

# 고순도 금속의 응고점 실현연구

( Study on the Realization of Freezing Points of High-Purity Metals )

한국표준과학연구원 온도연구실

감기술

## 1. 서론

국제온도눈금-1990(ITS-90)<sup>1)</sup>에서는 0℃부터 962℃까지의 온도영역에서의 온도표준은 은, 알루미늄, 아연, 주석, 인듐의 응고점과 갈륨의 응고점 및 물의 삼중점에서 백금저항온도계의 저항값을 측정하고, 국제온도눈금에서 정해진 내삽공식에의거 측정데이터를 계산하여 사용토록 하고있다. 이때 온도표준의 정밀, 정확도는 금속 응고점 실현방법 및 시료의 순도에 따라 결정된다. 따라서 본 연구에서는 금속의 순도에 따른 응고곡선 및 응고온도의 변화를 조사하고, 각각의 시료에 대한 최적응고점실현방법에 대하여 비교하였다.

## 2. 실험방법

각각의 응고점셀은 99.99% ~ 99.9999%의 시료를 고순도 흑연 및 파이렉스유리를 crucible로 사용한 석영유리셀에 충전한 후, 은 및 알루미늄셀의 경우 나트륨 히터파이프 전기로를 사용하여 응고점 실험을 하였으며, 아연, 주석 및 인듐셀은 알루미늄가루를 매질로 사용하는 유체항온조에서 실험하였다<sup>2,3)</sup>. 각 시료의 응고점은 응고온도보다 10℃ 높은 온도로 유지되고있는 액체상태의 시료를 전기로 및 유체항온조의 온도를 응고온도보다 2℃ 낮게 setting하여 얻어졌으며, 이때 온도하강속도는 일정하게 유지하였다. 응고점 실현방법으로는 서냉응고법(normal freeze), 외부냉각응고법(outside-chilled freeze), 유도응고법(induced freeze) 및 외부냉각유도응고법(outside-chilled induced)<sup>4)</sup>이 사용되었다. 은 및 알루미늄 응고점실험에는 1100℃까지 사용가능한 고온백금저항온도계(high temperature platinum resistance thermometer, HTPRT)를 사용하였고, 그외의 응고점실험에서는 650℃까지 사용가능한 긴 막대형 표준백금저항온도계(long-stem type standard platinum resistance thermometer, SPRT)를 사용하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

시료의 순도에 따른 응고곡선결과는 순도가 높을수록 plateau의 기울기가 작으며 가장 나쁜경우 0.7 mK 이었으나, 6N인 인듐시료의 경우 0.1 mK이내의 기울기를 보였다. 고순도의 시료는 저순도의 시료보다 높은 응고온도를 보였을 뿐만아니라 응고온도와 용융온도와의 차이가 작으며, 용융곡선의 기울기도 작게 나타났다<sup>5)</sup>. 인듐 및 아연의 경우는 유도응고법이 가장 적절한 응고방법임을 알았으며, 주석은 25℃ 이상의 과냉각을 보여 외부냉각법을 사용하여야만 하였다. 은 및 알루미늄의 응고방법은 서냉응고법만 시험하여보았는데 유도응고법은 고온백금저항온도계가

급냉되면서 측정저항값이 증가하므로 시험할 수 없었다. 특히 고온백금저항온도계의 특성은 고온사용시간, cycling횟수 및 분위기온도의 변화율에 따라 안정도가 다르게 나타나서 일관성 있는 데이터를 얻는데 어려움이 많아, 앞으로 고온백금저항온도계의 안정도를 향상시킬 수 있는 열처리기법, 온도계의 구조개선등의 연구가 필요할 것으로 판단된다.

본 연구에서 얻은 각 응고점의 재현성은 은  $\pm 1.4$  mK, 알루미늄  $\pm 1.0$  mK, 아연  $\pm 0.5$  mK, 주석  $\pm 0.4$  mK, 인듐  $\pm 0.2$  mK으로서 선진국 표준기관에서 발표한 값과 대등한 수준을 보였다.

#### 4. 결론

고순도금속시료를 사용하여 국제온도눈금-1990에서 요구되는 고재현성의 응고점셀을 개발하고 순도에 따른 셀의 응고온도 및 응고방법을 실험적으로 확립하였다. 개발된 응고점셀을 사용하여 0℃에서 962℃온도영역까지 백금저항온도계를 교정할 경우 교정의 정확도는 0~257℃까지는  $\pm 1$  mK, 257~420℃까지는  $\pm 2$  mK, 420~660℃까지는  $\pm 10$  mK, 660~962℃까지는  $\pm 30$  mK으로, 앞으로 고온백금저항온도계의 안정도를 향상시키면 420~962℃온도영역의 정확도도 은 및 알루미늄응고점의 재현성보다 약간 높은  $\pm 5$  mK이내로 향상될 수 있다고 생각된다.

#### 5. 참고문헌

1. H. Preston-Thomas, Metrologia, **27**, 3-10(1990)
2. H. K. Lee, K. S. Gam and C. Rhee, Metrologia, **28**, 413-417(1991)
3. K. S. Gam, H. K. Lee and C. Rhee, JKPS, **22**, 483-486(1989)
4. J. V. McAllan and M. M. Ammar, "Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry", Vol. 4, 275-285(1972)
5. H. K. Lee and K. S. Gam, "An assessment of the quality of freezing point samples by freezing and melting experiments", the 7th Temperature Symposium, Toronto, Canada, April 27-May 1(1992)