{ad} = f_s \sqrt{K} \quad (2)$$

로 표현된다. 여기서 f_s 는 (1)식을 의미하고 K는

$$K = \frac{4 + 6 \frac{t_f}{t_s} + \frac{E_s t_s}{E_f t_f} + 4 \left(\frac{t_f}{t_s} \right)^2 + \frac{E_f}{E_s} \left(\frac{t_f}{t_s} \right)^3}{\left(1 + \frac{E_s t_s}{E_f t_f} \right) \left(1 + \frac{\rho_f t_f}{\rho_s t_s} \right)} \quad (3)$$

로 표현된다[7]. 또한 $t_f=800-900 \text{ \AA}$, $E_f=75 \text{ GPa}$ ($\text{Fe}_{90}\text{Zr}_{10}$ 의 Young's modulus)[8], $\rho_f=7.8 \text{ g/cm}^3$ 이다. f_{ad} 와 f_h 사이의 관계는

$$f_h = f_{ad} \sqrt{1 + \frac{F l^2}{K E_s l \pi^2}} \quad (4)$$

로 표현되는데[9], 이때 F 는 박막에 작용하는 axial force, I (moment of inertia) = $\frac{1}{12} w t^3$, w 는 cantilever의

폭, t 는 cantilever의 두께를 의미한다. (4)식으로부터

$$\Delta f = f_h - f_{ad} = f_{ad} \left[\sqrt{1 + \frac{F l^2}{K E_s l \pi^2}} - 1 \right] \quad (5)$$

을 얻을 수 있다. 또한 F =(cantilever에 유도된 stress) × (단면적) = $\sigma w t$, $\sigma = \frac{\sigma_f t_f}{t}$, $\sigma_f = \epsilon E_f$ 이므로 $F = \epsilon E_f t_f w$ 가 되고 이를 (5)식에 대입하면

$$\epsilon = \frac{K E_s t_s^3}{1.22 E_f t_f l^2} \left(\left[1 + \frac{\Delta f}{f_{ad}} \right]^2 - 1 \right) \quad (6)$$

을 얻을 수 있다.

수소화에 의해 다층박막에 유도된 strain(ϵ)은 (6)식을 이용하여 계산되었고 Fig. 9에 그려져 있다. Fig. 9로부터 수소화는 모든 다층박막들 내에 큰 strain을 유도시킨다는 것을 알 수 있다. $\lambda=8 \text{ \AA}$ 인 박막의 경우에 수소화에 따라 최고의 strain 증가를 얻을 수 있으며, $\lambda \leq 30 \text{ \AA}$ 인 박막들의 경우에는 처음 5초 동안의 수소화 후에 M_s 나 H_c 가 가장 급격하게 증가했듯이 strain도 증가함을 알 수 있다. 이와 같은 증가는 3.1절에서 설명한 바와 같이 주입된 수소원자들이 PM1 phase를 FM1' phase로 변환시키면서 박막내부에 strain의 증가를 유도하기 때문이라는 사실을 확인해주고 있다. 또한 $\lambda=20 \text{ \AA}$ 인 박막들의 strain은 H_c 와 마찬가지로(Fig. 6참조) 처음 5초의 수소화 후에 크게 증가했다가 급격하게 감소하고 있는데, 이는 수소화로 유도된 stress에 적용하기 위해 박막들이 structural relaxation을 일으킨다는 것을 확인할 수 있다.

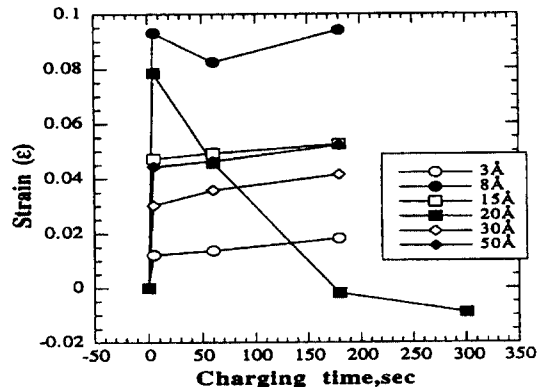


Fig. 9. Variation of hydrogen induced strain (ϵ) with hydrogen charging time for different modulation wavelengths.

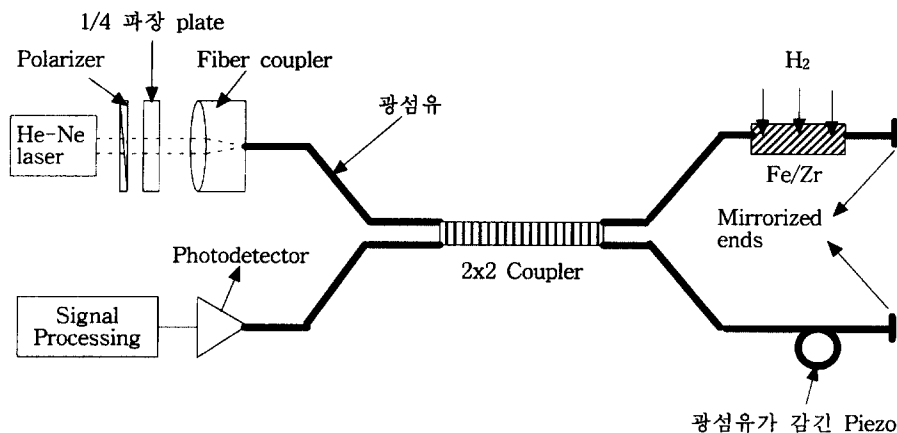


Fig. 10. Fiber-optic Michelson interferometer used to measure the response of the hydrogen gas sensor.

3.3 Fiber-optic H₂ Gas Sensor로의 응용

언어진 자료를 통해 수소화후 자기적인 성질 변화와 strain의 변화의 상관 관계를 추적해본 결과(3.1, 3.2절), 가장 최적의 Fe/Zr 센서재료는 M_s와 strain이 수소화에 따라 극대화되는 λ=8 Å인 Fe₈₀Zr₂₀ CM 다층 박막으로 선택하였다.

Single-mode 광섬유를 이용한 Michelson interferometer는 2×2 directional coupler의 sensing arm과 기준 arm의 한쪽 끝을 금속 막으로 coating 하여 만들어졌다. Fig. 10은 광섬유 Michelson interferometer를 이용한 H₂ gas 센서의 구성도를 나타낸다. 광섬유 곁에 있는 피복을 제거한 후 선택된 Fe/Zr 센서재료를 광섬유의 sensing arm에 길이가 10 mm 정도 되게 coating 시켰다. 이때 광섬유의 길이 방향으로 hard 축이 형성 되도록 200 Oe 정도의 자기장을 가했다. He-Ne laser가 기본 source로서 사용되었고 고성능의 photodetector가 원하는 신호를 감지하기 위해 사용되었다. 1/4 파장 plate 다음에는 반사된 빛이 He-Ne laser source를 불안정하게 하는 것을 방지하기 위해 polarizer를 사용하였다. coating된 Fe/Zr 다층 박막재료는 앞서 기술된 방법으로 수소화 되었고 photodetector의 출력은 저 잡음 preamplifier를 사용하여 40dB 만큼 증폭되고 receiver를 통해 측정되었다.

Interferometer의 calibration은 다음과 같이 이루어졌다. piezo를 기준 arm에 사용하여 Interferometer가 quadrature 영역에서 동작하도록 보정되었다. 원통형 piezo에 V전압이 가해질 때 광섬유 내에 발생하는 길이의 변화 Δl은

$$\Delta l = \frac{d_{31} \cdot \pi \cdot D \cdot n}{t} \cdot V \quad (7)$$

와 같이 표현된다[10]. 여기서 d₃₁(piezo 계수)=2.62 Å/V, D(원통형 piezo 평균 지름)=1.5 inch, t(wall 두께)=0.418 inch, n (piezo 주위에 광섬유가 감겨진 횟수)=2, 그리고 V는 piezo에 가해진 전압이다. 또한 interferometer sensing arm의 strain 변화 때문에 광섬유 내에 발생하는 위상 차 Δφ는 다음과 같이 표현된다[11].

$$\Delta \phi = \frac{4\pi \cdot \eta \cdot \zeta \cdot \Delta l}{\lambda} \quad (8)$$

여기서 η는 굴절률, ζ는 광섬유에서의 strain-optic correction, λ는 laser source의 파장이다. Silica fiber의

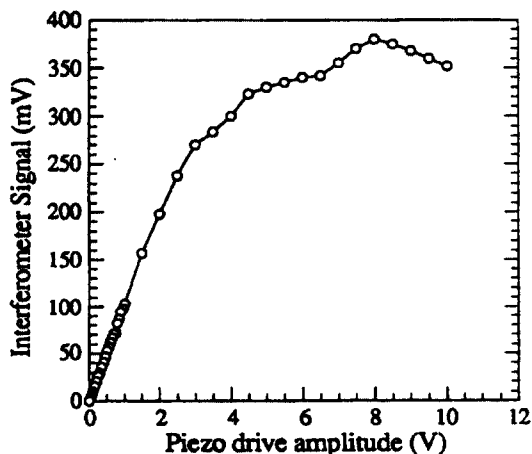


Fig. 11. Variation in the interferometer signal with voltage applied to the piezo used to calibrate the interferometer.

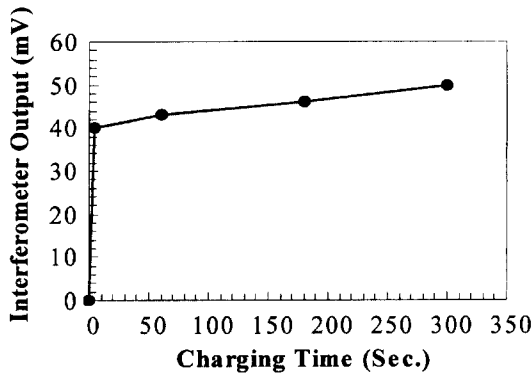


Fig. 12. Variation of the interferometer output with hydrogen charging time.

경우 $\eta \cdot \zeta = 1.14$ 이고[11], (7)식으로부터 얻은 $\Delta I/V = 166.84 \text{ \AA}/V$ 를 이용하여 $\Delta\phi/V = 0.37 \text{ rad}/V$ 를 얻었다. piezo 전압에 따른 interferometer의 응답(receiver상에서 측정된 전압 크기)은 Fig. 11에 나타나있다. Fig. 11로부터 2 V보다 작은 전압에 대해서 응답이 선형적임을 알 수 있다. receiver의 low noise floor는 1 Hz의 bandwidth에서 35 nV였고 이는 0.029 Å정도의 displacement resolution과 65.6 μrad 의 phase의 측정을 가능케 하였다. Fig. 12는 수소화에 따른(H_2 양의 증가에 따른) interferometer의 응답을 표시한다. 이는 수소화에 따른 센서재료 내부에서의 strain 변화특성(Fig. 9)과 비슷한 경향을 보이고 있다.

IV. 요약 및 결론

수소화 되지 않은 $Fe_{80}Zr_{20}$ CM 다층박막들의 λ 에 따른 자성 및 구조적 특성에 따르면 $\lambda > 30 \text{ \AA}$ 인 박막내부에는 연속적이고, crystalline인 Fe sublayer들이 존재함을 확인할 수 있었다. 수소화 되는 시간과 λ 에 따른 M_s 와 H_c 의 변화율(%)에 의하면 $\lambda = 50 \text{ \AA}$ 인 박막의 경우 continuous한 Fe층의 존재로 수소화에 따른 M_s 와 H_c 의 변화가 없고, $\lambda < 30 \text{ \AA}$ 인 박막들의 경우에는 처음 5 초 동안의 수소화 후에 M_s 와 H_c 가 가장 급격하게(500 % 이상) 증가하고 있다. 이는 주입된 수소원자들이 PM1 phase를 FM1' phase로 변환시킬 때 (M_s 를 증가시키) 박막내부에 strain의 증가를 유도(H_c 를 증가시키) 하기 때문으로 생각된다. 또한 $\lambda = 8 \text{ \AA}$ 인 박막의 경우에 수소화에 따라 최고 1100 %의 M_s 증가를 얻었고, $\lambda = 20 \text{ \AA}$ 인 경우 H_c 의 감소로부터 수소화에 의해 유도된

structural relaxation현상을 관찰할 수 있었다. 수소화에 의해 다층박막에 유도된 strain은 LHI를 이용하여 확인되었고 $\lambda = 8 \text{ \AA}$ 인 박막의 경우에 최고의 strain 증가를 얻을 수 있음을 알 수 있었다. $\lambda \leq 30 \text{ \AA}$ 인 박막들의 경우 처음 5초 동안의 수소화 후에 M_s 나 H_c 가 가장 급격하게 증가했듯이 strain도 증가함을 확인하였다. 또한 $\lambda = 20 \text{ \AA}$ 인 경우 수소화로 유도된 stress에 적응하기 위해 박막들이 structural relaxation을 일으킨다는 것을 strain의 급격한 감소로 확인하였다.

가장 최적의 Fe/Zr 센서재료는 M_s 와 strain이 수소화에 따라 극대화되는 $\lambda = 8 \text{ \AA}$ 인 $Fe_{80}Zr_{20}$ CM 다층 박막으로 선택하였고 single-mode 광섬유를 이용한 Michelson interferometer의 sensing arm에 coating 되어 H_2 gas 센서에 응용되었다. 수소화에 따른(H_2 양의 증가에 따른) interferometer의 응답은 수소화에 따른 센서재료 내부에서의 strain 변화특성과 비슷한 경향을 보이고 있다.

감사의 글

이 논문은 1997년 한국학술진흥재단의 공모과제 연구비에 의하여 연구되었음

참고 문헌

- [1] Y. P. Ma and J. P. Wikswo, Proc. SPIE, **2001**, 191(1993).
- [2] S. M. Fries, H. G. Wagner, U. Gonser, L. Schlapbach, and R. Montiel-Montoya, J. Magn. Mater. **45**, 331(1984).
- [3] Byung-Il-Cho, W. Win, Eui-Jung Yun, and R.M. Walser, IEEE Trans. Magn. **31**, 3859(1995).
- [4] S. Rengarajan, E. J. Yun, B. H. Lee, B. I. Cho, and R. M. Walser, J. Appl. Phys. **79**, 5482(1996).
- [5] T. Nakayama, K. Yamamoto, H. Satoh, T. J. Konno, B. M. Clemens and R. Sinclair, Materials Science and Engineering A **198**, 19(1995).
- [6] S. Rengarajan, B. H. Lee, G. Choe, and R. M. Walser, IEEE Trans. Magn. **31**, 3391(1995).
- [7] R. J. Roark and W. C. Young, "Formulas for Stress and Strain", McGraw-Hill, New York(1989), pp 118.
- [8] S. H. Park, Y. H. Jeong, K. Nahm and C. K. Kim, Solid State Comm. **92**, 645-648(1994).
- [9] W. Weaver, S. Timoshenko and D. H. Young, "Vibration Problems in Engineering", John Wiley, New York(1990), pp. 455.
- [10] W-W. Lin, S-T. Shih, M-H. Chen and S-C. Huang, Proc. SPIE **1814**, 130(1992).
- [11] F. Bucholtz, "Fiber Optic Magnetic Sensors : An Introduction for Engineers and Scientists", John Wiley & Sons(1991), pp 383.

The Development of Fiber-Optic Hydrogen Gas Sensor for Non-Destructive Test Application

Eui-Jung Yun

*Department of Electrical, Electronic and Control Engineering, Hoseo University,
Asan 336-795, Korea*

Myung-Hee Jung

Department of Image Processing, Anyang University, Anyang, 430-714, Korea

(Received 24 August 1998, in final form 6 November 1998)

In this paper, a sensor material with Fe/Zr multilayer thin film, in which the change in the magnetization and strain with hydrogenation is maximized, were developed. Compositionally modulated (CM) Fe/Zr multilayers with a $\text{Fe}_{80}\text{Zr}_{20}$ composition and modulation wavelengths (λ) 3~50 Å were deposited by sequentially sputtering (RF diode) elemental Fe and Zr targets. The films were electrolytically hydrogenated to select the optimum Fe/Zr multilayers that show the maximum increases in the magnetization and strain with hydrogenation. The changes in the magnetic properties of the thin films after hydrogenation, were measured using a hysteresis graph and a vibrating sample magnetometer (VSM), and the strains induced in the films by hydrogenation were also measured using a laser heterodyne interferometer (LHI). The optimum sensor material selected was incorporated in a fiber-optic hydrogen sensor (that can sense indirectly amount of hydrogen injected) by depositing it directly on the sensing arm of a single-mode fiber Michelson interferometer. The developed sensor holds significant promise for non-destructive test evaluation (NDE) applications because it is expected to be useful for detecting easily and accurately the subsurface corrosion in structural systems.