J. of the Korean Sensors Society
Vol. 13, No. 2 (2004) pp. 114 - 120

핵심국제비교용 물의 삼중점 셀 제작과 비교 실험 및 불확도 평가

강기훈† · 김용규 · 감기술

Construction and Comparison Measurement of Triple Point of Water Cells for using Key Comparison and Evaluation of Uncertainty

Kee Hoon Kang†, Yong-Gyoo Kim, and Kee Sool Gam

Abstract

The Cometé Consultatif de Thermométrie (CCT) under the Comete International des Poids et Measures (CIPM) has decided to perform the Key Comparison (KC) for triple point of water cells used as a reference fixed point of thermometry at the 21st meeting held at November 2001, and the Bureau International des Poids et Measures (BIPM) has been nominated as a KC coordinator. According to the KC protocol prepared by BIPM, KRISS performed the KC experiments and evaluate a uncertainty. The temperature difference between two reference cells for the Korea Research Institute of Standards and Science (KRISS) and a test cell for the transfer standard, which is moved to BIPM was 0.024 mK and the combined standard uncertainty evaluated 0.055 mK.

Key Words : temperature, key comparison, triple point of water, uncertainty

1. 서 론

1954년에 개최된 제 10차 국제도량형총회(conférence générale des poids et measures, CGPM)에서 물의 삼중점은 기준 고정점(reference fixed point)으로 채택되어 열역학적 온도눈금을 정하는 기준으로 사용되고 있다. 물의 삼중점 온도 값은 온도표준의 헌법에 해당하는 국제온도눈금-1990(international temperature scale of 1990, ITS-90)에 273.16 K 또는 0.01℃로 사용하도록 정의되어 있다[1]. 물의 삼중점 온도는 공기 없이 고순도의 물만 담아 놓은 용기인 물의 삼중점 셀을 사용하여 실현되며 열역학적 온도 측정의 기준이 되는 온도의 원기로 중요하게 다루어진다.

열역학적 온도의 기준인 물의 삼중점 온도의 불확도는 다른 온도 측정에 영향을 줌은 물론 ITS-90에 13 K부터 962 ℃ 온도 영역의 표준온도계로 정의되어 사용되고 있는 표준백금저항온도계(standard platinum resistance thermometer, SPRT)의 온도눈금 불확도에 전파가 되므로 온도표준의 불확도 개선에 물의 삼중점 셀의 성능이 중요하다. 이러한 인식을 바탕으로 국제도량형위원회(comete international des poids et measures, CIPM) 산하 온도측정자문위원회(cometé consultatif de thermométrie, CCT)는 2001년 11월에 개최된 제 21차 CCT 회의에서 온도표준 원기인 물의 삼중점 셀의 핵심국제비교(key comparison, KC)를 국제도량형국(bureau international des poids et measures, BIPM)이 주관하여 실시할 것을 결정하였다[2].

본 연구에서는 BIPM이 작성한 물의 삼중점 셀 KC을 위한 의정서(protocol)의 기준에 맞는 물의 삼중점 셀을 제작하고, 정해진 절차에 따라 실험하고 불확도를 평가한 결과를 소개한다.

2. 물의 삼중점 셀 핵심국제비교 의정서

물의 삼중점 셀 KC을 위한 의정서는 2002년 6월 19일 작성 완료되어 KC에 참여를 희망한 21개국 온도표준 실험실에 배포되었다[3]. 의정서의 내용은 7개의 단락과 2개의 첨부 자료로 구성되어 있으며, 그 내용을

한국표준과학연구원 물리표준연구부(Division of Physical Metrology, Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-600)

†Corresponding author: khkang@kriss.re.kr
(Received : April 30, 2003, Accepted : December 26, 2003)

간단히 소개한다.

서론에서는 KC의 주관기관이 BIPM이고 협력기관으로 프랑스의 국가표준기관인 BNM-INM, 미국의 NIST와 터키의 UMC로 정해졌고, 의정서의 작성에는 BNM-INM과 NIST의 전문가가 BIPM 작성자와 협력하여 작성하였음을 밝혔다. 의정서 내용의 근간은 BIPM이 1999 년 작성 발표한 KC 지침서를 따르고 있으며, 내용의 변경은 KC 참여자의 동의 없이 할 수 없도록 되어 있다[4].

KC의 목적은 각국 국가표준기관들의 실험실에서 사용하고 있는 대표되는 물의 삼중점 셀들 사이의 온도 차이를 직접 비교하는 것이다. 따라서 KC에 참여하는 각 실험실들은 손상이 없는 엄선된 물의 삼중점 셀 1 대를 각 실험실이 보유하고 있는 기준용 셀 1대 또는 2대와의 비교실험 수행은 물론 비교 결과와 함께 BIPM에 제시하여야 한다. BIPM은 각국의 셀들을 비교하여 셀들 사이의 온도 차이와 불확도를 평가하여 각국의 물의 삼중점을 통한 온도측정 능력으로 BIPM website에 공표하고, 교정 및 측정 능력(calibration and measurement capability, CMC)의 기준으로 사용한다.

KC 참여국가 들이 제출한 물의 삼중점 셀들의 비교실험은 BIPM이 보유한 2대의 셀과 직접 비교하는 star 방법(주관기관의 기준장치와 비교참여 실험실의 장치를 일대 일로 직접 비교하는 방법)으로 실시한다. 물의 삼중점 셀을 BIPM에 제출하기 위해 운반할 경우 가능한 손수 운반하여야 하고, 2002년 11월 말까지 BIPM에 도착하여야 한다. BIPM에서 실험이 종료된 셀들은 2003년 5월에 개최되는 제 22차 CCT 회의 종료 후 되돌려 줄 예정이며, 돌려받은 셀들을 6개월 이내에 자체 비교 실험을 처음과 같이 실시하여 결과를 BIPM에 보고한다. 최종 결과가 처음과 특별히 다르지 않으면 별도의 보고서는 필요 없다.

비교용으로 BIPM에 제출하는 물의 삼중점 셀은 각 국가표준연구소 실험실의 기준 셀과 온도 값이 특별히 다르지 않아야 한다. 그리고 셀 내부 물 속에 어떤 이물질도 관측되지 말아야 하며, 셀 내부에 공기가 희박하다는 증거로 셀을 부드럽게 기울였을 때 물 망치 효과라 부르는 날카로운 소음이 들려야 한다. 또한 유리로 제작된 셀 외피 중 돌출부에 셀 내부의 물을 서서히 기울여 포집되는 공기방울을 통해 셀 내부의 공기의 양을 측정하는 McLeod-type 테스트를 하여 최소의 선정 기준을 통과하여야 BIPM에 셀을 접수할 수 있다.

물의 삼중점 셀을 BIPM에 보내기 전에 앞에 소개한 셀 선정 기준에 따라 비교용 셀을 선택하고, 비교용 셀을 국가의 기준 셀 1대 또는 2대와 비교하여야 한다. 비교 실험 시 사용되는 모든 셀들을 삼중점 상태가 되도록 실현하여야 한다. 삼중점 상태는 공기 없이 고순도 물을 담아 놓은 밀폐된 유리용기 안에 얼음을 생성시킨 상태를 의미한다. 이 때의 얼음은 물의 삼중점 셀 형태 중에서 온도측정을 위한 우물 형태의 온도계 삽입구 주변에 생성되며, 이를 얼음 맨틀(ice mantle)이라 부른다. 셀 사이의 비교 측정에서 비교용 셀의 얼음 맨틀은 반드시 2차례 별도로 형성시켜 실험하여야 하고, 비교실험 측정값은 하루에 한번 유효하고 각 얼음 맨틀 당 2주 동안의 측정값을 제시하여야 한다. 한번 실현된 얼음 맨틀은 1 주일 이상 경과한 후에 측정에 사용하여야 한다. 각각의 측정 당시에는 얼음 맨틀과 온도계 우물 사이를 녹여서 얼음 맨틀이 온도계 우물 주위로 회전할 수 있는 상태를 유지해야 한다. 셀 사이의 온도차이 측정에 사용되는 표준백금저항온도계를 셀의 온도계 우물에 주입하여 설치할 때 열 접촉이 좋도록 온도계 우물에 주입한 물의 높이는 셀 내부 물의 높이와 같게 한다. 셀 내부에 얼음 맨틀을 만드는 물의 삼중점 실현방법은 불확도를 줄이기 위해 BIPM이 사용하는 방법인 드라이아이스를 이용한 실현방법을 사용한다[3,5].

비교용 셀은 담금 온도 구배(immersion temperature profile)를 측정하여야 하며, 각 담금 위치에서 자기가열효과(self-heating effect)를 측정한다. 담금 깊이 측정 간격은 1 cm 또는 2 cm 간격으로 하고, 물 높이의 10 cm 아래 까지 측정한다.

각 실험실이 실험을 종료한 후 실험에 사용된 장비 등의 자세한 정보와 결과 및 불확도 평가를 기록한 보고서를 BIPM에 제출하여야 한다. 먼저 두 차례 별도로 실현된 얼음맨틀의 모든 측정 일정동안 얻어진 일일 측정값과 측정값에 반영된 자기가열효과와 hydrostatic head pressure 효과를 기록 보고한다. 이들 효과를 보정하여 얻어진 각 실험실의 기준용 셀과 비교용 셀 사이의 온도 차이를 보고하여야 한다. 교정에 사용된 온도계인 SPRT의 센서부분 높이를 나타내는 담금선 자료와 비교용 셀의 불확도 평가 결과를 보고서에 담아야 한다. 그리고 측정에 사용된 장비, 각 국가의 기준용 셀에 대한 정보, 얼음맨틀 준비 방법, 셀 보관함 형태, 온도계와 저항온도계의 저항측정 장치인 온도계 브리지의 형태, 온도계 브리지와 함께 사용되는 표준저항 보관용 액체 항온조 사양, 기준 및 비교용 셀의 구입 또는 제작 일자, 온도계에 사용된 측정 전류, 기준 셀 얼음 맨틀의 나이 그리고 가능하다면 셀 내부에 주입한 고순도 물의 동위원소 비율 또는 불순물 분석 자료를 보고서에 포함시킨다.

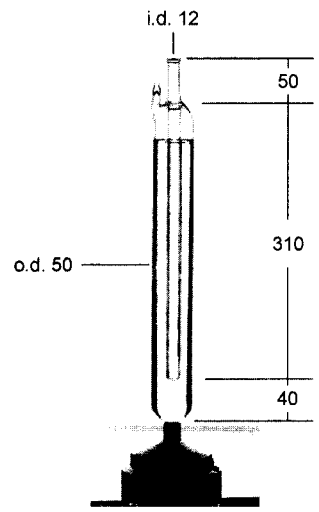

그림 1. 물의 삼중점 셀(S/N KRISS 2002-14). 단위: mm, i.d.: 내경, o.d.: 외경

Fig. 1. Triple point of water cell (S/N KRISS 2002-14). unit: mm, i.d.: inner diameter, o.d.: outer diameter.

3. 실험 장치

실험장치 중 핵심은 물의 삼중점 셀이다. 그림 1은 KC을 위해 한국표준과학연구원(KRISS)이 제작한 3대의 셀 중에서 BIPM에 보낸 비교용 셀의 모습이다. 그림의 셀에서 외피는 pyrex 유리를 사용하였고, 가운데 온도계를 삽입할 수 있는 온도계 우물이 있고 내부에 공기 없는 고순도 물이 담겨 밀폐되어 있다. 이 때 셀 내에 주입된 물은 금속이온을 제거할 수 있는 미국 Millpore 회사의 모델 Milli-Q 증류기를 사용하여 생산한 물을 파이렉스 유리 용기에서 한 번 더 증류한 것을 사용하였다. 이 때 Milli-Q 증류기로 얻은 물의 저항은 17 MΩ이었다[5]. 셀 내부의 물의 높이는 제작과정에서 일정하게 맞출 수 없어서 다소 차이가 있으나 본 실험에서 제작한 3대의 셀 외형은 동일하다.

제작된 3대의 셀 고유번호는 각각 KRISS 2000-5, KRISS 2002-07 및 KRISS 2002-14를 부여하였고, 비교 실험 결과를 통해 3대의 셀이 동등한 성능을 보였으며 이중 KRISS 2002-14 셀을 비교용 셀로 택하였다.

물의 삼중점 셀의 비교실험을 위해서는 셀 내부에 얼음맨틀이 생기도록 하여 물의 삼중점을 실현하여야 한다[5]. 한번 물의 삼중점이 실현된 기준용 셀의 경우 실험대기 1주일 및 각 얼음맨틀 당 2주 이상 측정하고 같은 실험을 2회 반복하여야 하므로 6주 이상 셀 내부 얼음이 녹지 않는 안전한 상태에서 보관되어야 한다. 물의 삼중점 셀 내의 얼음이 측정에 사용되면서 장기간 녹지 않도록 보관하려면 특별한 보관함이 있어야 한다. 실험에 사용된 물의 삼중점 셀 보관함의 내부 통은 스테인레스로 직경 40 cm이고 높이가 85 cm인 실린더 형으로 만들었고, 겉 통은 사각의 나무상자로 만들고 내부 통과 겉 통 사이는 15 cm 두께로 단열재를 채웠으며 15 cm 두께의 뚜껑도 설치하였다. 내부 통의 하단에 물이 빠지는 구멍을 밸브와 연결하였다. 통 내부에는 그림 1과 같은 크기의 셀을 4대 설치할 수 있는 지지대를 넣고, 지지대와 내부 통 사이를 잘게 분쇄한 얼음으로 채운다. 물의 삼중점 셀 보관함 내부에서 녹은 물은 항상 배출구를 통해 빠지게 하고, 수시로 얼음을 채워주면 안정되게 0 °C를 유지하여 0.01 °C 상태인 물의 삼중점을 수개월 이상 잘 보관할 수 있다.

물의 삼중점 셀 사이의 온도 차이를 측정하기 위해 사용한 온도계는 현재 사용되고 있는 온도계들 중에서 안정도가 가장 우수한 것으로 알려져 있는 롱스템형 표준백금저항온도계(SPRT)를 사용하였다. 롱 스템 형 SPRT는 0 °C 때의 저항이 약 25.5 Ω이고, 미국 Leeds & Northrup 회사의 모델 8163-Q(S/N 1854020)이며 안정도를 높이기 위해 500 °C에서 4시간 동안 열처리하였다.

SPRT의 저항을 정밀하게 측정하려면 분해능이 높은 저항브리지를 사용하여야 한다. 분해능이 0.1 μΩ (온도값으로 1 μK)인 영국 ASL회사의 모델 F18, AC resistance bridge(S/N 515-7/007)를 컴퓨터와 연결하여 사용하였다. 저항브리지의 측정을 컴퓨터로 자동측정하면 측정값의 분해능을 한자리 증가시킬 수 있으며, 측정결과의 불확도 평가에 좋은 결과를 준다. 사용된 컴퓨터 프로그램은 Visual Basic이다.

분해능이 높은 저항브리지의 경우 저항의 절대 값을 직접 읽지 않고, 측정하고자 하는 저항과 표준저항의 비율을 측정하는 방식을 갖는다. 이를 위해 사용한 표준저항은 영국 Tinsley 회사의 model 5685A standard resistor(S/N 270667)이다. 표준저항은 주변온도에 따라 그 값이 변하므로 안정된 온도를 유지시켜 주는 액체항온조에 담가서 사용한다. 미국 Neslab 회사의 model RTE 220 액체항온조를 사용하였다. 한국에서 표준저항 보관온도 기준은 25 °C이며, 이 때 항온조의 온도안정도는 ±0.03 °C를 유지하였다. 이 온도안정도가 SPRT의 온도측정에 미치는 영향은 2.3 μK으로 평가되어 본 실험의 목적에 적합함을 확인하였다.

준비된 장치는 그림 2와 같다. 각 장치들은 셀 보관 유지상태 및 측정값의 신뢰성 등과 같은 사전 점검을 완료한 후 측정에 임하였다.

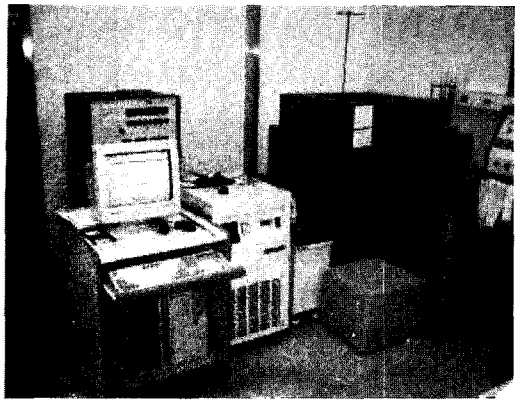

그림 2. 물의 삼중점 셀 비교실험 장치
Fig. 2. Measurement system for comparison of triple point of water cells.

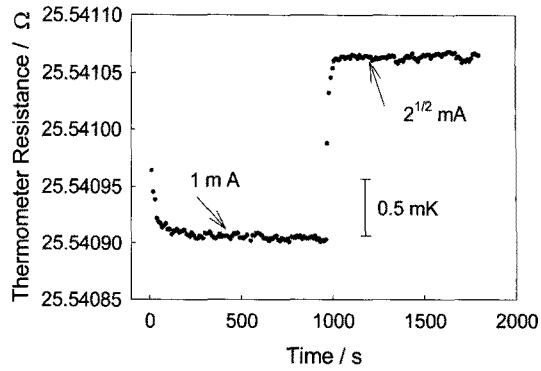

그림 3. 물의 삼중점 셀에서 SPRT 저항 측정 예
Fig. 3. Measurement example of SPRT resistance at triple point of water cell.

4. 물의 삼중점 셀 비교실험 및 결과

물의 삼중점 셀 3대(KRISS 2000-5, KRISS 2002-07 및 KRISS 2002-14)를 실현하여 그림 2 사진의 오른쪽에 있는 셀 보관함에 보관한 후, 1주일이 경과한 후부터 핵심국제비교 의정서(KC protocol)에 명시된 절차에 의해 측정을 시작하였다.

물의 삼중점 셀 3대 중에서 KRISS 2000-5와 KRISS 2002-07은 기준용으로 사용하고 KRISS 2002-14는 BIPM에 보내 KC에 사용될 비교용으로 사용하였다. 측정이 시작되기 전에 저항브리지와 컴퓨터의 전원을 켜고 2시간 이상 가동하여 정상 사용상태가 될 때까지 예열 시킨다. 표준저항 보관용 액체항온조는 실험 시작 수일 전부터 작동하여 온도를 안정시키고, 물의 삼중점 셀 비교실험이 종료될 때까지 14주 이상 같은 상태를 계속 유지하였다. 셀 온도비교용 온도계인 SPRT를 저항브리지와 연결하고 빙점이 유지되는 셀 보관함의 얼음에 삽입하여 다른 장치의 예열 시간 동안 예냉(pre-coolong) 시켰다. SPRT 예냉과 측정 장치의 예열이 충분히 이루어진 다음 셀 보관함에 비교용으로 준비한 물의 삼중점 셀 외에 별도로 준비한 보조용 물의 삼중점 셀에 SPRT를 삽입하고 SPRT의 저항을 측정한다. 예비 측정에서 측정 과정이 정상으로 판정되면 3대의 셀을 차례로 측정하여 SPRT의 저항을 기록하였다.

기준용 셀인 KRISS 2002-07와 KRISS 2000-5를 먼저 측정하고 비교용 셀인 KRISS 2002-14를 끝에 측정하는 순서로 하였다. 한 셀의 측정이 끝나고 다음 셀로 SPRT를 옮기면 SPRT의 센서 보호관인 스템(stem)의 온도가 셀 내의 온도와 평형이 이루어 질 때까지 최소 약 10분 정도 기다린 후 측정을 시작하였다. 측정 직전에는 얼음맨틀이 온도계 우물 주위에서 회전되는 지를 확인하였다. 각각의 셀 측정 시 SPRT에 1 mA와 mA 전류를 흘려 저항 값을 측정하였고, 매번 각각의 전류에서 60개 이상의 data를 10초 간격으로 그림 3과 같이 측정하였다.

SPRT의 저항을 2개 전류에서 측정하는 이유는 두 전류 값에서 SPRT 저항을 1차 선형 내삽하고 0 mA 때의 SPRT 저항을 외삽하여 구해서 사용하면 SPRT 백금선 센서의 자기가열효과를 배제할 수 있기 때문이다. 측정에 시간이 많이 소요되므로 오전에 1회 측정하고, 오후에 2회 측정하여 구한 기준용 셀과 비교용 셀 사이의 온도 차이를 평균하여 1일의 측정결과로 사용하였다.

처음 2주간 10회의 측정 후, 비교용 셀 KRISS 2002-14의 얼음을 녹이고 다시 실현하여 1주일 대기한 다음 처음과 동일하게 2주간 11회의 측정을 실시하였다. 각 측정 결과들은 그림 3과 같이 Sigma Plot 프로그램을 사용하여 특별한 전기잡음(electric noise) 등이 있었는지를 검사하여 오류신호가 있는 측정값들은 제거하고 Excel 프로그램을 이용하여 평균값과 평균표준편차(standard deviation of the mean, Type A 측정 불확도)를 구하였다. 측정된 결과들을 분석한 결과 기준셀과 비교용 셀 사이의 온도차이는 0.030 mK ± 0.006 mK을 얻었다. 이 결과는 실험이 진행되면서 물의 삼중점 셀 내부의 얼음맨틀이 많이 녹아 상태가 안 좋은 결과들이 포함된 것이다. 그러나 전체 측정된 셀들 사이의 온도차 분포는 측정결과를 신뢰할 수 있다고 판단되었다. 한번 도출된 KC 결과는 오랜 기간 국가 간의 측정능력을 평가하는 기본 자료로 사용됨은 물론, 국가 간 상거래 시 상품의 수준을 평가하는데 사용되기 때문에 완벽에 가까운 실험을 하여야 한다. 따라서 안 좋은 얼

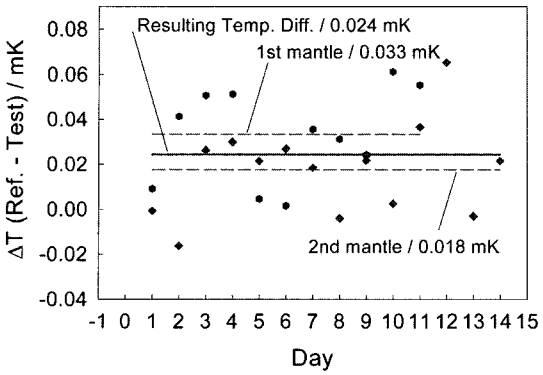

그림 4. 기준용 셀과 핵심국제비교용 물의 삼중점 셀 사이의 온도차 비교결과. ●: 1 차 맨틀, ◆: 2 차 맨틀

Fig. 4. Comparison results of temperature difference between reference cells and test cell for key comparison. ●: 1st mantle, ◆ : 2nd mantle.

음맨틀로 얻어진 결과를 무시하고 처음부터 같은 실험을 다시 하였다.

1차 얻어진 결과가 본 실험실에서 얻었던 과거의 연구결과보다 3배정도 우수한 결과로[5] 평가되었지만 검증된 결과를 BIPM에 보내기 위해 앞에 설명된 실험과정을 반복하여 그림 4를 얻었다. 그림 4로부터 기준용 셀과 비교용 셀 사이의 온도차이 최종 결과는 0.024 mK임을 알 수 있다. 이 결과는 1차 측정 결과인 0.03 mK과 측정오차 범위 내에서 일치하는 결과이다. 따라서 그림 4의 결과를 BIPM이 주관하는 KC의 최종결과로 택하였다.

5. 불확도 평가

불확도를 평가할 경우 통계적으로 처리되는 측정값들은 A형 평가(Type A evaluation)를 해주고, 그 외의 불확도 요인들은 B형 평가를 해주며 BIPM이 1993년에 발간한 "측정불확도 표현지침서(guide to the expression of uncertainty in measurement)"에 따른다. 또는 이 지침서를 한글로 번역하여 동일한 내용으로 표준과학연구원이 발간한 지침서를 참고한다[6].

물의 삼중점 셀 비교실험의 불확도 평가에 요구되는 불확도 요인(source of uncertainty)은 BIPM이 작성한 KC 의정서에 명시된 내용을 따라야 한다. 이들 불확도 평가 요인 중에서 의정서에 빠져있는 비교용 셀의 재현성(reproduciability)을 추가하여 표 1과 같이 평가하였다.

표 1에서 1번 불확도 요인는 물의 삼중점 셀 제작에 사용된 고순도 물 속에 포함된 화학적 불순물의 양에 기인한 것이다. 불순물을 직접 평가한 결과는 없으나 본 실험실의 물의 삼중점 셀과 비교 측정하여 0.1 mK 이내에서 일치하는 결과를 보인 영국 NPL 물의 삼중점 셀의 불확도 평가 문헌의 값을 사용하였다[5]. 즉, 영국 국가표준연구소인 NPL이 발간한 "Cryogenic Triple

표 1. 물의 삼중점 셀 비교에 의한 불확도 표

Table 1. Uncertainty budget for a comparison between the triple point of water cells

Origin	Contribution (k=1)
National Reference	
(Uncertainties related only to properties of the reference cell)	0.03
1. Chemical impurities (please explain how estimated)	0.014
2. Isotopic variation (please explain how estimated)	0.005
3. Residual gas pressure in cell	0.009
4. Reproducibility	
Comparison of transfer cell to national reference	
(Uncertainties related to the comparison of the two cells)	0.004
5. Repeatability for a single ice mantle (incl. bridge noise)	0.009
6. Reproducibility for different ice mantles	0.004
7. Reproducibility for different types of SPRTs	0.004
8. Hydrostatic head of transfer cell	0.004
9. Hydrostatic head of reference cell	0.005
10. SPRT self-heating in the transfer cell and reference cell	0.040
11. Perturbing heat exchanges	
Others	0.007
12. Reproducibility of transfer cell	
Total uncertainty	0.055

Point Cells at NPL"을 제목으로 한 보고서의 9쪽 표 3에 명시된 0.03 mK을 택하였다[7]. 2번 불확도 요인은 중수인 D_2O의 양에 따른 물의 삼중점 온도의 불확도 요인을 평가하는 것이다. 뉴질랜드의 J. V. Nicholas가 Metrologia에 발표한 연구결과를 인용하여 평가하였다. 육지에서 채집한 물과 평균 바닷물(standard mean ocean water, SMOW)을 증류한 물 사이의 동위원소 비에는 차이가 있고, 이 차이로 인해 물의 삼중점 온도에 0.024 mK 차이가 있음을 밝혔다[8]. 이 온도차이를 box형 분포로 평가하기 위해 $\sqrt{3}$으로 나누어 얻은 0.014 mK을 불확도로 사용하였다. 3번 불확도 요인은 물의 삼중점 셀 내에 잔류 공기의 양에 의한 불확도 값을 의미한다. 앞에서 소개한 셀 내부의 공기의 양을 측정하는 McLeod-type 테스트 방법으로 관측된 공기방울을 통해 계산하는 방법이 있지만, 국제적으로 공인된 자료의 기준에 따르기로 하였다. 즉, 독일 국가표준연구소인 PTB의 B. Fellmuth가 CCT 회의에 보고한 보고서에 0.005 mK을 명시하여 그대로 사용하였다[9]. 4번 불확도 요인은 기준용 셀의 측정 재현성을 의미하며, 반복성(repeatability)과는 다른 의미를 갖는다. BIPM이 제공한 KC 의정서에 측정값들의 변화를 사용하여 평가할 것을 주문하고 있다. 총 25회 SPRT로 측정한 기준용 셀 두 대 KRISS 2002-7 및 KRISS 2000-5 물의 삼중점에서의 저항들의 평균표준편차는 각각 73.15 $\mu\Omega$(0.0072 mK) 및 63.26 $\mu\Omega$(0.0062 mK)이었다. 이 두 값을 결합하기 위해 제곱합의 root를 구하면 0.009 mK을 구할 수 있다. 5번 불확도 요인부터 나머지는 비교용 셀과 관련된 불확도 요인들이다. 5번 불확도 요인은 매번 측정되는 그 날의 측정값들의 반복능력을 평가하는 것으로 25회 측정된 각 측정값들의 평균표준편차를 구한 다음, 모두를 평균하여 얻은 0.004 mK을 불확도로 사용하였다. 6번 불확도 요인은 2번 생성시킨 비교용 셀의 얼음 맨틀 사이의 재현 능력을 평가하는 항목이다. 비교용 셀의 처음 얼음 맨틀과 기준용 셀의 얼음 맨틀 사이의 온도차이는 0.033 mK을 얻었고 두 번째는 0.018 mK의 온도차를 얻었다(그림 4 참조). 이 두 온도차이의 차이를 구하면 0.015 mK을 얻는다. 비교용 셀의 2번 실현된 얼음맨틀의 온도차이 0.015 mK을 box형 분포로 평가하기 위해 $\sqrt{3}$으로 나누어 얻은 0.009 mK을 불확도로 사용하였다. 7번 불확도 요인은 기준용 셀과 비교용 셀 사이의 온도차이가 일정한 값을 갖지 않고 분산되어 나타나는 것을 평가한 것이다. 따라서 25회 측정된 기준과 비교용 셀 사이의 온도차의 평균표준편차인 0.004 mK을 불확도로 택하였다. 8번과 9번 불확도 요인은 물의 삼중점 셀 내에서 SPRT 온도센서가 위치한 곳과 셀 내의 물의 높이 차이로 인한 물의 압력효과가 온도의 차이를 주게되어 이를 항상 보정하여 준다. 이 때 보정해 주는 hydrostatic head pressure correction의 오류에 따른 불확도를 평가해주어야 한다. 앞서 설명한 독일 국가표준연구소인 PTB의 B. Fellmuth가 CCT 회의에 보고한 보고서를 따르기로 하여 0.004 mK을 부여하였다[9]. 10번 불확도 요인은 SPRT로 셀의 온도를 측정할 때 온도센서에 흘려준 전류에 의해 자기가열효과가 발생한다. 이 효과를 최소화하기 위해 1 mA와 $\sqrt{2}$ mA의 두 전류를 흘려 0 mA 때의 SPRT 저항을 측정값으로 사용한다. 이 때 자기가열효과가 매 측정마다 다르게 검출되므로 25회 측정된 자기가열효과의 평균표준편차를 불확도로 평가하였다. 한번 실험에 기준용 셀 2대와 비교용 셀 1대가 같은 조건으로 측정되면서 서로 연관(correlate)되어 있으므로 각 셀에서 얻은 불확도 값 3개를 결합한 0.005 mK을 10번 불확도로 사용하였다. 11번 불확도는 SPRT로 셀의 온도를 측정할 때 SPRT의 담금 깊이에 따른 온도구배와 온도계 보호관을 따라 유입되는 열에 의한 불확도를 평가해 주어야 한다. 이를 평가하기 위해 셀 우물 내부의 온도구배를 1 cm 간격으로 4차례 측정하였다. 측정 결과로부터 셀의 온도가 측정되는 바닥과 5 cm 높은 곳의 온도차인 0.003 mK을 box형 분포로 평가하기 위해 $\sqrt{3}$으로 나누어 얻은 0.002 mK과 4번 측정하면서 얻은 측정값들의 분산으로부터 얻은 불확도 0.040 mK을 결합한 0.040 mK을 택하였다. 마지막으로 12번 불확도는 4번 불확도 평가를 비교용 셀에 대해 평가해준 것으로 0.007 mK을 얻었다. 평가된 각 불확도 요인들을 모두 결합하기 위해 각 요인의 불확도 값들의 제곱합의 root를 구한 결과 0.055 mK을 얻었다. 얻어진 결과로부터 한국표준과학연구원의 기준용 물의 삼중점 셀 2대와 비교용 물의 삼중점 셀 1대의 온도차 "ΔT = 0.024 mK, u_c = 0.055 mK(합성표준불확도)"임을 알았다.

6. 결 론

온도측정자문위원회가 결정한 온도표준 원기인 물의 삼중점 셀의 핵심국제비교에 참여하기 위해 3대의 물의 삼중점 셀을 제작하고, 그 중 2대(KRISS 2000-5, KRISS 2002-07)를 기준용으로 나머지 1대(KRISS 2002-14)를 비교용으로 사용하여 온도차이를 측정한 결과 0.024 mK이었으며, 비교 실험의 합성표준불확도는 0.055 mK이었다. 셀 사이의 온도 차이가 불확도 값의 반 이하의 결과는 제작된 물의 삼중점 셀 들의 성능이 아주 우수

함을 의미하는 결과이다. 본 실험의 결과가 오랜 기간 국가 간의 측정능력을 평가하는 기본자료로 사용됨은 물론, 국가 간 상거래 시 상품의 수준을 평가하는데 사용되기 때문에 같은 실험을 2회 반복하여 검증된 결과를 도출하였다.

참고 문헌

[1] H. Preston-Thomas, "The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)", *Metrologia*, vol. 27, pp. 3-10, 1990.

[2] CCT report of the 21st meeting (12-14 September 2001), BIPM, Paris, 2001.

[3] M. Stock and S. Solve, "Protocol for the CIPM Key Comparison of Water Triple Point Cells, CCT-K7", *BIPM*, Paris, 2002.

[4] T.J. Quinn, "Guidlines for key comparisons carried out by Consultative Committees", *BIPM*, Paris, 1999.

[5] 강기훈, 김말진, 송창호, 김종철, 이충희, "증류법에 의한 물의 삼중점 셀의 제작과 특성", *응용물리*, vol. 8(5), pp. 425-428, 1995.

[6] 정명세, "측정불확도 표현 지침(KRISS Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement), KRISS-98-096-SP", *한국표준과학연구원*, 1998.

[7] D.I. Head, R.L. Rusby, and J.E. Martin, "Cryogenic Triple Point Cells at NPL", *NPL Report QM 116*, October 1995.

[8] J.V. Nicholas, T.D. Dransfield, and D.R. White, "Isotopic Composition of Water Used for Triple Point of Water Cells", *Metrologia*, 33, 1996.

[9] B. Fellmuth, J. Fisher, and E. Tegler, "Uncertainty Budgets for Characteristics of SPRTs Calibrated according to the ITS-90", CCT/01-02, 2001.

강 기 훈 (Kee Hoon Kang)

- 1976년 고려대학교 물리학과 졸업(이학사)
- 1981년 고려대학교 대학원 물리학과 졸업 (이학석사)
- 1996년 한국과학기술원 물리학과 졸업 (이학박사)
- 1981년 ~ 현재 한국표준과학연구원 책임연구원
- 주관심 분야 : 온도표준 및 보급

김 용 규 (Yong-Gyoo Kim)

- 1986년 서울대학교 금속공학과 졸업 (공학사)
- 1988년 한국과학기술원 재료공학과 졸업 (공학석사)
- 1992년 한국과학기술원 재료공학과 졸업 (공학박사)
- 19931년 ~ 현재 한국표준과학연구원 책임연구원
- 주관심 분야 : 온도표준 및 보급

감 기 술 (Kee Sool Gam)

- 1976년 울산공과대학 재료공학과 졸업 (공학사)
- 1982년 서강대학교 대학원 물리학과 졸업 (이학석사)
- 2001년 충남대학교 대학원 물리학과 졸업 (이학박사)
- 1982년 ~ 현재 한국표준과학연구원 책임연구원
- 주관심 분야 : 온도표준 및 보급, 온도센서 관련