

## 초음파간섭 수은주압력계와 정적법 중진공 국가표준기 상호비교

홍승수<sup>†</sup> · 임인태 · 신용현 · 정광화

한국표준과학연구원 물리표준부 진공센터, 대전 305-600  
(논문접수일 : 2005년 5월 3일)

### Inter-comparison between ultrasonic interferometer manometer and medium vacuum standards by static expansion method

S. S. Hong<sup>†</sup>, I. T. Lim, Y. H. Shin, K. H. Chung

Vacuum Center, Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon, Korea  
(Received May 3, 2005)

#### 요 약

정적법을 이용하여 새로운 중진공 국가표준기를 개발하였다. 이 장치의 성능평가를 위해 측정범위가 각각 133 Pa과 1,333 Pa인 두 개의 용량형 진공게이지를 전달표준기로 사용하여 초음파간섭 수은주압력계와 중진공 표준을 상호비교하였다. Error normalized ( $E_n$ ) 값으로 분석한 결과 교정압력 3 Pa ~ 100 Pa에서 두 표준기는 합성불확도 범위 내에서 잘 일치하고 있음을 알 수 있었다.

주제어 : 용량형 진공게이지, 정적법, 중진공표준,  $E_n$  값

#### Abstract

A new medium vacuum primary standard using the static expansion method was developed in KRISS. In order to evaluate the performance of the equipment, we compared the medium vacuum standard with an ultrasonic interferometer manometer using two capacitance diaphragm gauges, the measuring ranges of which were 133 Pa and 1,333 Pa respectively. The result, Error normalized values, showed that the two standards are coincident each other within the range of combined uncertainty at calibrated pressure of 3 Pa ~ 100 Pa.

**Key Words** : Capacitance diaphragm gauge, static expansion method, medium vacuum standard, Error normalized value

#### 1. 서 론

1998년 미국 국립표준기술원 (National Institute of Standards and Technology, NIST)과 공동연구로 제작된 초음파간섭 수은주압력계 (ultrasonic interferometer manometer, UIM)는 측정범위가 1 Pa

~ 100 kPa로 국가진공표준기로 활용되고 있다. 그러나 이 장치는 유지 및 측정절차가 까다롭고 특히 노후화로 인해 분해능 1 mPa 이하의 낮은 압력에서는 불확도가 커져서 새로운 표준기의 제작이 필요하였다. 따라서 KRISS에서는 이태리 IMG, 영국 NPL, 독일 PTB, 그리고 일본의 NMIJ 등 외국

<sup>†</sup> E-mail : sshong@kriss.re.kr

표준기관들이 활용하고 있는 정적법 (static expansion method)을 이용한 진공표준기를 자체 개발하였으며, 측정원리는 참고문헌에 보인 것처럼 보일의 법칙을 이용하며 이미 진공표준기 제작에 많이 활용되고 있다 [1-3,8]. 개발된 이 장치는 UIM에 비해 측정절차가 간단하고 자동화가 가능하므로 실제로 측정시간을 5배 이상 단축이 가능하였다. 본 연구에서는 개발된 SES 성능평가를 위하여 측정범위가 133 Pa과 1,333 Pa인 두개의 용량형 진공 게이지 (capacitance diaphragm gauge, CDG)를 전달표준기 (transfer gauge)로 사용하여 UIM과 SES에서 각각 교정하였으며, 그 결과를 국제표준화기구 (International Organization for Standardization, ISO)와 한국표준과학연구원의 측정불확도 표현지침 [4,5]에 따라 분석 평가하였다.

## 2. 실험장치

### 2.1 초음파간섭 수은주압력계 (Ultrasonic Interferometer Manometer, UIM)

UIM은 NIST와 국제공동 연구사업으로 제작된 이래 한국표준과학연구원 (Korea Research Institute of Standards and Technology, KRISS)의 국가표준기로 활용되고 있다 [6,7]. 이 장치는 Key Compa-

risson "CCM.P-K4 in Absolute Pressure from 1 Pa to 1,000 Pa" 및 독일 PTB, 영국 NPL 등과의 국제 비교를 통해서 성능과 특성이 매우 우수한 것으로 평가되었다 [10]. UIM은 측정구간 3 Pa~100 Pa, 신뢰수준 (confidence level) 약 95%, 적용인자 (coverage factor)  $k=1$ 에서 B형 (B type) 상대 불확도 (relative uncertainty)가  $4.88 \times 10^{-3} \sim 1.44 \times 10^{-3}$ 이다.

### 2.2 정적법 표준기 (Static Expansion System, SES)

새로 개발된 KRISS의 SES는 Fig. 1과 같이 한 개의 기체저장고 (D), 각각 부피가 다른 세 개의 진공용기 (A, B, C), 배기펌프, 진공도와 부피율 (volume ratio) 측정용 이온게이지와 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 (ultimate pressure) 측정에 사용되었다. CDG는 각 용기의 부피율 측정에 사용되었으며 용기 (B)와 (C)에는 각각 13.3 kPa과 133 Pa 용량의 CDG가 부착되어 있다. 이 장치에 부착된 QBG와 CDG는 장치에 부착하기 전에 UIM에서 사전에 교정되었다. 계산에 의한 용기 (A), (B), (C)의 부피는 각각 73 ml, 8.4 liter,

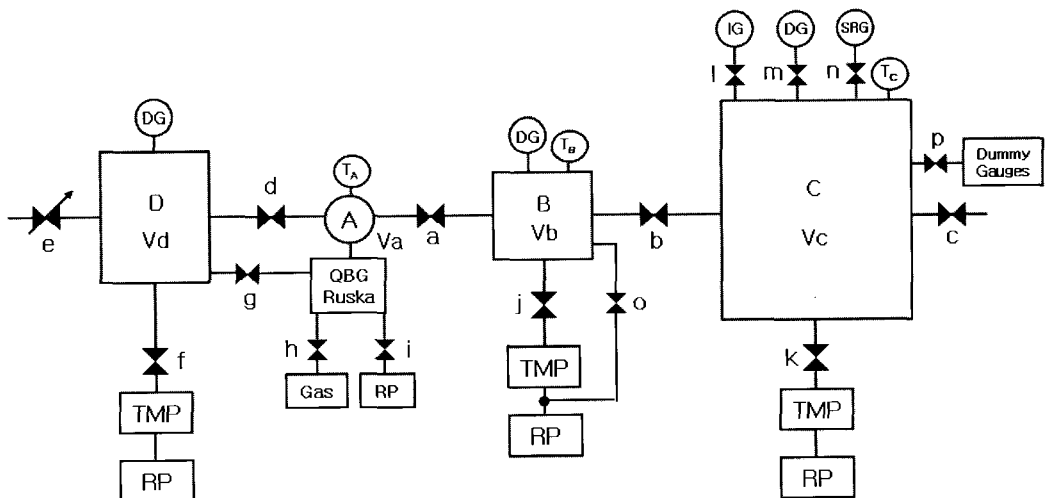


Fig. 1. Block diagram of new static expansion system in KRISS. Measuring chambers are consisted to three different size chambers.

Table 1. Results for volume ratios and standard deviations of  $1/X_1$  for  $A/(A+B+C)$  and  $1/X_2$  for  $A/(A+B)$ .

측정수	$1/X_2$	$1/X_1$
1	116.776830	1,061.457957
2	116.751197	1,062.998493
3	116.829929	1,060.714721
4	116.815475	1,061.270371
평균	116.793358	1,061.610386
표준편차	0.035950	0.977736

그리고 67 liter로 추정되었으며, 내부 표면은 탈가스를 줄이기 위하여 전해연마 처리하였다. 본 실험에 들어가기 전 각 진공용기들의 도달진공도 (ultimate pressure)는  $10^{-8}$  Pa 이하이었다. CDG 교정에 들어가기 전에 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 측정하였다. Table 1은 4회 반복 측정하여 얻은 값을 계산한 결과로서, 부피율  $X_1$ 과  $X_2$ 는 각각 1061.61과 116.79이었고 이들의 표준편차는 0.0359와 0.9777이었다.

### 2.3 전달표준기 (Transfer Standard Gauge)

전달표준기로는 측정범위가 각각 133 Pa (CDG1)과 1,333 Pa (CDG2)인 CDG가 사용되었으며 serial number는 각각 747185과 531679이었다. CDG가 전달표준기로 사용되는 이유는 오랫동안 증진공 국제비교 등에서 정확도와 안정도가 매우 좋은 것으로 알려져 있기 때문이다 [9].

## 3. 교정 및 불확도 평가

### 3.1 UIM에서 CDG 교정

교정할 때 UIM의 기준압력 (generated pressure)은 각각 3 Pa, 6 Pa, 10 Pa, 30 Pa, 100 Pa이었으며, 이 값은 명목값 (nominal value)의  $\pm 3\%$ 가 되도록 하였다. 교정하기 전 CDG의 안정화 (warm up) 시간은 최소 24시간이 되도록 하였고 지시계의 히터 (heater)를 켜서 센서의 온도가 항상  $45^\circ\text{C}$ 를 유지하

도록 하였다. 교정은 기준압력을 증가시키면서 수행하였으며 UIM 교정절차에 따라 서로 다른 날짜에 3회 반복하였고 교정기체로는 고순도 질소가 사용되었다. 교정할 때 실험실 온도는  $22^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ 로 유지하였으며, 교정절차와 불확도 평가는 국제비교 등에서 이미 검증된 문서화된 지침서에 따랐다 [10]. UIM이나 SES에서 교정된 게이지의 교정결과 즉 압력비 (pressure ratio,  $r$ )는 식 (1)과 같이 지시압력( $P_{ind}$ )/기준압력( $P_{stj}$ )로 나타낸다.

$$r = \frac{P_{ind}}{P_{stj}} \quad (1)$$

### 3.2 SES에서 CDG 교정

UIM에서 교정이 끝난 두 개의 CDG를 고진공 펌프에 부착하고 약 72시간 배기하여 UIM에서 교정할 때 게이지에 흡착되었을 수도 있는 수은막을 제거하였다. 그 다음 과압 (over pressure)으로부터 센서를 보호하기 위하여 밸브를 닫고 진공을 유지한 상태로 SES에 이동하여 용기 (C)에 부착하였다. 교정할 때 지시계는 UIM에서 교정할 때와 같이 average 10, response time 400 ms, regulator heater On, temperature compensation +500으로 교정하였다. 식 (2)는 정적법 표준기에서 측정된 기준압력의 B형 불확도를 측정불확도 평가지침에 따라 계산하기 위하여 간략화한 수학적 모델이다 [11].

$$P_{stj} = (P_i) \times \left( \frac{P_{A22}}{P_{A21}} \right)^N \times P_{stj} \left[ 1 - \left( \frac{P_{Y12}}{P_{Y11}} \right)^N \right] \times \left( \frac{P_{Y21}}{P_{Y22}} \right) \times \left( \frac{T_A}{T_C} \right) (R_R) \quad (2)$$

- $P_{stj}$  : 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 (C)에 표준압력을 발생시키기 위해 행한 용기 (B)의 배기 횟수
- $P_{Y11}$  : 부피율  $X_1$  즉, (A)/(A+B+C) 및  $Y_1$ 을 계산

- 하기 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)
- 위 식 (2)에서 계산된 기준압력  $P_{stj}$ 의 표준불확

도는  $P_{stj}$ 를 구하는데 사용된 입력량 (input parameter)들의 감도계수 (sensitivity coefficient)와 표준불확도로부터 구할 수 있으며 각각의 입력량들을  $q_j$ 라 할 때 표준압력의 합성표준불확도  $u_s$ 는 식 (3)에 의해 계산 된다 [4].

$$u_s^2(P_{stj}) = \sum \left( \frac{\partial P_{stj}}{\partial q_j} \right)^2 u^2(q_j) = \sum c^2(q_j) u^2(q_j) \quad (3)$$

이때  $c(q_j)$ 는 각 입력량들의 감도계수로 기준압력  $P_{stj}$ 에 대한 입력량  $q_j$ 를 편미분한 값이고  $u(q_j)$ 는 입력량들의 표준불확도이다. Table 2는 기준압력 10 Pa일 때를 예로 보인 B형 합성표준불확도 (combined standard uncertainty) 계산 방법과 결과를 정리한 것으로 이 실험에서 기준압력 10 Pa의

Table 2. Results for B type combined standard uncertainty by using input parameters, estimated values, standard uncertainties, and sensitivity coefficients.

입력량 $X_i$	추정값 $x_i$	표준불확도 $u(x_i)$	감도계수 $c_i$		불확도 기여량 $ c(q_i)  \cdot u(q_i)$ (Pa)
			계산 식	계산 값	
$P_S$	10 Pa	$1.779 \times 10^{-2}$ Pa	-	-	$1.779 \times 10^{-2}$
$P_i$	10.6192 kPa	6.9223 Pa	$c_{P_i} = \frac{\partial P_s}{\partial P_i}$	$8.0501 \times 10^{-6}$	$5.5725 \times 10^{-5}$
$P_{X21}$	66.7973 kPa	0.0288 Pa	$c_{P_{X21}} = \frac{\partial P_s}{\partial P_{X21}}$	$1.4955 \times 10^{-4}$	$4.2996 \times 10^{-5}$
$P_{X22}$	0.5716 kPa	47.3814 Pa	$c_{P_{X22}} = \frac{\partial P_s}{\partial P_{X22}}$	$-1.2797 \times 10^{-6}$	$-6.0638 \times 10^{-5}$
$P_{Y11}$	113.5958 Pa	0.1568 Pa	$c_{P_{Y11}} = \frac{\partial P_s}{\partial P_{Y11}}$	$-8.0625 \times 10^{-2}$	$-1.2638 \times 10^{-2}$
$P_{Y12}$	112.5310 Pa	0.1568 Pa	$c_{P_{Y12}} = \frac{\partial P_s}{\partial P_{Y12}}$	$7.9870 \times 10^{-2}$	$1.2520 \times 10^{-2}$
$P_{Y21}$	113.4886 Pa	0.1568 Pa	$c_{P_{Y21}} = \frac{\partial P_s}{\partial P_{Y21}}$	$7.5325 \times 10^{-4}$	$1.1807 \times 10^{-4}$
$P_{Y22}$	113.4889 Pa	0.1568 Pa	$c_{P_{Y22}} = \frac{\partial P_s}{\partial P_{Y22}}$	$-7.5325 \times 10^{-4}$	$-1.1807 \times 10^{-4}$
$T_A$	294.58 K	0.05 K	$c_{T_A} = \frac{\partial P_s}{\partial T_A}$	$2.9019 \times 10^{-7}$ (Pa/K)	$1.451 \times 10^{-8}$
$T_C$	294.77 K	0.05 K	$c_{T_C} = \frac{\partial P_s}{\partial T_C}$	$-2.9001 \times 10^{-7}$ (Pa/K)	$-1.450 \times 10^{-8}$
Combined standard uncertainty ( $u_c$ )					$1.779 \times 10^{-2}$

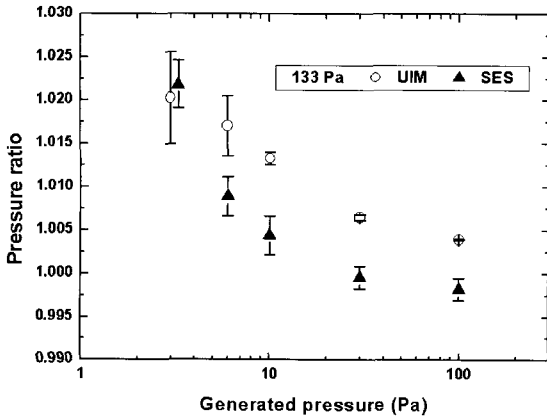


Fig. 2. Plot of average and standard deviations with error bars according to generated pressures for 133 Pa CDG1.

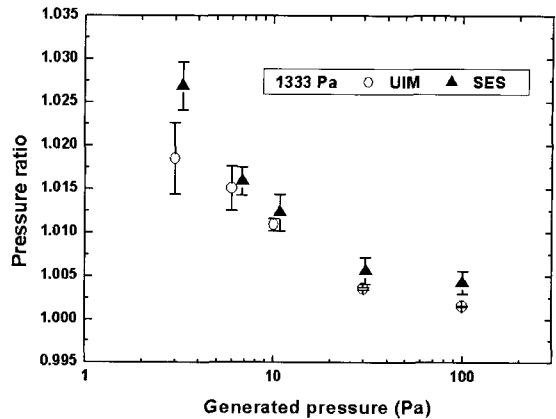


Fig. 3. Plot of average and standard deviations with error bars according to generated pressures for 1,333 Pa CDG2.

표준불확도는  $1.779 \times 10^{-2}$  Pa이었다.

### 3.3 교정 결과 평가

Fig. 2는 UIM과 SES에서 3회 반복 교정된 133 Pa CDG1의 압력비와 표준편차를 각 기준압력에서 그린 것이다. 여기에서 오차막대 (error bar)는 기준압력의 오차가 아니고 반복측정의 표준편차이다. 3 Pa에서 압력비와 표준편차가 각각 1.0203과 0.00535로 가장 컸으며 이들은 대체로 압력이 증가할수록 감소하였다. 특히 UIM의 경우에는 압력이 낮을수록 표준편차가 매우 컸다. 잘 알려진 데로 낮은 압력에서 압력비가 큰 것은 CDG의 열전이 효과 (thermal transpiration effect) 때문이다 [12]. Fig. 3은 1,333 Pa CDG2의 교정결과를 Fig. 2와 같은 방법으로 그린 것이다. CDG2도 3 Pa에서 압력비와 표준편차가 각각 1.0203과 0.00535로 가장 컸으며 압력이 증가할수록 감소하였다. 여기에서도 UIM의 경우에는 압력이 낮을수록 표준편차가 매우 컸으나 SES는 기준압력 변화에 따른 표준편차의 차이가 UIM에 비해 현저하게 작았다.

### 4. 결과 및 토의

Table 3과 Table 4는 UIM과 SES에서 교정된 CDG1과 CDG2의 압력비 평균 ( $r$ ), 표준편차 ( $s$ )

Table 3. Results for CDG1:  $r$  as defined in Eq. (1) and  $s$  is the experimental standard deviation of repeat measurements.

Pressure Pa	UIM		SES		$d_1$
	$r$	$s$	$r$	$s$	
3	1.02029	0.00635	1.02188	0.00278	-0.15545
6	1.01708	0.00347	1.00890	0.00227	0.81069
10	1.01329	0.00074	1.00440	0.00224	0.88554
30	1.00645	0.00032	0.99957	0.00131	0.68869
100	1.00391	0.00006	0.99820	0.00129	0.57218

Table 4. Results for CDG2:  $r$  as defined in Eq. (1) and  $s$  is the experimental standard deviation of repeat measurements.

Pressure Pa	UIM		SES		$d_2$
	$r$	$s$	$r$	$s$	
3	1.01850	0.00412	1.02693	0.00275	-0.82089
6	1.01506	0.00257	1.01593	0.00162	-0.08514
10	1.01090	0.00070	1.01231	0.00209	-0.13953
30	1.00356	0.00014	1.00564	0.00154	-0.20683
100	1.00157	0.00004	1.00425	0.00131	-0.26687

그리고 차이 ( $d_i$ )를 정리한 것이다. 여기에서 두 장치에서의 백분율 차이  $d_i$ 는 식 (4)에 의해 계산되었다.

$$d_i = \frac{r_{UIM} - r_{SES}}{r_{SES}} \quad (4)$$

여기에서  $r_{UIM}$ 과  $r_{SES}$ 는 UIM과 SES에서 구한 압력비 평균값이며  $i=1$ 과  $2$ 는 CDG1과 CDG2이다. Table 5는 B형 불확도만을 고려한 UIM과 SES의 합성불확도와 각 기준압력에서의 백분을 상대불확도이다. CDG 이동으로 인한 지시계의 불안정성을 보정하기 위하여 CDG1과 CDG2의  $d_i$  평균값을 식 (5)와 같이 계산하였다.

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (5)$$

따라서  $d$ 의 불확도는 식 (6)과 같이 계산할 수 있다 [10].

$$u_d = \frac{\sqrt{u_{UIM}^2 + u_{SES}^2 + 0.25 u_{CDG1}^2 + 0.25 u_{CDG2}^2 + 0.25 (s_{1UIM}^2 + s_{2UIM}^2) + 0.25 (s_{1SES}^2 + s_{2SES}^2)}}{\sqrt{0.25 (s_{1UIM}^2 + s_{2UIM}^2) + 0.25 (s_{1SES}^2 + s_{2SES}^2)}} \quad (6)$$

여기에서  $u_{UIM}$ 은 UIM의 표준불확도,  $u_{SES}$ 는 SES의 표준불확도,  $u_{CDG1}$ 은 UIM과 SES에서의 백분율 압력비 차이,  $u_{CDG2}$ 는 UIM과 SES에서의 백분율 압력비 차이,  $s_{1UIM}$ 은 UIM에서 측정된 CDG1의 압력비 표준편차,  $s_{2UIM}$ 은 UIM에서 측정된 CDG2의 압력비 표준편차,  $s_{1SES}$ 는 SES에서 측정된

Table 5. Standard uncertainties at the coverage factor  $k=1$  due to systematic effects at the generated pressures for both UIM and SES. The last two columns represent relative standard uncertainties in percent.

Pressure Pa	UIM	SES	UIM %	SES %
3	0.01465	0.00533	0.48830	0.17767
6	0.01518	0.01083	0.25298	0.18050
10	0.01769	0.01779	0.17688	0.17790
30	0.04194	0.05338	0.13980	0.17793
100	0.14456	0.17794	0.14456	0.17794

CDG1의 압력비 표준편차, 그리고  $s_{2SES}$ 는 SES에서 측정된 CDG2의 압력비 표준편차이다. 따라서 UIM과 SES에서 교정결과와 일치성을 보기 위한 error normalized 값 즉  $E_n(p)$ 는 식 (7)과 같이 계산할 수 있다 [10].

$$E_n(p) = \frac{d(p)}{2u_d(p)} \quad (7)$$

Fig. 4는 수평축은 기준압력으로 수직축은  $d(p)$ 를 중심 즉 원으로 하고  $2 \times u_d(p)$ 를 불확도 막대(uncertainty bars)로 하여 그린 것이다. 서로 다른 장치의 일치성을 비교하는 하나의 방법으로 이 그래프처럼 불확도 막대가 수직축의 영에 겹쳐져 있으면 불확도 범위 내에서 일치한다고 할 수 있다 [10]. Table 6은 각

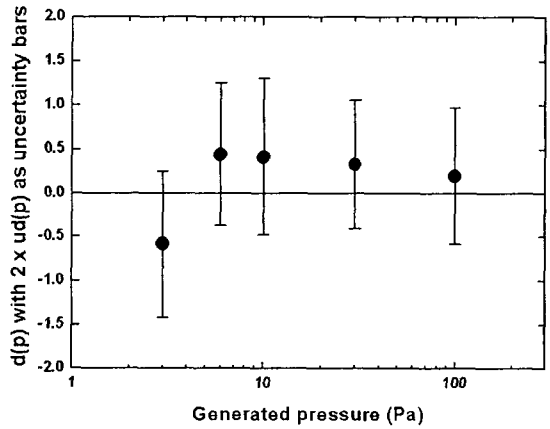


Fig. 4. Plot of  $d(p)$  with  $2 \times u_d(p)$  as uncertainty bars to show the degree of equivalence between UIM and SES.

Table 6.  $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d$ ,  $u_d$ , and  $E_n$  values as defined in Eqs. (4) to (7).

Pressure Pa	$d_1$	$d_2$	$d$	$u_d$	$E_n$
3	-0.15545	-0.82089	-0.48817	0.41805	-0.58386
6	0.81069	-0.08514	0.36277	0.40800	0.44456
10	0.88554	-0.13953	0.37300	0.44893	0.41542
30	0.68869	-0.20683	0.24083	0.36589	0.32923
100	0.57218	-0.26687	0.15266	0.39014	0.19564

기준압력에서 식 (7)에 따라 계산된  $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d$ ,  $u_d$ , 그리고  $E_n$  값을 정리한 것이다.

## 5. 결 론

정적법을 이용한 중진공표준기의 교정 불확도를 국제 기구의 측정불확도 평가지침에 따라 개발하였다. 또한 이 장치의 성능평가를 위하여 133 Pa와 1,333 Pa 범위의 용량형 진공게이지를 이용하여 기준압력 3 Pa ~ 100 Pa 구간에서 초음파 간섭 수은주압력계와 상호비교 한 결과 각 기준압력에서 얻은 Error normalized ( $E_n$ ) 값이 -0.5839 ~ 0.4456로 두 표준기가 불확도 이내에서 잘 일치하고 있음을 알 수 있었다. 따라서 이 장치는 중진공 국가표준기로서 뿐만 아니라 산업체 교정서비스에 적극 활용되어 국가 진공표준 확립과 진공측정기의 교정 품질을 한층 높일 수 있는 계기가 될 것으로 기대된다.

## 참 고 문 헌

- [1] W. Jitschin, J. K. Migwit, and G. Grosse, *Vacuum* **40**, 293 (1989).
- [2] K. Jousren, P. Rohl, and V. Aranda, *Vacuum* **52**, 491 (1999).
- [3] M. Hirata, *J. of Vac. Soc.* **32**, 174 (1989).
- [4] *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*, ISO, 1 (1993).
- [5] KRIS-98-096-SP, 한국표준과학연구원, 1 (1998).
- [6] 홍승수, 신용현, 정광화, *한국진공학회지* **5**, 181 (1996).
- [7] 홍승수, 신용현, 정광화, *한국진공학회지* **10**, 173 (2001).
- [8] 홍승수, 임인태, 신용현, 정광화, *한국진공학회지* **14**, 59 (2005).
- [9] S. S. Hong, Y. H. Shin, K. H. Chung, and K. Jousten, *J. of Kor. Phy. Soc.* **44**, 1364 (2004).
- [10] A. P. Miiller, M. Bergoglio, N. Bignell, K. M. K. Fen, S. S. Hong, K. Jousten, P. Mohan, and F. J. Redgrave, *metrologia* **39**, 07001, 1 (2002).
- [11] A. Ooiwa, M. Hirata, H. Akimichi, K. Arai, and E. Komatsu, Peer review information document Vacuum, NMIJ/AIST, Japan, 1 (2003).
- [12] K. P. Poulter, M. J. Rodgers, P. J. Thomson, and M. P. Perkin, *Vacuum* **33**, 311 (1983).