

## 새로운 고온백금저항온도계의 설계 및 제작

감기술\*, 박종철\*, 장충근\*\*

## Fabrication of a Novel High Temperature Platinum Resistance Thermometer

K. S. Gam\*, J. C. Park\*, and C. G. Chang\*\*

## 요 약

합성사파이어 단결정을 센서틀, 절연디스크 및 보호관으로 사용한 새로운 형태의 고온백금저항온도계를 설계, 제작하고 그 특성을 조사하였다. 제작된 온도계를 고정점에서 시험한 결과 국제온도준급 (ITS-90)에서 규정한 내삽계기용 고온백금저항온도계의 조건을 만족하였으며, 500 °C ~ 1500 °C 영역에서 2차식의 온도-저항특성을 보였다. 구리응고점에서의 재현성 측정결과  $\pm 19.2$  mK이었다. 온도계의 절연저항은 온도가 상승함에 따라 지수함수적으로 급격히 감소하였으며, 시험최고온도인 1500 °C에서는 63 k $\Omega$  (~ 31.5 mK)을 보였다.

## ABSTRACT

High temperature platinum resistance thermometers (HTPRTs) were designed and fabricated using a synthetic sapphire single crystal as sensor former, insulation and protection tube, and its characteristics was investigated. Several fixed points measurement showed that the sapphire HTPRTs were satisfied with the ITS-90 criteria as the interpolating thermometer. The temperature-resistance characteristics of HTPRT was fitted to the quadratic relationship in the temperature range from 500 °C to 1500 °C. The reproducibility of Cu freezing point realized using the sapphire HTPRT was  $\pm 19.2$  mK. The insulation resistance of the HTPRT exponentially decreased as temperature increased, and showed to 63 k $\Omega$  (~ 31.5 mK) at 1500 °C.

## 1. 서 론

반도체, 신소재, 철강 및 유리공업에서 사용되는 온도영역은 주로 900 °C ~ 1500 °C로서, 이 영역에서는 접촉식온도센서인 S, R 혹은 B형 열전대가 온도측정 및 제어용으로 주로 사용되고 있다. 목표물이 움직이는 경우

열전대대신 광온계 및 복사온도계가 사용된다.

광온계 및 복사온도계의 원리는 물체표면에서 복사되는 열복사선을 PM튜브나 적외선검출기등을 사용하여 복사선을 측정하고, 플랑크 복사법칙의 온도-복사에너지 관계<sup>[1]</sup>를 이용하여 온도로 환산하도록 되어 있다. 귀금속 열전대를 고온에서 장기간 사용할 경우 로듐의 증발로 인한 합금소선내의 로듐함량 변화 및 순수 백금소선표면의 로듐의 흡착으로 인한 특성변화가 일어날 뿐만 아니라, 결정립성장(grain growth)으로 인한 대나무구조 조직(bamboo structure)의 발생으로 장기안정도 특성저하 및

\* 한국표준과학연구원 양자표준부  
(Division of Quantum Metrology, KRISS)

\*\* 충남대학교 물리학과 (Physics Department, Chungnam National University)  
<접수일자 : 2000년 9월 30일>

소선단락현상이 일어나는 것으로 알려져 있다.<sup>[2]</sup> 따라서 규격화된 열전대의 불확도는  $\pm 0.4\text{ }^{\circ}\text{C} \sim \pm 5.0\text{ }^{\circ}\text{C}$  내에 분포하며, 그중 백금족을 소선으로 사용하는 귀금속 열전대를 금속고정점에서 일차 교정할 경우  $\pm 0.4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 의 불확도를 얻을 수 있는 것으로 알려져 있다.<sup>[3]</sup>

현재 국제온도눈금 1990(ITS-90)<sup>[4]</sup>에서는 수소의 삼중점(13.8033 K)부터 은의 응고점(961.78  $^{\circ}\text{C}$ ) 온도영역에서 표준백금저항온도계를 표준내삽온도계로 사용하도록 규정하고 있으며, 이 영역중 660  $^{\circ}\text{C}$  이상에서는 고온백금저항온도계가 사용되고 있다. 고온백금저항온도계는 센서틀(sensor former)에 고순도 백금선을 코일형태로 감은 감지부(sensing part), 보호관(protection tube) 및 절연간격자(spacer)로 구성되어 있으며, 실리카유리를 재료로 사용하고 있다. 실리카유리는 열충격에 강하고, 고순도 백금을 온도계 외부의 불순물로부터 보호해주는 장점이 있는 대신, 고온에서 결정화(devitrification), 절연저항감소 및 금속증기와 같은 불순물에 대한 내성이 급격히 감소하는 등 장기간 사용에 따른 문제점도 가진 것으로 알려져 있다.<sup>[5]</sup> 현재 실리카유리를 사용한 고온백금저항온도계의 사용최고온도는 1100  $^{\circ}\text{C}$ 로 제한되어 있으며, 은의 응고점(961.78  $^{\circ}\text{C}$ ) 온도까지 교정하여 각종 온도계의 기준온도계로 사용되고 있다.

본 논문에서는 900  $^{\circ}\text{C} \sim 1500\text{ }^{\circ}\text{C}$  온도영역에서 주로 사용되고 있는 귀금속열전대보다 높은 정확도를 가지면서, 표준기급 고온백금저항온도계보다 사용최고온도가 500  $^{\circ}\text{C}$  이상 향상된 새로운 형태의 사파이어 고온백금저항온도계를 설계, 제작하고, 그 특성을 측정된 결과를 기술하고자 한다. 이번에 개발된 온도계는 보호관 및 센서틀등 모든 재료를 합성사파이어 단결정을 사용함으로써 팔라듐응고점(1554  $^{\circ}\text{C}$ )까지 고정점 교정하면 사용최고온도는 1600  $^{\circ}\text{C}$ 까지 확장된다.

## 2. 센서의 설계 및 제작

합성사파이어를 이용한 고온백금저항온도계는 본 연구논문에서 고온백금저항온도계에 의한 국가온도표준 연구에 사용되고 있는 각종 고정점 및 장치를 그대로 사용하기 위하여 고온백금저항온도계의 보호관과 동일한 직경 및 길이를 가지도록 설계하였다. 합성사파이어 단결정<sup>[6]</sup>은 실리카 유리보다 고온특성이 우수한 것으로 알려져 있으며, 다양한 모양의 합성사파이어는 최근에 러시아 및 미국에서 개발된 방향조절식 성장기술

(directional crystallization technique)<sup>[7]</sup>을 사용하여 제작이 가능해졌다. 표 1은 합성사파이어 단결정과 실리카 유리의 특성을 비교한 것이다.

표 1. 합성사파이어 단결정과 실리카유리의 특성<sup>[6]</sup>.  
Table 1. Characteristics of synthetic sapphire single crystal and silica glass.

Characteristics	Sapphire	Silica glass
Chemical formula	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
Crystallographic structure	rhombohedral	-
Crystal lattice parameters	a=4.7589 Å c=12.991 Å	-
Density(g/cm <sup>3</sup> )	3.986	2.2
Chemical inertness	high	high
Melting point( $^{\circ}\text{C}$ )	2050	1215(anneal point)
Specific heat(cal/g. $^{\circ}\text{C}$ )	0.18	0.16
Thermal conductivity(cal/ $^{\circ}\text{C} \cdot \text{cm} \cdot \text{sec}$ )		
20 $^{\circ}\text{C}$	0.08	3.3x10 <sup>-3</sup>
1700 $^{\circ}\text{C}$	0.013	-
Thermal expansion( $^{\circ}\text{C}^{-1}$ )		
20 $^{\circ}\text{C}$ , #c	5.3x10 <sup>-6</sup>	5.5x10 <sup>-7</sup>
20 $^{\circ}\text{C}$ , $\perp$ c	4.5x10 <sup>-6</sup>	
1000 $^{\circ}\text{C}$ , #c	8.9x10 <sup>-6</sup>	
1000 $^{\circ}\text{C}$ , $\perp$ c	7.9x10 <sup>-6</sup>	
Hardness(Mohs) (diamond : 10)	9	5.5~6.5
Young modulus(kg/cm <sup>2</sup> ), 20 $^{\circ}\text{C}$	4.7x10 <sup>6</sup>	10.5x10 <sup>6</sup>
Resistivity( $\Omega \cdot \text{cm}$ )		
20 $^{\circ}\text{C}$	10 <sup>16</sup>	7x10 <sup>9</sup>
500 $^{\circ}\text{C}$	10 <sup>11</sup>	-
Dielectric strength(V/cm)	60 Hz	5x10 <sup>5</sup>
Dielectric constant		
20 $^{\circ}\text{C}$ , 10 <sup>6</sup> Hz		
#c	10.6	3.75
$\perp$ c	8.6	
Dielectric loss tangent		
20 $^{\circ}\text{C}$ , 10 <sup>6</sup> Hz	<10 <sup>-1</sup>	<4x10 <sup>-1</sup>

사파이어의 용융온도는 2050  $^{\circ}\text{C}$ 로 실리카유리보다 835  $^{\circ}\text{C}$ 가 높고, 20  $^{\circ}\text{C}$ 에서 저항비는 10<sup>16</sup>  $\Omega \cdot \text{cm}$ 로 실리카 유리보다 우수한 특성을 보이고 있다. 반면 열팽창계수는 실리카 유리보다 10배정도 크기 때문에 급격한 온도변화에 따른 열충격(thermal shock)을 조심하여야 한다. 상용의 고온백금저항온도계는 센서감지부의 길이가 보통 4~5 cm이며, 감지부, 절연간격자 및 백금 리드선이 외경 7 mm  $\times$  길이 60 cm의 실리카유리 튜브내에 장착되어 있다. 실리카튜브내부에는 감지부의 백금선표면의 산화환원과정을 원활하게 하기 위하여 미량의 산소가 함유된 고순도 아르곤 가스가 봉입되어 있으며, 리드선간의 절연을 위한 실리카유리간극자 및

모세관으로 구성된 백금리드선조립부가 들어있다. 고온 백금저항온도계의 감지부는 단순코일형, 2중코일형 및 새집(bird-cage)형등<sup>[8]</sup>이 개발되어 있으나, 그중 단순코일형이 가장 우수한 장기안정도 특성을 가진 것으로 평가되고 있다.<sup>[9,10]</sup> 따라서, 합성사파이어 고온백금저항 온도계의 감지부는 x-자형(x-shaped) 합성사파이어를 가공하여 단순코일형 감지부형태로 백금선을 감을 수 있도록 하였으며, 그림 1에 그 단면도가 나타나 있다.

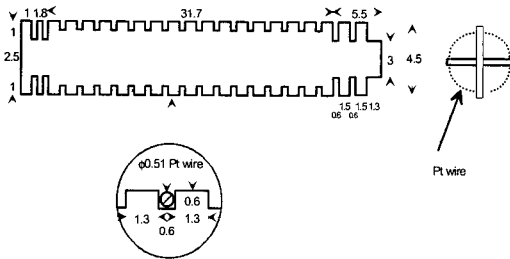


그림 1. 사파이어 고온백금저항온도계의 센서틀 단면도.

Fig. 1. Cross section of the sensor former of a sapphire high temperature PRT

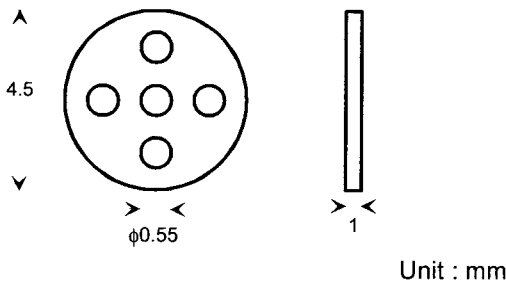


그림 2. 백금리드선 절연용 사파이어 디스크의 단면도.

Fig. 2. Cross section of the sapphire disk for the insulation of platinum lead wire.

센서틀의 크기는 길이 45 mm, 폭 4.5mm로서 내경 5 mm x 외경 7 mm x 길이 50 cm인 사파이어 튜브에 들어갈 수 있으며, 온도감지코일로 사용되는 선경 0.51 mm의 순도 99.9999 %인 NIST SRM-1967 백금선이 2중코일형태로 15회 감길 수 있도록 나사홈이 가공되어있다. 감지부 백금코일이 열팽창으로 인하여 사파이어 보호관의 내벽에 접촉되어 변형이 일어나지 않도록, 폭 1 mm x 길이 0.8 mm인 나사홈을 가공하였다. 백금감지부에서 온도계 상단의 밀봉용 파이렉스 유

리튜브까지는 순도 99.999 % , 선경 0.5 mm인 5선의 백금선이 설치되어있다. 4선의 리드선은 디스크주변 구멍에 설치되고, 중앙의 구멍에 하중지용 및 절연저항 측정용으로 5번째 백금선이 설치하였다. 백금리드선 및 하중지지선간의 절연은 사파이어 디스크를 2 cm간격으로 설치하였다(그림 2참조). 각각의 사파이어 디스크는 길이 2 cm의 사파이어 절연튜브를 절연저항 측정용 백금선에 삽입하여 분리하였다. 상용의 고온백금저항온도계에서는 실리카 유리 간격자에 지름 0.8 mm인 4개의 구멍을 가공하고, 이 구멍으로 리드선을 설치한 후 각각의 리드선에 실리카유리모세관을 끼워서 절연하고 있다. 그러나, 사파이어 고온백금저항온도계의 경우에는 두께가 얇은 사파이어 모세관생장이 기술적으로 불가능하여, 그 대안으로 중앙의 백금선에 1개의 두꺼운 절연튜브를 설치함으로써 4선의 저항측정용 리드선간의 절연을 유지하였다. 또한, 백금리드선은 고온에서 센서하중에 의하여 길이가 늘어나 단락될 가능성이 높으므로 사파이어 절연튜브 및 절연저항 측정용 백금선을 디스크 중앙에 위치시킴으로서 리드선간의 절연 및 단락확율을 줄일 수 있다. 센서감지부는 저항측정기로부터 흐르는 전류로 인하여 발생하는 자기장 형성을 상쇄시키기 위하여 2중나사 구조로 다이아몬드 공작기를 이용하여 가공하였다. 백금감지코일의 끝부분은 그림 1에서와 같이 사파이어 틀의 우측에 가공되어 있는 3개의 큰 나사홈에 “ㄷ” 자 형태로 백금선을 가공한 후 고정시킴으로서, 성형된 백금코일이 감지부의 나사홈에서 이탈되지 않도록 하였다. 센서코일의 끝단과 리드선의 연결은 산수용접기(water welder)를 사용하여 용접하였다. 길이 50 cm인 사파이어 보호관의 끝부분은 파이렉스유리와 고진공접착제를 사용하여 붙인 후 가스혼합장치에 연결하였다. 그림 3 및 그림 4는 사파이어 부품 및 고순도 백금선이 감긴 온도감지부의 사진이다. 사파이어부품 및 백금선은 조립전에 세척 및 HF산으로 초음파세척기를 사용하여 세척하였으며, 조립 후에는 100시간이상 수증기세척장치에서 세척하였다.<sup>[11]</sup> 세척이 완료된 조립품은 사파이어 보호관에 장착한 후 고진공배기장치(turbomolecular vacuum pump)를 사용하여 10<sup>-7</sup> torr이상 진공으로 배기시킨 후 99.999 %의 아르곤 가스를 사용하여 5번 세척하였다. 온도계 내부는 20 ℃ 에서 19 kPa의 압력으로 산소 및 아르곤혼합가스를 충전시킨 후 고진공 유리밸브를 사용하여 밀봉하였다. 충전된 아르곤가스압력은 온도계의

사용최고온도인 1600 ℃ 에서 121,590 Pa(=1.2 atm)이 되도록 하였다.

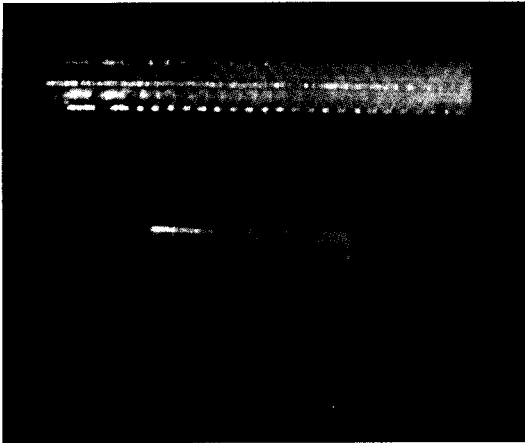


그림 3. 사파이어부품(x-형 센서틀, 절연튜브, 절연간격자) 사진.

Fig. 3. Photograph of sapphire parts(x-shaped former, insulation tube, insulation disk).

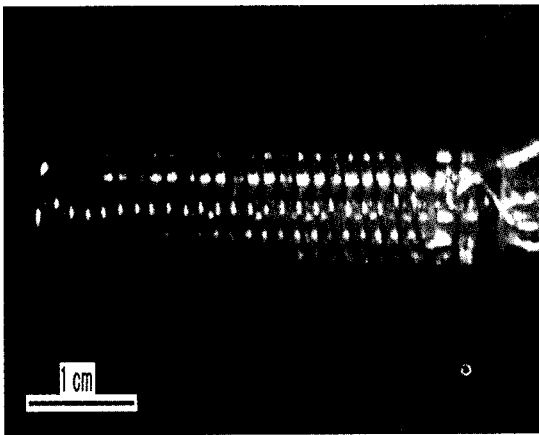


그림 4. 고순도백금선이 감긴 온도감지부 사진.

Fig. 4. Photograph of temperature sensing part wound by high purity platinum wire.

표 2는 제작 완료된 온도계의 사양을 정리한 것이다. 온도계의 모양 및 크기는 상용 고온백금저항온도계와 유사하나, 사용최고온도는 1600 ℃로서 R 형 열전대의 사용최고온도와 같다. 빙점에서의 저항은 0.14 Ω으로 상용의 고온백금저항온도계의 빙점에서의 저항인 0.25 Ω보다 아주 작은 값을 보이고 있다.

표 2. 사파이어 고온백금저항온도계의 내역.

Table 2. Specification of sapphire high temperature PRT.

Items	Description
Sensing coil type	single-layer bifilar
Coil frame	x-shaped sapphire blade
Resistance at 0 ℃	0.14 Ω
Sensor's length	45 mm
Total length	60 cm
Sheath diameter	7.0 ± 0.2 mm
Sensor wire diameter	0.5 mm
Leads and spacing	5 wires with sapphire spacers

### 3. 실험장치 및 방법

사파이어 고온백금저항온도계의 기본특성을 파악하기 위하여 온도-저항관계 및 절연저항특성을 측정하여야 한다. 아울러 일반적인 온도센서로서의 특성인 감응도(sensitivity), 반복성(repeatability), 재현성(reproducibility) 및 안정도(stability)등을 측정하여야 한다. 이 특성들을 측정하기 위해서는 안정된 항온시스템 및 고정밀 저항 측정기가 필수적이다. 본 연구실에서는 고온백금저항온도계 특성측정용으로 물의 삼중점, 수은삼중점, 갈륨용융점, 인듐용고점, 주석용고점, 아연용고점, 알루미늄용고점 및 은용고점을 개발하여 보유하고 있으며, 최근 사파이어 고온백금저항온도계의 성능검사용으로 구리용고점을 제작하여 보유하고 있다.<sup>[12]</sup> 구리용고점 이상의 고온에서는 고온금속고정점(Ni, Pd)이 사용되거나 아직 이들 고정점이 구비되지 않은 관계로 super Kanthal선으로 제작된 수직형 고온전기로(최고온도: 1700 ℃)를 사용하여 특성을 측정하였다. 이때 고온전기로 내부의 기준온도는 교정된 S형 열전대를 사용하여 측정하였다. 열전대의 기전력은 DVM(Keithley 182)을 사용하여 측정하였으며, 고온백금저항온도계의 저항은 AC 브릿지(ASL F18)로 측정하였다. 제작회사의 카탈로그에 의하면 실험에 사용한 AC 브릿지의 분해능은 0.01 ppm이고, 정확도는 0.2 ppm 으로 나타나 있다.<sup>[13]</sup> 브릿지의 성능은 측정실의 환경(온도, 습도, 전자

기잡음, 표준저항보관방식등) 및 측정방법에 따라 결정되기 때문에 본 연구실에서의 성능을 확인하기 위하여 브릿지 고정기(Resistance Bridge Calibrator, RBC)를 사용하여 브릿지의 성능을 확인하였다. 그 결과 AC 브릿지(ASL F18)의 불확도 및 잡음특성은 전 측정영역에서 각각  $\pm 0.1$  ppm 및  $\pm 0.04$  ppm 이내로 카탈로그상의 값을 만족하였다<sup>[14]</sup>. DVM 및 AC 브릿지는 GPIB 를 통해 개인용 컴퓨터(PC)와 인터페이스되어 있으며, 모든 데이터는 자동으로 측정된 후 컴퓨터프로그램에 의하여 평균값 및 표준편차계산이 가능하도록 구성하였다. 사파이어 백금저항온도계의 저항측정을 위하여, AC 브릿지의 주파수는 25 Hz로, 전류는 10 mA로 고정하여 사용하였으며, 내부가열효과를 측정할 때는  $\sqrt{2} \times 10$  mA를 사용하였다. 브릿지로 측정된 값은 온도계와 표준저항간의 저항비이므로 모든 측정값에 표준저항의 교정값을 곱하여 저항값으로 환산하였다. 표준저항은 실온변화에 민감하므로  $25.00 \pm 0.01$  °C로 온도가 제어되고 있는 액체항온조에 보관하여 사용하였다. 온도계 재료로 사용된 합성사파이어의 고온에서의 절연저항(insulation resistance)은 수직형 고온전기로서 500 °C부터 1500 °C로 온도를 상승시키면서, 절연저항 측정용으로 간격자증양의 구멍을 관통하여 설치되어 있는 백금선단자와 백금리드선간의 저항을 2선식으로 DMM(HP 3458A)을 사용하여 측정하였다.

4. 실험결과 및 고찰

가. 고정점 교정

시제작된 2대의 사파이어 고온백금저항온도계의 성능을 시험하기 위하여, 고온표준확립용으로 개발되어 있는 온도고정점에서 온도-저항특성을 측정하였다. 고정점 측정중 온도계의 분해능은  $\pm 1$  mK이내로서 상용의 고온백금저항온도계와 비슷하였다. 표 3의 저항값은 고정점의 담금깊이에 따른 압력효과를 보정하고, 측정 전류에 의한 가열효과를 고려하여 전류가 영인 상태의 저항값으로 보정한 후 정리한 값을 나타내고 있다. 갈륨용융점에서의 저항비 W(Ga)는 물의 삼중점과 갈륨용융점에서의 저항값을 (1)식을 사용하여 저항비로 환산한 것이다.

$$W(T_{90})=R(T_{90})/R(273.16 \text{ K}) \quad (1)$$

표 3. 각종 고정점에서 측정된 사파이어 고온백금저항온도계의 온도-저항특성.

Table 3. Temperature-resistance characteristics of sapphire high temperature PRT at various fixed points.

Fixed points	Resistance value( $\Omega$ )		Resistance ratio W(t)	
	probe 1	probe 2	probe 1	probe 2
T.P. of water	0.1441991	0.1394335		
M.P. of Ga	0.1609946	0.1556953	1.1164744	1.1166276
Annealing (475 °C, 4 hours)				
F.P. of Sn	0.2693725	0.2605869	1.8926922	1.8921404
M.P. of Ga	0.1591340	0.1539838	1.1181234	1.1180876
T.P. of water	0.1423224	0.1377207		
F.P. of Zn	0.3655932	0.3537721	2.5687678	2.5687649
F.P. of Al	0.4804246	0.4649072	3.3763290	3.3757249
F.P. of Ag	0.6099184	0.5903728	4.2855515	4.2867398
F.P. of Cu	0.6583985	0.6371678	4.6261937	4.3273820
T.P. of water	0.1423197	0.1376951		
M.P. of Ga	0.1591258	0.1539577	1.1180870	1.1181059

\* T.P. : triple point, M.P. : melting point, F.P. : freezing point

(1)식에서 R(T<sub>90</sub>)은 임의 고정점에서 측정된 저항값이며, R(273.16 K)은 물의 삼중점에서의 저항값이다. 각 온도계의 저항비는 온도계 1의 경우 1.1164744, 온도계 2의 경우 1.1166276로서, ITS-90에서 정의한 표준기급 고온백금저항온도계의 W(Ga)보다 낮은 값을 보였다. ITS-90에서는 표준기급 고온백금저항온도계는 식(2) 및 식 (3)을 만족하도록 규정되어 있다.<sup>[14]</sup>

$$W(29.7646 \text{ }^\circ\text{C}) \geq 1.11807 \quad (2)$$

$$W(961.78 \text{ }^\circ\text{C}) \geq 4.2844 \quad (3)$$

온도계 제작직후에 바로 측정된 갈륨용융점에서의 저항비가 ITS-90의 기준을 만족하지 않는 원인은 제작과정중 온도감지부의 백금코일에 형성된 과도한 응력 변형(stain)이 잔류되어 있는 것으로 판단되어, 응력제거를 위해서 온도계를 475 °C에서 4시간동안 열처리하였다. 열처리 후 재측정한 갈륨용융점에서의 저항비 W(Ga) 및 은의 응고점에서의 저항비 W(Ag)는 식(2)

및 식(3)의 조건을 모두 만족하였다. 따라서, 시제작된 2종의 사파이어 고온백금저항온도계는 ITS-90의 내삽계기로 사용해도 무방한 고품질의 온도계로 판명되었다.

**나. 자기가열효과**

고온백금저항온도계의 저항을 측정하기 위하여 센서에 일정한 전류를 흘릴 때 줄(Joule)열에 의하여 센서 감지부가 가열된다. 이 효과를 자기가열효과라 하며, 센서의 온도응답특성 시험 및 전류가 영인 상태의 저항값 계산에 사용된다. 그림 5는 물의 삼중점에서 센서에 전류량을 가변시키면서 측정한 자기가열효과를 나타내고 있으며, 전류량을 변화시킬 때 반응시간은 10초 이내로 나타났다.

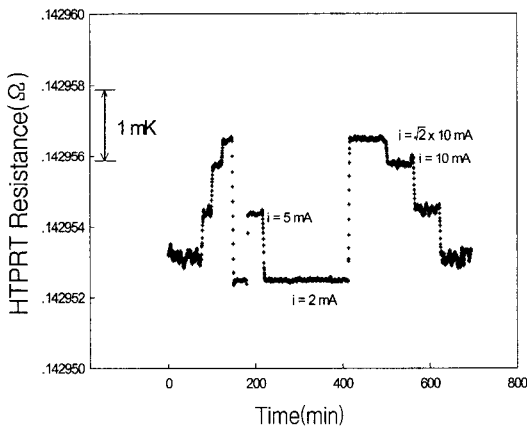


그림 5. 물의 삼중점에서 사파이어 고온백금저항온도계의 자기가열효과.

Fig. 5. Self heating effect of a sapphire high temperature PRT at water triple point.

**다. 구리응고점 실현**

상용의 고온백금저항온도계는 사용최고온도(1100 ℃)의 한계 및 고온에서의 불 안정성으로 구리응고점 실현에 사용할 수 없다. 본 연구에서 개발된 사파이어 고온백금저항온도계는 센서감지부 제작에 사용된 고순도 백금선의 선경이 0.5 mm 로 고온에서의 안정도가 상용 고온백금저항온도계보다 우수할 것으로 예상되므로, 구리응고점 실현을 통하여 재현성을 확인하도록 하였다. 자가제작한 개방형 구리응고점셀<sup>[12]</sup>은 미국 Thermcraft

사에서 제작한 열관(heat pipe) 전기로에 장착하고, 셀 상부는 13개의 백금 및 알루미늄 디스크를 1 cm 간격으로 쌓은 후, 디스크 조립부 상단에 fiberfrax를 채워 단열시켰다. 열관 전기로는 분해능 1 ℃인 온도조절기(Omron사 model E5EK)를 사용하여 온도를 제어하였다. 전기로 내부에는 Dynatherm사의 열관을 장착하고 있으며, 사용최고온도는 1100 ℃이다. 전기로의 온도조절기능을 최적화하기 위하여 온도조절기의 auto-tuning 기능을 사용하여 PID값을 미리 setting 하였다. 전기로의 성능을 확인하기 위하여 구리응고점셀을 장치하고, 셀의 온도계삽입구에 고온백금저항온도계(Yunnan 90723)를 설치한 후 구리응고점보다 2 ℃낮은 1082 ℃에서 장기안정도 및 단기안정도를 측정하였다. 장기안정도는 16 시간동안에 ±0.1 ℃였으며, 단기안정도는 ±0.01 ℃로 나타났다.<sup>[12]</sup> 구리응고점을 실현하기 위하여 전기로의 온도를 1090 ℃에 setting하여 구리시료를 완전히 녹였다. 구리시료가 완전히 녹는 데는 2시간정도 소요되었다. 구리시료가 완전히 녹은 상태임을 확인한 후에, 전기로의 온도를 응고온도보다 2.6 ℃낮은 1082 ℃로 setting 하였다. 이때 구리시료는 0.5~1.0 ℃/min 정도의 냉각속도를 가지며, 0.4~1.4 ℃정도의 과냉각을 보이는 응고곡선이 나타났다. 본 검증에서는 서냉응고법 (slow freeze method)<sup>[15]</sup>를 사용하여 구리응고점을 실현하였다. 온도계의 저항측정은 분해능이 0.01 mK인 AC 브릿지(ASL F18)를 사용하였다. 저항측정 중에 온도계에 흘린 전류는 10 mA였으며, 0.1 Hz의 띠틈(bandwidth)를 사용하였다. AC브릿지는 교정된 표준저항과 온도계간의 저항비를 측정하는 비교측정기로서 측정의 정확도를 유지하기 위해서는 표준저항의 정확도가 중요하다. 본 실험에 사용한 표준저항(Tinsley model 5685A)은 공칭저항값이 1 Ω으로서 표준과학연구원의 전기그룹에서 비교교정하였으며, 불확도는 0.2 ppm (k=2)이다. 표준저항의 온도 변화에 따른 오차를 줄이기 위하여 25.00±0.01 ℃로 온도가 제어되고 있는 액체항온조에 표준저항을 보관하였다. 구리응고점은 총 5회 실현하였으며, 응고점 실현전 후에 사파이어 고온백금저항온도계의 안정도를 확인하기 위하여 물의 삼중점에서 저항값을 측정하였다. 모든 측정값은 표 4에 정리하였으며, 구리응고점의 재현성은 ±19.2 mK으로 나타났다. 표에 나타난 모든 구리응고점에서의 저항값과 물의 삼중점에서의 저항값은 셀의 깊이 에 따른 담금효과 및 측정전류에 의한 가열효과를

고려하여 계산한 값이다. 구리응고점에서의 저항값으로부터 저항비W(Cu)를 계산하기 위하여 다음 관계식을 사용하였다.

$$W(Cu) = R(Cu) / R(TP) \quad (4)$$

저항비 W(Cu)값으로부터 평균값을 구하고 평균값의 표준편차를 5회 실현한 구리응고점의 재현성으로 채택하였다. 이때  $\sigma = \pm 0.00005221$ 를 온도로 계산할 때 구리응고점 온도에서 사파이어 고온백금저항온도계의 분해능 측정데이터로부터 실험적으로 얻은 온도에 따른 저항비의 미분값  $dw/dt|_{Cu} = 2.716 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 을 적용하였다.

표 4. 사파이어 고온백금저항온도계에 의한 구리응고점의 재현성.

Table 4. Reproducibility of copper freezing point measured by sapphire high temperature PRT.

Run No.	R(TP) & R(Cu) ( $\Omega$ )	W(Cu)	Remarks
1	0.14246119	4.62245164	water triple point
2	0.65851899	4.62235715	Cu freezing point
3	0.65850553	4.62243149	"
4	0.65851612	4.62240727	"
5	0.65851267	4.62232585	"
	0.14246077		water triple point
Mean		4.62239468	
Standard deviation of the mean, $\sigma$		$\pm 0.00005221$ ( $\pm 19.2 \text{ mK}$ )	

라. 비교측정

500  $^\circ\text{C}$  ~ 1500  $^\circ\text{C}$  영역에서 고온백금저항온도계의 온도-저항특성을 조사하기 위하여 수직형 고온전기로의 중앙에 S형 열전대의 접합부와 고온백금저항온도계의 센서중앙부위가 같은 깊이에 놓이도록 장치하였다. 본 실험에서 사용한 S형 열전대는 고정점교정 및 교정된 복사온도계를 사용하여 흑체로에서 비교교정된 것으로 0  $^\circ\text{C}$  ~ 1500  $^\circ\text{C}$  온도영역에서의 정확도는  $\pm 1.0 \text{ } ^\circ\text{C}$ 를 벗어나지 않는다. 비교측정은 100  $^\circ\text{C}$ 간격으로 전기로의 온도를 상승시키면서 각 측정점에서 온도가 안정된 직후 열전대의 기전력과 고온백금저항온도계의 저항을

측정하였다.

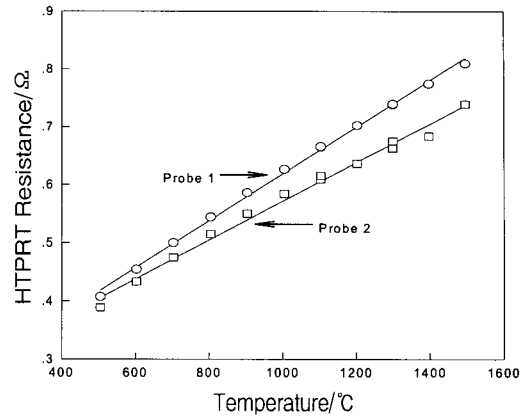


그림 6. 2종의 사파이어 고온백금저항온도계의 온도-저항 특성.

Fig. 6. Temperature-resistance characteristics of two sapphire high temperature PRT.

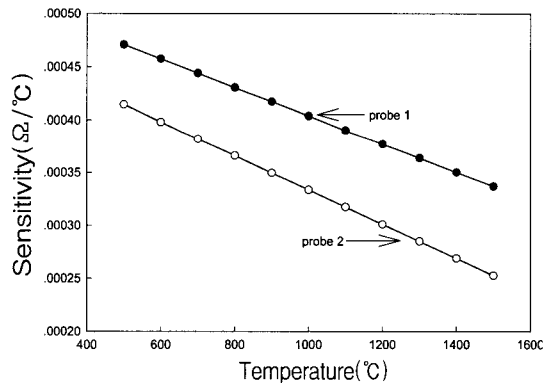


그림 7. 2종의 사파이어 고온백금저항온도계의 온도에 따른 감응도 변화.

Fig. 7. Variation of sensitivity of two sapphire high temperature PRT.

그림 6은 2종의 사파이어 고온백금저항온도계의 온도-저항값을 나타내고 있다. 온도계 1의 온도-저항기울기가 온도계 2보다 약간 크게 나타났다. 각각의 온도계에 대한 데이터를 최소자승법으로 fitting해본 결과 두 온도계 모두 2 차식을 만족하였으며, 이 결과는 0  $^\circ\text{C}$  이상에서 백금저항온도계의 온도-저항특성식과 비슷하다. 그림 7은 그림 6의 온도-저항곡선의 미분값을 나타낸 것으로 이 곡선은 온도계에 대한 감응도(sensitivity)에

해당된다. 온도가 증가함에 따라 감응도는 직선적으로 감소하였다. AC 브릿지(ASL F18)의 사양에 의하여 저항측정의 정확도는 0.2 ppm이지만, 실험실 주변의 전자기잡음 및 전기로열선에 흐르는 교류전류에서 발생하는 잡음으로 인하여 3 ppm( $\sim 0.000003 \Omega$ )까지 측정할 수 있었다. 전자기차폐시설을 사용하고, 전기로의 전원을 직류로 교체하면  $\pm 0.0000002 \Omega$  ( $\sim 0.6$  mK)까지 저항측정이 가능할 것으로 보인다. 본 실험에서 얻은 측정값중 1500 °C에서의 온도계 1의 분해능은  $3.3684 \times 10^{-4} \Omega/^\circ\text{C}$  로서, 이 값을 이용하여 3 ppm에 해당되는 저항값을 온도로 환산하면  $\pm 8.9$  mK이 된다. 따라서 현재의 측정시스템에서 사파이어 고온백금저항 온도계를 사용하여 1500 °C이하의 온도를 측정할 경우 10 mK이내의 분해능으로 온도를 측정할 수 있다.

**마. 절연저항**

비교측정과 동시에 사파이어 절연디스크의 중앙에 설치된 백금선과 리드선간의 절연저항을 측정하였다. 절연저항은 센서자체의 저항측정에서 가장 큰 오차요인으로 작용하므로, 온도증감에 따른 변화값을 파악하여야 한다.

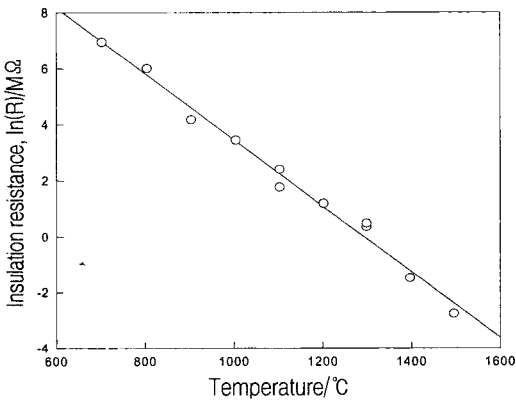


그림 8. 사파이어 고온백금저항온도계 1에 대한 절연 저항 특성.

Fig. 8. Characteristics of insulation resistance of sapphire high temperature PRT

그림 8은 온도계 1에 대한 700 °C ~ 1500 °C 온도영역에서 측정된 절연저항을 나타내고 있다. 절연저항은 700 °C에서 1035 MΩ이었으며, 온도가 증가함에 따라 지수함수적으로 급격히 감소하여 1500 °C에서는 63

kΩ으로 나타났다. 이 결과는 일반적인 세라믹 재료의 절연저항특성과 일치하는 경향을 보였다. 실제로 온도계 1의 저항값은 1500 °C 에서 0.6659258 Ω으로 측정되었으며, 절연저항이 온도계 감지부의 저항과 병렬로 연결된 것으로 가정할 때 절연저항으로 인한 측정오차는 0.0000106 Ω이 된다. 이 값은 1500 °C에서의 온도계의 감응도를 사용하여 온도로 환산하면 31.5 mK에 해당한다. 따라서, 사파이어 고온백금저항온도계를 수 mK이내의 정확도로 온도측정이 가능한 표준기급 온도계로 성능을 향상시키기 위해서는 고온절연저항에 의한 측정오차를 줄이는 연구가 필수적이다.

**5. 결 론**

합성사파이어 단결정 재료를 사용하여 고온백금저항 온도계를 설계, 제작하고 그 특성을 조사하였다. 합성 사파이어를 실리카유리 대신 사용함으로써, 고온백금저항온도계의 사용최고온도를 1100 °C에서 1600 °C까지 확장하였다. 제작된 사파이어 고온백금저항온도계의 등급은 ITS-90에서 명시된 물의 삼중점부터 은의 응고점까지 고정점 측정결과로부터 표준기급 고온백금저항온도계의 기준을 만족하였다. 500 °C ~ 1500 °C영역에서 측정된 비교데이터를 fitting해 본 결과 사파이어 고온백금저항온도계의 온도-저항특성은 2차식을 만족하였다. 구리응고점검증을 위하여, 사파이어 고온백금저항 온도계를 사용하여 응고점을 실현해본 결과  $\pm 19.2$  mK의 재현성을 얻었으며, 전자기 및 교류전류에 의한 잡음을 줄이면 더 좋은 재현성을 얻을 수 있을 것으로 생각된다. 온도계의 절연저항은 사파이어의 특성상 온도가 증가함에 따라 지수함수적으로 급격히 감소하였으며, 시험최고온도인 1500 °C에서는 63 kΩ을 보였다. 절연오차가 저항온도계 센서자체저항과 병렬로 연결된 것으로 가정하고, 온도계 1에 대한 1500 °C에서의 분해능값을 사용하여, 63 kΩ을 온도로 환산하면 31.5 mK에 해당하였다.

이상의 실험결과로부터 사파이어 고온백금저항온도계를 사용하여 1100 °C이상의 고온을 측정할 경우  $\pm 50$  mK이내의 불확도로 온도측정이 가능하나, 더 정확한 온도측정을 위하여 절연저항에 따른 오차를 줄이는 연구가 필요한 것으로 생각된다.



6. 참고 문헌

[1] 이호근,강기훈,감기술,“국제온도눈금-1990 한글본”, KSRI-90-42-SP(1990).

[2] R.L.Anderson,“Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry”,Vol. 4, Part 2, pp.927-934(1972).

[3] ASTM,“Manual on the Use of Thermocouples in Temperature Measurement”, 4th ed., pp.149-151(1993).

[4] H. Preston-Thomas, Metrologia, 27, pp.3-10(1990).

[5] BIPM, “Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990”, CCT(1990).

[6] Saphicon Inc.,“Sapphire catalogue”, (1988).

[7] B.M.Epelbaum, “Leucosapphire Shaped Single Crystal”, Private communication (1995).

[8] D.J.Curtis and G.J.Thomas, Metrologia, 4, 4, pp.185-190(1968).

[9] L.Xumo,Z.Jinde,S.Jinrong and C.Deming, Metrologia, 18, pp.203-208(1982).

[10] H.J.Jung and H.Nubbemeyer, “Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry”,Vol. 5, Part 2, pp.963-770(1982).

[11] 감기술,김용규,이정훈,“고온산업용 정밀저항온도계 개발”, KRISS-97-072-IR, p.71(1997).

[12] 감기술외 7인,“온도표준국제화연구”, KRISS/IR-2000-022, pp.270-279(2000).

[13] ASL Co.“Manual on AC Thermometer Bridge F18”,(1990).

[14] 감기술,강기훈,김용규,“고온백금저항온도계 국제비교연구”, KRISS-99-022-IR, pp.246-249(1999).

[15] H.K.Lee and K.S.Gam,“Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry”,Vol. 6, Part 1, pp.327-331(1992).

---

著 者 紹 介

---

감 기술

『센서학회지 제 3 권 제 1호』 논문 94-3-1-09 p.61  
 참조  
 현재 한국표준과학연구원 온습도그룹 책임연구원

장 충 근

『센서학회지 제 1 권 제 1 호』 논문 92-03 p.34 참조  
 현재 충남대학교 물리학과 교수

박 중 철

『센서학회지 제 6 권 제 4 호』 논문 97-6-4-02 p.264  
 참조  
 현재 한국표준과학연구원 초전도그룹 책임연구원