

헬륨 투과형 표준리크 교정장치 개발

홍승수* · 임인태 · 신용현

한국표준과학연구원 진공기술연구팀, 대전 305-600

(2006년 3월 22일 받음)

국제도량형위원회의 질량 및 관련량 자문위원회 (CCM)가 주관하는 헬륨 투과형 표준리크 (standard leak) 핵심측정표준 국제비교 (key comparison, KC)에 참여하기 위하여 기존의 정압형 리크표준기에 porous plug를 추가하여 측정범위를 10^{-6} Pa L/s까지 확장한 헬륨 미세리크 표준기를 개발하였다. 이를 위해 헬륨 기체에 대한 고진공 및 초고진공 표준기의 압력비와 porous plug의 콘덕턴스를 새롭게 측정하였으며, 개발된 장치를 이용하여 명목 값이 5.6×10^{-4} Pa L/s인 투과형 표준리크를 직접 교정한 결과 표준기와 차이가 11.1 %임을 알 수 있었다.

주제어 : 표준리크, 투과형, 정압법, 직접교정, Porous plug 콘덕턴스

1. 서 론

리크 (leak)은 압력차이나 농도차이 등에 의해서 의도하지 않았던 균열 (crack), 틈 (crevice), 혹은 구멍 (hole)등을 통해 원하지 않는 유체가 들어오거나 가두어 둔 유체가 빠져나가는 현상이나 그런 현상이 일어나는 곳을 말 한다. 리크 측정기술은 기밀 용기나 기밀 시스템을 제작 취급하는 곳이면 어디서든지 필요하며 특히 대형 폭발사고, 연료가스 리크, 유해가스 리크, 핵 발전 관련 유해물질 리크 등을 사전에 탐지하여 보완해야 하기 때문에 매우 중요하게 취급된다. 리크 측정 관련 기술은 2차 세계대전 후에 급속하게 발달 보급되었으며 처음에는 군수산업, 항공산업, 전자산업 등 일부 특수 분야에서만 사용되었으나 현재는 다양한 압력용기사용, 주방용, 산업용 연료가스 보급, 음료수캔 사용, 냉장고 및 에어컨 사용이 보편화 되면서 일반적인 산업체나 일상생활에서도 꼭 필요로 하는 기술이 되었다. 이에 따라 초기에 비누 거품을 이용하거나 압력을 채워 물속에 넣어 리크를 찾던 단순한 탐지 기술에서 헬륨 리크검출기 (helium leak detector)나 할로젠 리크검출기 등 측정기기의 성능향상으로 정량적인 미세 리크량 측정의 필요성이 절실하게 대두되었다. 또한 여러 종류의 생산품에 대해 허용 리크량 규격과 검사조건이 강화되고 있는 상태이므로 선진국의 간접적인 수입규제에 대비하고 품질향상 및 생산성 증대를 위해서도 미세 리크량 표준

확립은 매우 중요하다. 리크의 정량적인 측정은 진공 제품의 경우 최저도달 진공도, 배기속도 등에 영향을 미치게 되며 일반 생산업체에서도 유효기간설정, 유독가스관리, 제품수명보장, 성능저하기간 설정 등에 필요하고 실제로 각 해당분야별로 허용 리크량이 규격화되어 있는 것이 보통이다. 많은 소자나 부품에 있어서 리크가 있는 경우 그 제품의 신뢰도는 크게 감소하여 제품으로서의 가치가 떨어지게 되므로 리크량을 정확히 계산하거나 측정하는 기술은 생산성을 높이는 측면에서도 매우 중요하다. 리크량 측정의 이런 중요성에 따라 선진국 특히 미국에서는 관련 규격을 제정하여 군수산업이나 첨단산업 측정에 엄격하게 적용하고 있다 [1,2].

표준리크의 하나인 헬륨 투과형 (permeation type) 표준리크는 일정한 압력으로 채워진 헬륨이 파이렉스나 석영유리 (quartz glass)를 투과하는 성질을 이용하여 투과한 양을 측정하여 리크를 결정하는 구조로 되어있다 [3]. Fig. 1은 여러 종류의 헬륨 투과형 표준리크 사진이고 Fig. 2는 파이렉스 튜브형 표준리크 내부 단면이다.

한국표준과학연구원 (Korea Research Institute of Standards and Science, KRISS)에서는 유량계와 고진공표준기를 결합한 리크표준기를 개발하였으나 [4] 현재 CCM 주관으로 추진 중인 독일 PTB, 미국 NIST, 영국 NPL, 일본 NMIJ 등 세계 10개국에 참여하는 리크량표준 핵심측정표준 국제비교 (key

* [전자우편] sshong@kriss.re.kr

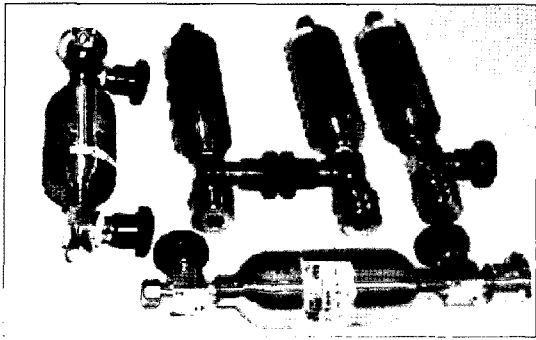


Fig. 1. Photograph of various permeation type of standard leaks.

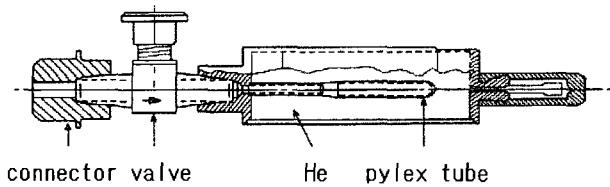


Fig. 2. Shape of permeation type of standard leak. He is filled inside of pyrex tube.

comparison, KC)에 참여하기 위하여 기존의 표준기보다 낮은 미세유량 헬륨 리크량표준 확립이 필요하게 되었다. 본 연구에서는 유량계-고진공표준기-porous plug-초고진공표준기를 결합한 미세 헬륨 표준리크 교정장치와 측정기술을 개발하였으며, 이 장치를 이용하여 투과형 표준리크를 직접 교정하여 리크표준기와 표준리크의 성능을 평가하였다.

II. 실험 장치

2.1. 표준리크 절대교정 장치

미세 리크량 표준기의 성능은 미세 유량을 어떻게 발생시키고 측정하는가에 달려 있다. 정압식 부피변화 측정방법은 미세 리크량 측정이 가능하고 비교적 안정성이 좋으므로 가장 많이 사용 되고 있으며, 이 방법은 진공용기 양단의 중간에 있는 오리피스(orifice)를 이용하므로 압력구배 및 배기속도 변화문제를 최소화하는 장점이 있다 [5,6]. 정압을 유지하면서 부피변화를 주는 방법으로는 피스톤 운동방식을 채택 하였으며, 이를 이용한 표준기 시스템은 기본적으로 기체의 운동원리 (gas dynamics)를 이용하며 이 방법은 고진공이나 초고진공 표준기에서도 기본원리로서 적용되고 있다 [7,8].

본 연구에 사용된 KRISS 정압형 리크표준기의 원리는 오리피스와 기체유량계 (gas flowmeter)를 이용한 동적교정장치 (dynamic calibration system, DES)이다. 유량계는 피스톤과 실린더를 이용한 정압식 (constant pressure method)이며, 초고진공 표준기에서 미세 유량발생을 위해서 porous plug를 이용하였으며, Fig. 3은 KRISS의 정압형 리크표준기 개략도이다. 정압법 리크표준기의 원리는 다음과 같다. 유량계에서 발생된 기체가 리크밸브를 통하여 고진공 교정챔버 쪽으로 흘러 들어가게 하고, 이 기체가 빠져나가는 양을 보상하기 위하여 피스톤을 전진시키면서 부피를 줄여 유량계 내부압력을 높여 일정하게 유지시키면 이때 발생된 기체의 유량 (throughput) Q_h 는 다음과 같이 나타낼 수 있다 [6].

$$Q_h = P_f \frac{dV}{dt} \left(\frac{T_{ch}}{T_f} \right) = P_f A \left(\frac{dl}{dt} \right) \left(\frac{T_{ch}}{T_f} \right) \quad (1)$$

여기에서 P_f 는 유량계 내부의 기체압력, A 는 피스톤의 단면적, (dl/dt) 는 피스톤의 이동속도, T_{ch} 와 T_f 는 각각 교정챔버와 유량계의 온도이다. 오리피스를 이용한 동적교정장치에서 교정챔버 (P_1)로 흘러들어가는 유량 Q_h 는 교정챔버의 압력 P_1 , 배기챔버의 압력 P_2 , 오리피스 콘덕턴스 C_1 , 배기펌프의 교정챔버에서의 유효배기속도를 S 라 하면 다음 식으로 표시된다.

$$Q_h = C_1 (P_1 - P_2) = P_1 S \quad (2)$$

따라서 교정챔버의 압력, 즉 기준압력 (reference pressure) P_{rh} 는 다음과 같이 계산 할 수 있다.

$$P_{rh} = \frac{Q_h}{C_1 (1 - R_{ph})} \quad (3)$$

여기에서 R_{ph} 는 배기챔버와 교정챔버의 압력비 (P_2/P_1)이며, 이 값은 펌프의 배기속도가 일정하다면 압력변화에 무관한 상수이다. 위 식은 기체를 초고진공챔버의 교정챔버에 바로 유입시킨다고 하면 압력비 R_{pu} (P_4/P_3)와 오리피스 콘덕턴스 C_2 를 식 (3)에 대입하여 교정챔버의 압력 (P_3)를 계산하는데 이용할 수 있다. Porous 콘덕턴스 C_p 를 통해 초고진공챔버의 교정챔버로 유입되는 유량 $Q_u = C_p (P_1 - P_3)$ 이나 $P_3 \ll P_1$ 이므로 Q_u 는 식(4)와 같다.

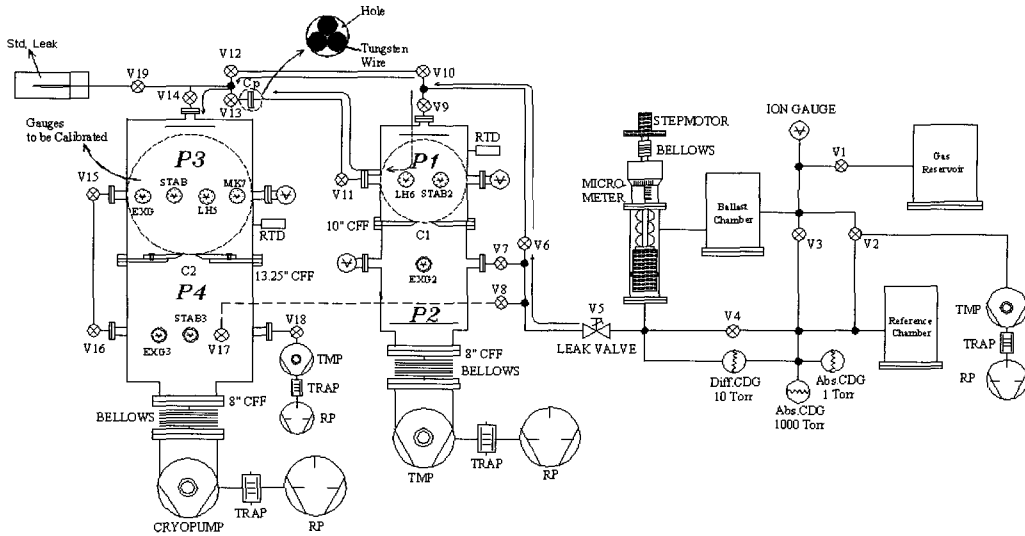


Fig. 3. Schematic diagram of the constant pressure type standard leak calibration system. It consists of flowmeter, high vacuum chamber, porous plug conductance and ultra-high vacuum chamber.

$$Q_u = C_p \times P_{rh} \quad (4)$$

길이그룹에서 측정된 고진공챔버와 초고진공챔버의 오리피스 지름은 각각 11.286 ± 0.005 mm와 11.996 ± 0.005 mm이었으며 이를 Clausing이 제안한 분자투과율 계산법 [9]으로 계산한 헬륨가스에 대한 23°C에서의 콘덕턴스는 31.02 L/s와 41.59 L/s이다. 또한 미리 측정된 헬륨 23°C에서의 고진공챔버의 압력비 R_{ph}^{-1} 는 0.0813이며, 초고진공챔버의 압력비 R_{pu}^{-1} 는 0.066이었다. 유량계와 고진공챔버를 조합한 고진공 표준기의 상대불확도는 (신뢰수준 약 95%, 적용인자 $k=1$) 표준압력 $1.5 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-1}$ Pa에서 3.0×10^{-3} 이내이고 초고진공 표준기에서는 표준압력 $7.368 \times 10^{-7} \sim 1.894 \times 10^{-3}$ Pa에서 $2.54 \times 10^{-2} \sim 5.27 \times 10^{-3}$ 이었다 [6].

2.2. 헬륨 porous plug 콘덕턴스 측정

고진공 챔버와 초고진공 챔버 사이에는 Fig. 3과 같이 porous plug가 부착되어 초고진공 챔버에 유입되는 유량을 감소시켜 압력을 낮추는 역할을 한다. 본 장치에 부착된 porous plug의 사양과 만드는 방법은 참고문헌에 자세하게 소개되어 있다 [10, 11]. Fig. 4는 porous plug 콘덕턴스 측정장치로 주 용기는 가스챔버와 5개의 2.75 inch CFF로 구성되어 있다 [12]. 주 용기의 체적은 질량그룹에서 용기에 증류수를 채워 형량법 (hydrostatic weighing method)

으로 측정하였으며 23°C에서 체적은 4.6707 l 이고 이 값의 합성불확도는 0.1% 이내이다.

Porous plug의 헬륨 콘덕턴스 측정을 위한 실험방법은 다음과 같다. 리크밸브 V_1 을 닫고 V_2 밸브는 연 상태에서 챔버를 배기한 후 굽기 (baking)하여 진공도가 1×10^{-6} Pa 정도가 되도록 한다. 그 후 V_2 밸브를 닫고 V_1 밸브를 열어 가스를 유입시키며 압력이 100 Pa 정도가 되면 V_1 밸브를 닫는다. 이 상태가 되면 챔버 내의 가스가 porous plug를 통하여 빠져 나가게 된다. 따라서 시간에 따라 챔버 내의 압력이 떨어지게 되므로 시간에 따른 압력변화를 측정한다. 이 압력변화는 capacitance diaphragm gauge (CDG)의 지시압력을 컴퓨터와 인터페이스 하여 측정하며, 시간측정은 컴퓨터의 내부 clock를 이용하였다. 이 실험은 챔버 내의 가스가 porous plug만을 통해서 빠져 나가야 하므로 리크가 없어야 하며, 가스를 주입한 후 열평형 상태에 도달하도록 충분한 시간을 기다렸다가 실험에 들어간다.

여기에서 가스챔버의 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 유량 Q_p 는

$$Q_p = C_p P_1 = -V \left(\frac{dP}{dt} \right) \quad (5)$$

이며 시간이 t_1 일 때의 압력을 P_{t1} , 시간이 t_2 일 때의 압력을 P_{t2} 라 하면 식(5)는 다음과 같다.

$$\ln\left(\frac{P_{t2}}{P_{t1}}\right) = -\frac{C_p}{V}(t_2 - t_1) \quad (6)$$

따라서 가스 챔버 압력변화를 시간에 따라 측정하여 기울기를 구하면 용기의 체적 V 를 알고 있으므로 식 (6)의 우측 항에 대입하여 porous plug의 콘덕턴스 C_p 를 계산할 수 있다. Fig. 5는 챔버에 헬륨을 채우고 챔버의 압력변화를 시간에 따라 측정한 결과의 예로서 수평 축은 경과시간이고 수직 축은 챔버의 압력이다. 헬륨에 대한 porous plug의 콘덕턴스는 3회 반복 측정하였으며, 그 값은 각각 1.443×10^{-2} L/s, 1.494×10^{-2} L/s, 1.461×10^{-2} L/s이었으므로 평균값은 1.466×10^{-2} L/s이었고 표준편차는 2.587×10^{-4} 이었다. Table 1은 개발된 미세 헬륨 리크표준기의 고진공 챔버와 초고진공 챔버의 오리피스 지름, 헬륨의 압력비, 그리고 콘덕턴스를 요약한 것이다.

Table 1. Orifice diameters, pressure ratios, orifice conductances and porous plug conductances of high and ultra-high vacuum chamber for He gas.

	고진공 챔버	초고진공 챔버
오리피스 지름 (mm)	11.286	11.996
압력비 (23℃)	12.298	15.152
오리피스 콘덕턴스 (L/s, 23℃)	31.018	41.585
Porous plug 콘덕턴스 평균 (L/s, 23℃)	-	1.466×10^{-2}

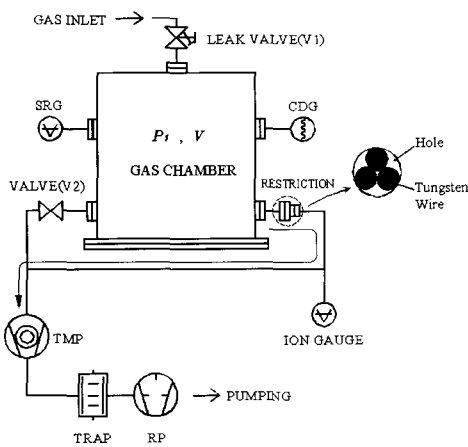


Fig. 4. Conductance measurement system for the porous plug. The location of the porous plug is indicated by a dashed circle.

III. 결과 및 고찰

표준리크의 외관은 알루미늄이나 스테인레스 스틸로 되어 있으며 제조회사나 리크를 정도에 따라 다르지만 본 실험에 사용된 것은 내부의 저장고에 1기압의 헬륨이 채워져 있으며 1년간의 리크량 감소량은 2%, 온도계수는 3%/℃, 불확도는 10%인 표준리크이다. 석영유리의 미세관을 통과한 헬륨은 밸브로 닫힌 공간에 항상 저장되고 있으므로 헬륨 리크량을 측정할 때에는 미리 저장된 헬륨을 다른 배기장치로 완전히 배기 한 후 투과된 헬륨만을 측정해야 정확한 측정이 가능하다. 만약 그렇지 않으면 이미 저장된 헬륨도 투과된 헬륨과 섞여서 측정되므로 실험오차가 커지는 요인이 된다.

Fig. 3과 같은 정압형 진공시스템에서 기체 운동을 이용하여 미세 리크량을 구하는 방법을 요약하면 다음과 같다. 우선 외부에서 진공챔버로 들어오는 기체 흐름이 없도록 밸브를 잠근 상태에서 최대 도달진공도 (base pressure) 등을 구하고 밸브의 개폐 조합을 바꾸어 가며 여러 상태에서 압력 등을 기록한다. 이 과정이 끝나면 V_{12} 와 V_{13} 을 닫고 초고진공 챔버에 부착된 표준리크를 통해서 기체가 초고진공 장치의 위 챔버로 흐르도록 한 뒤 안정화 될 때까지 기다린다. 위 챔버의 압력과 펌프의 배기속도가 준 평형 상태를 이루었을 때 압력과 온도 등을 측정하여 기록한다. 그 다음에 표준리크 쪽 밸브 V_{19} 를 닫고 유량계와 고진공 장치를 통해 기체가 초고진공 챔버의 위 챔버,

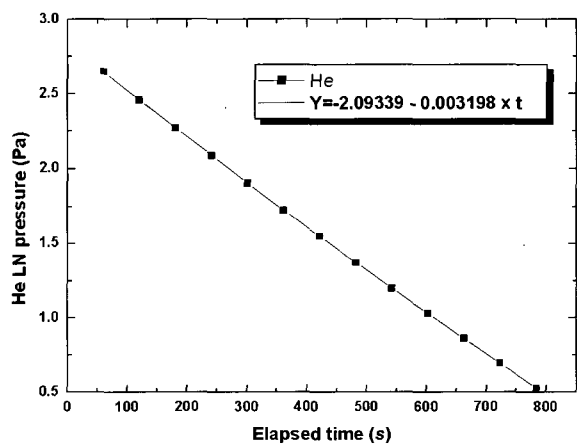


Fig. 5. Example of a porous plug conductance measurement curve for He gas. X axes is elapse time and Y axes is He pressure of inside chamber.

오리피스, 배기챔버를 통해 배기 되도록 한다. 이때도 기체흐름과 배기가 평형 상태가 되도록 기다려야 하며, 실험 전에 유량계 쪽에 부착된 모든 계측기들은 안정화 되어 있어야 한다. 유량계의 피스톤 (piston) 전진 속도를 조절하여 압력이 더 이상 변화하지 않고 안정화 되었을 때 피스톤 전진 속도로부터 부피변화율을 측정하면 미세 리크량 Q_u 를 식(4)를 이용하여 계산 할 수 있다 [5-7].

위와 같이 개발된 정압형 리크표준기를 이용하여 명목 값이 5.6×10^{-4} Pa L/s인 표준리크를 표준기에서 직접 교정하였다. 교정 전 표준리크를 표준기의 교정챔버에 NW25 플렌지로 수평 방향으로 연결 부착하였다. 측정은 초고진공 표준기에서 이온게이지를 교정하는 방법 [5, 6]과 같이 유량계에서 발생한 유량 Q_h 를 고진공챔버와 porous plug를 통하여 초고진공 챔버로 흘려서 식 (4)와 같이 porous plug 콘덕턴스와 고진공표준기의 표준압력을 이용하여 유량 Q_u 를 계산하고 위에 설명한 것처럼 교정챔버에 부착된 이온게이지로 압력을 측정하였다. 이때 압력은 Extractor (EXG)로 측정하였으며, 이 게이지는 미리 초고진공 표준기에서 교정되어 성능이 검증되어 있어야 한다.

표준기에서 만들어진 유량 Q_u 를 EXG로 측정한 후 유량계에 주입한 기체를 배기장치를 통해서 약 1시간 충분히 배기하여 초고진공 교정챔버의 압력이 기체를 주입하기 전 압력까지 거의 떨어진 것을 확인하고 EXG로 압력을 측정하였다. 그 다음 표준리크 자체에 부착된 밸브를 열고 약 20분 기다렸다가 표준리크에서 투과되어 나온 기체의 양을 EXG로 측정하였으며 다음 실험을 위해 표준리크의 밸브를 잠그고 시스템을 다시 배기하였다. 표준리크를 측정할 때 밸브를 열고 20분 동안 기다리는 이유는 이미 언급한 대로 투과형 표준리크의 특성상 투과된 기체가 내부에 축적되어 있으므로 이를 충분히 배출하지 않으면 축적된 기체까지 측정되어 큰 측정오차 요인이 되기 때문이다. 여기까지가 표준리크를 1회 교정한 절차이며 Table 2는 표준리크를 각각 다른 날 5회 반복 교정한 결과를 정리한 것이고 Fig. 6은 교정결과의 그래프이다. 이 그림에서 첫 번째 값은 평균값에 비해 유량이 컸고 마지막 값은 유량이 현저하게 작게 나왔으나 아직 이유를 명확하게 규명하지는 못했다. 반복 교정할 때의 온도는 $20.79 \text{ } ^\circ\text{C} \sim 22.31 \text{ } ^\circ\text{C}$ 이었고 평균온도는 $21.66 \text{ } ^\circ\text{C}$ 이었으므로 사양에 표시된 표준리크

5.07×10^{-4} Pa L/s를 온도 계수 $3 \text{ } \%/^\circ\text{C}$ 를 보정하여 $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ 값으로 환산하면 5.04×10^{-4} Pa L/s이므로 명목 값과의 차이가 $11.1 \text{ } \%$ 이었다. 여기에서 압력을 모니터하는데 하는데 사용된 EXG 이온게이지의 불확도는 신뢰수준 $95 \text{ } \%$, $k=1$ 에서 $1.05 \text{ } \%$ 이므로 [5] 표준리크 교정불확도는 $3.15 \text{ } \%$ 이내일 것으로 추측되며 앞으로 국제표준화기구에서 권고한 방법에 따라 불확도를 평가할 계획이다.

Table 2. Five repeat calibration results, average and standard deviations of standard leak at each different day.

측정 수	Leak rate (Pa L/s)	온도 ($^\circ\text{C}$)
1	5.80×10^{-4}	21.72
2	4.92×10^{-4}	21.58
3	5.21×10^{-4}	21.92
4	4.94×10^{-4}	20.79
5	4.48×10^{-4}	22.31
평균	5.07×10^{-4}	21.66
표준편차	4.85×10^{-5}	0.560

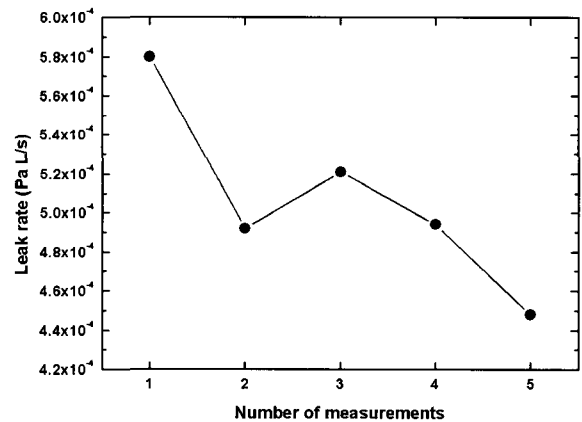


Fig. 6. Plot of five repeat calibration results for He permeation type standard leak.

IV. 결 론

기존의 초고진공표준기를 정압식 미세 리크표준기로 활용하기 위하여 고진공챔버와 초고진공챔버의 헬륨기체에 대한 상하 압력비를 측정하였고, porous plug에 대한 헬륨에 콘덕턴스를 실험하여 계산하였으며, 고진공챔버와 초고진공챔버의 오리피스 콘덕턴스를 헬륨기체 값으로 계산하였다. 개선된 리크표준기를 이용하여 명목값이 5.6×10^{-4} Pa L/s $\pm 10 \text{ } \%$ 인

투과형 표준리크를 교정한 결과 표준기의 차이가 11.1%이었다. 이 차이는 Table 2의 5회 반복측정결과에서의 알 수 있듯이 최대와 최소의 leak rate 차이가 약 30 %인 것을 감안하면 큰 의미를 갖는다고 볼 수 없지만 본 연구의 목적이 장치개발에 있으므로 향후 측정 및 불확도 평가기술 개선으로 신뢰성을 높일 수 있을 것으로 판단된다. 이 연구결과는 앞으로 CCM 주관으로 표준리크의 핵심측정표준 국제비교에 참여하는데 기반 기술로 활용될 뿐만 아니라 지금까지 불가능했던 미세 헬륨 표준리크의 절대교정 서비스가 가능하도록 하여 진공 기반 및 첨단산업의 국가경쟁력을 높이는데 기여할 것으로 기대된다.

참 고 문 헌

- [1] C. D. Ehrlich and S. A. Tison, NIST Leak Calibration Service, NIST special publication **250-38**, 3 (1992).
- [2] AVS 2.1, Calibration of Leak Detectors of the Mass Spectrometer Type, 568 (1973).
- [3] W. Jitschin, G. Grosse, and D. Wandrey, *Vacuum* **38**, 883 (1988).
- [4] Y. H. Shin, S. S. Hong, I. T. Lim, and K. H. Chung, *Key Engineering Materials* **270-273**, 1674 (2004).
- [5] 배석희, 인상열, 정광화, 이영백, 신용현, *진공공학* (한국경제신문, 2000), p. 540.
- [6] K. H. Chung, S. S. Hong, Y. H. Shin, J. Y. Lim, S. K. Lee, and S. Y. Woo, *Metrologia* **36**, 675 (1999).
- [7] K. H. Chung and S. S. Hong, in *Proceeding XIII IMEKO world congress* (Torino, Italy, 1994), p. 1951.
- [8] 홍승수, 임인태, 신용현, 정광화, *한국진공학회지* **12**, 7 (2003).
- [9] 정광화, 최석호, 박재홍, 홍승수, 임재영, 김부식, *한국표준과학연구원 연구보고서*, 31 (1988).
- [10] 임재영, 정광화, 최석호, 홍승수, 박재홍, *응용물리지* **4**, 127 (1991).
- [11] 임재영, 정광화, 박재홍, 홍승수, 신용현, 이철로, *한국진공학회지* **1**, 11 (1992).
- [12] J. Y. Lim and K. H. Chung, *Vacuum* **42**, 979 (1991).

Development of Calibration System of Helium Permeation Type Standard Leaks

S. S. Hong*, I. T. Lim, and Y. H. Shin

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

(Received March 22, 2006)

A helium permeation type standard leak calibration system has newly developed by using dynamic gas expansion method. The measurement range was extended lower to 10^{-6} Pa L/s for participating CCM (Consultative Committee for Mass and Related Quantities) standard leak key comparison. For the system, pressure ratios of high and ultra-high vacuum chamber and porous plug conductance for helium gas were determined. By using the system, a permeation type standard leak of 5.6×10^{-4} Pa L/s range was calibrated. The calibration result showed that the difference between standard commercial leak was 11.1 %.

Keywords : Standard leak, Permeation type, Constant pressure method, Direct calibration, Porous plug conductance

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