

광학적 입자열 측정법에 의한 폴리스티렌구의 평균지름 측정

강주식 · 박병천

한국표준과학연구원 역학연구부 길이연구그룹

(1998년 11월 2일 받음, 1998년 12월 29일 수정본 받음)

광학적 입자열 측정법을 사용하여 공칭크기가 1, 2, 3, 5, 그리고 10 μm 인 폴리스티렌 표준구의 평균지름을 측정하고 불확도를 분석하였다. 광학적 입자열 측정법이란, 슬라이드 글라스 위에 표준입자를 6각형 구조로 배열시킨 후, 입자열의 길이를 측정하고 이를 입자의 개수로 나누어 평균지름을 구하는 방법을 말하는데, 본 연구에서는 CCD 카메라와 화상 처리를 도입함으로써 기존의 목적에 의한 측정방법보다 정확하고 편리하게 측정할 수 있도록 하였다. 입자열의 현미경 상을 CCD 카메라로 얻은 후 소프트웨어 필터를 적용시켜 입자열의 길이를 화면의 픽셀단위로 측정하였으며, 이를 실제 길이로 환산하기 위해, 스테이지 마이크로미터의 현미경 상에 역시 필터를 적용시켜 구한 길이환산계수를 곱하였다. 이 길이를 입자열을 이루는 입자의 개수로 나누고, 공기층에 의한 효과와 입자의 찌그러짐 효과를 보정한 결과, 각 입자의 평균지름은 제조 회사의 인증값과 0.7% 이내로 일치하였으며, 측정불확도는 1.5% 이내로 얻어졌다.

I. 서 론

작은 입자의 크기를 정확히 측정하는 일은 반도체나 의학, 또는 관련 분야에 있어서 매우 중요한 부분을 차지하고 있다. 입자의 크기는 작게는 바이러스(0.005 μm)로부터 크게는 산업 분진(10~500 μm)에 이르기까지 다양하며, 측정방법도 입자의 크기에 따라 다양하게 개발되어왔다.^[1] 입자의 정확한 측정을 위해서는 크기의 표준이 되는 표준입자가 사용되는데, 표준입자는 표준기관 또는 표준입자 제조회사에서 제조된, 정확히 알려진 크기를 가지는 구형 입자를 말한다. 표준입자는 크기의 분산이 0.1%~수% 수준인 monodisperse 표준입자와, 그 이상의 크기 분산을 가지는 polydisperse 표준입자로 분류될 수 있으며, 입자의 지름은 수 nm로부터 수 mm에 이르기까지 다양하다. 표준입자는 그 크기에 따라 측정방법도 달라지게 되어, 크기가 0.3 μm 이하인 표준입자는 준탄성 광산란(QELS)을 이용하여 측정하고,^[2] 0.5~2 μm 의 크기에 대해서는 Mie 산란장치를 이용하여 측정하며,^[3] 1 μm 이상의 입자에 대해서는 광학현미경을 사용하여 측정하게 된다.

광학현미경을 사용한 측정법에는 미국 Duke사에서 사용하고 있는 광학적 입자열 측정법(optical array sizing)^[4]과 미국 표준국(NIST)에서 사용하고 있는 중심거리 측정법(center distance finding)^[5]이 있는데, 서로 보완적인 장단점을 가진다. 즉, 중심거리 측정법은 입자사이의 공기층을 배제함으로써 더욱 낮은 불확도로 입자의 평균지름을 측정할 수 있는 장점이 있으나, 상대적으로 측정이 복잡하고 오랜 측정시간이 소요되며, 광학적 입자열 측정법은 중심거리 측정법에 비해 상대적으로 불확도가 높지만, 매우 간편하고 빨리 측정할 수 있는 장점을 가진다.

본 논문은 광학적 입자열 측정법을 이용한 monodisperse 폴리스티렌구의 평균 지름 크기 측정에 관한 연구 내용을 담고

있다. 본 연구에서는 광학적 입자열 측정법을 이용하되, 기존에 사용되던 목적에 의한 방법 대신 CCD 카메라와 컴퓨터를 이용한 화상 처리 방법을 채택함으로써, 보다 편리하고 정확히 1 μm 이상의 크기를 가지는 표준입자의 평균지름을 측정하는 기술을 확립하였다.

II. 광학적 입자열 측정법

광학적 입자열 측정법은 오래 전부터 사용되어 오던 방법을 1977년에 미국의 표준입자 제조기관인 Duke Scientific Corporation에서 발전시켜 사용하여 온 방법으로, 개개의 입자대신 입자열의 길이를 측정하여, 이로부터 입자의 평균크기를 계산해 내는 방법이다.^[4] 표준입자의 현탁액을 슬라이드 글라스에 떨어뜨려 밀집 구조인 육각형(hexagonal) 구조의 입자 배열을 형성시킨 후 광학현미경에 놓고, 현미경을 통해 N개의 입자로 이루어진 입자열의 길이를 측정한다. 측정된 입자열의 길이가 L이라면 입자의 평균지름 \bar{D} 는

$$\bar{D} = \frac{L}{N} \quad (1)$$

로써 구해지는 것이다.

본 연구에서는 Duke사의 방법을 기본적으로 따르면서 측정시스템을 개선시킴으로써 보다 편리하고 정확히 측정할 수 있도록 하였다.

먼저 목적에 의지하던 reticle에 의한 눈금측정 대신에, CCD 카메라와 컴퓨터를 광학현미경·장치에 연결하여 상을 화일로 받아들인 후 화상 처리를 실시하여 입자열의 길이를 측정함으로써 측정정확도를 높였다. 현미경의 공간적 배율교정 대신에, 스테이지 마이크로미터를 사용하여 화면상에서 입자열의 길이와 근사한 길이에 대한 픽셀길이를 교정함으로써, 현미경렌즈의 수차에 의한 왜곡에 영향을 받지 않도록 하

였다. 그리고 입자열의 가장자리를 검출하던 것을, 상의 강도 곡선으로부터 필터링을 통하여 입자의 중심을 검출하는 방식으로 전환시켰다. 그리고 화상 처리에 의해, 입자열을 이루는 N개의 입자 모두의 중심 좌표가 측정되므로, 평균직경뿐만 아니라 필요한 경우 화면 전체 영역에 대한 배율교정과 왜곡 보정을 통해, 입자의 크기 분포도 측정할 수 있게 되었다.

입자열의 양단을 이루는 두 입자간의 중심거리를 측정하므로, 입자열이 N개의 입자로 이루어져있고 두 입자간의 거리가 L이라면 평균지름의 길이 \bar{D} 는

$$\bar{D}_{measured} = \left(\frac{L}{N} - 1 \right) \quad (2)$$

이 된다 (그림 1(b)).

III. 측정장치 및 측정 방법

3.1. 측정장치

광학적 입자열 측정장치는 광학현미경과 CCD카메라, frame grabber, 그리고 컴퓨터로 구성되는데 그 개략도는 그림 1(a)와 같다.

사용한 광학현미경은 독일의 Leitz사의 모델로서 반사식 조명과 투과식 조명을 모두 사용할 수 있게 되어 있으며, 대물 렌즈의 배율은 10배, 20배, 32배, 50배, 80배, 100배의 5가지

이고 대안렌즈의 배율은 10배이므로 100배에서 1000배에 이르기까지 총배율을 선택할 수 있다. 또한 카메라를 연결할 수 있도록 어댑터가 되어 있어서 컴퓨터 인터페이스를 이용한 화상저장을 쉽게 할 수 있다. CCD 카메라를 현미경에 연결하여 사용하였는데, 사용한 카메라는 일본 SONY사의 SSC-M 350 모델로서 CCD 칩은 510개×492개로 총 250920개의 화소를 가지며 sensing 면적은 6.3 mm×4.7 mm이다.

화면저장을 위한 frame grabber는 Data Translation사의 DT55 (vision-EZ) 보드를 사용하였는데, 이 보드는 640×480의 화면 해상도를 제공하면서 상의 밝기를 256 단계의 gray level로 나타내주며, 화상 분석 소프트웨어인 Global Lab Image를 지원하므로 쉽게 강도곡선을 보고 데이터를 화일로 저장할 수 있는 편리함을 제공한다. 이 frame grabber를 IBM pentium 호환기종인 개인컴퓨터에 연결하여 신속하게 데이터를 주고받으며 분석할 수 있도록 하였고, 외부 모니터로는 OPC사의 OVM-PE10를 사용하였다. 측정에 사용한 표준입자는 미국 Duke사의 표준입자로, 사용한 표준입자의 종류는 각각의 공칭치수(nominal size)가 1, 2, 3, 5, 그리고 10 μm 인 5가지이다.

3.2. 측정방법

모든 과정을 초청정실내에서 수행하였다. 초청정실은 청정도가 class 100으로 유지되며 온도는 $\pm 0.5^\circ\text{C}$, 습도는 50% 이하가 유지되는 항온항습실이다.

측정순서는 측정할 입자의 크기에 따른 현미경의 배율 하에서의 픽셀길이의 교정, 입자열 시편의 제작, 확대화면의 capture, 입자간 거리측정, 평균직경계산, 불확도 산출의 순이다.

3.2.1. 픽셀길이의 교정(길이환산계수의 측정)

광학적 입자열 측정법은 현미경을 사용하는 측정법이지만 현미경의 배율을 직접 교정할 필요는 없다. 그 이유는 본 연구에서는 현미경 대안렌즈의 십자선을 사용하여 길이를 측정하지 않기 때문이다. 현미경에 연결된 CCD 카메라에 의한 상을 모니터에서 픽셀 개수로 측정하기 때문에, 측정조건하에서의 픽셀길이의 교정을 통해 실제 길이로 환산이 가능하게 되는 것이다. 이 교정에 사용되는 것은 스테이지 마이크로미터 눈금의 CCD 상인데, 본 측정에 사용한 스테이지 마이크로미터는 영국 Graticules사의 제품으로 총길이 0.1 mm를 50등분하여 눈금이 새겨져 있으므로 한 눈금 간격은 2 μm 에 해당되며, 선형교정장치에서 헤테로다인 레이저 간섭계를 사용하여 교정된 스테이지 마이크로미터이다. 스테이지 마이크로미터 눈금간의 간격을 정확히 알고 있으므로 두 개의 눈금사이의 거리와 화면상에서의 두 개 눈금사이의 pixel수를 비교하여 길이환산계수를 구함으로써 pixel 공간의 길이가 실제공간의 길이로 환산될 수 있는 것이다. 2차원 육각형 배열의 방향은 항상 정확히 화면의 x축과 나란할 수 없으므로 픽셀공간 길이의 교정은 화면의 수평방향과 수직방향인 x와 y 방향에 대해 모두 수행하여야 한다. 이를 위해 같은 스테이지 마이크로미터를 각각 수평과 수직방향으로 놓고, 각각의 화상을 저장하여 측정하였다. 스테이지 마이크로미터의 눈금은 일정한

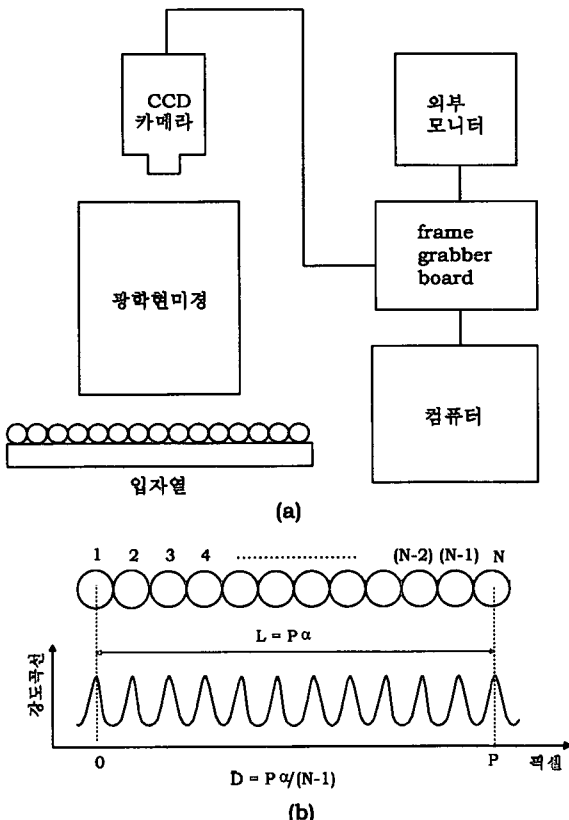


그림 1. 광학적 입자열 측정법. (a) 측정 장치의 개략도. (b) 측정 원리. α 는 길이환산계수(μm /픽셀)임.

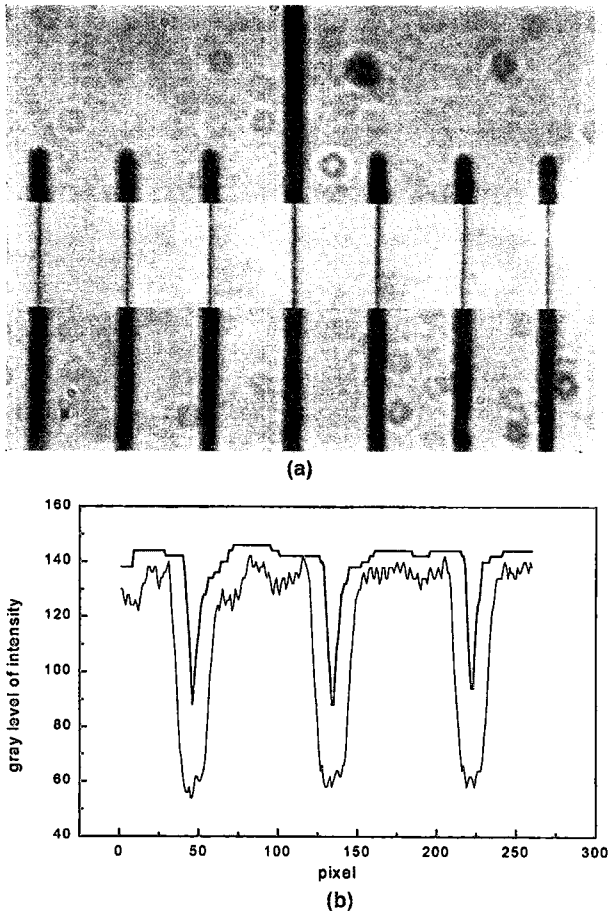


그림 2. 스테이지 마이크로미터 눈금의 현미경 확대상. (a) 필터링 전후의 이미지 (비교를 위해 가운데 부분만 필터링 하였음), (b) 필터링 전후의 강도곡선 (가는 선이 필터링 이전, 굵은 선이 필터링 이후의 강도임).

선폭을 가지므로 강도 곡선의 골이 예리하지 못해서 이 화상으로부터 눈금의 중심의 위치를 찾는 것은 쉽지 않다. 이것을 해결하기 위하여 소프트웨어 필터를 사용하여 필터링을 하였다. 사용한 필터는 $n \times n$ (n 은 3, 5, 7, 또는 9)의 정방형 윈도우로, 이 윈도우를 이미지 위로 이동시키면서 윈도우안에 있는 $n \times n$ 개의 픽셀들의 gray level 값중 가장 밝은 값을 중심 픽셀의 값으로 취하도록 하였다. 이 작업을 통해 밝은 부분은 넓어지고 어두운 부분은 좁아지므로 눈금의 중심 위치를 찾기가 쉬워진다. 배율 50×의 배율을 가진 대물렌즈를 사용하였을 때 화면에 나타난 스테이지 마이크로미터의 상과 최초 상의 intensity profile, 그리고 7×7 필터를 3회 거치고 난 image의 intensity profile의 예를 그림 2에 나타내었다. 스테이지 마이크로미터 이미지의 중앙 부위는 필터링이 실시됨으로써 선폭이 줄어들든 모습을 보여주며, intensity profile은 필터링의 효과를 보이기 위해 이미지 중에서 3개의 눈금 사이의 그래프만을 확대하여 도시하였다.

화상의 픽셀거리를 실제의 길이로 환산하기 위하여 화상 내에서의 한 눈금과 다른 눈금 사이의 픽셀 수를 측정하였는데, 이는 필터링 된 상의 중심부 영역에서 강도 곡선을 보고 눈금의 중심 위치를 찾아 실시하였으며, 오차를 줄이기 위하

여 필터링된 영역이 포함하는 평균 100개의 열 (수직방향의 image에서는 100개의 행)에 대하여 측정하여 평균값을 취하였다.

3.2.2. 입자열 시편의 제작 및 현미경 이미지 capture

입자열 시편의 제작은 슬라이드 글라스 위에 표준입자의 입자열을 형성시키는 작업을 말하는데, 슬라이드 글라스의 세척이 중요한 변수가 된다. 슬라이드 글라스 위에 μm 크기의 입자를 배열시키는 작업이므로 기판위에 먼지나 유기물 등의 오염물질이 있을 경우 표준입자들은 입자열을 이룰 때 균일한 구조대신 흩어진 구조를 나타내게 된다.

기판의 세척은 초청정 벤치내에서 실시하였으며, 먼저 초청정수(DI water)로 세척한 후 Micro 세제의 2% 수용액을 사용하여 유기물을 세척하였고, 다시 초청정수로 충분히 헹군 후, 필터를 거친 압축공기로 건조시키는 작업을 실시하여 세제를 완전히 씻어내었다. water break test에 통과할 때까지 세척과정을 반복하여 청결한 기판을 마련하였다. 최종적으로 air gun을 사용하여 수분을 제거시킨 후 표준입자 현탁액을 한 방울 떨어뜨리는데, 입자들은 물에 녹지 않고 용기의 바닥에 가라앉아 있으므로 사용 전에 약 2분 정도 용기를 천천히 회전시키고 뒤집기를 반복하여 골고루 섞이게 하는 과정이 필요하며, 표준입자 현탁액은 원액을 그대로 사용하기도 하고 더 희석시켜 사용하기도 하는데 너무 희석시킬 경우 입자열이 형성되지 않으므로 주의하였다. 입자 현탁액을 떨어뜨려 입자열을 형성시키는 방법에는 여러 가지가 있지만 본 연구에서는 슬라이드 글라스 위에 입자 현탁액을 한 방울 떨어뜨린 후 기울여서 흘러내리게 한 후 자연스럽게 건조시키는 방법을 사용하였다. 슬라이드 글라스에 현탁액을 떨어뜨리고 기울여서 현탁액이 흐르게 한 후, 현미경 입도 측정장치에 놓고 입자들의 이동 모습을 지켜봄으로써 입자열이 형성되는 과정을 관찰하였다. 슬라이드 글라스가 기울여질 때 중력에 의해 흘러내리면서 현탁액은 얇은 수막으로 바뀌는데, 이 수막을 따라 흘러다니던 입자들은 점점 수막이 건조해갈수록 수분에 이끌려 이동하다가 표면장력에 의해 모이게 되며, 모인 입자덩어리는 다른 입자 덩어리와 다시 결합하면서 결국 단일 층의 밀집 구조인 2차원 육각형 구조를 이룸을 발견할

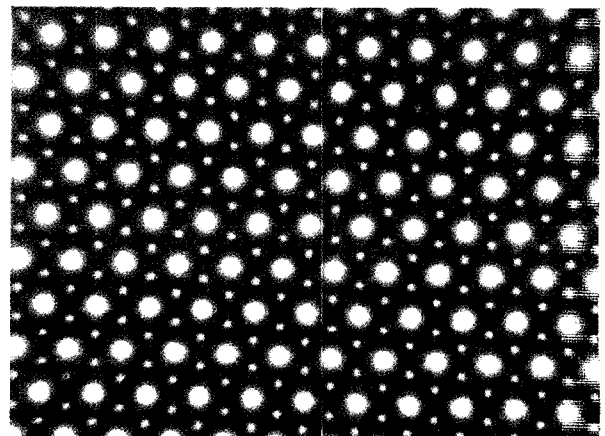


그림 3. 공칭크기가 10 μm 인 폴리스티렌구 입자열의 현미경 사진.

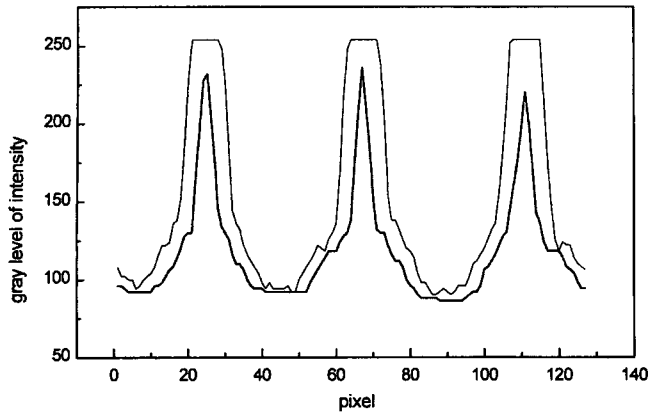


그림 4. 필터링 전후의 입자열의 강도곡선.

수 있었다.

사용한 표준입자는 미국 Duke사의 폴리스티렌 구로서, 분자식은 $(C_8H_8)_n$ 이며, 굴절률은 1.59(@589 nm)이고, 약간의 분산제와 방부제를 포함하는 물에 섞인 현탁액 상태로 공급된다. 이 표준입자를 사용하여 입자열을 형성시킨 후 frame grabber를 이용하여 입자열의 현미경 이미지를 입력하였으며, 진동에 의한 오차를 줄이기 위하여 5~10 프레임에 대한 평균값을 취하였다. 현미경 이미지의 예로서 10 μm 의 입자의 경우에 대한 사진을 그림 3에 나타내었다.

3.2.3. 입자열의 거리 측정

입자 크기의 불균일함, 입자의 나쁜 진원도, 또는 기형적인 모양을 지닌 입자의 존재, 입자들의 뭉침(flocculation) 등에 의해 육각형 구조의 배열이 전체적으로 완벽하게 되기는 쉽지 않으므로, 현미경으로 배열이 잘 된 부분만을 골라서 측정을 실시하였다.

측정대상인 입자열들은 최소한 10개 이상의 입자를 포함하도록 하였으며, 한 크기에 대해 20개 이상의 입자열을 측정하였다. 각 입자열이 선택되면 강도 곡선을 보고 양단을 이루는 입자들의 중심사이의 거리를 측정하였는데, 이를 용이하게 하기 위하여 소프트웨어 필터링을 실시하였다. 필터링은 앞에서 스테이지 마이크로미터의 눈금 위치를 찾기 위한 필터링과 반대로 작용시켜, 어두운 영역을 넓히고 밝은 영역을 좁히도록 하여 입자의 밝은 부분의 중심위치를 찾기 쉽도록 하였는데, 이를 위하여 사용한 필터는 $n \times n$ (n 은 3, 5, 7, 또는 9)의 정방형 윈도우로, 이 윈도우를 이미지 위로 이동시키면서 윈도우 안에 있는 $n \times n$ 개의 픽셀들의 gray level 값 중 가장 어두운 값을 중심 픽셀의 값으로 취하도록 하였다. 그림 4에 필터링 전후의 강도 곡선의 예를 나타내었다.

IV. 측정 결과 및 불확도 분석

광학적 입자열 측정법으로 측정되는 평균지름 \bar{D} 는 보정항을 고려하면 다음과 같이 표현된다.

$$\begin{aligned} \bar{D} &= \bar{D}_{measured} - \delta D + \Delta D \\ &= \left(\frac{P \cdot \alpha}{N} - 1 \right) - \delta D + \Delta D. \end{aligned} \quad (3)$$

여기서 P 는 평균입자열의 픽셀 개수를, 그리고 α 는 길이환산계수를 나타내며, N 은 입자열을 이루는 입자의 개수를 나타낸다.

δD 는 공기층에 대한 보정항이다. 일정한 크기를 가지는 monodisperse 표준입자를 사용하더라도 사용되는 입자들의 지름은 0.1%~수% 정도의 분산을 가지기 때문에 실제로 입자열을 이루는 각 입자들은 주위의 6개의 입자와 모두 접촉을 하지 못하게 되며, 사이사이에 공기층이 존재하게 되어 실제 값보다 더 큰 지름값이 측정되게 된다. Kubitschek은 입자들의 지름의 표준편차가 σ_D 일 때, 공기층으로 인하여 더 크게 측정되는 지름의 오차 δD 는

$$\delta D = (0.46 \pm 0.03) \sigma_D \quad (4)$$

입을 모델 실험을 통해 밝혀내었으며,^[6] Hartman은 실험적으로 이를 확인한 바 있다.^[7] 본 연구에서는 직접 한 개 한 개의 입자지름 크기를 측정하는 것은 아니어서 위의 식을 그대로 사용할 수는 없으나, N 개의 입자열로부터 구한 N 개의 평균 지름값의 표준편차를 입자개수로 나눈 값을 σ_D 로 근사하여 사용하였다.

ΔD 는 입자의 찌그러짐을 보정하는 항이다. 작은 구형입자가 평평한 기관 위에 놓여있을 때 바닥과 입자 사이에 작용하는 van der Waals 힘에 의한 인력은 탄성변형과 평형상태를 이룰 때까지 구를 변형시켜서 입자의 찌그러짐 현상(flattening)을 유발시킨다. Derjaguin^[8]에 의하면 이 변형에 의한 직경의 감소량 ΔD 는

$$\Delta D = \frac{1}{8} \left[\frac{2(1-\eta^2)DA^2}{\epsilon E^2} \right]^{1/3} \quad (5)$$

로 주어진다.^[8] 여기서 η 는 Poisson 상수로서 폴리스티렌의 경우 0.3이며, D 는 구의 지름이고, A 는 Hamaker 상수로 폴리스티렌의 경우 1×10^{-12} erg이다. ϵ 은 최소 접근 거리로서 0.3 nm이며, E 는 Young's modulus로 폴리스티렌의 경우 3×10^{10} dyne/cm²이다. 본 연구에서는 육각형 구조를 사용하였으므로 한 입자는 6개의 입자로 둘러싸여 접촉하게 된다. 이 때 한 입자는 서로 다른 3방향으로 힘을 받아 탄성변형이 일어나게 되는데, 이 탄성변형은 접촉 부분 주위의 국소적인 공간에서만 일어날 것이므로 결국 얻어지는 지름 감소량은 근사적으로 위의 식으로 표현될 수 있다. 각 상수를 대입하여 계산해보면 ΔD 는 입자의 크기에 따라 0.001~0.002 μm 의 값을 가지는데, 이 값을 평균 지름값에 더하여 이 효과를 보정하였다.

측정 불확도의 요인으로는 스테이지 마이크로미터의 교정 불확도, 길이환산계수의 불확도, 입자의 중심 찾기의 불확도, 입자들의 크기 분산에 의한 불확도, 그리고 이로 인해 발생하는 air gap에 의한 불확도, 입자의 찌그러짐 효과 등이 존재한다.

이들을 수식으로 표현하면

$$u_D^2 = \bar{D}_{measured} \left\{ \frac{u_P^2}{P^2} + \frac{u_\alpha^2}{\alpha^2} \right\} + u_{airgap}^2 + u_{flat}^2 + u_{random}^2 \quad (6)$$

표 1. 측정 불확도 산정표

항목	공칭크기(μm)				
	1	2	3	5	10
입자열의 입자개수 : N(개)	31	15	14	12	11
입자열의 픽셀개수의 표준편차 : (픽셀)	0.96	0.95	1.01	0.71	1.13
입자열의 픽셀개수의 불확도 : u_p (픽셀)	$2/\sqrt{3}$	$2/\sqrt{3}$	$2/\sqrt{3}$	$2/\sqrt{3}$	$4/\sqrt{3}$
stage micrometer 눈금 사이의 거리의 불확도 : σ_l (μm)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
stage micrometer 눈금 사이의 픽셀 개수의 불확도 : σ_q (픽셀)	$2/\sqrt{3}$	$2/\sqrt{3}$	$2/\sqrt{3}$	$2/\sqrt{3}$	$2/\sqrt{3}$
길이환산계수 : $\alpha(\mu\text{m}/\text{픽셀})$	0.0562	0.0562	0.0699	0.1123	0.1767
$\bar{D}_{measured} \cdot \frac{u_p}{P}$ (μm)	0.0022	0.0046	0.0062	0.0118	0.0408
$\bar{D}_{measured} \cdot \frac{u_q}{q}$ (μm)	0.0022	0.0044	0.0064	0.0102	0.0203
$\bar{D}_{measured} \cdot \frac{u_l}{l}$ (μm)	0.0067	0.0134	0.0158	0.0157	0.0199
random 불확도 : u_{random} (μm)	0.0018	0.0038	0.0054	0.0072	0.0200
air gap 불확도 : u_{airgap} (μm)	0.0001	0.0001	0.0002	0.0002	0.0006
입자 찌그러짐 불확도 : u_{flat} (μm)	0.0011	0.0014	0.0016	0.0019	0.0024
합성표준불확도 (μm)	0.0076	0.0154	0.0189	0.0233	0.0537
확장불확도 (μm) : k=2	0.0153	0.0308	0.0378	0.0466	0.1074

이다. 한편 α 는 길이환산계수의 측정에 사용된 스테이지 마이크로미터의 눈금간의 거리를 l 이라 하고 그에 해당되는 화면상의 이미지의 픽셀 개수를 q 라고 할 때, $\alpha = \frac{l}{q}$ 이므로,

$$u_\alpha^2 = \alpha^2 \left(\frac{u_q^2}{q^2} + \frac{u_l^2}{l^2} \right) \quad (7)$$

이다. 여기서 u_l 은 스테이지 마이크로미터의 교정불확도를 나타낸다.

u_p 는 입자열을 이루는 픽셀 개수의 불확도이다. 입자의 중심위치는 영상처리를 통한 강도곡선을 보고 찾으므로, 픽셀의 양자화 효과에 의해 중심위치를 찾는 과정에서 불확도가 발생하게 되는데, 입자열의 길이 측정을 위해서는 입자열의 양단을 이루는 2개의 입자의 중심위치를 찾는데 발생하는 불확도를 고려하였다.

u_q 는 길이환산계수의 측정 불확도로부터 파급된다. 화면공간의 길이를 실제의 길이로 변환시켜주는 길이환산계수는 스테이지 마이크로미터의 현미경 상을 CCD카메라로 받아 두 눈금사이의 픽셀 수를 세어 구하였는데, 각 눈금의 중앙 위치를 찾는 과정에서 역시 픽셀이 양자화됨으로 인해 개입되는 오차를 말한다.

이 이외에도 입자들의 크기분산에 의한 불확도, 이로 인해 발생하는 공기층에 의한 불확도, 그리고 입자의 찌그러짐에 의한 불확도가 존재한다.

이상과 같은 불확도 요인을 모두 고려한 확장 불확도 U 는 ($k=2$)

$$U = 2 \left\{ \bar{D}_{measured} \left(\frac{u_p^2}{P^2} + \frac{u_q^2}{q^2} + \frac{u_l^2}{l^2} \right) + u_{airgap}^2 + u_{flat}^2 + u_{random}^2 \right\}^{1/2} \quad (8)$$

가 되며, 각 입자크기에 대한 불확도 요인과 계산값은 표 1과 같다.

최종적인 표준입자들의 측정결과는 표 2와 같다.

계산 결과, 입자의 평균 지름값은 표준입자의 인증값과 매우 잘 맞음을 알 수 있으며, 가장 차이가 큰 경우가 0.7%이다. 상대확장불확도($k=2$)는 1.53% 이하로 얻어졌는데, 이 값은 선진국의 표준기관 수준인 0.4~1.0% 보다 조금 큰 값이다.

V. 결 론

광학적 입자열 측정법을 사용하여 1 μm 이상의 크기를 가지는 표준입자의 평균지름을 측정하고, 불확도 요인을 분석하였다. 표준입자 제조회사인 Duke사에서 현미경 대안렌즈의 reticle을 입자열의 양단으로 이동하면서 목측에 의존하던 방법을 탈피하여, CCD 카메라와 컴퓨터 영상처리를 도입함으로써 측정시스템을 개선시켰으며, 측정결과 제조회사의 인증값과 0.7% 이내로 일치하는 결과를 얻었다. 측정상대불확도도 1.53% 이하로 얻어져, 선진국의 측정불확도인 0.4~1.0 μm에 가까운 수준을 보였으며, 이 값은 실제적으로 표준구를 교정하기에 충분한 측정불확도이다. 보다 측정불확도를 더욱 낮추기 위한 방법으로는, 픽셀의 길이 교정에 스테이지 마이크로미터를 사용하는 대신에 레이저 간섭계가 장착된 이동 스테이지를 사용하는 방안을 생각할 수 있다.

참고문헌

- [1] Terence Allen, "Particle Size Measurement" (Chapman and Hall, London, 1990).
- [2] 박병천 외, "광산란을 이용한 0.3 μm 폴리스티렌구의 평균지름 측정 불확도 향상", 한국광학회지, 9, 258 (1998).

표 2. 측정 결과 및 Duke사의 인증값과의 비교

공칭치수 (μm)	측정값 (μm)	불확도 (μm)	상대불확도 (%)	Duke의 인증값(μm)	Duke와의 차이 (%)
1	1.000	0.015	1.53	0.993	0.70
2	2.015	0.031	1.53	2.013	0.15
3	3.002	0.038	1.27	3.004	0.075
5	5.008	0.047	0.93	5.010	0.04
10	9.957	0.107	1.08	9.975	0.25

- [3] 손공숙 외, "Mie 산란을 이용한 작은 유전체공의 평균지름 측정", 석사학위청구논문, 전북대학교 (1994).
- [4] S. D. Duke *et al.*, "Improved Array Method for Size Calibration of Monodisperse Spherical Particles by Optical Microscope", *Particulate Science and Technology*, **7**, 209 (1989).
- [5] A. W. Hartman, "Investigations in Array Sizing 3. The Center Distance Finding Technique", *Powder Technology*, **46**, 109 (1986).
- [6] H. E. Kubitschek, in W. E. Kuhn (ed.), "Ultrafine Particles" (Wiley, New York, 1963), pp. 438-454.
- [7] A. W. Hartman, "Investigations in Array Sizing 2. The Kubitschek Effect", *Powder Technology*, **42**, 269 (1985).
- [8] B. V. Derjaguin *et al.*, "Effect of Contact Deformations on the Adhesion of Particles", *Journal of Colloid and Interface Science*, **53**, 314 (1975).

Calibration of monodisperse polystyrene spheres of size from 1 to 10 μm by using optical array sizing method

Chu-Shik Kang and Byong Chon Park

Length Group, Korea Research Institute of Standards and Science Taejon 305-600 Korea

(Received November 2, 1998, revised manuscript received December 29, 1998)

The technique for calibrating standard particles larger than 1 μm by using an optical array sizing method has been established. The system consists of an optical microscope with transmission light source, a CCD camera, and a computer equipped with a frame grabber. The center distance between two spheres located at both ends of a row which consists of N spheres is measured in terms of pixel numbers, and divided by (N-1) to obtain the average pixel numbers per particle. This value is multiplied by length conversion constant, which has been determined in advance, to obtain the mean diameter of polystyrene spheres. The length conversion constant is found from the microscopic image of calibrated standard stage micrometer plate. In order to reduce error in finding center positions of the scale and particles in the image, a software filter which dilates bright (or dark) object has been used. Spheres having nominal size of 1, 2, 3, 5, and 10 μm were measured, and the maximum deviation of the measured mean diameter values from their certified values was 0.7%. Standard particles which is larger than 1 μm can be calibrated by this method with measurement uncertainty ($k=2$) less than 1.53%.