

CCD 카메라가 장착된 광학현미경을 사용한 폴리스티렌구 (3 μm 와 10 μm)의 평균지름측정

정기영 · 박병천* · 강주식* · 송원영 · 오범환

인하대학교 전자재료공학과

*한국표준과학연구원

(1998년 10월 26일 받음, 1998년 11월 23일 수정본 받음)

중심거리측정법은 서로 붙어있는 두 입자 중심점간의 거리를 측정하여 입자의 지름을 구하는 방법이다. 표면장력에 의해 배열이 형성된 시편 입자들의 초점군을 투과식 광학현미경에 평행 레이저광을 입사시켜 얻어내고 CCD 카메라로 영상을 받아 전산 분석하였다. Global lab image라는 영상처리 프로그램으로 초점들의 중심점을 찾고 붙어있는 입자들의 중심점간 거리를 화소(CCD 카메라의 pixel) 단위로 계산하였으며, 화소의 좌표는 레이저 간섭계로 변위를 읽는 이송대를 이용하여 교정하였다. 기존의 측정방법을 개선하여 빠른 시간에 간편하게 측정하면서도 표준입자의 배율교정에 충분한 불확도를 얻을 수 있었다. 본 실험에는 NIST 인증물질인 3 μm 와 10 μm 폴리스티렌구(NIST SRM 1962, 1960)를 측정하였으며, 1%이하의 불확도(신뢰도 99% 수준)로써 NIST 결과와 비교하였다.

I. 서 론

미소입자를 크기에 따라 분류하면 인간의 건강과 관련된 부분으로만 제한해도 그 영역이 매우 넓다. 예를 들어, 의학용 분말의 경우는 그 크기가 10~300 μm 이고, 공기 중 먼지는 1~100 μm , 박테리아는 0.3~30 μm , 꽃가루는 0.1~30 μm , 적혈구는 7~9 μm 정도의 크기를 갖는다. 따라서 크기가 1 μm 에서 30 μm 사이의 입자는 의학이나 관련분야의 연구에 중요하며, 정확한 크기 측정을 필요로 하기 때문에 주로 광학현미경을 사용하여 입자크기를 가늠하고, 보다 정확한 크기를 알기 위해서 표준입자와 비교 교정된 광학현미경용 눈금자를 사용한다.^[1-3] 이때 표준입자란 표준기관 또는 표준입자 제조회사에서 제조된 크기가 정확히 알려진 입자이며 폴리스티렌구가 주로 사용된다. 폴리스티렌구는 이상적인 구의 형태에 가까운 모양을 하고 있고 지름이 매우 균일하여 그 표준편차가 평균지름의 수 %에 불과하므로 현재 표준입자로 가장 널리 사용되며, 측정정확도를 가장 높일 수 있다. 폴리스티렌구는 크기에 따라 측정방법이 달라지는데 해당 크기 영역에서 가장 정확도가 높은 방식으로 측정하고, 측정불확도를 산정하여 명시하는 것이 원칙이다. 또한 가능할 경우 역시 정확도가 우수한 다른 측정방법을 병행하여 기준방법의 측정결과를 지원하는 것이 바람직하다. 본 연구는 한국표준과학연구원에 표준입자 측정기술개발 연구의 일환으로 수행되었으며 광학현미경 배율교정을 위한 3 μm 와 10 μm 의 폴리스티렌구 크기 측정기술에 관해 다루었다. 1 μm 폴리스티렌구는 1993년에 미산관방법으로 측정되었고^[4] 0.3 μm 폴리스티렌구는 1996년에 준탄성광산관방법으로 측정되었으며^[5] 0.1 μm 폴리스티렌구는 현재 투과형 전자현미경으로 측정 중에 있다. 수 μm 에서 수십 μm 영역에서의 폴리스티렌구 측정에서는 전통적으

로 광학식 입자열 측정방법이 주로 사용되어 왔는데,^[6-8] 본 연구에서는 개선된 방식으로 3 μm 와 10 μm 의 지름을 갖는 폴리스티렌구의 측정을 수행하였다. 미국의 표준기관인 NIST (National Institute of Standards and Technology)에서 불완전한 입자열의 단점을 개선한 중심거리측정법(Center Distance Finding)을 발표한 바 있어, 이를 응용하여^[9] 기존의 측정방법을 개선함으로써 보다 편리한 측정시스템을 구성하고 짧은 측정시간을 갖도록 하였을 뿐만 아니라 불확도를 1% 이내로 측정하는 기술을 확립하였다.

II. 측정방법 및 측정기기

중심거리측정법(Center Distance Finding)은 서로 붙어있는 두 입자 중심점간의 거리를 측정함으로써 입자의 지름을 산출하는 방법이다. 입자간에 형성될 수 있는 air-gap을 배제하기 위해서 입자의 현탁액을 slide glass에 떨어뜨려 건조시키면 표면장력에 의해서 이웃한 입자들이 서로 끌어당겨 입자군을 이루게 된다. 이 때 입자들이 배열을 이루지 않도록 폴리스티렌구의 원액을 충분히 희석시킨다. 투과식 광학현미경을 통해 평행 입사된 레이저 광이 입자 위에 초점을 형성하면 CCD 카메라로 그 영상을 받아 컴퓨터에 입력한다. 영상처리 프로그램으로 초점들의 중심을 찾고 붙어있는 이웃한 입자의 중심까지 거리를 CCD 카메라의 화소(pixel)를 단위로 계산한다. 많은 입자열에 대하여 이와 같은 과정을 수행하고 그 결과를 평균하여 입자의 평균지름을 구한다.

본 실험에서는 NIST에서 판매하는 3 μm (NIST SRM 1962)와 10 μm (NIST SRM 1960) 표준입자를 사용하였다. 표준입자성분인 폴리스티렌구는 분자식이 $(C_8H_8)_x$ 이고, 굴절율은 1.59(@589 nm)인 플라스틱으로 몰과 함께 섞어놓은 현

탁액으로 공급되는데 보통 0.2~2.3%의 입자를 포함하며, 약간의 분산제(0.2%)와 방부제(0.1%이하)도 함유하고 있다. 광학현미경은 Leitz사 TYP 036-085.003으로 100배의 대물렌즈를 사용하였고, CCD 카메라 앞쪽에 상 보정용 렌즈를 달았다. 일반 백색광원보다 선명한 초점상을 얻기 위하여, 기존의 백열광 대신 Melles Griot의 헬륨네온 레이저를 광원으로 사용하였으며 회전 간유리를 통과시켜 공간 간섭성을 제거함과 동시에 레이저 빔의 크기를 확장시킨 후, 렌즈를 사용하여 평행광을 만들고, 시편 받침대 아래에서 반사경으로 빛의 진행 방향을 꺾어서 시편을 투과하도록 설치하였다. CCD 카메라는 SONY사의 SSC-M350으로 촬상소자는 흑백 510 \times 492 화소로 이루어져 있다. 입자의 상은 grabber board를 통해서 640 \times 480 화소크기로 CCD 카메라에서 전송받아 Global lab image 라는 영상처리 프로그램을 사용하여 처리하였다. 화면상의 화소 크기를 교정하기 위하여 분해능 2.47 nm의 헤테로 다인 간섭계(ZMI 1000, Zygo Co.)를 사용하였다.

2.1. 시편의 제작과 입자상의 입력

시편은 상의 왜곡을 보정하기 위해 긴 입자열을 이루도록 준비된 시료 #1과 중심거리측정에 사용하기 위해 2, 3개의 입자만을 서로 붙도록 만든 시료 #2 준비하였다. 먼저 시료 #1에서는 배열의 형성이 중요하므로 폴리스티렌 입자를 2~3분간 잘 흔들어 가라앉아있던 입자들이 현탁액 속에 고른 농도로 분포하도록 하였다. 입자들이 유리면 위에 골고루 퍼지면서 배열이 잘 이루어지도록 하기 위해 에탄올로 세척한 slide glass에 현탁액을 한 방울 떨어뜨려 흔들어 주었는데, 이 과정이 생략되면 그대로 건조되어 입자들이 몇 층으로 쌓여 정확한 입자의 초점열을 찾을 수 없기 때문이다. 반면, 시료 #2는 2~3개의 입자들만이 열을 이루도록 하기 위해서 청정수(DI water)를 먼저 떨어뜨린 후에 현탁액을 떨어뜨려 희석된 용액이 유리면 전체에 골고루 퍼지게 한 후에 건조시켰다. 이 때 건조시간은 대략 3~4시간으로 먼지가 앉지 않도록 시료에 덮개를 씌워 건조하였다. 현미경의 대물렌즈 배율은 100배로 하고 시료 #2를 받침대에 올려놓은 다음 받침대 밑에서 위로 시편을 투과하도록 헬륨네온 레이저를 조사한다. 초점상은 현미경의 초점거리를 바꾸면서 밝고 모양이 뚜렷한 것(원형에 가까운 형태)을 선택한다. 또한 CCD 카메라에서 받은 상의 이미지가 선명하도록 회전간유리의 종류를 바뀌가며 최적의 것을 선택한 후에 영상 처리 프로그램으로 화면에 나타난 입자의 초점상을 실시간으로 관찰하면서 정지화면을 입력하고, 영상 처리 프로그램 중에 있는 입자측정방법을 사용하여 밝기에 따른 문턱값을 결정해 테두리를 만들고 그 테두리 내부에서 2차원 무게중심의 좌표를 찾는다.

2.2. 상의 왜곡 보정

광학현미경은 렌즈에 의한 구면수차로 인해 동일한 입자를 측정했을 때, 렌즈의 중심에서 측정되는 입자지름보다 렌즈의 바깥쪽에서 측정되는 입자지름이 더 크게 된다. 따라서 이러한 상의 왜곡으로 발생한 입자지름의 차이를 보정해야만 정확한 크기로 입자지름을 측정할 수 있다.

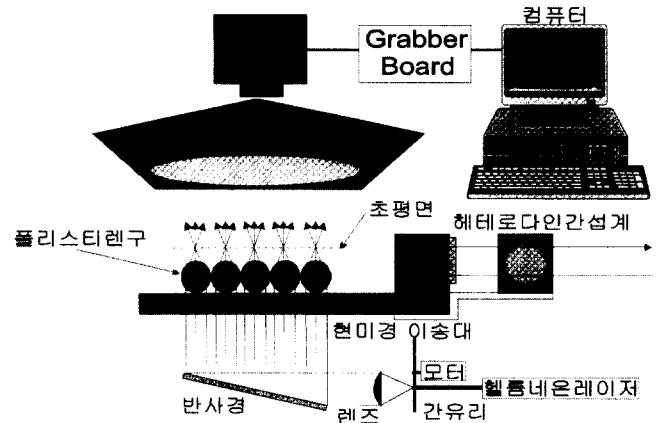


그림 1. 중심거리측정 장비의 개략도.

먼저 상의 왜곡정도를 측정하기 위하여 영상처리 프로그램으로 만들어진 화면(640 \times 480 화소)에 가로축(0~640, 240 화소)과 세로축(320, 0~480 화소)의 중심선을 만들고, 시편 #1을 광학현미경의 받침대에 올려놓는다. 시편 #1의 초점열 중에서 CCD 카메라로 컴퓨터에 실시간으로 입력시키면서 축과 평행한 초점열을 찾아서 중심선에 일치시켰다. 중심점에 하나의 초점(그림 2에서 중심이 흰색인 입자)이 위치하도록 이송대의 위치를 이동시킨 후에 찾은 초점들의 중심좌표를 기록한다. 다시 화면 중심점에 있던 초점의 왼쪽에 있는 초점을 이송대를 조정하여 중심점으로 이동시키고 새로운 중심좌표를 기록한다. 이 때 이동시킨 거리는 두 초점간 거리로 입자간격(d , 3 μm)만큼이다. 그림 2는 중심점에 있는 초점을 오른쪽으로 입자간격만큼 이동한 것을 나타낸 것이다.

각각 저장된 그림파일에서 동일한 입자들의 초점간 거리를 찾아 화소(pixel)를 단위로 계산한 후에 실제 길이 $d(x)$ 와 상의 왜곡에 의한 길이의 차이 $\Delta d(x)$ 를 $\Delta d(x)/d(x)$ 의 관계로 표시했다. 이 때 그래프에서 x 축 위치의 기준을 가로축(x 축)에서는 초점간 거리를 이루는 두 입자 중에서 왼쪽입자로 하고, 세로축(y 축)에서는 아래쪽 입자로 하여 표시하고, 그 결과를 1차 fitting을 하여 기울기(C , 중심점에서 거리에 따른 배율 변화량)를 구하고, x 축과 y 축의 배율 차이를 각각 도시하였다. 위치에 따른 입자 간격의 변화율은 현미경 배율의 변화율과 같으므로 측정 결과는 다음과 같은 식으로 정리할 수 있다.

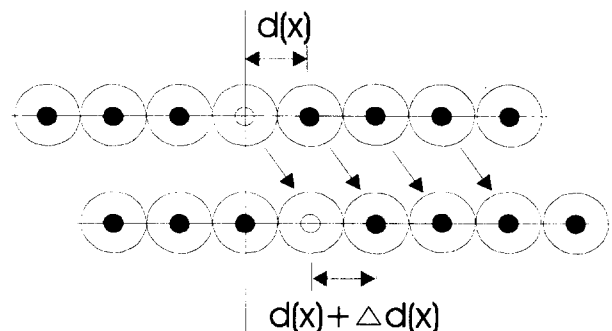


그림 2. 위치 이동에 따른 배율 변화.

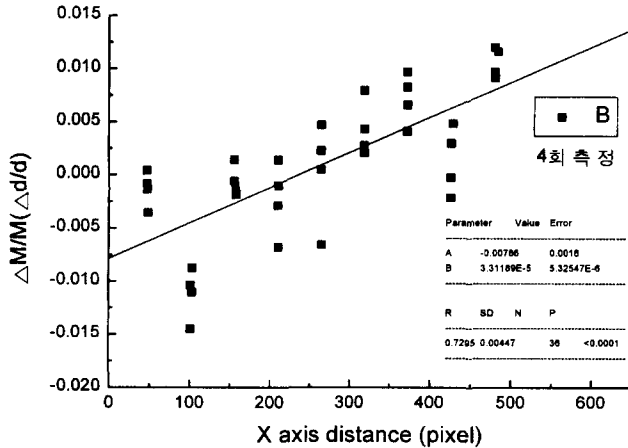


그림 3. x축으로 위치에 따른 배율 오차.

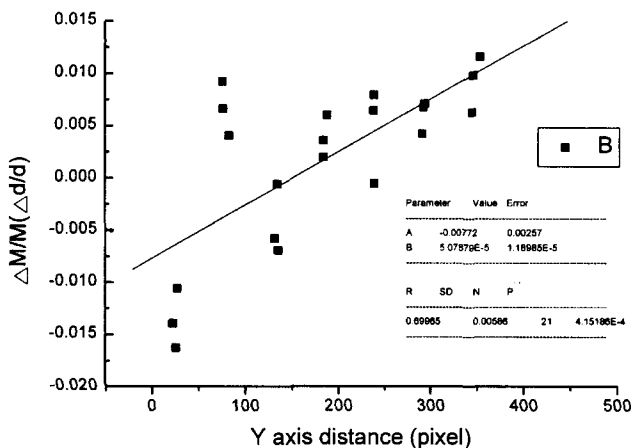


그림 4. y축으로 위치에 따른 배율 오차.

$$\frac{\Delta M(x)}{M(x)} = C_x \quad (1)$$

x 는 이동변위이며, $M(x)$ 는 그 위치에서 실제배율이고, $\Delta M(x)$ 는 상의 왜곡에 의한 실제배율과의 차이를 나타냈다. 그림 3과 그림 4는 1차 fitting 그래프의 기울기(C)를 찾아내기 위한 측정중 한가지 결과이다.

여기서 측정 중에 CCD 카메라로 영상을 입력함으로써 발생하는 오차를 확인하기 위해서 6회씩 반복하였다. 6회 측정의 평균값이 가로축은 0.0000327 ± 0.00000389 (1/pixel)로 세로축은 0.0000476 ± 0.00000842 (1/pixel)로 측정되었다. 또한 가로축과 세로축의 기울기 차이가 생기는 원인을 찾기 위한 실험으로 CCD카메라 배율을 동일한 초점열을 사용하여 가로축과 세로축에서 측정하였다. 그 결과로 그림 5를 보면 가로축에서의 입자간 거리가 세로축에서보다 2.0% 크게 측정되었다. 한편 그림 6은 입자간 거리를 식 (1)을 이용하여 산출했을 경우에 상 왜곡에 의한 배율오차는 같음을 보여주고 있다. 그러므로 가로축과 세로축에 발생한 기울기의 차이는 CCD 카메라에서 장축과 단축의 확대율 차이로 발생한 것임을 알 수 있었다. 따라서 이후의 측정에서는 장축인 가로축만으로 모든 값을 산출하고 세로축은 가로축보다 배율이 2.0%가 적은 사실을 고려하여 입자의 크기 값을 구하였다.

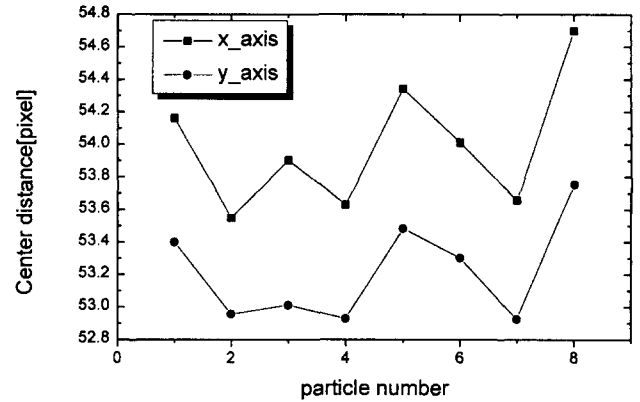


그림 5. CCD 카메라에 의한 축에 따른 오차.

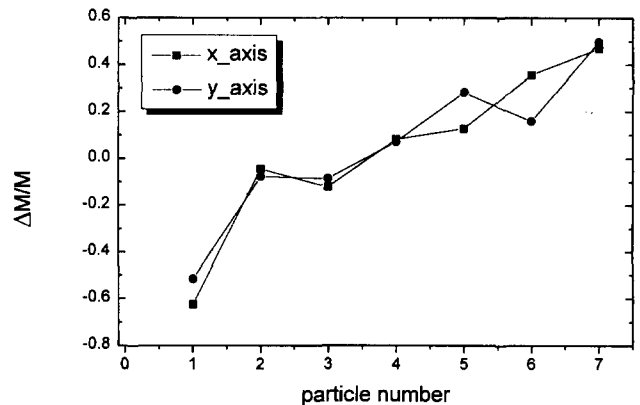


그림 6. 그림 3의 측정에서 배율 오차.

또한 화면상 위치에 의한 배율의 변화량(ΔM)은 입자간격(Δ)과 배율의 미분값(M')으로 표시할 수 있다. 따라서 식 (2)와 같이 정리되고

$$\frac{\Delta M(x)}{M(x)} \approx \frac{M'(x)}{M(x)} \Delta_3 = \frac{d \ln M(x)}{dx} \Delta_3 = C_x \quad (2)$$

식 (2)의 미분식을 풀면 식 (3)과 같이 나타낼 수 있다. 여기서 M_0 는 중심점에서의 배율 (pixel/ μm)을 나타내고, C/Δ_3 은 구해진 기울기를 측정단위(3 μm)로 나눈 후에 실제거리 1 μm 가 상의 거리로 계산되는 값(18.0 화소)을 곱해준다.

$$M(x) = M_0 e^{\frac{cx^2}{\Delta_3}} \approx M_0 \left(1 + \frac{cx^2}{2\Delta_3}\right) \quad (3)$$

상의 거리(L)는 중심점과의 거리에 따른 배율 차이에 의해서 실제 거리(L_0)가 확대되어 나타난다. 즉 중심배율은 위치에 따라서 달라지므로 식 (4)와 같이 정리된다.

$$L = \int_0^{L_0} M(x) dx \approx M_0 L_0 \left(1 + \frac{L_0^2}{2\Delta_3}\right) \quad (4)$$

2.3. 중심배율(M_0)의 측정

화면에서 이동거리의 측정은 입자가 가로축을 따라 축의 한쪽 끝에서 반대쪽 끝까지 이동된 후에 시작과 끝 위치에서 초점좌표를 기록한 후 이동거리를 산출하여 화소를 단위로

나타낸다. 이때 세로방향으로 인접한 2개의 초점을 동시에 측정하여 그 값을 평균한다. 실제 이동거리(μm)의 측정은 간섭계를 그림 1의 개략도와 같이 받침대에 장착하여 화면상의 이동거리(화소)와 동시에 측정하며, 위치의 측정 오차를 고려하여 서로 다른 입자로 8회 측정하여 시작점과 종료점의 좌표를 기록한다. 그 다음으로 식 (5)를 이용하여 중심점의 배율(M_o)을 계산한다. 여기서 L 은 상의 거리 (화소)이고 L_o 는 실제 거리(μm)이다.

$$M_o = \frac{L}{L_o} \left(1 - \frac{CL_o^2}{6\Delta_3} \right) \quad (5)$$

측정된 값은 가로축의 중심배율(M_{ox})이 18.02579 (pixel/ μm)이며, 세로축의 중심배율(M_{oy})이 17.66527 (pixel/ μm)이다. M_{oy} 는 앞에서 언급한 바와 같이 구한 M_{ox} 로부터 $M_{ox} \times 0.98$ 하여 얻었다. 따라서 식 (5)로 구해진 각 축에 대한 중심배율을 식 (4)에 사용하여 화면에서 측정된 거리(L)의 오차를 보정하여 실제 거리(L_o)로 나타낸다. 그림 7은 측정화면의 중심을 원점으로 하여 그 점에서부터 떨어진 초점의 위치에 따른 배율을 식 (3)을 사용한 그래프이고, 그림 8은 중심에서부터 초점 위치까지 상의 길이를 식 (4)를 사용하여 나타낸 그래프이다.

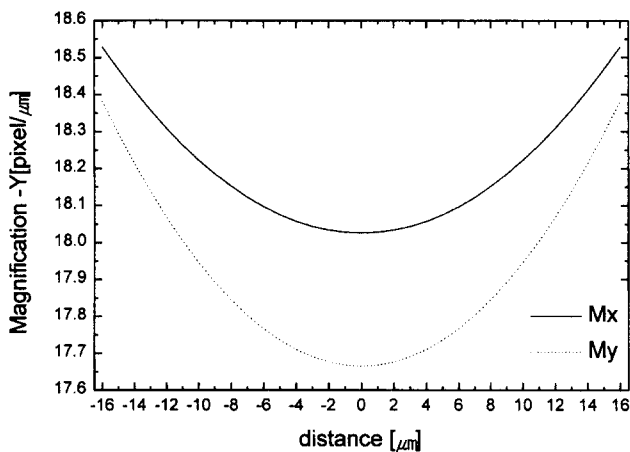


그림 7. 중심에서 이동거리에 따른 배율.

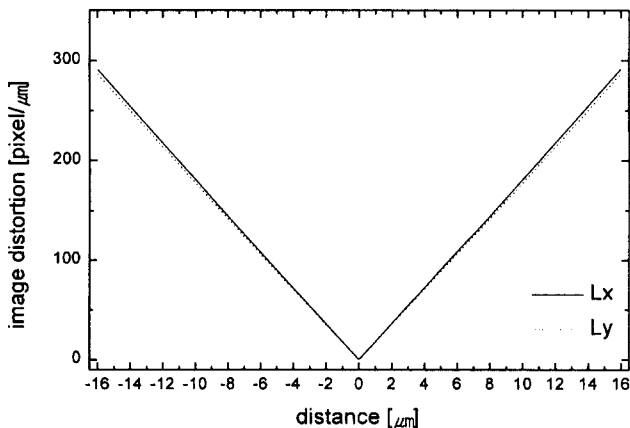


그림 8. 중심에서 이동거리에 따른 상의 거리.

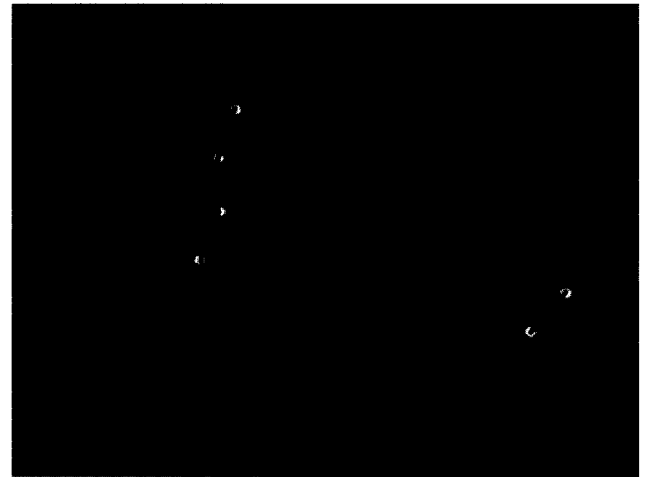


그림 9. 0.3 μm 폴리스티렌구의 측정화면.

2.4. 초점간의 거리측정

상기한 대로 화소의 좌표를 교정한 후, 중심거리측정법으로 3 μm 와 10 μm 폴리스티렌구의 지름을 측정하였다. 시편 #2로부터 2~3개의 입자들로만 구성된 입자열의 초점들을 CCD 카메라로 찍어 컴퓨터에 입력하여 그 좌표를 기록한다. 그림 9는 CCD 카메라로 컴퓨터에 입력된 3 μm 폴리스티렌구 사진중의 일부이다. 각 숫자는 측정순서이고, 각 초점을 이은 선이 입자의 지름을 나타낸다. 매 측정마다의 우연오차를 줄이고 폴리스티렌구 각각의 크기 분산에 따른 오차를 줄이기 위하여 많은 부착 입자군에 대하여 측정을 반복한다. 3 μm 폴리스티렌구는 291회, 10 μm 폴리스티렌구는 146회를 반복 측정하였다.

III. 측정결과 및 불확도분석

시료 #2를 사용한 다수 입자들에 대한 측정에서는 시료 자체가 모두 동일한 입자크기를 갖고있지 않기 때문에, 측정된 입자중에 평균 지름보다 3σ 이상 크기가 벗어나는 입자들은 평균지름 산출시 제외했다. 앞에서 선택된 입자만으로 상의 왜곡을 보정하여 측정한 결과는 3 μm 입자의 경우 $3.011 \pm 0.1252 \mu\text{m}$ (292회)로, 10 μm 입자는 $9.920 \pm 0.2301 \mu\text{m}$ (146회)로 측정되었다.

불확도는 우연성분(random error)과 계통성분(systematic error)으로 나눌 수 있으며 오차요인들을 아래와 같이 분석하고 확장 불확도(coverage factor)를 3(신뢰도 99%)으로 하여 그 결과를 표 1에 정리하였다. 여기서 우연성분은 초점의 좌표를 찾는데 발생하는 오차이며, 계통성분은 현미경의 구면수차에 의해서 생기는 상의 왜곡 및 절대배율을 보정하면서 발생하는 오차를 지칭한다.

3.1. 중심배율의 측정오차

앞서 언급한 바와 같이 중심배율을 측정하기 위해서는 입자의 이동이 화소로 표시되는 상의 이동거리와 실제의 거리로 표시되어야 한다. 먼저 상의 이동거리는 두 개의 입자를 동시에 측정함으로써 두 입자의 이동거리 차이에 의한 오차가 발

표 1. 불확도 산정표

구분	오차원인	3 μm		10 μm	
		오차 분류		오차 분류	
		계통성분	우연성분	계통성분	우연성분
배울교정	중심배울의 측정	0.0214		0.0714	
	상 왜곡의 보정 불확도	0.0088		0.0293	
중심거리 측정	상 왜곡에서 가장 나쁜 경우		0.0269		0.0896
	초점 측정	0.0131		0.0022	
	입자의 찌그러짐	0.0011		0.0016	
입자의 측정	계	0.0299		0.0896	
	입자 크기 분산	0.1252 (N=291)		0.2301 (N=146)	
합계		0.0231	0.129	0.0772	0.247

생하고, 실제 거리 측정은 레이저 간섭계가 시료받침대에 붙어 있기 때문에 금속의 열팽창과 수축에 직접적인 영향을 받아 시작점과 종료점의 측정값이 편차를 갖게 됨으로 발생하는 오차를 포함한다. 따라서 서로 다른 입자를 8회 측정했을 때 두 입자의 상 이동거리를 측정함으로써 16개의 중심배울을 구할 수 있다. 측정결과는 18.01814, 17.96968, 17.89492, 17.93376, 17.98252, 17.99545, 17.98591, 18.04179, 17.9887, 17.94258, 17.88998, 17.93798, 17.96948, 17.98777, 17.97235, 18.02579이고, 평균 중심배울은 17.97106 (pixel/ μm)이며 표준편차는 0.04275이다. 그러므로 입자지름에 대한 오차는 0.7136 %이다. 따라서 불확도는 3 μm 입자의 경우 0.0214 μm 이고, 10 μm 입자는 0.0714 μm 이다.

3.2. 상 왜곡의 보정 불확도

식 (5)로부터 중심 배울 교정시 상의 왜곡에 의한 오차식을 구하면 다음과 같다.

$$\sigma_M = \frac{L}{L_o} \frac{1}{6} \sigma \left(\frac{C}{\Delta_3} \right) L_o^2 \quad (6)$$

여기서 식 (6)에 σ_M 는 중심배울의 표준편차이다. 따라서 식 (5)에서 구해진 중심배울과의 비에 입자의 지름에 비례하는 오차율을 산정한다. 중심배울을 찾기 위한 8회의 측정에서 실제 평균거리는 31.55141/2 μm , 상의 평균거리는 572.1924/2 화소, $\sigma(C/\Delta_3)$ 는 0.00000389/3*18이고, M_o 는 17.97106이다. 이에 따른 입자 지름에 대한 오차는 0.0977%이다. 따라서 불확도는 3 μm 입자의 경우 0.0088 μm 이고, 10 μm 입자는 0.0293 μm 이다.

3.3. 상 왜곡 보정시 가장 나쁜 경우의 오차

상의 왜곡을 고려해서 좌표를 이동시킬 때 발생하는 최대 오차로 중심에서 가장 먼 거리에 있는 입자들의 중심간 거리 측정에서 생기는 오차로써 지름측정시 보정에 따른 최대오차

값이다.

$$\sigma_\alpha = \frac{1}{2} \sigma \left(\frac{C}{\Delta_3} \right) L_o^2 \alpha \quad (7)$$

식 (7)은 배울 보정에서 발생하는 오차로, α 는 측정입자의 직경이며, 중심점에서 가장 먼 거리(L_o)는 16 μm 이다. $\sigma(C/\Delta_3)$ 는 0.00000389/3*18이다. 따라서 신뢰구간 99%에서 3 μm 입자는 0.0269 μm 이며, 10 μm 입자는 0.0869 μm 이다.

3.4. 초점 측정의 오차

초점의 상을 컴퓨터에 입력시켜 화상처리 프로그램을 사용하여 초점의 중심을 측정하게 되는데 초점의 밝기에 따라 앞서 언급한 바와 같이 문턱값을 조정하면 입자의 중심이 이동하여 두 개 입자의 중심간 거리를 측정하는데 발생하는 오차이다. 초점은 밝기가 0에서 255까지 단계로 등급이 정해져 있으며 측정시에는 원형에 가까운 것을 선택하게 된다. 한 개의 입자에 대해서 밝기를 측정하는 문턱값에 ± 1 하여 반복 측정한 결과, 불확도는 3 μm 입자의 경우 0.0131 μm 이고, 10 μm 입자는 0.0022 μm 이다.

3.5. 입자의 찌그러짐 오차

미립구가 평평한 기판 위에 있을 때 바닥과 입자 사이에 작용하는 van der Waals 힘에 의한 인력이 탄성변형과 평형을 이룰 때까지 입자를 변형시켜 형태가 찌그러지면서 직경이 감소한다. 식 (9)와 같이 직경의 감소량(ΔD)이 주어진다.

$$\Delta D = \frac{1}{8} \left[\frac{2(1-\eta^2)^2 D A^2}{\epsilon^4 E^2} \right]^{1/3} \quad (9)$$

여기서 η 는 Poisson 상수로 폴리스티렌의 경우 0.3이며, D는 측정입자의 직경(3×10^{-4} cm)이고, A는 hamaker 상수로 폴리스티렌의 경우는 1×10^{-12} erg이다. ϵ 은 최소 접근 거리로 3×10^{-8} cm이고, E는 Young's modulus로 폴리스티렌의 경우 3×10^{10} dyne/cm² 이다. 따라서 측정시 불확도는 3 μm 입자의 경우 0.0015 μm 이고, 10 μm 입자는 0.0023 μm 이다.^[10-12]

이상의 오차요인들을 고려하여 평균지름의 최종 확장 불확도를 구하면 3 μm 입자의 경우 $\sigma_{3, \text{tot}} = 0.0231 + 0.129/\sqrt{291} \approx 0.031$, 10 μm 입자는 $\sigma_{10, \text{tot}} = 0.0772 + 0.247/\sqrt{146} \approx 0.098$ 을 얻는다. 따라서 3 μm 입자의 크기는 3.011 ± 0.031 μm (불확도 1.03%)로, 10 μm 입자의 크기는 9.920 ± 0.098 μm (불확도 0.99%)로 표기할 수 있다. NIST에서 측정된 결과와 비교하면 3 μm 입자(2.997 ± 0.011 μm)의 경우 평균지름이 0.46% 크게 측정되었으며, 10 μm 입자(9.89 ± 0.04 μm)는 0.3% 크게 측정되었다. 본 방법에 의한 불확도내에서 양 기관의 측정결과는 일치하나 3 μm 의 경우 KRISS값이 NIST값의 불확도 범위밖에 있고, 불확도는 2.8배 크고, 10 μm 의 경우 불확도가 2.5배 크게 나타났다. 그러나 측정 불확도가 1%정도로 표준입자로 사용하기에 실질적으로 충분하므로, 본 연구를 통해 개발된 방법으로 교정된 3 μm 와 10 μm 표준입자는 1 μm 이상의 물체 크기 측정에 광범위하게 사용되는 광학현미경의 배울교정

에 유용하게 사용될 수 있다.

다만 불확도 산정 결과에 의하면 계통오차가 크게 나타나므로, 불확도를 더 낮추기 위한 몇 가지 개선책을 제안한다. 첫째 CCD 카메라의 경우, 사진필름에 비해서 화소(pixel)수가 적어 상대적으로 분해능이 낮아 초점측정 오차가 크게 나타나므로 화소수가 많은 CCD 카메라로의 교체가 불확도를 개선할 수 있을 것으로 보이고, 둘째 헤테로다인 간섭계에 의한 이송대의 위치이동 측정시 온도흐름에 의한 이송대의 길이 변화로 인한 계통오차가 발생하므로, 온도에 대한 안정성을 갖는 이송대의 설계에 의한 개선이 가능할 것이다.

IV. 결 론

본 논문은 NIST에서 사용한 중심거리측정방법에서 수작업에 의존했던 분석과정을 폐회로 카메라의 도입 및 전산작업을 통해서 실제로 광학현미경 교정에 사용이 가능한 수준까지 개선하고 제반 과정의 불확도 요인을 분석하였다. 측정된 결과는 3 μm 폴리스티렌구가 $3.011 \pm 0.031 \mu\text{m}$ (불확도 1.03%)로, 10 μm 폴리스티렌구가 $9.920 \pm 0.098 \mu\text{m}$ (불확도 0.99%)였다. 교정에 표준시편을 이용하기 위해서는 1% 이하의 불확도 내에서 정확한 크기가 측정되어야 하는데, 현재 측정된 불확도 수준으로 이번 연구의 측정방법이 표준입자의 교정에 충분히 유용하다는 것을 보였다. 더불어 NIST에서 개발한 중심거리측정법(CDF)의 경우, 폴리스티렌구의 사진을 찍고 현상하여 그 필름을 3차원 측정기로 측정하던 방식을 개선하여 현미경에 장착된 CCD 카메라로 입자의 상을 컴퓨터에 실시간 입력하고 분석함으로써 측정시간을 크게 줄이고 측정의 편의성을 향상시켰으며, 또한 컴퓨터와 현미경만으로 측정이 가능하게 됨으로써 사용장비를 대폭 줄여 간편하게 하였고, 공간을 크게 절약하였다

참고문헌

- [1] A. W. Hartman, "Particle size standard and their certification at NIST" MD 20089.
- [2] Thomas R. Lettieri, "Proceedings of the international symposium on optical particle sizing: theory and practice" Rouen, France 1987.
- [3] A. W. Hartman, "Standards for particle size" The international Conference on Liquid Borne Particle inspection and Metrology, Arlington, VA; May 1987.
- [4] 손공숙의 "Mie산란을 이용한 작은 유전체공의 평균지름 측정", 석사학위청구논문, 전북대학교, 1994.
- [5] 박병천의 "광산란을 이용한 0.3 μm 폴리스티렌구의 평균지름측정불확도", 한국광학회지 제9권 제4호, 1998.
- [6] 엄천일의 "입도 표준확립(KRISS-96-041-IR)", 2차년도 보고서, 한국표준과학연구원, 1996.
- [7] G. W. Mulholland, *et al.*, "Development of a one-Micrometer-Diameter Particle Size Standard Reference Material", JRNBS Vol 90, No 1, 3(1985).
- [8] S. D. duke *et al.*, "Improved Array Method for Size Calibration of Monodisperse spherical Particles by optical Microscope", Particulate science and Technology, Vol 7, 209 (1989).
- [9] Thomas R. Lettieri, *et al.*, "Certification of SRM 1960 : 10 μm Diameter Polystyrene Spheres", Journal of Research NIST, **96**(6), p. 669 (1992).
- [10] Arie W. Hartman, *et al.*, "Certification of NIST SRM 1962 : 3 μm Diameter Polystyrene Spheres", Journal of Research NIST, **97**(2), p. 253 (1992).
- [11] B. V. Derjaguin, V. M. Muller, and Yu P. Toporov, J. Coll. Interf. Sci. **53**, 414, (1975).
- [12] K. L. Johnson, K. Kendall, and A. S. Roberts, Proc. Roy. Soc. Lond. **A324**, 301, (1977).

Improvement of size measurement polystyrene spheres of diameters 3 μm and 10 μm by optical microscope with CCD camera

Ki Young Jung, Byong Chon Park*, Ju Sik Kang*, Won Young Song and Beom-hoan O

College of Electrical and Computer Engineering, Inha University, Incheon 402-751, Korea

*Length group, Korea Research Institute of Standards and Science, Tajeon 305-600, Korea

(Received October 26, 1998, Revised manuscript received November 23, 1998)

Center Distance Finding (CDF) is a technique to find the sphere diameter by measuring the distance between two contacting spheres. The focal spots of the sphere clusters are formed in the back-focal plane by the transmission-mode optical microscope with the pseudothermal illumination source. Digital images taken by the CCD camera were processed by the software called Global Lab Image. The centers of the focal spots are found and the spot positions are expressed in terms of the CCD pixel elements, whose coordinates are calibrated by a heterodyne interferometer. The new CDF measurement system has been developed, which are more advantageous in time and convenience than the existing system, while the measurement uncertainty remains sufficient for its use as a magnification standard for optical microscopy. Two kinds of polystyrene spheres whose nominal diameters 3 and 10 μm (NIST SRM 1962 and 1960) are measured with the uncertainty less than 1% at the confidence level of 99%, and the results are compared with the results of National Institute of Standards and Technology.