

저진공에서 초고진공까지의 국가 진공표준

홍승수* · 임인태 · 신용현 · 정광화

한국표준과학연구원 진공기술연구팀, 대전 305-600

(2005년 12월 21일 받음)

한국표준과학연구원 진공연구실은 1983년 설립된 이후 초음파간섭 수은주압력계, 정적형 표준기 및 동적교정장치 등을 개발하여 저진공에서 초고진공까지 국가 진공표준의 확립 및 보급을 하고 있다. 본 연구에서는 각각의 진공표준기, 국제표준화기구의 권고에 의한 불확도 분석 방법, 그리고 핵심측정표준 국제비교 및 국가간 상호비교 결과를 소개한다.

주제어 : 초음파간섭 수은주압력계, 정적법, 동적교정장치, 진공표준, 불확도, 국제비교

I. 서 론

세계적으로 진공표준의 역사는 약 50년 정도이며 현재 진공표준을 확립하여 유지하고 있는 국가는 미국, 독일, 일본, 영국, 이태리, 인도, 호주, 뉴질랜드, 중국 등 손꼽을만한 숫자밖에 되지 않지만 최근에는 많은 나라에서 진공표준 확립에 대한 관심이 커지고 있는 추세이다. 한국의 경우 한국표준과학연구원 (KRISS)에서 진공표준 확립을 준비하기 시작한 것은 1983년이며, 20여 년의 짧은 연구기간에도 불구하고 현재는 대부분의 측정분야에서 세계표준기관들과 어깨를 나란히 할 수 있는 수준이 되었음이 핵심측정표준 국제비교나 국가간 상호비교

에서 입증되고 있다 [1-4].

Fig. 1은 KRISS에서 확립 및 유지하고 있는 진공표준의 소급 체계도이다. 저진공표준기인 초음파간섭 수은주압력계 (UIM)를 기점으로 중진공표준, 고진공표준, 초고진공표준, 누설 (leak)표준, 부분압표준으로 소급성이 유지되고 있으며 이중 측정범위가 1 Pa ~ 대기압인 UIM의 확립 및 유지는 다른 표준기의 불확도 전파에 직접 영향을 미치므로 매우 중요하다. 본 논문에서는 현재 확립중인 누설 표준과 부분압표준을 제외하고 저진공에서 초고진공까지 확립된 국가 진공표준을 소개함으로써 관련 분야의 전문가들에게 진공도 측정기술에 대한 이해의 폭을 넓히도록 하였다.

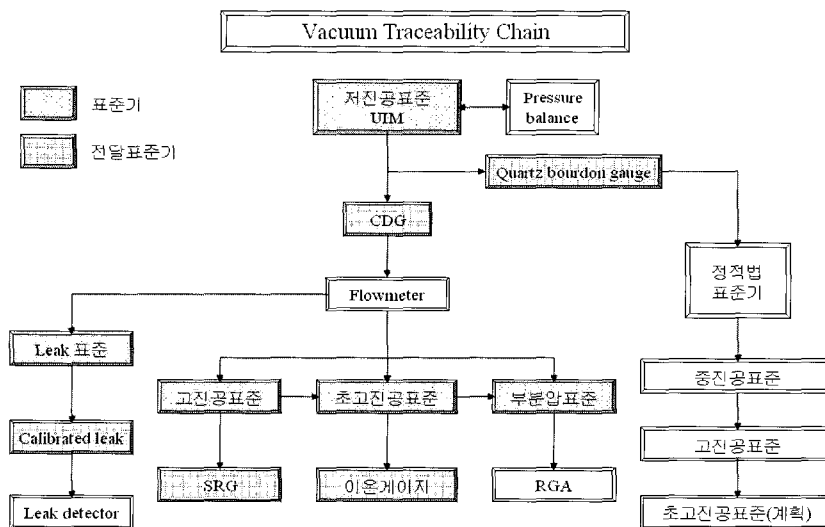


Fig. 1. KRISS에서 확립하고 있는 국가 진공표준 소급 체계도

* [전자우편] sshong@kriss.re.kr

II. 초음파간섭 수은주압력계 (Ultrasonic Interferometer Manometer, UIM)

2.1 원리

Fig. 2는 한국표준과학연구원 진공기술센터에서 보유하고있는 저진공 국가표준기인 초음파간섭 수은주압력계의 개략도이다. UIM을 이용하여 용량형 진공계 (capacitance diaphragm gauge, CDG)를 교정할 경우 표준기에서 발생된 표준압력 (standard pressure) P 는 식 (1)에 의해 계산된다.

$$P = \rho_t \cdot g \cdot \Delta h + \alpha \quad (1)$$

여기서 ρ_t 는 온도 t °C에서의 수은밀도, g 는 측정 지점의 중력가속도, Δh 는 수은주의 높이차이며 α 는 여러가지 보정항이다. 수은주압력계인 UIM은 Fig. 2에서 보듯이 측정압력구 (test port)의 압력은 기준압력구 (reference port)의 양쪽에 위치한 두 개의 수은주에 연결되어 기울어짐 효과 (tilt effect)를 상쇄하게 설계되었다. 측정압력구에 연결된 수은주 높이가 L_1 , L_3 이고 기준압력구의 수은주 높이가 L_2 라면 수은주 높이차 Δh 는 식 (2)와 같다.

$$\Delta h = L_2 - \frac{L_1 + L_3}{2} \quad (2)$$

온도 t °C에서의 수은밀도 ρ_t 는 온도에 따른 부피팽창을 고려하여 다음과 같이 계산한다.

$$\rho_t = \frac{\rho_r}{1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 \Delta t^2} \quad (3)$$

여기에서 ρ_r 은 일정온도에서 측정된 수은밀도로 20 °C에서 $13.5458924 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ 이고 수은의 부피팽창계수 β_1 은 $1.8115212 \times 10^{-4} / \text{K}$, β_2 는 $7.7552831 \times 10^{-9} / \text{K}^2$ 이다. Δt 는 측정할 때의 수은주 온도와 수은밀도가 측정된 기준온도 20 °C와의 차이이다. 수은주압력계로 진공계이저를 교정할 때 압력에 따른 수은주 높이와 피교정기가 부착된 위치의 높이 차이가 때문에 수은주와 피교정기에 작용하는 기체의 압력차이가 생기므로 이의 보정이 필요하다. 교정 가스가 질소인 경우 측정압력구 쪽의 질소밀도를

ρ_{N21} , 기준압력구 쪽의 질소밀도를 ρ_{N22} , 그리고 수은주 높이 측정 기준점과 피교정기와 높이 차이를 R_l 이라고 하면 이 차이에 의한 압력 기여 분은 다음과 같다.

$$P_{gas} = -\rho_{N21} \cdot g \left(R_l - \frac{L_1 + L_3}{2} \right) + \rho_{N22} \cdot g (R_l - L_2) \quad (4)$$

여기에서 ρ_{N21} , ρ_{N22} 는 이상기체 상태방정식으로 부터 계산된다. 또한 수은의 증기압 때문에 수은주압력계의 기준압력구의 압력이 완전히 영 (zero)이 되지 않으므로 이 값 (P_{back})을 보정해 주어야 한다. 이 모든 값들을 보정하여 구한 수은주압력계인 UIM의 표준압력 P 는 다음 식 (5)에 의해 계산된다.

$$P = \frac{\rho_r}{1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2} g \left(L_2 - \frac{L_1 + L_3}{2} \right) - \rho_{N21} \cdot g \left(R_l - \frac{L_1 + L_3}{2} \right) + \rho_{N22} \cdot g (R_l - L_2) + P_{back} \quad (5)$$

위 식에서 L_1 , L_2 , L_3 , P_{back} , Δt 는 각 교정점의 측정값이며 ρ_r , β_1 , β_2 는 이미 알려져 있는 값을 이용한다. 중력가속도 g 는 측정값을 사용하며, 피교정기와 표준기의 수은주 밀면과의 높이차 R_l 은 교정 기기를 연결한 후 실제로 측정하여 보정 한다 [5].

2.2 장치 개요

UIM 본체는 진동을 줄이고 외부의 열을 차단하기 위해 수은주 밀면 알루미늄 블록 위에 세워진 수은주 외부에 보호 장치가 있다. 이들은 알루미늄으로 제조되었고 진공 밀봉되어 있으며 로타리 펌프로 배기하여 저진공상태로 유지한다. 블록 위 중앙에는 수직으로 높이 1.2 m, 직경 73 mm인 중앙 수은주와 높이 8 cm, 직경 73 mm인 test 수은주 두 개가 양쪽에 올려져 있다. 수은저장고는 test 수은주의 양쪽에 있으며 UIM에 측정에 필요한 수은은 최대 200 kg이다.

특수 밀링으로 경면 가공된 받침판 위에 에폭시 접착제로 fused quartz를 접착한 후 이 fused quartz 위에 알루미늄 전극을 박막 형태로 증착시

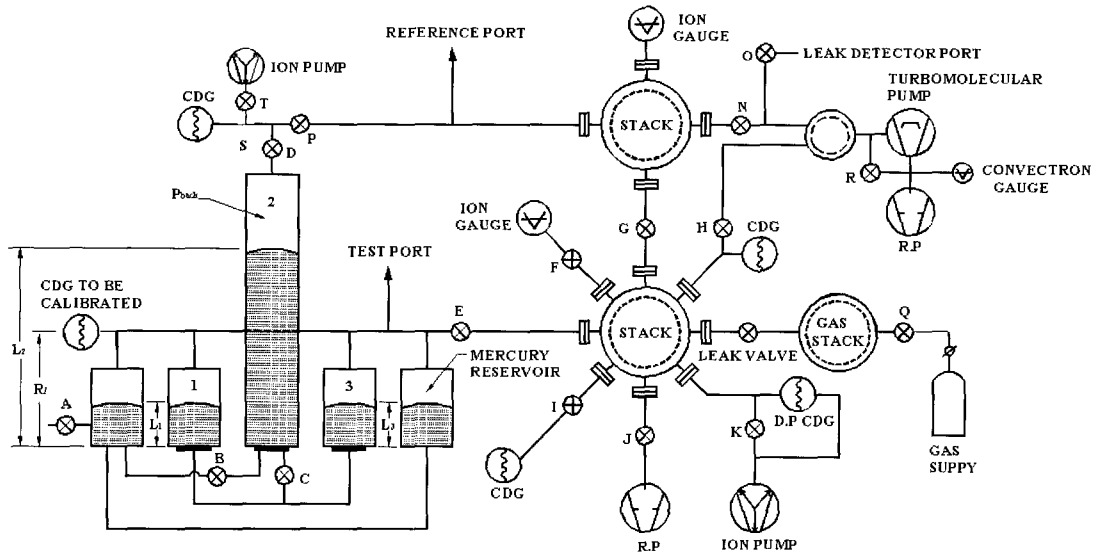


Fig. 2. 저진공 표준기인 초음파간섭 수은주압력계 (UIM) 개략도.

켜 만들고 에폭시 접착제로 수정 변환기 (quartz transducer)를 접착시켰다. 여기서 수정 변환기는 Fisher 회사 제품 (X-cut, polished, 한면은 gold 증착, 공진주파수 10 MHz, 지름 0.75" ± 0.001)이 사용되었다. 변환기는 수은주 지지대에 직접 접촉되면 파괴되어 수은의 누출 현상이 생기고 초음파 발전이 어려워질 수 있다. 따라서 지지대에 일정한 홈을 만들어 테프론을 끼우고 이 테프론과 변환기가 접촉하게 함으로서 변환기를 보호하고 누출 밀봉도 이루었다. 증착된 알루미늄 박막 위에서 전극을 뽑아내기 위해 수은 지지대 안쪽에는 지름 2 mm, 높이 6 mm인 소형 벨로우즈가 고정될 수 있는 홈이 있다. 이 벨로우즈는 구리로 만들어진 것

으로 선을 끼울 수 있는 작은 구멍을 뚫어 내부에서 납땀하여 전극을 밖으로 뽑아낸다. 또한 이 수은주 지지대 안쪽에는 외부에서 수은주에 수은을 공급하거나 배출할 수 있는 수은 배관이 있으며 수은주가 놓이도록 테프론으로 가공된 홈이 있다. 이 홈에 수은주를 올려놓고 invar 봉으로 고정하여 UIM에서 가장 중요한 부분인 수은주 및 초음파 발전 부분이 제작되었다 [6].

Fig. 3의 개략도 처럼 초음파를 이용하여 세 개의 수은주의 길이를 거의 동시에 측정하기 위해서는 데이터의 수집 및 처리 과정이 빨라야 하기 때문에 여러 가지 전자 회로와 그에 상응하는 계측기가 필요하다. 측정에서 특히 중요한 것은 수은

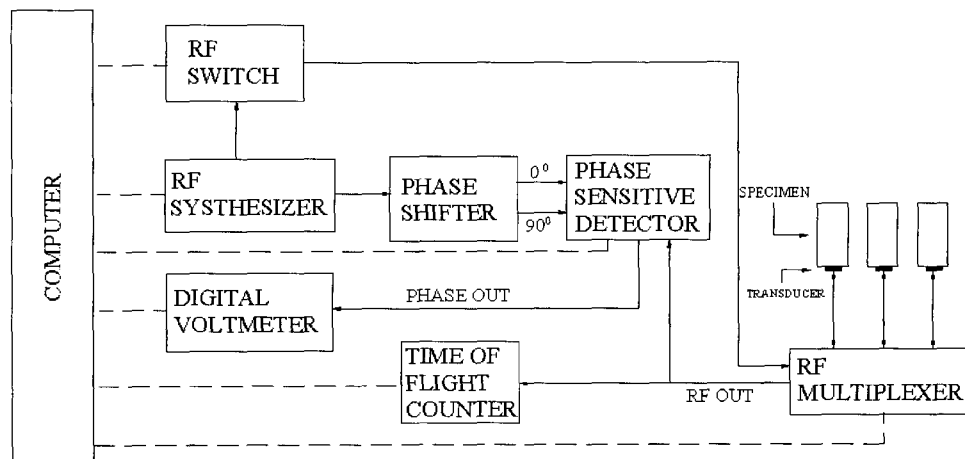


Fig. 3. UIM의 초음파 송수신 및 신호처리 개략도.

면을 비행하는 초음파의 비행시간 (time of flight) 및 기준 신호와 first echo 신호 사이의 위상차 검출에서 얻어지는 직류 전압의 정확도이다. 수은은 조그만 외부 충격에도 메니스커스가 흔들릴 정도로 진동에 민감하고 온도변화에 따라서 밀도 및 음속 등이 변하므로 이들의 오차 요인을 줄이기 위해서 대부분의 측정이 자동화되었다. 모든 회로는 Tektronix TM503 모듈에 장착되어 있으며, 수은주 및 주파수의 선택 그리고 위상 검출된 전압의 검출 및 저장 등은 IEEE 488 BUS를 통하여 컴퓨터에 의해 제어된다. Fig. 4는 저진공 표준기인 UIM 사진이다.



Fig. 4. 저진공 국가표준기인 초음파간섭 수은주압력계 (UIM) 사진.

III. 정적형 (Static Expansion System, SES) 중진공 표준기

3.1 원리

부피팽창법 즉 정적법은 온도가 일정한 상태에서 기체가 팽창하면 부피와 압력의 곱이 일정하게 유지되는 보일의 법칙을 이용한다 [7]. 정적법을 이용해 중진공 영역의 표준을 확립하기 위해서는 대기압 영역에서 저진공 영역까지의 진공표준이 확립되어 있어야 하는데 이 이유는 부피를 측정에 사용되는 게이지가 정확하게 교정되어야 하기 때문이다.

Fig. 5와 같이 구성된 KRISS 정적형 표준기에서 기준압력은 식 (6)과 같이 계산 된다 [8].

$$P_{stj} = (P_i) \times \left(\frac{P_{A22}}{P_{A21}} \right)^N \times 1 - \left(\frac{P_{Y12}}{P_{Y11}} \right)^{\frac{1}{n}} \times \left(\frac{P_{Y21}}{P_{Y22}} \right) \times \left(\frac{T_A}{T_C} \right) \quad (Pa) \quad (6)$$

- P_{stj} : 정적법 표준기에서 발생된 기준압력 (Pa)
- P_i : 용기 (A)에 채운 초기 압력 (Pa)
- P_{X21} : 부피율 X_2 즉, $(A)/(A+B)$ 를 계산하기 위한 용기 (A)의 초기 압력 (Pa)
- P_{X22} : 부피율 X_2 를 계산하기 위한 용기 (A)+(B)의 최종 압력 (Pa)
- N : 용기 C에 표준압력을 발생시키기 위해 행한 용기 (B)의 배기 횟수
- P_{Y11} : 부피율 X_1 즉, $(A)/(A+B+C)$ 및 Y_1 을 계산하기 위한 용기 (B+C)의 초기 압력 (Pa)
- P_{Y12} : 부피율 X_1 및 Y_1 을 계산하기 위하여 용기 (A)를 n 회 반복하여 배기한 후 측정된 용기 (B+C)의 최종 압력 (Pa)
- n : Y_1 을 계산하기 위해 행한 용기 (A)의 배기 횟수
- P_{Y21} : 부피율 X_1 의 Y_2 를 계산하기 위하여 밸브 a와 b를 열고 읽은 용기 (A+B+C)의 초기 압력 (Pa)
- P_{Y22} : 부피율 X_1 의 Y_2 를 계산하기 위하여 밸브 a는 닫고 b는 연 상태에서 읽은 용기 (A)+(B+C)의 최종 압력 (Pa)
- T_A : 초기 용기 (A)의 온도 (K)
- T_C : 마지막 용기 (C)의 온도 (K)

3.2 장치 개요

KRISS의 SES는 Fig. 5와 같이 한 개의 기체저장고 (D), 각각 부피가 다른 세 개의 진공용기 (A, B, C), 배기펌프, 진공도와 부피율 (volume ratio) 측정용 이온게이지 및 CDG, 초기압력 측정용 Quartz Bourdon Gauge (QBG), 진공밸브, 온도계 등으로 구성되어 있다 [8]. 용기 (A)에는 QBG가 부착되어 초기압력 측정에 사용되었고 이온게이지는 용기 (C)의 도달진공도 (base pressure) 측정에 사용되었다. 이 장치에 부착된 QBG와 CDG는 부착하기 전에 UIM에서 정확하게 교정되었다. 칫수 측정으로 계산한 용기 (A), (B), (C)의 부피는 각각 73 ml, 8.4 liter, 67 liter로 추정되었다.

용기 (A)와 (A+B+C)의 부피율 $X_1=A/(A+B+C)$ 및 용기 (A)와 (A+B)의 부피율 $X_2=A/(A+B)$ 을 측정하였으며, Table 1은 X_1 과 X_2 의 반복측정에 의한 평균 및 표준편차를 정리한 것으로 X_1 과 X_2 는 각각 1043.28과 116.79이고 표준편차는 1.151과 0.036이다. Fig. 6은 제작된 정적형 중진공표준기의 사진이다.

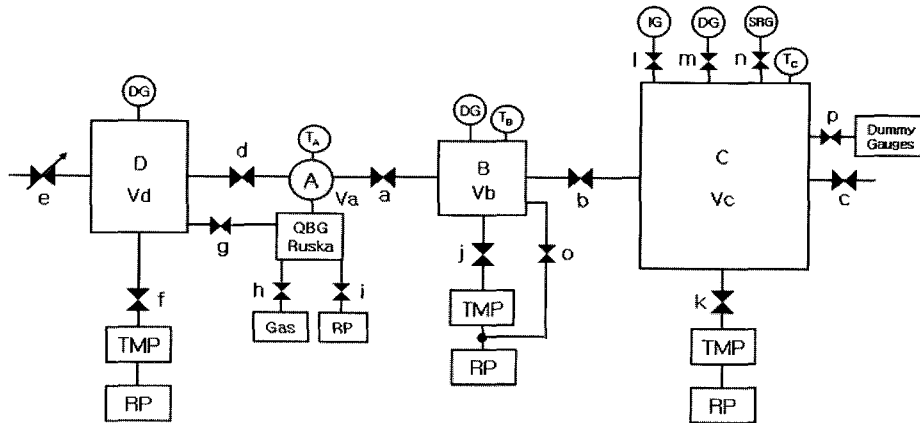


Fig. 5. KRISS의 정적형 중진공 표준기 개략도.

Table 1. 정적형 표준기의 부피율.

| 측정 수 | 1/X ₁ | 1/X ₂ |
|------|------------------|------------------|
| 1 | 1042.25 | 116.77 |
| 2 | 1043.04 | 116.75 |
| 3 | 1044.52 | 116.82 |
| 4 | - | 116.81 |
| 평균 | 1043.28 | 116.79 |
| 표준편차 | 1.151 | 0.036 |

leak 밸브 (V_s)를 통하여 교정챔버 쪽으로 흘러 들어가게 하고, 이 기체가 빠져나가는 양만큼을 피스톤을 전진시켜 유량계 내부압력을 일정하게 유지시키면 이때 발생된 기체의 유량 (throughput, Q)은 다음과 같이 나타낼 수 있다 [9,10].

$$Q = P_f \frac{dV}{dT} \left(\frac{t_{ch}}{t_f} \right) = P_f A \left(\frac{dl}{dT} \right) \left(\frac{t_{ch}}{t_f} \right) \quad (7)$$

여기에서 P_f는 유량계의 기체압력, A는 피스톤의 단면적, (dl/dT)는 피스톤의 이동속도, t_{ch}와 t_f는 각각 교정챔버와 유량계의 온도이다. 따라서 고진공용 교정챔버 (P₁)로 흘러들어가는 유량 Q는 교정챔버의 압력 P₁, 배기챔버의 압력 P₂, 오리피스 콘덕턴스 C₁, 펌프의 유효배기속도를 S라 하면 다음 식으로 나타낼 수 있다.

$$Q = C_1(P_1 - P_2) = P_2 S \quad (8)$$

따라서 고진공 교정챔버의 압력, 즉 기준압력 (reference pressure) P₁은 다음과 같이 계산된다.

$$P_1 = \frac{Q}{C_1(1 - R_p)} \quad (9)$$

여기에서 R_p는 배기챔버와 교정챔버의 압력비 (P₂/P₁)이며, 이 값은 펌프의 배기속도가 일정하다면 압력변화에 무관한 상수이다. 이 식은 기체를 초고진공챔버용 교정챔버에 바로 유입시킨다고 하면 압력비 (P₄/P₃)와 오리피스 콘덕턴스 C₂를 식(9)

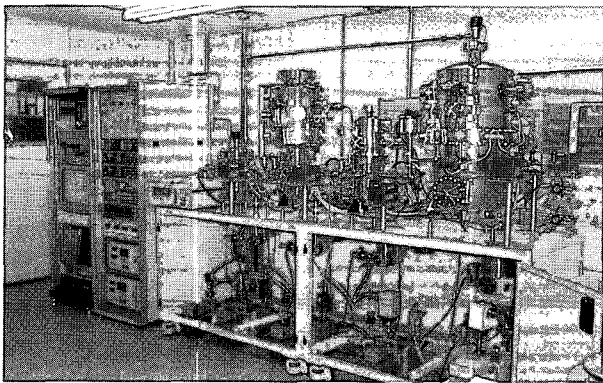


Fig. 6. KRISS의 정적형 중진공 표준기 사진.

IV. 오리피스형 (orifice type) 고진공 및 초고진공 표준기

4.1 원리

Fig. 7과 같은 오리피스형 고진공 및 초고진공 표준기, 즉 동적교정장치 (dynamic calibration system)의 유량계 (flowmeter)에서 발생된 기체가

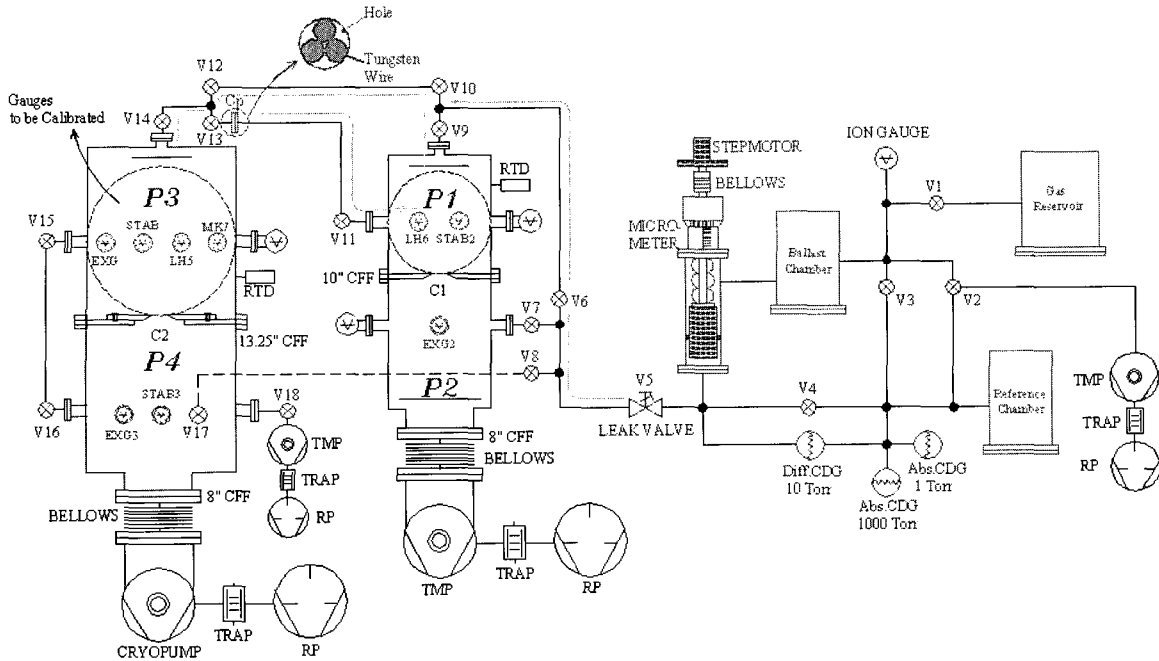


Fig. 7. 오리피스형 고진공 및 초고진공 표준기 개략도.

에 대입하여 교정챔버의 압력 (P_3)를 계산하는데 이
 용할 수 있다. Porous 콘덕턴스 C_p 를 통해 초고진
 공챔버의 교정챔버로 유입되는 유량은 $Q = C_p(P_1 -$
 $P_3)$ 이나 $P_3 \ll P_1$ 이므로 $Q = C_p P_1$ 으로 나타낼 수 있
 다. 또한 콘덕턴스 C_2 를 통해 배기챔버로 유입되는
 유량은 $Q = C_2(P_3 - P_4)$ 이므로 교정챔버의 기준압력
 P_3 은 식 (10)에 의해 구할 수 있다.

$$P_3 = \frac{C_p}{C_2} \left(\frac{1}{1 - R_p} \right) P_1 \quad (10)$$

여기에서 초고진공용 교정챔버와 배기챔버의 압
 력비 (R_p)는 P_4/P_3 이고 P_1 은 고진공표준기의 기준압
 력이다.

4.2 Porous Plug 콘덕턴스 측정

고진공표준기의 측정범위는 $10^{-4} \sim 10^{-1}$ Pa 이
 므로 10^{-7} Pa까지 교정이 가능한 초고진공표준기까지
 영역 확장을 위해서 porous plug를 이용한 유량조
 절 방법을 고안하였다 [11]. Fig. 8은 porous plug
 콘덕턴스 측정 장치로 챔버의 체적이 V , 압력이 P_1
 이고 porous plug와 터보펌프 사이의 압력이 P_2 라
 하면 $P_1 \gg P_2$ 이므로 porous plug를 통한 가스의 유

량은 식 (11)과 같이 표현된다.

$$Q = C P_1 = -V \left(\frac{dP}{dT} \right) \quad (11)$$

만약 챔버 압력 P_1 일 때의 시간을 T_1 , 압력 P_2 일
 때의 시간을 T_2 라 하면 식(11)은

$$\ln \left(\frac{P_2}{P_1} \right) = -\frac{C}{V} (T_2 - T_1) \quad (12)$$

이 된다. 따라서 가스챔버 압력변화를 시간에 따라
 측정하여 기울기를 구하고 체적 V 만 정확하게 알면
 식 (11)에 의해 porous plug의 콘덕턴스를 계산할
 수 있다. KRISSE의 오리피스형 초고진공 표준기에
 부착한 porous plug를 측정하여 구한 기울기에 체
 적 4.6707 ℓ 를 곱해서 계산한 23 $^{\circ}$ C에서 아르곤
 가스에 대한 콘덕턴스는 각각 $C_1=5.573 \times 10^{-3}$, $C_2=$
 5.558×10^{-3} , $C_3=5.553 \times 10^{-3}$, $C_4=5.553 \times 10^{-3}$ ℓ/s
 이며, 평균값은 5.559×10^{-3} ℓ/s 이다. 질소 가스를
 채우고 같은 방법으로 실험한 결과는 각각 $C_1=$
 6.493×10^{-3} , $C_2=6.487 \times 10^{-3}$, $C_3=6.495 \times 10^{-3}$, $C_4=$
 6.498×10^{-3} ℓ/s 이며, 평균값은 23 $^{\circ}$ C에서 6.493
 $\times 10^{-3}$ ℓ/s 이다.

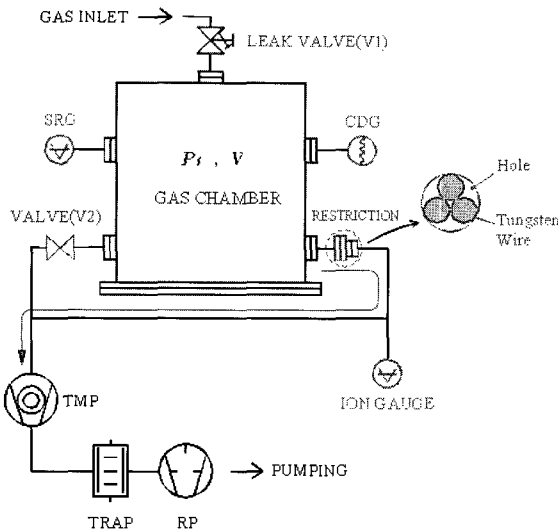


Fig. 8. Porous plug 콘덕턴스 측정장치.

4.3 오리피스형 고진공 및 초고진공 표준기 장치 개요

Fig. 7처럼 고진공 및 초고진공 표준기는 유량계, 고진공챔버, porous plug, 그리고 초고진공챔버 등으로 구성되어 있다. 유량계와 고진공챔버를 조합한 고진공표준기는 측정범위가 $10^{-4} \sim 10^{-1}$ Pa 이고 불확도는 0.8 % ($k=2$) 이내이다. 고진공표준기의 배기펌프로는 이 압력 영역에서 배기속도가 일정한 것으로 알려진 터보분자펌프이다.

초고진공챔버는 가운데의 13.25 inch CFF 오리피스판을 중심으로 윗쪽의 교정챔버 (calibration chamber)와 아래쪽의 배기챔버 (pumping chamber)로 분리되어 있다. 교정챔버 꼭대기의 2.75 inch CFF에는 금속 리크밸브가 있으며 이곳을 통하여 유량계, 고진공 교정챔버, porous plug를 통한 기체가 유입되기도 하고 유량계에서 직접 초고진공 배기챔버로 기체가 유입되기도 한다. 가스주입구에는 지름이 15 cm인 baffle을 오리피스판의 30 cm 높이에 설치하여 교정챔버에 유입되는 기체가 골고루 퍼져 압력구배가 적도록하였다. 교정챔버와 배기챔버는 V_{15} 및 V_{16} 2.75 inch 메탈밸브에 의해 bypass로 연결되었으며 교정챔버의 base 압력을 최소압력으로 낮추고자 할 때 열어놓는다. 교정챔버에는 4.5 inch CFF 플렌지가 2개, 2.75 inch CFF 플렌지가 10개, 그리고 1.33 inch CFF 플렌지가 4개가 있으며 피교정용 게이지가 부착되는 플렌지는 오리피스 판의 내접원의 중심에 놓이도록하였다.

배기챔버에는 4.5 inch CFF 플렌지 1개와 2.75 inch CFF 플렌지가 9개가 있다. 배기챔버와 배기펌프는 8 inch CFF로 연결되었으며, 배기펌프인 크라이오펌프의 진동이 교정챔버에 전달되는 것을 차단하기위해서 벨로우즈 플렌지를 부착하였다. 크라이오 펌프를 켜기 전 챔버의 배기는 로터리펌프와 터보분자펌프로 하였다. 초고진공표준기의 불확도는 1×10^{-4} Pa 이상의 압력구간에서는 1.0 %이고 1×10^{-4} Pa 이하인 낮은 압력에서는 2.0 % 이내이다.

초고진공챔버의 오리피스 (C_2) 지름은 11.996 ± 0.005 mm이며 이를 Clausing이 제안한 분자투과율 계산법으로 계산한 아르곤가스에 대한 23°C에서의 콘덕턴스는 11.202 l/s이고 질소가스에 대한 23°C에서의 콘덕턴스는 13.376 l/s이었다. R_P 는 유량계에서 발생된 유량 Q 를 밸브 V_{15} 와 V_{16} 을 닫고 교정챔버와 배기챔버에 각각 흘려서 각각의 압력을 교정챔버에 부착된 SRG (MK7)로 읽어서 구했다. 아르곤인 경우 밸브 $V_5-V_6-V_{10}-V_{12}-V_{14}$ 를 열고 Q 를 교정챔버에 흘려서 측정된 평균값 (up) $Q/MK7 = 10.9035$ 이었고, 이 밸브들을 닫고 $V_5-V_8-V_{17}$ 을 통하여 Q 를 배기챔버에 흘려서 측정된 평균값 (down) $Q/MK7 = 280.3720$ 이었다. 따라서 아르곤 23 °C에서 압력비 (P_3/P_1)는 25.714이며, 같은 방법으로 구한 질소가스 23 °C에 대한 압력비는 25.670이었다. 현재 고진공챔버에 사용중인 오리피스 (C_1) 지름은 11.286 ± 0.005 mm이며, 콘덕턴스는 아르곤 23 °C인 경우는 9.819 l/s이고 질소 23 °C인 경우는 11.725 l/s이다. 또한 압력비 (P_1/P_2)은 아르곤 23 °C에서 12.298이고 질소 23 °C에서는 13.115이다. Fig. 9는 오리피스형 고진공 및 초고진공 표준기의 사진이다.

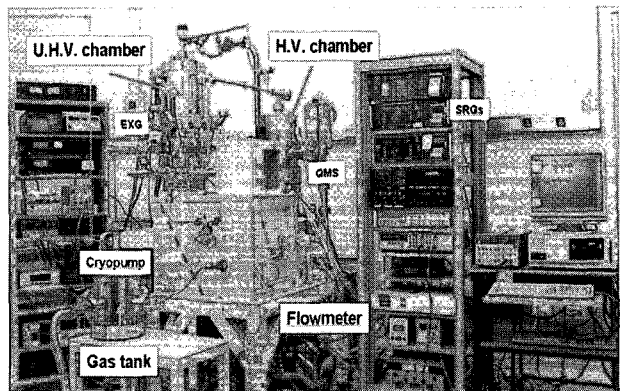


Fig. 9. 오리피스형 고진공 및 초고진공 표준기 사진.

V. 불확도 평가

ISO에 의한 새로운 불확도 평가에서는 불확도를 A형 불확도, B형 불확도, 합성표준불확도, 그리고 확장불확도로 분류하여 계산한다 [12,13]. 여기에서는 모든 진공표준기의 불확도를 소개할 수 없으므로 UIM에서 교정된 CDG의 불확도 평가방법과 절차만을 간단하게 소개하여 진공표준기의 불확도 평가방법에 대한 이해를 돕도록 하였다.

5.1 A형 불확도(A-type Uncertainty, u_A)

측정수가 n 이고 i 번째 교정점에서의 표준압력을 x_i , 이때 CDG의 지시압력을 y_i 라고 하면 교정점들의 집합은 (x_i, y_i) 이다. 교정값들이 $Y = A + BX$ 의 선형적 관계에 있다면 A, B의 추정치 a, b 는 최소제곱법으로 구할 수 있으며, 이때 각 교정점 x_i 에서의 A형 불확도 u_A 는 다음 식 (13)과 같이 구한다.

$$u_A = \sqrt{S_a^2 + x_i^2 S_b^2 + 2x_i S_a S_b \gamma(a, b)} \quad (13)$$

여기에서 S_a 는 절편 a 의 표준편차, S_b 는 기울기 b 의 표준편차이고 $r(a, b)$ 는 a 와 b 의 상관계수로 다음 식 (14)와 같이 계산한다.

$$\gamma(a, b) = -\frac{\sum x_i}{\sqrt{n} \sum x_i^2} \quad (14)$$

여기에서 상관계수는 두 개 이상의 확률변수의 분포에서 확률변수들 사이의 관련성이며, 여기에서는 절편 a 와 기울기 b 의 상관계수이다.

5.2 B형 불확도(B-type Uncertainty, u_B)

B형 불확도 u_B 는 식 (5)의 계산에 사용된 각 불확도 입력량 (q_j)들의 표준불확도와 감도계수로부터 유도된다.

$$u_B^2(P) = \sum \left(\frac{\partial P}{\partial q_j} \right)^2 u^2(q_j) = \sum c^2(q_j) u^2(q_j) \quad (15)$$

이때 $c(q_j)$ 는 입력량들의 감도계수 (sensitivity

coefficient)이고 $u(q_j)$ 는 표준불확도이다. 여기에서 감도계수는 압력 P 에 대한 입력량 q_j 이며 편미분에 의해 수치적으로 계산한다.

식 (5)에서처럼 표준압력 P 를 구하는데 사용된 입력량들은 $L_1, L_2, L_3, g, \rho_r, \beta_1, \beta_2, \Delta t, R_1, \rho_{N21}, \rho_{N22}, P_{back}$ 이므로 이들 각각의 감도계수와 표준불확도로부터 B형 표준불확도를 계산 식 (15)을 이용하여 구할 수 있다. B형 불확도 성분들의 유효자유도 (effective degree of freedom)는 아래 식 (16)을 이용하여 계산할 수 있다.

$$\nu_{eff,B} = \left[\frac{u_B^4}{\frac{u^4(L_1)}{\nu_{L1}} + \frac{u^4(L_2)}{\nu_{L2}} + \frac{u^4(L_3)}{\nu_{L3}} + \frac{u^4(g)}{\nu_g} + \frac{u^4(\rho_r)}{\nu_{\rho_r}} + \frac{u^4(\beta_1)}{\nu_{\beta_1}}} + \frac{u_B^4}{\frac{u^4(\beta_2)}{\nu_{\beta_2}} + \frac{u^4(R_1)}{\nu_{R1}} + \frac{u^4(\rho_{N21})}{\nu_{\rho_{N21}}} + \frac{u^4(\rho_{N22})}{\nu_{\rho_{N22}}} + \frac{u^4(P_{back})}{\nu_{P_{back}}} + \frac{u^4(t)}{\nu_t}} \right] \quad (16)$$

5.3 교정기기의 지시계 불확도(Indicator Uncertainty, u_R)

표정기의 분해능, 교정할 때 온도변화에 따른 영점 및 span 이동 등을 고려한 CDG의 지시계 불확도는 지시값의 0.002 % + full span의 0.0015 %이므로 이 값을 각각의 표준압력에 대입하여 지시계 불확도를 계산하였다. 이 값은 불확도를 95 % 신뢰수준에서 정규분포로 추정하였으며 추정값을 0 % 까지 신뢰 할 수 있다고 가정 할 때 불확도의 자유도 $\nu_{eff,R}$ 는 ∞ 이다.

5.4 합성표준불확도 (Combined Standard Uncertainty, u_c)

A형 불확도, B형 불확도, 그리고 지시계 분해능 불확도를 결합한 합성표준불확도는 아래 식 (17)로 계산한다.

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2 + u_R^2} \quad (17)$$

5.5 확장불확도 (Expanded Uncertainty, u)

측정량의 합리적인 추정값이 이루는 분포의 대부분을 포함할 것으로 기대되는 측정결과 어떤 구

간을 정의하는 양이며 이 측정의 경우 신뢰수준을 95 %로 한다면 t -분포표의 포함인자 (coverage factor) k 를 구해 이 값을 합성표준불확도 u_c 에 곱해서 확장불확도 U_{95} 를 계산한다.

$$U_{95} = u_c \times k \quad (18)$$

Table 2는 각 불확도 성분들의 감도계수 계산식, 표준불확도, 자유도를 정리한 것으로 CDG를 UIM에 부착하고 압력을 증가하면서 얻은 교정결과이다. Table 3은 KRISS 각 표준기에서 교정된 기준계이지들의 확장불확도를 정리한 것으로 이때 신뢰수준은 95 %이고 포함인자 $k=1$ 이다.

VI. 표준기 국제 비교

진공도 측정 및 표준유지의 기점이 되는 대기압 영역 저진공표준의 확립은 매우 중요하므로 각국

표준기관에서는 이 영역의 표준유지를 통한 상호비교 및 국제비교를 활발하게 수행하고 있다. KRISS에서도 CCM 주관의 저압 KC나 국가간 상호비교에 적극적으로 참여하여 선진국 표준기관과 일치성을 확인하고 국가표준의 위상을 높이 위한 연구를 꾸준히 수행하고 있다. 그 중 저진공에서 수행한 UIM의 KC 결과를 5.1에 정리하여 KRISS 진공표준의 능력과 국제비교 절차 등을 이해하도록 하였다. Table 4는 1994년부터 2005년 사이에 수행된 KC와 국가간 상호비교 결과를 정리한 것이다.

6.1 핵심측정표준 국제비교 (Key Comparison, KC)

Pilot laboratory인 미국 NIST를 비롯하여 KRISS, PTB, CNR-IMGC, CSIRO-NML, NPL (U.K), NPL (India) 등 7개국이 참여한 CCM 주관의 Key Comparison에 참여하였으며 그 결과를 요약하였다.

Table 2. UIM에서 발생한 표준압력의 B형 불확도를 계산하는데 필요한 각 입력량, 감도계수 (sensitivity coefficient), 표준불확도 (standard uncertainty) 및 자유도 요약 (예).

| 입력량 q_j | 감도계수 $c(q_j)$ | 표준불확도 $u(q_j)$ | 자유도 ν |
|--------------|--|--|--------------|
| ρ_r | $\left(L_2 - \frac{L_1 + L_3}{2}\right) \cdot g \cdot \frac{1}{1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2}$ | $6.8 \times 10^{-2} \text{kg/m}^3$ | ∞ |
| β_1 | $-\left(L_2 - \frac{L_1 + L_3}{2}\right) \cdot g \cdot \rho_r \cdot \frac{\Delta t}{[1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2]^2}$ | $3 \times 10^{-8} / \text{K}$ | ∞ |
| β_2 | $-\left(L_2 - \frac{L_1 + L_3}{2}\right) \cdot g \cdot \rho_r \cdot \frac{(\Delta t)^2}{[1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2]^2}$ | $1 \times 10^{-13} / \text{K}$ | ∞ |
| t | $\left(L_2 - \frac{L_1 + L_3}{2}\right) \cdot g \cdot \rho_r \cdot \frac{-(\beta_1 + 2\beta_2 \Delta t)}{[1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2]^2}$ | $5 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}$ | 50 |
| g | $\left(L_2 - \frac{L_1 + L_3}{2}\right) \cdot \frac{\rho_r}{1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2} - \rho_{N21} \left(R_L - \frac{L_1 + L_3}{2}\right) + \rho_{N22} (R_L - L_2)$ | $2 \times 10^{-6} \text{m/s}^2$ | 12.5 |
| L_1 | $-\frac{g}{2} \left(\frac{\rho_r}{1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2} \right) + \frac{\rho_{N21} \cdot g}{2}$ | $1 \times 10^{-7} \text{m}$ | 50 |
| L_3 | $-\frac{g}{2} \left(\frac{\rho_r}{1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2} \right) + \frac{\rho_{N21} \cdot g}{2}$ | $1 \times 10^{-7} \text{m}$ | 50 |
| L_2 | $g \cdot \left(\frac{\rho_r}{1 + \beta_1 \Delta t + \beta_2 (\Delta t)^2} \right) - \rho_{N22} \cdot g$ | $1 \times 10^{-7} \text{m}$ | 50 |
| ρ_{N21} | $-g \cdot \left(R_L - \frac{L_1 + L_3}{2} \right)$ | 1×10^{-2} | ∞ |
| ρ_{N22} | $g \cdot (R_L - L_2)$ | 1×10^{-2} | ∞ |
| R_L | $-\rho_{N21} \cdot g + \rho_{N22} \cdot g$ | $5 \times 10^{-1} \text{mm}$ | 50 |
| P_{back} | 1 | 1×10^{-3} | 50 |

Table 3. 진공표준기의 확장불확도 요약. CDG: capacitance diaphragm gauge, KC: key comparison, UIM: ultrasonic interferometer manometer, UHV: ultra-high vacuum, SES: static expansion system, SRG: spinning rotor gauge.

| 저진공 | | 중진공 | | 고진공 및 초고진공 | |
|---------------|-----------------|---------------|-----------------|---------------|-----------------|
| CDG-교정 | | KC-UIM | | KC-UHV | |
| Pressure (Pa) | Uncertainty (%) | Pressure (Pa) | Uncertainty (%) | Pressure (Pa) | Uncertainty (%) |
| 141,5663 | 0.03758 | 10,01015 | 0.31888 | 3.01E-06 | 1.05 |
| 324,8172 | 0.01638 | 30,35511 | 0.11392 | 8.95E-06 | 0.94 |
| 572,3118 | 0.00929 | 100,5459 | 0.03509 | 2.95E-05 | 1.07 |
| 824,2068 | 0.00645 | 302,980 | 0.01378 | 8.86E-05 | 0.95 |
| 1088,643 | 0.00550 | 1004,428 | 0.00515 | 2.93E-04 | 0.97 |
| 1345,829 | 0.00445 | 3013,086 | 0.00410 | 9.02E-04 | 0.91 |
| 2683,97 | 0.00372 | 10043,61 | 0.00397 | - | - |
| 5616,94 | 0.00367 | CDG-SES | | SRG-교정 | |
| 8150,53 | 0.00376 | Pressure (Pa) | Uncertainty (%) | Pressure (Pa) | Uncertainty (%) |
| 10913,81 | 0.00378 | | | | |
| 13465,60 | 0.00380 | 3 | 0.17767 | 0.00460 | 0.419 |
| 27016,39 | 0.00386 | 6 | 0.18050 | 0.00734 | 0.414 |
| 54044,25 | 0.00390 | 10 | 0.17790 | 0.00728 | 0.414 |
| 80434,57 | 0.00392 | 30 | 0.17793 | 0.01010 | 0.413 |
| 100425,7 | 0.00392 | 100 | 0.17794 | 0.01262 | 0.414 |

Table 4. 1994년부터 현재까지 수행한 KC 및 국가간 상호비교 결과 요약.

| 분야 | 전달표준기 | 참여 기관 | 수행년도 | 비 고 | 학술지 발표 |
|------------|--|------------|------|-----------|---|
| 고진공 | Spinning Rotor Gauge | IMGC | 1994 | Bilateral | · 한국진공학회지 (1995년) |
| | | NMIJ | 1996 | Bilateral | · Metrologia 36(6), 1999년 · 한국진공학회지 (1997년) · CCM Conference (이태리, 1999년) · Japanese Vacuum Conference (1999년) |
| | | NPL(U.K) | 1997 | Bilateral | · Metrologia 36(5), 1999년 |
| | | NMIJ | 2005 | Bilateral | · 측정완료, 결과 분석 중 |
| 저진공 및 중진공 | Capacitance Diaphragm Gauge | NPL(U.K) | 1996 | Bilateral | · 한국진공학회지 (1997년) |
| | | NIST 등 7개국 | 1999 | CCM,P-K4 | · Metrologia 39, 07001, 2002년 · 한국진공학회지 (2002년) |
| | | PTB | 2002 | Bilateral | · 한국진공학회지 (2002년) · JKPS (2004년) |
| 고진공 및 초고진공 | · Spinning Rotor Gauge · Ionization Gauge | NIST 등 6개국 | 2001 | CCM,P-K3 | · 측정완료, NIST에서 결과 분석 중 |

- 제 목 : CCM-International Key Comparison in Absolute Pressure (1 Pa to 1 kPa)
- 참여기관 : NIST (pilot lab.), KRISS, PTB, CNR-IMGC, CSIRO-NML, NPL, NPL-I
- KRISS 표준기 : 초음파간섭 수은주압력계 (Ultrasonic Interferometer Manometer)
- 전달표준기 : MKS 제품의 Capacitance Diaphragm Gauge (CDG) 2개
Yokogawa 제품의 Resonance Silicon Gauge (RSG) 2개
- 결과 보고 : Metrologia, 39, 07001, 2002

전달표준기는 pressure transducer package (PTP), support electronics package (SEP), 그리고 노트북 컴퓨터로 구성되었다. PTP는 4개의 압력센서, 온도계, 진공펌프 및 각종 밸브로 구성되었으며, 모

든 배관은 1/2 inch 벨로우즈를 사용하여 센서에 무리한 힘이 가해지지 않도록 하였다. 네 개의 센서는 모두 차압형이며 센서의 reference port는 이온펌프로 배기하였다. 센서 지지대의 밑면에 부착된 수준기로 센서의 수평을 조절하도록 하여 resonance silicon gauge (RSG)의 측정값이 영향을 받지 않도록 제작되었다. 표준기와 PTP는 1/4 inch VCR로 배관되었으며 과압에 의한 센서를 보호하기 위하여 각 센서의 전단에는 밸브가 부착되어 있다. 지시계 등이 들어있는 SEP 상자에는 센서 지시계, 펌프 콘트롤러, 온도지시계 등으로 구성되었으며 모든 지시계는 IEEE488과 RS232 케이블을 통해 노트북 컴퓨터와 통신하도록 하였었다. KC에는 10 Pa, 30 Pa, 100 Pa, 300 Pa, 1 kPa에 참여하였으나 여기에서는 기준압력 10 Pa와 300 Pa에서 수행된 KC 결과만을 Fig. 10과 Fig. 11에 나타냈다.

VII. 결 론

지난 20여 년 동안 한국표준과학연구원 진공센터에서 수행해 온 진공표준 관련 연구결과를 정리하여 보고하였다. 현재까지 확립된 저진공에서 초고진공표준까지의 초음파간섭 수은주압력계, 정적형 표준기, 오리피스형 고진공 및 초고진공표준기를 소개하였다. ISO 권고 방식에 의한 표준기의 불확도 평가 결과 신뢰수준 95 % 포함인자 $k=1$ 에서 최소 40 ppm부터 1.1 % 사이에 있었다. 개발된 표준기를 이용하여 10여 차례 수행한 핵심측정표준 국제비교와 상호비교 결과가 매우 우수하여 국가 진공표준의 위상을 높이는 계기가 되었다. 이런 연구 결과들은 진공센터에서 수행하고 있는 진공기술기반 구축사업의 평가 장치에 대한 국내외 인증과 국가표준의 소급성 향상에 적극 활용될 것으로 기대된다. 현재 수행중인 leak 표준과 부분압 표준이 성공적으로 확립되면 KRISS 진공센터가 단시간 내에 세계 선두 그룹의 표준기관이 될 것으로 확신한다.

참 고 문 헌

- [1] S. S. Hong, K. H. Chung, and M. Hirata, Metrologia 36, 643 (1999).
- [2] S. S. Hong, K. H. Chung, and F. J. Redgrave, Metrologia 37, 7 (2000).

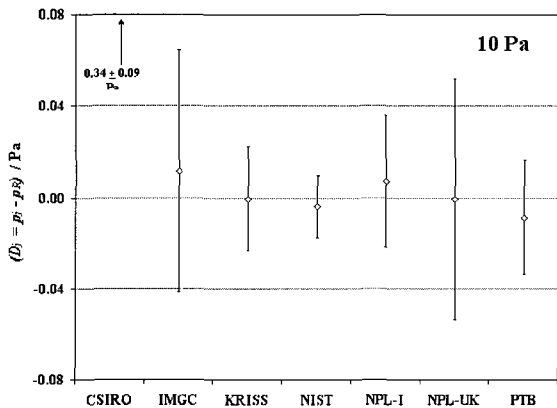


Fig. 10. CCM.P-K4의 10 Pa 결과. KRISS 값이 중앙에 위치하고 불확도 bar도 적합하게 분석되어 아주 우수한 결과로 평가되었음.

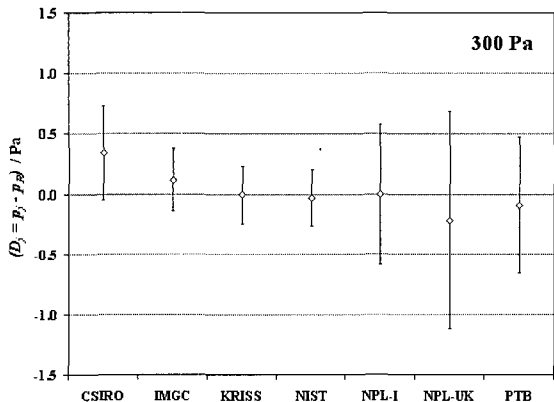


Fig. 11. CCM.P-K4의 300 Pa 결과. KRISS 값이 중앙에 위치하고 불확도 bar도 적합하게 분석되어 아주 우수한 결과로 평가되었음.

- [3] A. P. Miiller, M. Bergoglio, N. Bignell, K. M. K. Fen, S. S. Hong, K. Jousten, P. Mohan, F. J. Redgrave, and M. Sardi, *Metrologia* **39**, Tech. Suppl. 07001 (2002).
- [4] S. S. Hong, Y. H. Shin, K. H. Chung, and K. Jousten, *J. Korean Phy. Soc.* **44**, 1364 (2004).
- [5] 홍승수, 신용현, 정광화, *한국진공학회지* **5**, 181 (1996).
- [6] 정광화, 홍승수, 이철로, *한국진공학회지* **5**, 42 (1996).
- [7] H. Akimichi, peer review information document in vacuum, NMIJ/AIST, 1 (2003).
- [8] S. S. Hong, Y. H. Shin, K. H. Chung, and I. Arakawa, *Metrologia* **42**, S173 (2005).
- [9] K. H. Chung, S. S. Hong, Y. H. Shin, J. Y. Lim, S. K. Lee, and S. Y. Woo, *Metrologia* **36**, 675 (1999).
- [10] K. H. Chung and S. S. Hong, *Proceedings XIII IMEKO Congress (Torino) 1951* (1994).
- [11] J. Y. Lim and K. H. Chung, *Vacuum* **42**, 979 (1991).
- [12] *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (ISO) 1* (1993).
- [13] 측정불확도 표현지침 (한국표준과학연구원) 1 (1998).

National Vacuum Standards from Low to Ultra-high Vacuum

S. S. Hong^{*}, I. T. Lim, Y. H. Shin, and K. H. Chung

Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-600

(Received December 21, 2005)

Vacuum laboratory in Korea Research Institute of Standards and Science (KRISS) was opened in 1983 for establishing and disseminating vacuum standard in Korea. The major three systems such as the ultrasonic interferometer manometer (UIM), the static expansion system (SES) and the dynamic expansion system (DES) with orifice and porous plug conductance are developed. In this study, the standard systems from low to ultra-high vacuum, uncertainty analysis by ISO regulation, and key and bilateral comparison results will be described.

Keywords : Ultrasonic interferometer manometer, Static expansion method, Dynamic calibration system, Vacuum standards, Uncertainty, International comparison

* [E-mail] sshong@kriss.re.kr