

암석시험편 유효공극률 측정의 반복성과 재현성

이태종* · 이상규
한국지질자원연구원

Repeatability and Reproducibility in Effective Porosity Measurements of Rock Samples

Tae Jong Lee* and Sang Kyu Lee

Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources (KIGAM)

요약: 다양한 직경과 길이, 암종, 그리고 유효공극률을 가지는 8종의 암석시험편에 대하여 반복적으로 고체밀도와 유효공극률을 산출하고 그에 따른 반복성 및 재현성을 검토하였다. 또한 대기의 기온변화가 유효공극률의 산출에 미치는 영향에 대해 고찰하였다. 8종의 암석시험편에 대하여, 진공압력은 사용한 시스템의 최대진공인 1 torr로, 진공시간은 ISRM 표준시험법의 규약을 만족하는 80분으로 하여 유효공극률을 7번씩 산출하였다. 즉, 참조를 위해 각각의 시험편에 대해 1회, 반복성 검토를 위하여 모든 실험 조건을 같이한 상태에서 각 3회씩, 그리고 재현성의 검토를 위하여 동시에 수침진공하는 시험편의 숫자를 2, 4, 8개로 달리하여 3회 등 총 7번씩의 유효공극률을 산출하고 비교 검토하였다. 고체밀도의 경우 8개 암석시험편의 평균편차가 0.00 g/cm³으로 나타나서 완벽한 반복성과 재현성을 보였다. 유효공극률의 경우는 모든 실험 조건을 동일하게 한 반복성 실험에서는 평균편차가 0.07% 이하, 실험 조건 중에 수침진공 하는 시험편의 숫자를 달리한 재현성 실험에서는 0.05% 이하로 모두 양호한 값을 나타내었다. 재현성 실험에 의해 측정된 유효공극률이 대부분 반복성 실험에서 측정되는 편차범위 내에서 측정되어 양호한 재현성을 보였다. 따라서, 암석시험편의 개수를 2, 4, 8개로 달리하며 수침진공 한 재현성 실험에서는 표준시험법에 따라서 1 torr 정도의 고진공을 사용하는 경우에는 여러 개의 시료를 동시에 수침진공하여도 산출되는 유효공극률에는 영향을 미치지 않는다. 온도, 습도, 현지기압 등 기상자료와 시험편의 물속무게를 비교하고 대기 온도가 물의 온도, 밀도 및 부력에 영향을 주어 결국 시험편의 물속무게를 잘못 평가할 수 있음을 보였다. 따라서 시험편의 유효공극률을 정교하게 산출하기 위해서는 시험편의 물속무게를 측정할 때 물의 온도를 실험조건에 포함시키거나 다른 물리량과 함께 측정하여 물의 밀도 변화에 따른 물속무게 변화를 보정하여야 더 정밀한 유효공극률을 산출이 가능할 것이다.

주요어: 유효공극률, 반복성, 재현성, 물속 무게, 온도 영향

Abstract: Repeatability and reproducibility in solid weight and effective porosity measurements have been discussed using 8 core samples with different diameters, lengths, rock types, and effective porosities. Further, the effect of temperature on the effective porosity measurement has been discussed as well. Effective porosity of each sample has been measured 7 times with vacuum saturation method with vacuum pressure of 1 torr and vacuum time of 80 minutes. Firstly, effective porosity of each sample is measured one by one, so that it can provide a reference value. Then for reproducibility check, effective porosity measurements with vacuum saturation of 2, 4, and 8 samples simultaneously have been performed. And finally, repeated measurements for 3 times for each sample are made for repeatability check. Average deviation from the reference set in solid weight showed 0.00 g/cm³, which means perfect repeatability and reproducibility. For effective porosity, average deviations are less than 0.07% and 0.05% in repeatability and reproducibility test sets, respectively, which are in good agreement too. Most of porosities measured in reproducibility test lies within the deviation range in repeatability test sets. Thus, simultaneous vacuum saturation of several samples has little impact on the effective porosity measurement when high vacuum pressure of 1 torr is used. Air temperature can cause errors on submerged weight read and even effective porosity, because it is closely related to the temperature, density, and buoyancy of water. Consequently, for accurate measurement of effective porosity in a laboratory, efforts for maintaining air or water temperature constant during the experiment, or a temperature correction from other information are needed.

Keywords: effective porosity, repeatability, reproducibility, submerged weight, temperature dependance

2012년 11월 7일 접수; 2012년 11월 19일 수정; 2012년 11월 21일 채택;

*Corresponding author

E-mail: megi@kigam.re.kr

Address: KIGAM, 124 Gwahang-no, Yuseong-gu,
Daejeon 305-350, Korea

서 론

암석시료의 유효공극률의 측정에는 수침진공 포화법(immer-sion-saturation method), 수은 공극률측정법, 헬륨 공극률 측정법, 확산셀법(radial diffusion-cell method) 등 다양한 방법에 의해 측정이 가능하다. 그러나 같은 시료라도 측정방식에 따라 결과에는 차이가 있으며, Dorsch *et al.* (1996)은 총 200개의 시료에 대해 위에 열거한 대표적인 4가지 방법에 의한 유효공극률을 상호 비교하고 입자분석 결과와 각각 비교함으로써 진공포화법에 의해 측정된 유효공극률이 가장 크고 타당한 결과라고 결론을 내린 바 있다. 또한, 한국암반공학회(2006)와 국제암반공학회(ISRM, 1979)에서는 진공포화법을 표준시험법으로 채택하고 있는데, 시험편을 800 Pa (6 torr) 이하의 진공상태에서 1시간 이상 수침하여 포화시키도록 하고 있다. 이 때, 시험편의 치수를 0.01 mm까지, 무게를 0.01%까지 정확하게 측정할 수 있는 적절한 측정 도구를 사용하여야 하는데, 무게의 경우 100 g의 시험편이라면 0.01 g까지 측정하여야 한다. 시험이 끝나고 나면 개별 시험편의 유효공극률은 0.01%까지, 밀도는 10 kg/m³ (0.01 g/cm³)까지 제시한다.

적절한 도구를 이용하여 측정한 시험편의 길이, 무게 등, 제 물리량으로부터 유효공극률, 밀도 등의 관심 물성을 계산하여 제시할 때, 이들의 유효숫자를 소수 이하 둘째자리까지 기계적으로 맞추어 제시하는 것보다 더 중요한 것은 동일한 조건에서 수행되는 연속적인 측정들 사이의 일치 정도를 의미하는 반복성(repeatability)과 조건을 바꾼 상태에서 수행된 동일한 횟수의 측정들 사이에서 일치되는 정도를 나타내는 재현성(reproducibility) (Keithley, 2006)의 문제일 것이다. 실험의 정확성(accuracy)은 동일한 시료에 대해서 조건을 같이하면 누가 측정해도 측정값을 재현할 수 있는 반복성과 재현성이 확보되어야 하며, 이를 위해서는 실험에서 발생할 수 있는 오차의 원인에 대한 철저한 분석이 선행되어야 한다.

공극률 측정에 있어서 발생할 수 있는 오차의 주된 요인으로는 우선 포화시료에 남아 있는 공기에 의한 오차로 건조시료의 공극을 채우고 있는 공기를 포화과정에서 물로 완전히 치환할 수 있는 노력이 필요하며, 다음으로 시료의 부피 측정에 있어서의 오차, 증발에 의한 포화시료의 무게 측정에 있어서 오차, 온도 변화에 의한 오차 등이 있다(Barnes, 1931). 비록 표준시험법에 입각해서 측정을 실시한다고 하더라도 이러한 오차 유발 요인에 대한 고려가 없이 측정이 이루어진다면 측정환경에 따라 그리고 측정하는 사람에 따라 다른 측정 결과가 차이가 있을 수 있으며, 이럴 경우 반복성이나 재현성을 만족할 수 없으므로 측정이 정확하다 할 수 없을 것이다.

Barnes (1931)가 제시한 주요 오차 유발요인 중, 포화시료의 무게 측정에 있어서 증발에 의한 오차요인을 최소화하기 위한 노력으로 미시적인 측정 공정까지 일치시키는 것으로(이상규, 이태종, 2009; Dorsch *et al.*, 1996; Katsube and Scromeda,

1991) 대표된다. 또, 이상규 등(2012a; 2012b)은 시험 내의 공기를 물로 치환할 때 진공포화의 방법과 진공시간, 진공압력에 의한 영향을 고찰하였고, 이때 시료를 완벽한 원주형으로 성형하기 어렵고 또한 불균질한 표면에 의한 부피측정에 있어서의 오차요인을 줄이기 위해서 부력을 이용하여 부피를 측정하였다.

이 연구에서는 지금까지의 연구결과를 바탕으로 오차유발 요인에 대한 고려가 이루어진 상태에서, 우리나라에서 산출되는 8개 암석시험편에 대해서 고체밀도와 진공 포화법을 이용한 유효공극률 측정의 반복성과 재현성을 검토하고자 하였다. 또한, 상기 오차 유발요인 중 온도에 의한 오차요인에 대해 검토하였다.

실험방법과 실험장치

시험편과 실험방법

실험에서 사용한 8개의 암석시험편(Table 1 참조)은 이전의 여러 연구에서 사용했던 암석코어들로서 유효공극률의 분포를 비교적 넓게 하기 위하여 다양한 암석을 선택하였고 암석시험편의 직경과 길이 또한 다양하게 선택하였다.

유효공극률의 산출은 암반공학회와 ISRM의 표준시험법 중에서 부력을 이용하는 방법을 사용하였다. 시험편의 겉보기부피(V)를 캘리퍼스로 측정한 치수로 산출하지 않고 부력을 이용하여 산출한 이유는 매끄럽지 않은 시험편의 표면에 의해 기인되는 오차를 배제할 목적과 함께 1차 측정 물리량을 무게(g)로 단순화하기 위함이었다. 유효공극률은 다음의 식(1)을 이용하여 산출할 수 있다(이상규 등, 2012b).

$$n = \left(\frac{V_v}{V}\right) \times 100 = \left(\frac{M_{sat} - M_s}{M_{sat} - M_{sub}}\right) \times 100(\%) \quad (1)$$

$$M_{sub} = M_{sub_sample+cradle} - M_{sub_cradle}$$

여기서, n : 유효공극률(effective porosity)

V : 겉보기부피(bulk volume)

V_v : 유효공극의 부피(pore volume)

M_{sat} : 표면건조수포화무게(saturated-surface-dry mass)

Table 1. Descriptions of rock samples used in this study.

Specimen	Rock type	diameter (mm)	Length (mm)
A	trachyandesite	42.52	76.62
B	trachyte	39.27	68.05
C	trachyandesite	39.42	80.83
D	shale	37.65	60.50
E	biotite gneiss	29.43	80.15
F	biotite schist	37.80	38.94
G	biotite gneiss	37.85	56.37
H	granite porphyry	29.29	80.90

M_s : 고체(입자) 무게(grains mass)

M_{sub} : 시험편의 물속 무게(weight of sample submerged in water)

$M_{sub_sample+cradle}$: 시험편과 cradle의 물속 무게

M_{sub_cradle} : cradle 만의 물속 무게

물속무게(M_{sub}), 표면건조수포화무게(M_{sat}), 고체무게(M_s) 측정을 포함하여 시험편의 유효공극률을 산출하기 위한 거시적 공정은 다음과 같이 하였다. 실험일의 기점은 아침 8시가 되며, 2일(48시간) 이상 상온에서 보관하던 시험편을 순수제조장치(영린기기, aquaMAX 361)로 만든 여과수 속에서 48시간(3, 4일째) 동안 보관한다. 그 후, 수침진공 시간을 포함하여 48시간(5, 6일째) 동안 여과수 속에 두었다가 물속무게와 표면건조수포화무게를 측정한다. 다음 자연순환건조기(오븐)(Jeiotech, ON-02GW, B)에 시험편을 넣어 48시간(7, 8일째) 건조시키며 변화하는 무게를 전자저울(METTLER TOLEDO, XS1003SV)로 모니터링하여 고체무게를 산출하였다(이상규, 이태중, 2010). 수침진공을 수행하는 날(5일째)의 시간 배분은 8시에 수침진공을 시작하여 진공을 해소하는 시각을 항상 일정하게 9시 20분으로 하고 이후 22시간 40분이 지나면 5일째가 완료되게 하였다. 사용한 진공 시스템에 의한 80분의 ‘수침진공’ 이외의 여러 과정(즉, 물속 보관, 수침진공 후 물속보관, 건조와 무게모니터링 등)들로부터 유발될 수 있는 오차 요인을 줄이기 위하여 제 과정의 시간을 선행(이상규, 이태중, 2010)에 비하여 훨씬 길게 설정하였다.

시험편과 시험편 받침(cradle)의 물속 무게($M_{sub_sample+cradle}$)와 시험편 받침만의 물속 무게(M_{sub_cradle})는 물속무게 측정장치(이상규 등, 2012)를 이용하여 시험편 받침을 지지하는 매달림 로드(suspension rod)를 수면 하부 일정한 깊이에 위치하도록 하여 측정하였다. 시험편 받침만의 물속 무게를 측정할 때는 11회 측정 후, 가장 큰 2개와 가장 작은 2개를 제외하고 나머지 7개를 평균하여 사용하였다. 시험편의 표면건조수포화무게는 물티슈를 꼭 짰 후 시험편을 감싸서 시험편 표면의 물기를 일정한 정도로 제거한 다음 측정하였다. 시험편의 고체무게는 105°C 오븐에서 48시간 동안 건조하면서 표면건조수포화무게를 측정할 시점($t = 0$)으로부터 48시간 후의 무게를 고체무게로 사용하였는데, 그 이유는 무게모니터링시스템은 한 세트 밖에 보유하고 있지 않은 반면에 시험편의 고체무게(M_s)는 동시에 최대 8개까지 측정하여야 하기 때문이었다. 8개의 시험편 중에 1개 시험편만 무게 모니터링을 할 수 있었으므로 나머지 7개 시험편에 대하여는 48시간 내의 최소무게나 곡선 적합(curve fitting)으로 외삽하여 산출(이상규, 이태중, 2010)할 수 있는 무게모니터링 자료가 존재하지 않는다.

습식진공포화장치

유효공극률 산출을 위하여 이 연구에서는 습식 진공포화법

을 이용하였는데, 습식진공포화장치로는 진공압력 시스템의 반복성이 이미 확인된(이상규 등, 2012) 분리형(dual) 건식진공 수포화장치 중에 시험편을 담는 용기가 설치된 진공오븐만을 사용하여 구성하였다(Fig. 1 참조). 진공오븐(대한랩테크, LVO-2030) 내, 2l의 용기 속에 1.6l의 여과수를 채우고 여과수 속에 압석시험편을 넣어 최대진공속도가 237 l/min 인 진공펌프(EDWARDS, RV12)를 연결하였다. 시스템의 진공압력(p)과 시간(t)은 진공조절기(Vacuubrand, VSP 3000)를 VACUUM CONTROL software로 조절하였는데, 여기서는 사용한 진공시스템의 최대진공(1 torr)으로 80분 동안 수침진공 하였다. 진공오븐과 진공펌프 사이에는 안전저류조(safety reservoir) 두 개를 냉동기(cold trap) 전·후에 설치하고 수분 분리를 위하여 냉매조(cold trap bath) 속에 넣은 유리재질의 수분분리기의 파손에 대비하였다. 1.8l의 여과수 속에 시험편을 넣은 상태에서 진공을 해야 하는 습식진공포화장치를 빈번히 사용하면 유리재질의 수분분리기 속에 많은 량의 물이 포획되는데 여기서는 포획수의 배출을 용이하게 하는 유리 재질 수분분리기(Fig. 2(a))와 병렬형 포획수 배출장치(Fig. 2(b))(이상규, 이태중, 2012)를 고안하여 사용하였다. 내압 유리로 만든 수분분리기 내부의 포획수 배출관(3) 하단의 단면을 작게 하여 포획수 배

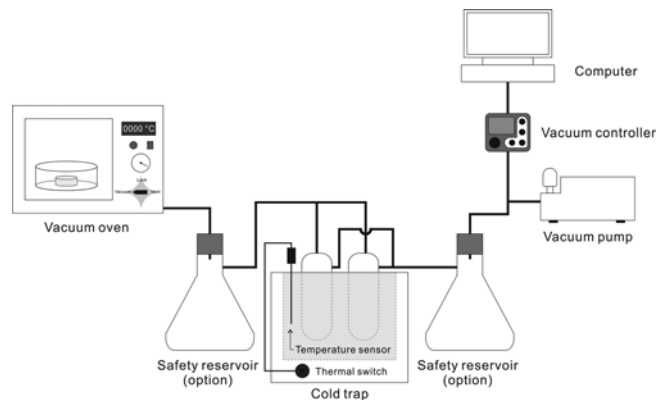


Fig. 1. Schematic diagram for wet-type vacuum saturation system using modified cold trap.

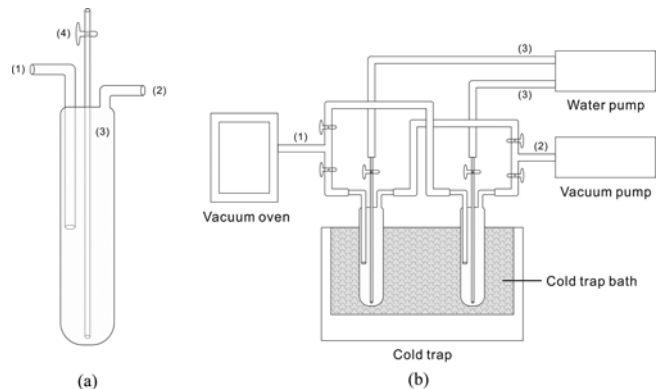


Fig. 2. Parallel type cold trap system (b) using modified cold trap vessel (a) (Lee and Lee, 2012).

출을 용이하게 하고, 포획수 배출관 외부 위쪽에 잠금장치(4)를 부착한 일체형 수분분리기이다. Fig. 2에서 (1)은 진공오븐으로, (2)는 진공펌프로 연결되며 (3)은 소형 펌프로 연결하여 펌프를 작동할 때마다 수분분리기 내부의 포획수를 외부로 배출하게 된다. 냉동기에는 냉매조의 온도를 감지하는 온도센서에 연동된 온도 스위치(삼원 ENG, SU-105)를 설치하여 냉매조의 온도를 상대적으로 높은 온도인 -10°C 로 유지하도록 하였다. 냉매조의 온도를 -10°C 로 유지하면 이보다 낮은 온도에서 보다 포획수 응결 효과는 떨어지지만 진공력에 의한 포획수 운동 때문에 수분분리기 속에서 급결하지 않고 물 상태로 하부에 포획된다. 포획된 물은 병렬형 수분 포획장치의 배관에 연결된 2-way 잠금장치(stop cock)를 적절히 조절한 후 배수 펌프를 작동시킴으로써 진공시스템을 가동하는 중에도 필요하면 외부로 배출할 수 있다.

실험설계

유효공극률의 범위가 비교적 넓은 8개의 암석시험편을 이용한 실험은 3개의 실험조로 구분하여 수행하였다. 첫 번째는 참조 실험조(reference test set: SET1)로서 각 시험편을 하나씩 수침진공 후 물속무게(M_{sub})와 표면건조수포화무게(M_{sat})를 측정하고 표면건조수포화 시험편을 이용하여 곡선접합에 의한 고체무게(M_{s_asym})를 산출한 다음 유효공극률을 계산하였다(이상규, 이태종, 2010). 이 때 건조 시작 후 48시간 때의 무게를 고체무게(M_{s_48})로 한 유효공극률도 계산하여 비교하였다. 두 번째는 유효공극률의 재현성을 검토하기 위한 재현성 실험조(reproducibility test set: SET2)로서 2개, 4개, 8개씩 복수의 시험편을 한꺼번에 수침진공한 후에 각각에 대한 물속무게(M_{sub})와 표면건조수포화무게(M_{sat})를 측정한 다음, 건조오븐에서 복수의 시험편을 함께 48시간 건조한 후 48시간 때의 무게를 고체무게로 간주하여 유효공극률을 계산하였다. 세 번째는 유효공극률의 반복성을 검토하기 위한 반복성 실험조(repeatability test set: SET3)로서 동일한 시험편 8개를 거시적 공정에 따라서 하나씩 상온보관 → 물속 보관 → 수침진공 후 물속 보관 → 오븐 건조의 과정을 거쳐 유효공극률을 산출하고 이를 각각 3회 반복하였다. 재현성 실험조를 반복성 실험

조 전에 실험한 이유는 역순으로 실험하는 경우 습식진공 수포화의 누적 효과 때문에 시험편의 숫자를 달리함에 의해 나타날 수 있는 유효공극률의 미세한 변화를 감지할 수 없을 수도 있다는 우려 때문이었다. 세 가지 실험조에 대한 수침진공 및 실험 순서를 Table 2에 보였다.

결과 및 토의

참조 실험조에 대한 예비실험

Fig. 3은 시험편 A의 표면건조수포화무게를 측정된($t=0$) 직후부터 105°C 오븐에서 54시간(2일 6시간, 194400초) 동안 건조하면서 수행한 무게 모니터링 곡선을 예로 보인 것이다. 건조 시작 후 48시간(172,800초) 때의 시험편의 무게, $M_{s_48} = 228.004 \text{ g}$ 은 48시간 내 최소무게(M_{s_48min})인 228.000 g 과는 차이가 거의 없음을 볼 수 있으며, 44시간(158,400초) 때의 무게인 $M_{s_44} = 228.006 \text{ g}$ 과는 0.00% 이내에서 변하므로 M_{s_48} 을 고체무게로 사용할 수 있는 표준시험법의 기준을 만족하고

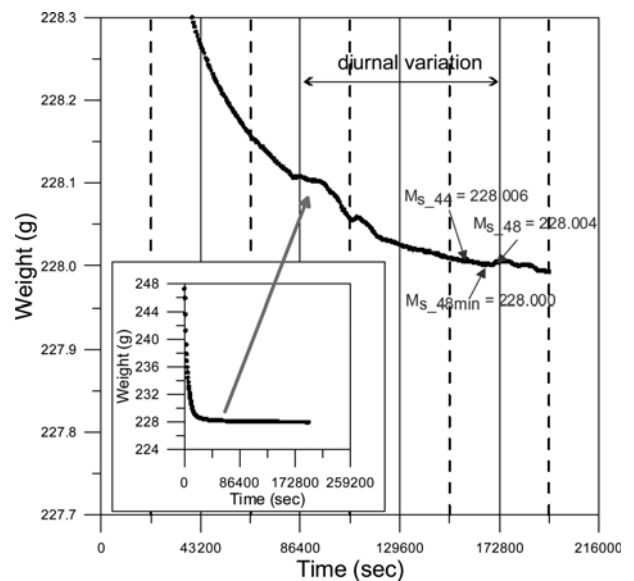


Fig. 3. Monitoring of sample weight for 54 hours for saturated sample A in a 105°C oven.

Table 2. Experiment order for 39 experiments of reference, reproducibility, and repeatability test sets.

Test Sets	Samples	A	B	C	D	E	F	G	H
Reference (SET1)		1	2	3	4	5	6	7	8
Reproducibility test (SET2)		9		10		11		12	
		13				14			
		15							
Repeatability test (SET3)		16	19	22	25	28	31	34	37
		17	20	23	26	29	32	35	38
		18	21	24	27	30	33	36	39

있다. 화살표(↔)로 나타낸 부분은 24시간 주기의 일변화(diurnal variation)를 보인 것인데 무게 모니터링에서의 일변화 존재는 건조시간을 24시간의 배수인 48시간으로 선택한 당위성을 뒷받침한다.

8개의 모든 압석시험편에 대하여 곡선접합으로 얻은 고체무게(M_s_{asym})와 건조 시작 후 48시간 후의 무게를 고체무게(M_s_{48})로 하여 얻은 유효공극률을 Table 3에 비교하였다. 8개 압석시험편들의 M_s_{48} 과 M_s_{44} 는 차이가 거의 없다. 시험편 A에서처럼 8개 시험편에서 모두 M_s_{48} 은 4시간 전의 무게인 M_s_{44} 와 0.1% 보다 훨씬 작은 범위에서 변한다. M_s_{48} 과 곡선접합으로 얻은 M_s_{asym} 역시 $\pm 0.04\%$ 이내에 들어있어서 큰 차이를 보이지는 않는다. M_s_{48} 에 의한 유효공극률과 M_s_{asym} 에 의한 유효공극률 측정의 오차는 최대 $\pm 2.9\%$

범위 내에 있다.

표면건조수포화 시험편을 건조오븐에서 건조하기 시작한 후 48시간 때의 무게(M_s_{48})를 이용하여 산출한 유효공극과 48시간 건조하며 얻은 무게 모니터링 자료를 곡선접합(curve fitting)하여 얻은 무게(M_s_{asym})를 이용하여 산출한 유효공극률은 $-2.3\% \sim 2.9\%$ 차이가 나지만 8개의 압석시험편을 동시에 무게 모니터링 할 수 있는 8개의 무게 모니터링시스템이 구비되어 있지 않은 현실을 감안하여 건조 시작 후 48시간 때의 무게를 고체무게로 하는 유효공극률을 검토의 대상으로 하고자 하며 따라서 앞으로는 M_s_{48} 을 M_s 로 표현한다. 이때, 고체무게(M_s)는 105°C 의 오븐내에서 잦 무게이므로 오븐 내·외부의 공기 부력차를 계산으로 보정한 후 사용하였다. 보정시 오븐 외부의 온도와 압력은 25°C , 1기압으로, 오븐 내부의 온

Table 3. Estimations of solid weights by monitoring weights while drying samples for 48 hours and their effects on porosity estimations.

Sample	Dry weight (g)				Dry weight difference (%)			Effective porosity (%)*		
	(a) M_s_{48}	(b) M_s_{44}	(c) M_s_{48min}	(d) M_s_{asym}	(a-c)/a × 100	(b-a)/b × 100	(a-d)/a × 100	n_{48}	n_{asym}	% diff.
A	228.004	228.006	228.000	227.951	0.00	0.00	0.02	18.02	18.07	0.3
B	181.434	181.467	181.434	181.357	0.00	0.02	0.04	13.48	13.57	0.7
C	225.931	225.951	225.931	226.017	0.00	0.01	-0.04	8.76	8.67	-1.0
D	181.441	181.454	181.439	181.387	0.00	0.01	0.03	3.37	3.45	2.4
E	142.968	142.972	142.967	142.973	0.00	0.00	-0.00	2.90	2.89	-0.3
F	119.872	119.877	119.871	119.879	0.00	0.00	-0.01	0.87	0.85	-2.3
G	172.429	172.428	172.425	172.430	0.00	0.00	-0.00	0.52	0.52	0
H	142.561	142.560	142.558	142.553	0.00	0.00	0.01	0.35	0.36	2.9

(a) M_s_{48} : sample weight after 48 hours drying

(b) M_s_{44} : sample weight after 44 hours drying

(c) M_s_{48min} : minimum sample weight during 48 hours drying

(d) M_s_{asym} : solid weight estimated by curve fitting (Lee and Lee, 2010) from weight monitoring for 48 hours

* n_{48} , n_{asym} : Estimated effective porosities when M_s_{48} and M_s_{asym} are used, respectively

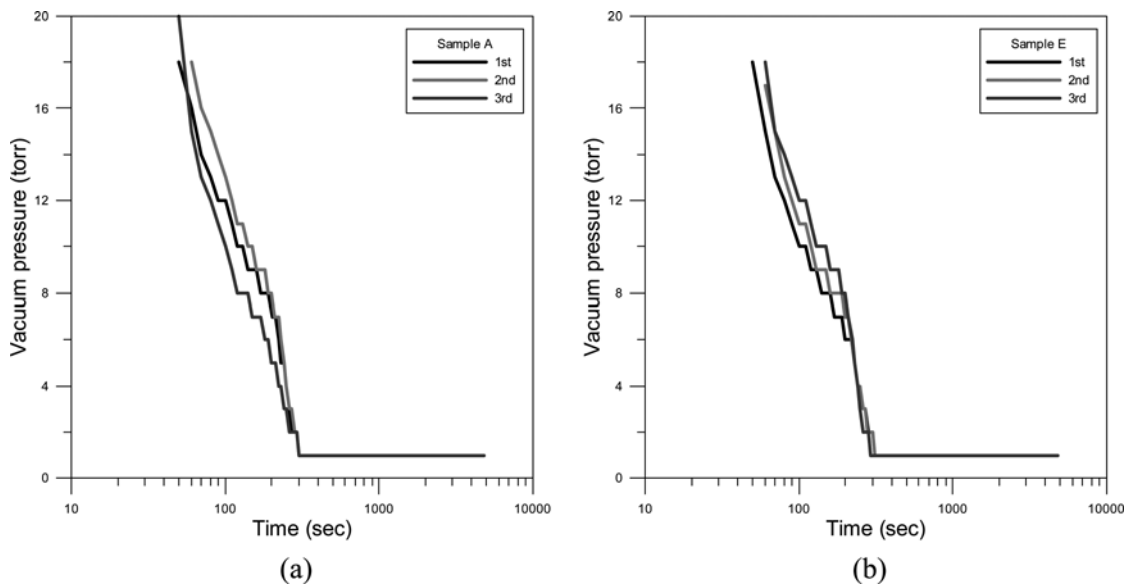


Fig. 4. Vacuum pressure changes in the vacuum oven for three times of vacuum saturation process; (a) sample A and (b) sample E. Note that vacuum pressure drops rapidly down to 1 torr within 5 minutes (300 sec) for all the experiments.

도와 압력은 105°C, 1기압으로 가정하였으며 습도는 고려하지 않았다.

유효공극률의 반복성 검토

Table 1에 설명된 8개의 암석시험편에 대하여 동일한 조건에서 유효공극률을 3회 연속 측정하고(SET3) 일치 정도인 반복성을 검토하였다. 실제 실험에서는 재현성 관련 실험을 먼저, 반복성 관련 실험을 나중에 수행 하였으나(Table 2) 여기서는 반복성 검토 결과부터 기술하고자 한다.

Fig. 4는 반복성 실험에서 3회 수침진공 중에 수행한 진공압력 모니터링 자료를 보인 것인데, (a)는 시험편 A, (b)는 시험편 E의 경우를 보인 것이다. 진공 시작 후 약 5분이면 시스템의 최대진공인 1 torr에 도달하며 이후 진공작업이 끝나서 진공을 해소하는 시점까지 75분 동안 일정하게 압력을 유지하는 것을 볼 수 있다. 진공을 시작한 후 1 torr에 도달하기 전 5분 동안 보인 3번의 압력 거동도 매우 유사함을 볼 수 있어서 시험편을 수포화시키기 위한 진공작업에서는 동일한 조건을 유지하였음을 알 수 있다.

Table 4는 8개 암석시험편의 고체밀도와 유효공극률을 3회씩 측정한 결과를 보인 것이다. 고체밀도는 평균편차가 소수

이하 둘째자리까지 0.00 g/cm³을 보여 매우 양호한 반복성을 갖는다. 유효공극률의 평균편차는 0.00 ~ 0.07%의 값을 갖는데 상대적으로는 유효공극률이 클수록 작아지고(시험편 A: 0.17%) 유효공극률이 작을수록 커지는(시험편 H: 4.85%) 경향이 있으나, 전체(8개) 시험편의 상대평균편차는 5% 미만이고 특히 유효공극률이 상대적으로 큰(3.38 ~ 18.10%) 시험편들(A, B, C, D)에서는 1% 미만으로 양호하다. 유효공극률의 편차를 크게 만드는 요인은 고체무게의 편차보다는 표면건조수포화무게나 물속무게의 편차 때문이며, 8개 시험편 중 5개 시험편에서 물속무게의 편차가 표면건조수포화무게의 편차보다 컸다. 물속무게의 편차를 크게 하는 요인 중에 하나는 물속무게 측정장치(이상규 등, 2012a)의 매달림 로드(suspension rod)를 수면 하부 일정한 깊이에 위치시킬 때 사람에 의해서 유발되는 무작위 오차라고 생각된다.

유효공극률의 재현성 검토

8개의 동일한 암석시험편에 대하여 여러 실험 변수(parameter) 중에서 동시에 수침진공 하는 “시험편의 개수” 만을 달리하여 유효공극률을 3회 측정한 후 조건을 바꾼 상태에서 수행된 동일한 횟수(3회)의 측정들 사이에서 일치되는 정도인 재

Table 4. Solid densities and effective porosities obtained from the repeatability tests (SET3).

Sample	Exp.	Msub (g)	Msat (g)	Ms (g)	Solid density (g/cm ³)			Effective porosity (%)		
					value	average	ave. dev.	value	average	ave. dev. (rel. ave. dev.)
A	16	141.227	247.340	228.123	2.63			18.11		
	17	141.242	247.364	228.122	2.63	2.63	0.00	18.13	18.10	0.03 (0.17%)
	18	141.328	247.247	228.127	2.63			18.05		
B	19	110.223	192.393	181.542	2.55			13.21		
	20	110.208	192.432	181.562	2.54	2.55	0.00	13.22	13.25	0.05 (0.37%)
	21	110.337	192.485	181.541	2.55			13.32		
C	22	137.509	234.352	225.979	2.55			8.65		
	23	137.601	234.479	225.977	2.56	2.56	0.00	8.78	8.73	0.06 (0.65%)
	24	137.659	234.453	225.962	2.56			8.77		
D	25	116.545	183.701	181.429	2.80			3.38		
	26	116.551	183.698	181.427	2.80	2.80	0.00	3.38	3.38	0.00 (0.04%)
	27	116.584	183.699	181.431	2.80			3.38		
E	28	90.666	144.566	142.886	2.74			3.12		
	29	90.732	144.620	142.885	2.74	2.74	0.00	3.22	3.22	0.07 (2.06%)
	30	90.730	144.647	142.862	2.74			3.31		
F	31	76.943	120.256	119.864	2.79			0.90		
	32	76.960	120.242	119.866	2.79	2.79	0.00	0.87	0.88	0.02 (1.89%)
	33	76.962	120.241	119.866	2.79			0.87		
G	34	109.815	172.806	172.432	2.75			0.59		
	35	109.817	172.815	172.444	2.75	2.75	0.00	0.59	0.60	0.02 (2.96%)
	36	109.819	172.840	172.442	2.75			0.63		
H	37	88.798	142.751	142.556	2.65			0.36		
	38	88.829	142.732	142.548	2.65	2.65	0.00	0.34	0.36	0.02 (4.85%)
	39	88.803	142.762	142.551	2.65			0.39		

현성을 검토하였다(Table 2 참조).

Fig. 5는 재현성 실험에서, 3회 수침진공 중에 수행한 진공 압력 모니터링 자료를 보인 것인데, (a)는 시험편 A를 포함하

는 경우로서 각각 AB, ABCD, ABCDEFGH를 한꺼번에 수침진공 한 경우이고, (b)는 시험편 E를 포함하는 경우로서 각각 EF, EFGH, ABCDEFGH를 한꺼번에 수침진공한 경우를 보인

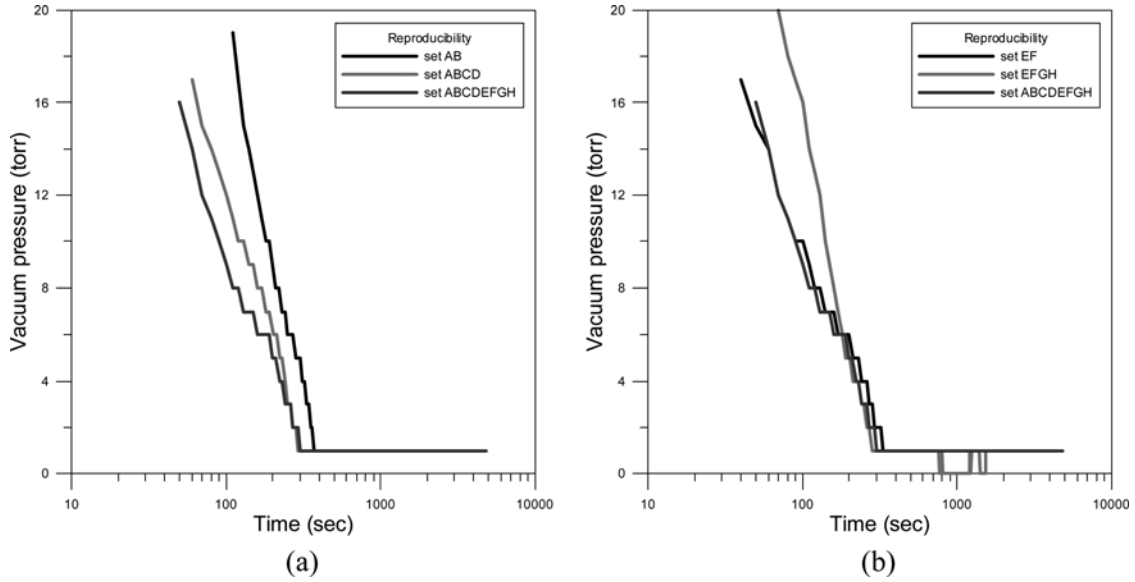


Fig. 5. Vacuum pressure changes in the vacuum oven during the reproducibility tests; (a) including sample A and (b) including sample E. Note that vacuum pressure drops rapidly down to 1 torr within 5 to 7 minutes for all the experiments.

Table 5. Solid densities and effective porosities obtained from the reproducibility tests (SET2).

Sample	Exp.	Samples for vacuum saturation	Msub (g)	Msat (g)	Ms (g)	Solid density (g/cm ³)			Effective porosity (%)		
						value	average	ave. dev.	value	average	ave. dev. (rel. ave. dev.)
A	9	AB	141.094	247.148	228.084	2.62			17.98		
	13	ABCD	141.211	247.254	228.079	2.63	2.62	0.00	18.08	18.04	0.04 (0.23%)
	15	A~H	141.225	247.275	228.131	2.63			18.05		
B	9	AB	110.212	192.473	181.519	2.55			13.32		
	13	ABCD	110.259	192.512	181.518	2.55	2.55	0.00	13.37	13.32	0.03 (0.24%)
	15	A~H	110.244	192.465	181.551	2.55			13.27		
C	10	CD	137.466	234.411	225.960	2.55			8.72		
	13	ABCD	137.378	234.406	225.945	2.55	2.55	0.00	8.72	8.75	0.04 (0.42%)
	15	A~H	137.506	234.481	225.945	2.55			8.80		
D	10	CD	116.494	183.706	181.443	2.79			3.37		
	13	ABCD	116.511	183.712	181.431	2.79	2.79	0.00	3.39	3.39	0.01 (0.44%)
	15	A~H	116.548	183.716	181.428	2.80			3.41		
E	11	EF	90.654	144.552	142.942	2.73			2.99		
	14	EFGH	90.620	144.502	142.922	2.73	2.73	0.00	2.93	3.00	0.05 (1.75%)
	15	A~H	90.644	144.558	142.898	2.73			3.08		
F	11	EF	76.900	120.248	119.866	2.79			0.88		
	14	EFGH	76.912	120.244	119.863	2.79	2.79	0.00	0.88	0.90	0.02 (2.25%)
	15	A~H	76.936	120.261	119.860	2.79			0.93		
G	12	GH	109.784	172.779	172.420	2.75			0.57		
	14	EFGH	109.772	172.781	172.417	2.75	2.75	0.00	0.58	0.59	0.02 (3.17%)
	15	A~H	109.792	172.810	172.422	2.75			0.62		
H	12	GH	88.777	142.757	142.555	2.65			0.37		
	14	EFGH	88.758	142.752	142.551	2.65	2.65	0.00	0.37	0.38	0.01 (2.07%)
	15	A~H	88.781	142.760	142.549	2.65			0.39		

것이다. 진공 시작 후 약 5 ~ 7분이면 시스템의 최대진공인 1 torr에 도달하는 것을 볼 수 있으며 이후 진공작업이 끝나서 진공을 해소하는 시점까지 70여분 동안 대체로 일정하게 압력을 유지하는 것을 볼 수 있다. 진공을 시작한 후 1 torr에 도달하는데 걸리는 시간과 그 때까지의 압력 거동도 상호 약간 다르며 반복성 실험조(SET3)의 실험에서와도 다소 다른 사실을 볼 수 있다. 그림의 일부분에서 진공압력이 0 또는 1 torr를 나타내는 것은 반올림에 의해 단 단위까지 표시되는 압력조절기의 유효숫자 때문이다(이상규 등, 2012b).

Table 5는 8개 암석시험편의 재현성 실험으로 산출한 고체 밀도와 유효공극률을 보인 것인데, 여기에서도 고체밀도는 평균편차가 소수 이하 둘째자리까지 0.00 g/cm³을 보여 서로 차이를 보이지 않는다. 유효공극률의 평균편차는 0.01 ~ 0.05%의 값을 갖는데, 전체(8개) 시험편의 상대평균편차는 4% 이하를 보이고 특히 유효공극률이 3.39 ~ 18.04% 범위의 상대적으로 큰 시험편들(A, B, C, D)에서는 상대평균편차가 1% 미만으로 양호하다. 유효공극률의 편차를 크게 만드는 요인은 역시 고체무게에서의 편차보다는 표면건조수포화무게나 물속무게의 편차이며 8개 시험편 중 6개 시험편에서 물속무게의 편차가 표면건조수포화무게의 편차보다 컸다. 따라서 향후 물속무게를 보다 더 정밀하게 측정하는 방법이 요구된다.

토의

Fig. 6은 반복성 실험으로 얻은 유효공극률과 재현성 실험으로 얻은 유효공극률을 비교한 것으로서, 반복성 실험조(SET3)의 유효공극률 평균값에 대한 재현성 실험조(SET2)의 유효공극률의 편차 분포를 강조하여 보인 것이며, 회색 영역은 반복성 실험조의 유효공극률 편차 범위를 나타낸 것이다. 8개 시험편 중에 D, E를 제외한 6개 시험편이 반복성 실험조의 유효공극률 범위 안에 있으며 개별적으로는 재현성 실험조의 24회 측정 중 12회의 유효공극률이 반복성 실험조에서 얻은 유효공극률 범위 안에 들어 있다. 반복성 실험조의 유효공극률 범위 안에 들어 있지 않은 시험편 D는 반복성 실험조 유효공극률의 편차가 0.00%로 워낙 작아서 그 범위를 벗어난 경우이므로 긍정적인 경우이지만, 시험편 E의 재현성 실험조는 반복성 실험

조(평균: 3.22%)에 비해 낮은(93.2%) 수준에서 3개 시험편의 유효공극률이 모두 반복성 실험조 유효공극률의 분포 범위를 벗어나 있어 부정적이다.

Table 6는 반복성 실험조(SET3)의 유효공극률 평균값에 대한 재현성 실험조(SET2)의 유효공극률의 평균편차와 상대평균편차를 반복성 실험조(SET3) 및 재현성 실험조(SET2) 각각의 평균편차 및 상대평균편차와 비교한 것인데, 8개 시험편 중 C, G 시험편을 제외한 6개 시험편에서 소폭 증가함을 볼 수 있다. 그러나 증감의 방향을 보면 2개 시험편(A, E)은 유효공극률이 감소하는 방향으로, 4개 시험편(B, D, F, H)는 유효공극률이 증가하는 방향으로(Fig. 6 참조) 변화하고 있어서, 일반적으로 예상할 수 있는 “여러 시험편을 함께 수침진공 하면 한번에 한 개씩 수침진공 할 때보다 유효공극률이 감소할 것이다”라는 명제는 적어도 고진공(1 torr)으로 수침진공 하는 한 성립하지 않는 것으로 판단된다. 그러므로 향후 유효공극률을 산출하는 실험에서는 신속한 진행을 위하여 복수의 시험편을 한꺼번에 고진공(예: 1 torr)으로 수침진공 하는 것을 권한다.

Fig. 7의 (a), (b)는 각각 시험편 D와 E의 표면건조수포화무게(Msat), 물속무게(Msub), 고체무게(Ms)가 실험이 반복됨에 따라 달라지는 것을 보인 것이다. 시험편 D의 Ms는 실험이 진행됨에 따라서 비슷하거나 인지하기 어려울 정도로 증가하는

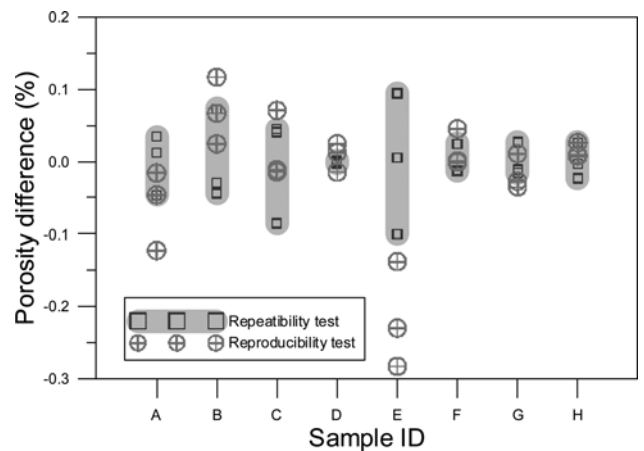


Fig. 6. Comparison of effective porosity differences between reproducibility test and repeatability test for each sample.

Table 6. Comparison of average and relative average deviations of effective porosities.

Sample	repeatability test set SET3		reproducibility test set SET2		SET2 vs. average of SET3	
	ave. dev.	rel. ave. dev.	ave. dev.	rel. ave. dev.	ave. dev.	rel. ave. dev.
A	0.03	0.17	0.04	0.23	0.06	0.34
B	0.05	0.37	0.03	0.24	0.07	0.52
C	0.06	0.65	0.04	0.42	0.03	0.37
D	0.00	0.04	0.01	0.44	0.02	0.51
E	0.07	2.06	0.05	1.75	0.14	4.36
F	0.02	1.89	0.02	2.25	0.03	3.07
G	0.02	2.96	0.02	3.17	0.02	2.63
H	0.02	4.85	0.01	2.07	0.02	4.67

데 이런 특징은 A, B, C, F, G, H, E의 양상과도 같다. 반면에 시험편 E의 Ms는 감소하였다. 실험이 반복됨에 따라서 Ms가 감소하는 현상은 수침진공과 건조를 반복함으로써 시험편의 내부 물질이 기계적으로나 화학적으로 감소하는 것 이외에 다른 이유를 찾기 어렵지만 여기서 그 원인을 확인할 수는 없었다. 실험이 반복됨에 따라서 시험편 D의 Msat은 거의 일정한 반면 Msub는 증가하는데 시험편 E에서는 Msat와 Msub가 함께 증가하는 추세이다. 시험편 D와 E에서 Msub의 공통적인 증가 추세는 105°C의 건조오븐에서 48시간 동안 시험편을 건조시켜도 내부의 수분을 완전히 건조시키지 못하여 실험이 반복될수록 Msat, Msub, Ms가 같은 유형으로 증가하는 경우, 즉 유효공극률이 25% 이상의 경우(이상규 등, 2012b)와는 다른 현상으로 판단된다.

마지막으로 유효공극률 측정의 오차유발 요인 중 온도에 의한 영향을 고찰하였다. Fig. 8의 (a), (b)는 시험편 D, E의 Msub을 같은 기간의 온도, 습도, 현지기압 등의 기상자료(기상

청, 2012)와 함께 보인 것으로서 온도, 습도 현지기압은 실험실과 근접거리에 있는 대전지방기상청 구성동 관측소의 1시간 간격 자료를 48시간 이동 평균하여 사용하였다. 시험편 D의 Msub는 온도와 그 변화 양상이 매우 유사한 반면 시험편 E는 다소 차이가 있음을 알 수 있다. 대기 기온이 올라가면 물속 무게를 측정할 물의 온도가 올라가고 따라서 물의 밀도가 작아지므로 동일한 시험편이라 하더라도 부력을 작게 받아서 물속 무게(Msub)는 증가하는 것처럼 보일 것이 분명하다. 물의 밀도가 1 g/ml일 때, 표면건조수포화무게(Msat)와 물속무게(Msub)가 각각 183 g, 116 g인 시험편의 경우 물의 온도 10°C(물의 밀도: 0.99973 g/ml)인 때와 물의 온도 30°C(물의 밀도: 0.99567 g/ml)인 때의 Msub는 각각 116.02 g과 116.29 g으로 계산됨을 보면 더욱 명백하다.

한편 시험편 E의 물속무게 중에 기온 변화의 경향을 벗어난 (○) Msub는 기온변화에 의한 체계적인 영향 이외에 무작위 오차가 유발되었음이 확실하고 결과적으로 반복성 실험조와

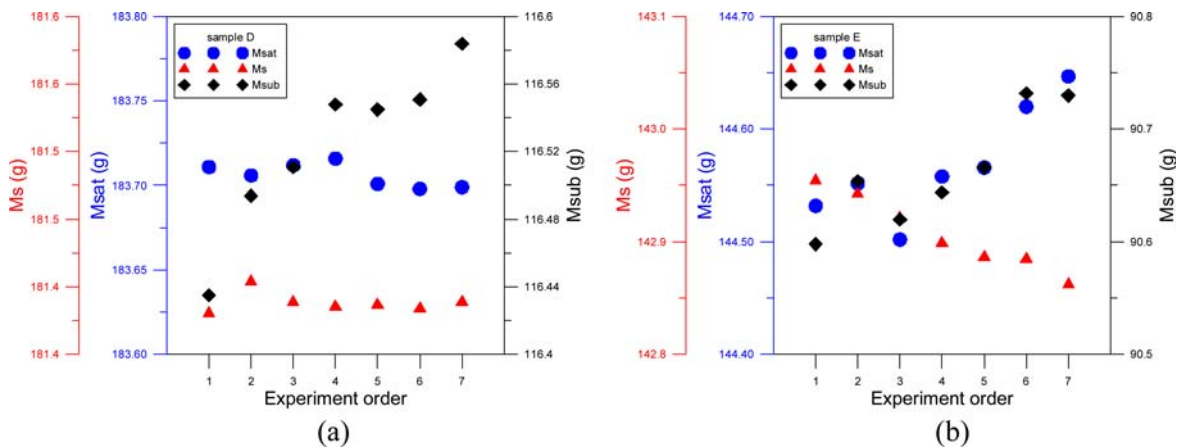


Fig. 7. Variations of surface-dry saturated weight (Msat), submerged weight (Msub), and solid weight (Ms) as experiments were repeated for the samples D (a) and E (b), respectively.

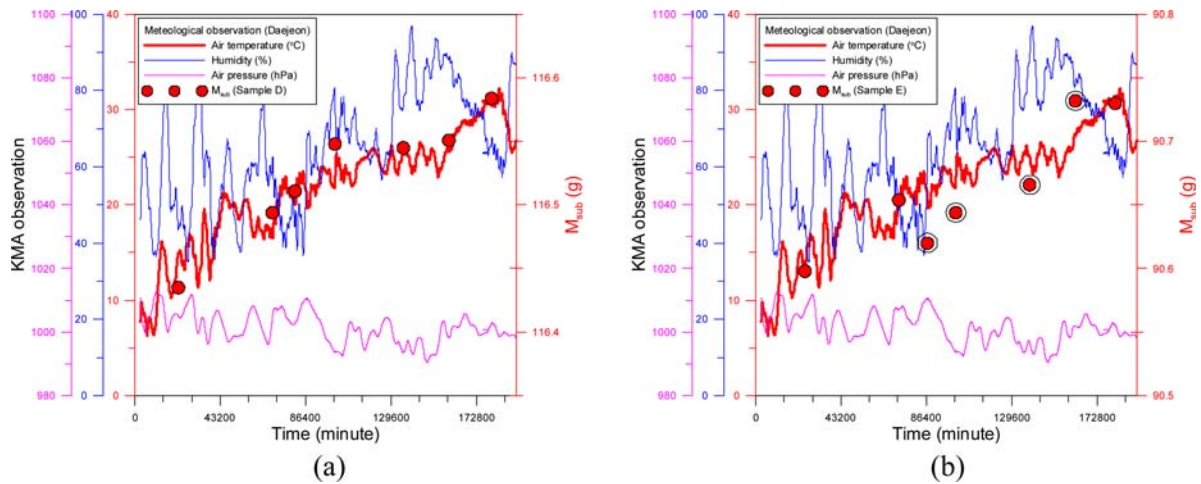


Fig. 8. Comparison of submerged weight (Msub) changes with air temperature, humidity, and pressure variations for sample D (a) and sample E (b).

재현성 실험조 간에 상대적으로 큰 유효공극률 편차를 보였다고 판단된다. 이번 연구에서는 물속무게를 측정할 때 물의 온도를 측정하지 않아서 온도변화에 의한 물속무게 변화를 정량적으로 보정할 수 없었으나 앞으로는 이에 대한 보정이 필요할 것으로 생각한다.

결 론

8종의 암석시험편에 대하여, 진공압력은 사용한 시스템의 최대진공인 1 torr로, 진공시간은 ISRM 표준시험법의 규약을 만족하는 80분으로 하여 유효공극률을 7번씩 산출하였다. 1회는 참조(SET1)를 위하여, 3회는 모든 실험 조건을 같이한 반복성 검토(SET3)를 위하여, 또 다른 3회는 함께 수침진공하는 시험편의 숫자를 2, 4, 8개로 달리할 때의 재현성 검토(SET2)를 위하여 수행하고 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 2.55 ~ 2.80 g/cm³ 범위에 있는 8개 암석시험편의 고체밀도는 평균편차가 0.00 g/cm³으로 나타나서 완벽한 반복성과 재현성을 보였다. 유효공극률이 0.36 ~ 18.10%의 범위에 있는 8개 암석시험편에 대하여 모든 실험 조건을 동일하게 한 반복성 실험에서는 유효공극률의 평균편차가 0.00 ~ 0.07%, 실험 조건 중에 수침진공 하는 시험편의 숫자를 달리한 재현성 실험에서는 0.01 ~ 0.05% 범위의 값을 보여 모두 양호한 값을 나타내었다.

2. 암석시험편의 개수를 2, 4, 8개로 달리하며 수침진공 한 재현성 실험에서, 진공을 시작한 후 1 torr에 도달하는데 걸리는 시간과 그 때까지의 압력 거동이 상호 약간 다르며 한 번에 한 시험편씩 수침진공 한 반복성 실험에서의 압력 거동과도 다소 다르다. 그러나 이러한 구간은 진공 시작 후 7분 이내이며 그 이후 압력을 해소할 때까지의 70여분은 최대진공을 정교하게 유지하므로 이번 연구에서와 같이 표준시험법에 따라서 1 torr 정도의 고진공을 사용하는 경우에는 초기(~7분)의 압력 거동 변화가 산출되는 유효공극률에까지 영향을 미치지 않는다.

3. 반복성 실험조(SET3)의 유효공극률 평균값에 대한 재현성 실험조(SET2)의 유효공극률의 평균편차와 상대평균편차는 조별 값에 비하여 8개 시험편 중 6개 시험편에서 소폭 증가함을 볼 수 있으나 2개 시험편(A, E)은 유효공극률이 감소하는 방향으로, 4개 시험편(B, D, F, H)은 유효공극률이 증가하는 방향으로 변화하여서 “여러 시험편을 함께 수침진공 하면 한 번에 한 개씩 수침진공 할 때보다 유효공극률이 감소할 것이다.”라는 명제는 성립하지 않았다. 그러므로 향후 유효공극률을 산출하는 실험에서는 신속한 진행을 위하여 복수의 시험편을 한꺼번에 고진공(예: 1 torr)으로 수침진공 하는 것을 권한다.

4. 온도, 습도, 현지기압 등 기상자료와 시험편의 물속무게(Msub)를 비교한 결과 대기 온도가 물의 온도, 밀도 및 부력에 영향을 주어 결국 시험편의 물속무게를 잘못 평가할 수 있

음을 보였다. 따라서 시험편의 유효공극률을 정밀하게 산출하기 위해서는 시험편의 물속무게를 측정할 때 물의 온도를 실험조건에 포함시키거나, 다른 물리량과 함께 측정하여 물의 밀도 변화에 따른 물속무게 변화를 보정하여야 할 것으로 본다.

앞으로, 많은 자료의 축적을 통하여 암석시험편 유효공극률의 반복성과 재현성에 관한 통계적 의미를 확고히 하는 것이 좋을 것이다.

감사의 글

이 연구는 2010년 지식경제부 재원으로 한국에너지기술평가원(KETEP)의 지원을 받아 수행한 신재생에너지 기술개발 사업 연구과제(No. 2010T100200494)의 일환으로 수행되었습니다.

참고문헌

- 기상청, 2012, “대전지방기상청 구성동관측소 기상 자료”.
- 이상규, 이태종, 2009, 전도성 간극수의 함수 정도에 따른 원주형 시멘트 시험편의 전기비저항 특성, 한국지구시스템공학회지, 제46권 5호, pp. 553-562.
- 이상규, 이태종, 2010, “건조과정에서 무게 모니터링을 통한 암석 시험편의 고체무게 산출 방법”, 한국지구시스템공학회지, 제47권 2호, pp. 183-190.
- 이상규, 이태종, 2012, “수분분리기 및 이를 포함하는 수분 포획 장치”, 대한민국특허청, 출원번호 10-2012-0065145.
- 이상규, 이태종, 이영민, 2012a, “습식 진공포화와 건식 진공포화에 의한 시험편의 유효공극률 비교”, 한국지구시스템공학회지, 제 49권 3호, pp. 328-337.
- 이상규, 이태종, 김형찬, 2012b, “진공의 압력과 시간을 달리할 때 시멘트시험편의 유효공극률 변화”, 한국지구시스템공학회 제99회 추계학술발표회 논문집, pp. 197-199.
- 한국암반공학회, 2006, “암석의 공극률 및 밀도 측정 표준시험법”, 터널과 지하공간, 16(2), 95-98.
- Barnes, K. B., 1931, A method for determining the effective porosity of a reservoir rock, The Pennsylvania State College Bulletin, 24, No. 28, Mineral Industries Experiment Station Bulletin 10, 13p.
- Dorsch, J., Katsube, T. J., Sanford, W. E., Dugan, B. E., and Tourkow, L. M., 1996, Effective porosity and pore-throat sizes of Connsauga Group mudrock: Application, test and evaluation of petrophysical techniques, Research Report ORNL/GWPO-021, Oak Ridge National Lab., 113p.
- ISRM, 1979, Suggested methods for determining water content, porosity, density, absorption and related properties and swelling and slake-durability index properties.
- Katsube, T. J. and Scromeda, N., 1991, Effective porosity measuring procedure for low porosity rocks, Geological Survey of Canada, Paper 91-E, 291-297.
- Keithley Ins., 2006, 저준위 측정 핸드북 제6판 - 정밀 직류 전류, 전압 및 저항 측정, No. 1559KR, 80450KSI.