

정적법을 이용한 중진공 국가표준기 개발

홍승수† · 임인태 · 신용현 · 정광화

한국표준과학연구원 물리표준부 진공센터, 대전 305-600
(논문접수일 : 2005년 2월 17일)

Development of a national medium vacuum standard by static expansion method

S. S. Hong†, I. T. Lim, Y. H. Shin, K. H. Chung

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

(Received February 2, 2005)

요 약

부피가 다른 세 개의 진공용기를 조합하여 정적법 (static expansion method)을 이용한 중진공영역의 국가표준기를 개발하였다. 이 장치를 이용하여 133 Pa 범위의 용량형 진공계이지 (capacitance diaphragm gauge)를 교정하여 국제표준화기구의 측정불확도 표현지침에 따라 분석하였다. 그 결과 표준압력 0.5538 Pa에서의 확장불확도 (expanded uncertainty)가 95% 신뢰수준 (confidence level), 포함인자 (coverage factor) $k=2$ 에서 2.628×10^{-3} Pa로 우수한 성능을 보였다.

주제어 : 정적법, 진공표준, 국제표준화기구, 불확도

Abstract

We developed a national medium vacuum standard by static expansion method. A 133 Pa capacitance diaphragm gauge was calibrated and analysed according to the document of "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement" of ISO. The results showed that the expanded uncertainty of 2.628×10^{-3} Pa at 95% confidence level and coverage factor of $k=2$.

Key Words : Static expansion method, Vacuum standards, ISO, Uncertainty

1. 서 론

대기압(atmosphere)을 기준으로 하여 높은 압력을 압력(pressure)이라고 하고 낮은 압력을 진공(vacuum)이라고 한다. 진공도 측정영역은 용기내의 기체분자 밀도에 따라 저진공, 중진공, 고진공, 초고진공, 그리고 극고진공 등으로 구분되며 각 영역에서 사용되는 표준기의 원리나 구조도 서로 다르

다. 본 연구에서 개발된 표준기는 정적법 원리를 이용한 중진공 표준기이며 측정범위는 약 0.5 Pa에서 1 kPa 사이이다. 이 영역은 반도체 제조공정, 플라즈마 디스플레이 패널, 박막제조 등 모든 첨단 핵심산업의 응용 분야에 가장 많이 쓰이고 있고 측정 결과의 정확도도 매우 높은 수준을 요구하고 있다. 지금까지는 이 영역의 국가표준기로 초음파간섭 수은주압력계(ultrasonic interferometer man-

ometer, UIM) [1,2]를 사용하였으나, UIM의 노후에 대비한 대체 표준기가 필요하게 되어 정적법(static expansion method, SEM)을 이용한 표준기를 개발하게 되었다. 외국 표준기관의 경우 이태리 IMGC, 인도 NPL, 영국 NPL, 독일 PTB, 그리고 일본의 NMIJ는 이미 정적법을 이용한 진공표준기를 오래 전에 개발하여 활용하고 있고 멕시코나 중국 등 표준기관들도 현재 이런 종류의 표준기를 개발하고 있다 [3-5]. 본 논문에서는 자체 개발한 정적형 중진공표준기의 불확도를 국제표준화기구(International Organization for Standardization, ISO)와 한국표준과학연구원의 측정불확도 표현지침 [6,7]에 따라 분석하였으며, 실 예로 교정된 133 Pa (1 Torr) 용량형 진공게이지 (capacitance diaphragm gauge, CDG) [8,9]의 교정불확도 평가방법을 제시하였다.

2. 정적법을 이용한 중진공 국가표준기

정적법은 온도가 일정한 상태에서 기체가 팽창하면 부피와 압력의 곱이 일정하게 유지되는 보일의 법칙을 이용한다. 정적법을 이용해 중진공 영역의 표준을 확립하기 위해서는 대기압 영역의 진공표준이 잘 확립되어 있어야 하는데 이 이유는 용기의 부피율 측정에 UIM에서 교정된 게이지들이 사용되기 때문이다. 정적법의 원리를 간단하게 설명하면 아래 식 (1)에서 P_1 은 이미 정확도를 알고 있는 기준압력계로 측정된 V_1 용기(chamber)의 압력이고 P_2 는 용기 V_2 의 압력이다. 여기서 용기 V_1 과 V_2 의 부피율 V_2/V_1 은 충분히 크도록 제작해야 한다. 용기 V_1 의 기체를 용기 V_2 에 팽창시키고 밸브를 닫으면 용기 V_2 의 압력 P_2 는 다음과 같이 구할 수 있다.

$$\begin{aligned} P_1 V_1 &= P_2 (V_1 + V_2) \\ P_2 &= P_1 V_1 / (V_1 + V_2) \end{aligned} \quad (1)$$

따라서 V_1 의 압력 P_1 과 두 용기 사이의 부피율(volume ratio) $X=V_1/(V_1+V_2)$ 을 정확하게 알 수 있거나 각각 용기의 부피를 알고 있다면 용기 V_2 의 모르는 압력 P_2 를 정확하게 계산할 수 있다 [10].

그러나 실제 표준기를 설계할 때는 용기가 단순히 두 개인 경우는 드물고 여러 개의 진공용기를 직렬이나 병렬로 연결한 다단형 진공용기를 사용한다. 이런 다단형 진공용기의 부피율을 결정하는 가장 좋은 방법은 용기의 부피를 각각 측정하여 계산하는 것이다. 이 방법은 용기의 칫수를 측정하여 계산하는 방법과 용기에 밀도를 알고 있는 액체 증류수 등을 채워 무게를 측정하는 형량법(hydrostatic weighing method) 등이 있다. 첫 번째의 경우는 구조가 복잡한 형상의 용기의 칫수를 정확하게 측정하기가 어렵기 때문에 정확한 부피 계산이 어렵고, 두 번째 방법인 형량법은 많은 사람들에게 의해서 용기의 정확한 부피측정에 이용되어 왔다. 형량법의 경우 증류수의 밀도는 온도를 정확하게 알면 쉽게 구할 수 있지만 복잡한 진공배관내의 기포(bubble), 밸브 개폐시의 오차 등으로 정확도와 재현성이 떨어지는 문제가 있다. 따라서 본 연구내용과 같은 다단형 진공용기의 경우 각 챔버들에 기체를 채우면서 압력을 정확하게 측정하여 부피율을 결정하면 사용 중에 부피가 변하여 생기는 오차를 줄일 수 있고 실험장치가 고정된 상태에서 측정이 가능하므로 최근에는 저진공이나 중진공용 표준기를 제작할 때 가장 많이 이용되는 방법 중의 하나이다. 정적법은 연속팽창법(successive expansion method)이라고도 불려지기도 하고 있으며 실험할 때 다음과 같은 사항들에 주의하여야 한다. 첫째, 부피율 측정에 지장을 줄 수 있는 불필요한 게이지, 배관, 그리고 밸브 등을 용기에 부착하지 말아야 한다. 둘째, 초기에 기체를 채우는 부피가 가장 작은 용기에는 게이지 자체의 부피가 너무 크므로 부착하지 않는 것이 좋으며 꼭 부착해야 하는 경우 부피가 작은 것을 선택한다. 본 장치에서는 부피가 매우 작은 quartz bourdon gauge(QBG)를 초기압력 측정용으로 부착하였다. 온도 센서는 용기의 외벽에 부착하는데 정확도는 최소한 0.1 °C 이상으로 온도를 측정하여 보정해야 한다. 셋째, 용기에 부착되는 모든 밸브는 누출검사(leak test)를 철저히 하여 부착 후 닫았을 때 누출로 인한 용기 사이에서 기체흐름이 생기지 않아야 한다. 또한 초기압력 측정용 QBG 가 부착된 용기를 고진공으로 배기한 후 밸브를 닫았을 때 탈기체(outgassing)나 누출에

의한 내부 압력증가가 10 Pa/hour 이하가 되어서 실험결과에 영향을 주지 않아야 한다. 넷째, 기체는 수분이 충분히 제거된 아르곤이나 질소를 사용하는 것이 좋으며 이 이유는 이들 기체들이 용기에 흡착율이 적기 때문이다. 다섯째, 용기 사이에는 많은 밸브들이 있고 용기에 기체를 점차 팽창 및 축적(accumulation) 시키면서 부피율을 측정하기 때문에 시간이 오래 걸려서 용기사이의 온도차이 및 실험 중 온도변화가 큰 오차요인이 되므로 밸브개폐 등 가능한 실험장치의 자동화가 필수적이다.

Fig. 1은 정적법을 이용한 중진공표준기의 전체 개략도이다. 장치의 구성은 한 개의 기체저장고, 각각 부피가 다른 세 개의 진공용기, 저진공 및 고진공용 배기펌프, 진공도와 부피율 측정용 이온게이지와 CDG, 초기압력 측정용 QBG, 고순도 진공밸브, 그리고 온도계 등으로 구성되어 있다. 기체저장고는 교정용 기체의 고순도를 유지하기 위하여 스테인레스 스틸로 제작하였으며 기체를 채우기 전에 고진공 펌프로 배기하고 굽기(bakeout)를 충분히 거쳐 용기에 수분이나 다른 기체가 섞이지 않도록 하였다. 세 단으로 구성된 진공용기는 항상 초고진공을 유지해야 하므로 각각 용기에 부착된 터보분자펌프로 배기하였다. 용기 (A)에는 QBG가 부착되어 초기압력 측정에 사용되었고 이온게이지는 용기 (C)의 도달진공도(ultimate pressure) 측정에 사용되었다. CDG는 각 용기의 부피율 측정에 사용되

었으며 용기 (B)와 (C)에 각각 13.3 kPa과 133 Pa 용량의 게이지가 부착되어 있다. 진공용기 사이에 있는 밸브들은 개폐에 따른 부피변화가 가장 작은 것으로 알려진 VAT회사의 공기압 제어용 금속밸브와 swagelok diaphragm 밸브를 사용하였다. 이 장치의 특성상 실험 중에 부피가 변하면 이 부피변화가 직접 불확도 요인이 되므로 진공용기 사이의 배관, 용기와 펌프의 배관, 밸브의 부착, 그리고 계측기 부착 등 모든 배관에 가능하면 신축성이 있는 주름관을 사용하지 않고 주름이 없는 진공용 스테인레스 스틸 관으로 배관하였다. 주 배기펌프로 사용된 터보 분자펌프는 배기속도가 충분히 크게 설계하여 나중에 측정영역을 저진공에서 고진공까지 확장하고자 할 때도 도달진공도가 문제가 없도록 하였다. 모든 진공용기의 도달진공도는 10^{-8} Pa 이하이었으므로 본 실험에서 도달진공도에 의한 영향은 없었다. 진공용기의 내부 표면에는 시스템의 기체 방출량을 줄이기 위하여 전해연마로 표면적을 최소화하였다. Fig. 1의 용기 (D)는 밸브 g를 열고 용기 (A)에 실험용 기체를 공급하기 위한 보조 기체저장용기로 쓰이기도 하고 P_{Y12} 를 측정할 때 밸브 d를 열고 용기 (A)의 기체를 배기하는 통로로 사용되기도 한다. 이 장치에서 용기 (A), (B) 및 (C)의 부피는 각각 73 ml, 8.4 liter, 67 liter로 추정되었다.

Fig. 1과 같이 부피가 다른 세 개의 진공용기로

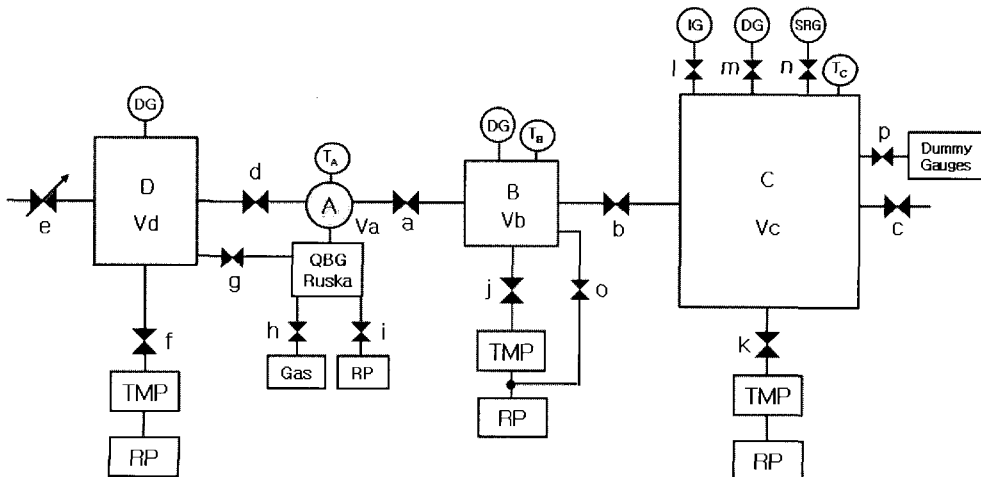


Fig. 1. 정적법을 이용한 중진공 국가표준기 개략도.

구성된 장치에서 용기 (A)와 용기 (A+B)의 부피율 X_2 와 용기 (A)와 용기 (A+B+C)의 부피율 X_1 은 각각 다른 방법으로 실험한 결과로 식 (2)와 식 (3)에 대입하여 구할 수 있으며 여기에서 $Y_1 = (P_{Y12} / P_{Y11})^{1/n}$ 로 n 은 반복 측정수이고 $Y_2 = P_{Y21} / P_{Y22}$ 에 계산된다 [5].

$$X_2 = (A+B)/A = P_{X22}/P_{X21} \quad (2)$$

$$X_1 = (A+B+C)/A = [1 - (P_{Y12}/P_{Y11})^{1/n}] \times (P_{Y21}/P_{Y22}) \quad (3)$$

여기에서 P_{X21} 은 용기 (A)에 채워진 기체압력이고 P_{X22} 는 용기 (A)의 기체를 용기 (B)에 팽창시켜 압력이 안정화 되었을 때 읽은 압력이다. X_1 계산에 필요한 값들의 측정방법은 아래와 같다. 먼저 P_{Y11} 은 기체저장용기 (D)에 채워진 기체를 밸브 d를 열고 용기 (A)에 채운 뒤 밸브 a와 b를 열어 용기 (B)와 (C)에 팽창시킨 뒤 밸브 a를 닫고 b는 열린 상태에서 읽은 용기 (B+C)의 최초의 압력이다. 압력 P_{Y11} 측정이 끝난 뒤 용기 (A)의 기체만 용기 (D)를 통해서 뽑아낸다. 용기 (A)의 기체가 충분히 배기되어 압력이 10^{-3} Pa 이하가 된 것을 확인하고 밸브 d를 닫아서 용기 (D)와 분리한다. 그 뒤 밸브 a를 열어서 용기 (B+C) 기체를 (A)에 팽창시킨다. 일정 시간이 지나서 기체압력이 안정되었다고 판단되면 밸브 a를 다시 닫고 용기 (A)의 기체를 (D)를 통해서 뽑아낸다. 이렇게 (A)의 기체를 뽑아낸 수가 식 (3)의 측정 수 n 번이 되며 P_{Y12} 는 이런 반복 과정을 거쳐서 읽은 용기 (B+C)의 마지막 압력이다. 실제 실험에서는 용기 (A)에 기체를 채우기 전에 용기 (D)에 기체를 채워 온도평형을 위해 적어도 10분 이상 기다려야 한다.

이 장치에서 교정(calibration) 용기 (C)에 만들어 지는 기체압력을 알기 위해서는 용기 (A)에 가해진 초기압력과 이 기체의 팽창방법(expansion mode, EM)을 알아야 한다. EM은 용기 (A)에 있는 기체를 (B)에 팽창시킨 뒤 밸브 a를 닫고 용기 (B)의 기체를 몇 번 반복해서 배기 했느냐에 따라 결정된다. 용기 (C)의 압력을 많이 낮추고 싶으면 배기 횟수를 늘리면 되지만 너무 여러 번 하여 압력이 너무 낮아지면 정확도가 떨어지므로 주의해야 한

다. 용기 (B)의 배기 횟수에 따라 팽창방법 EM을 아래와 같이 결정할 수 있으며 N 은 교정압력을 만들 때 용기 (B)의 기체를 펌프를 통해 배출시킨 횟수이다.

$$EM_1 = X_1, EM_2 = X_2 \times X_1, EM_3 = X_2^2 \times X_1, EM_4 = X_2^3 \times X_1, \dots$$

$$EM_N = X_2^{N-1} \times X_1 \quad (4)$$

위와 같은 절차에 따라 용기 (C)에 발생된 기준 압력 P_s 는 아래 식(5)에 의해 계산된다.

$$P_s = P_i \times EM_N \quad (5)$$

3. 실험 방법 및 결과

제작된 장치의 성능평가를 위하여 개발된 교정 방법에 따라 133 Pa 용량의 CDG를 교정하였으며 이 결과를 ISO 지침서에 따라 불확도를 평가하였다. 먼저 UIM에서 교정된 QBG와 CDG들을 교정 장치의 필요한 용기에 조심해서 부착하였다. 절대압(absolute pressure) 측정용 CDG는 P_x 단자에 과도한 힘이 가해지면 센서가 변형되어 영점 조절도 어렵고 센서에 뒤틀림이 전달되어 특성이 나빠질 염려가 있으므로 가능하면 주름관을 사용하여 배관하는 것이 좋다. 정적법을 이용한 진공장치에서는 주름관 사용이 금기시 되어 있지만 교정용기 즉 용기 (C)의 정확한 압력 측정을 위하여 불가피하게 사용하였으며 부피가 67 liter인 것을 감안하면 주름관 부피 변화는 무시할 정도로 작았다. 용기의 배기를 시작하여 압력이 10^{-5} Pa 정도가 되면 굽기(bakeout)를 시작하여 150°C 로 72시간 정도 수행한 뒤 굽기를 끝내고 상온에서 압력이 10^{-6} Pa 정도가 되면 측정에 들어간다. CDG는 측정에 앞서 온도조절기의 on/off 상태, 최소지시 눈금, 센서의 반응시간 등을 맞춘 뒤 스펙과 영점을 조절한다. 용기 (A)와 (A)+(B)의 부피율 X_2 를 측정하여 식 (2)를 이용하여 계산하며 Table 1에 측정값과 계산값을 정리하였다. 이때 용기 (A)와 (B)의 온도도 동시에 기록해야 하며, 측정의 정확도를 높이기 위하여 최소한 10회 이상 반복 측정하는 것을 원칙으로

Table 1. 용기 (A)와 (A)+(B)의 부피율 X_2 를 계산하기 위하여 측정된 데이터. 여기에서 X_2 계산에는 첫 번째 데이터만 사용하였다.

(A) (kPa)	(A+B) (kPa)	X_2	$1/X_2$
91.469519 (P_{X21})	1.945805 (P_{X22})	0.021273	47.008565
73.428656	1.561844	0.021270	47.014085
66.757324	1.420125	0.021273	47.008074
60.093990	1.278539	0.021276	47.002086
53.427990	1.136820	0.021278	46.997772
50.093657	1.065627	0.021273	47.008633
46.761990	0.995234	0.021283	46.985934
40.101323	0.853648	0.021287	46.976417
86.757990	1.847149	0.021291	46.968603
93.425323	1.989401	0.021294	46.961533
100.089990	2.131653	0.021297	46.954156

Table 2. 용기 (A)와 (A+B+C)의 Y_1 를 계산하기 위하여 측정된 데이터. 여기에서 Y_1 계산에 사용된 값은 Y_{11} 과 Y_{12} 로 표시하였다.

$P_i = 66.64 \text{ kPa}$		$Y_1=0.99756$	
n	(A+B+C)	n	(A+B+C)
0(P_{Y11})	158.18418	13	153.17801
1	157.74422	14	152.81805
2	157.33093	15	152.44475
3	156.95764	16	152.05813
4	156.55768	17	151.69150
5	156.18438	18	151.31820
6	155.77775	19	150.96490
7	155.41112	20	150.61160
8	155.03116	21	150.24497
9	154.65787	22	149.89168
10	154.27790	23	149.53171
11	153.91794	24	149.16508
12	153.54464	25(P_{Y12})	148.81178

Table 3. 용기 (A)와 (A+B+C)의 Y_2 를 계산하기 위하여 측정된 데이터. 여기에서 Y_2 계산에 사용된 값은 Y_{21} 과 Y_{22} 로 표시하였다.

(a, close) Pa	(a, open) Pa	$Y_2 = 0.999945$
155.79109 (P_{Y22})	155.77775 (P_{Y21})	0.99991
150.25164	150.24497	0.99996
149.89834	149.89168	0.99996
148.81845	148.81178	0.99996

한다. 용기 (A)와 (A+B+C)에서 Y_1 과 Y_2 를 측정하고 식 (3)을 이용하여 X_1 을 계산할 수 있으며 Table 2에 용기 (A) 기체를 배기하면서 측정된 Y_1 , Table 3에 밸브 a의 개폐에 따른 압력변화 보정을 위한 Y_2 측정값을 보였다. 계산된 X_1 과 X_2 을 알면 용기 (C)에 발생시키고자 하는 교정압력에 따라 초기압력 P_i 를 예측할 수 있다. 부피율 측정이 끝난 뒤 교정에 들어가기 전에 용기의 도달진공도를 확인해 보면 부피율 측정 때 용기 내부 표면에 흡착된 분자들 때문에 압력이 상승하게 된다. 따라서 용기의 배기를 다시 충분히 하거나 필요하면 굽기도 다시 하여 도달진공도가 최소한 10^{-7} Pa 이하가

된 것을 확인한 다음 교정대상기 CDG의 영점과 스팬을 다시 조정한다. 초기압력 발생 및 측정용으로 사용되는 Ruska 7217i 압력조절기에 고순도 질소를 채우고 가능하면 압력을 높이면서 표준압력을 발생시키면서 CDG의 압력과 용기온도를 동시에 읽는다. Table 4는 133 Pa CDG를 0.5538 Pa에서 133.3673 Pa까지 교정해서 얻은 데이터이다.

4. 교정 불확도 평가

4.1 수학적 모델

측정 결과의 불확도를 평가하기 위해서는 수학적 모델을 세워야 하는데 표준기에서 만들어진 표준압력 P_s 를 계산하기 위해서 초기압력, X_2 , Y_1 , Y_2 , 온도 등의 입력량을 이용하여 아래 식 (6)과 같이 나타낼 수 있다.

$$P_s - P_s = (P_i) \times \left(\frac{P_{X22}}{P_{X21}} \right)^N \times \left[1 - \left(\frac{P_{Y12}}{P_{Y11}} \right)^{\frac{1}{n}} \right] \times \left(\frac{P_{Y21}}{P_{Y22}} \right) \times \left(\frac{T_A}{T_C} \right) \quad (Pa) \quad (6)$$

Table 4. 133 Pa 용량의 CDG를 0.5538 Pa에서 133.3673 Pa까지 압력을 증가시키면서 교정해서 얻은 데이터.

초기압력, P_i (kPa)	표준압력, P_s (Pa)	지시압력, P_r (Pa)	압력비 (P_r / P_s)	EM값	용기 A 온도 (K)	용기 C 온도 (K)
10.667	0.5538	0.5751	1.0384	EM ₂	295.84	295.70
16.000	0.8307	0.8600	1.0353	EM ₂	295.83	295.70
25.997	1.3499	1.3912	1.0306	EM ₂	295.82	295.71
51.995	2.6998	2.7674	1.0250	EM ₂	295.83	295.73
103.323	5.3651	5.4585	1.0174	EM ₂	295.84	295.73
158.616	8.2383	8.3375	1.0120	EM ₂	295.81	295.75
11.332	27.6521	27.8542	1.0073	EM ₁	295.78	295.76
21.999	53.6737	53.7503	1.0014	EM ₁	295.76	295.74
33.334	81.3250	81.2845	0.9995	EM ₁	295.61	295.73
54.661	133.3673	133.0910	0.9979	EM ₁	295.57	295.72

- P_s : 표준기에서 발생된 표준압력(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)

각 입력량의 표준불확도를 합성한 합성표준불확

도 (u_c)는 식 (7)과 같이 나타낼 수 있다.

$$u_c = \sqrt{u_{ps}^2 + u_{rest}^2 + u_{rpt}^2} \quad (7)$$

- u_{ps} : 표준기에서 발생된 표준압력의 표준불확도
- u_{rest} : 교정대상기기의 분해능에 의한 표준불확도
- u_{rpt} : 측정값의 교정곡선이나 반복측정에 의해 계산된 표준불확도

표준압력 P_s 의 표준불확도는 식 (6)에서 P_s 를 구하는데 사용된 입력량들의 감도계수(sensitivity coefficient)와 표준불확도로부터 계산된다. 각각의 입력량들을 q_j 라 할 때 표준압력의 합성표준불확도 u_s 는 아래 식 (8)에 의해 계산된다.

$$u^2(P_s) = \sum \left(\frac{\partial P_s}{\partial q_j} \right)^2 u^2(q_j) = \sum c^2(q_j) u^2(q_j) \quad (8)$$

이때 $c(q_j)$ 는 각 입력량들의 감도계수로 압력 P_s 에 대한 입력량 q_j 를 편미분한 값이고 $u(q_j)$ 는 이 입력량들의 표준불확도이다. 포함인자(coverage factor) k 를 구하기 위해서는 합성불확도의 자유도(degree of freedom)를 추정해야 하는데 이 유효자유도를 ν_{eff} 라고 하며 아래의 Welch-Satterthwaite

공식을 이용하여 u_c 의 유효자유도 ν_{eff} 를 추정한다.

$$\nu_{eff} = \frac{\mu_c^4(y)}{\sum_{j=1}^N \frac{[c_j u(x_j)]^4}{\nu_j}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{j=1}^N \frac{u_j^4(y)}{\nu_j}} \quad (9)$$

4.2 $u(P_i)$

초기압력의 표준불확도 $u(P_i)$ 를 구하기 위해 P_i 의 감도계수를 아래 식 (10)와 같이 계산한다. 저진공 국가표준기인 UIM에서 교정된 Ruska 7215i QBG의 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$)에서 측정값 904.99 Pa에 대해 표준불확도가 3.33 Pa이었다. 이 표준불확도는 교정된 성적서에 의해 제공된 값이므로 정규분포(normal distribution)로 볼 수 있으며 통계에 따라 2로 나눈 값 1.665 Pa을 표준불확도 간주하여 식 (8)에서 보인 예에 따라 감도계수와 표준불확도를 곱해서 식 (11)과 같이 $u(P_i)$ 를 계산된다.

$$C_{P_i} = \frac{\partial P_s}{\partial P_i} = 5.1928 \times 10^{-5} \quad (10)$$

$$\begin{aligned} u(P_i) &= c_{P_i} \times u(P_{i-r}) \\ &= 5.1928 \times 10^{-5} \times 1.665 \text{ (Pa)} \\ &= 8.6460 \times 10^{-5} \text{ Pa} \end{aligned} \quad (11)$$

4.3 $u(P_{X21})$

부피율 X_2 를 계산하기 위한 용기 (A) 압력 P_{X21} 의 감도계수는 Table 5에 나타났다. UIM에서 교정된 Ruska 7215i QBG의 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$)에서 용기 (A)의 측정값 91.469 kPa의 불확도는 115.9 Pa이며 정규분포로 적용하면 57.95 Pa이 된다. 표준불확도 계산방법은 위 식 (10)과 같이 감도계수를 구한 다음 그 값에 식 (11)과 같이 각 입력량의 불확도를 곱해서 계산한다. 모든 입력량에 대한 계산방법이 위와 같으므로 본문에서는 계산절차를 생략하고 Table 5의 불확도 총괄표에 표준불확도와 감도계수 결과를 첨부하였다.

4.4 $u(P_{X22})$

부피율 X_2 를 계산하기 위한 용기 (A+B) 압력 P_{X22} 의 감도계수는 Table 5와 같다. UIM에서 교정된 13.332 kPa 용량의 CDG의 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$)으로 측정값 1.9458 kPa에서 불확도가 0.2424 Pa이며 정규분포로 적용하면 0.1212 Pa이 된다.

4.5 $u(P_{Y11})$

부피율 X_1 를 계산하기 위한 용기 (B+C) 초기 압력 P_{Y11} 의 감도계수는 Table 5와 같다. UIM에서 교정된 1.333 kPa 용량의 CDG 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$)에서 측정값 158.1841 Pa의 불확도가 0.029 Pa이며 정규분포로 적용하면 0.0145 Pa이 된다.

4.6 $u(P_{Y12})$

부피율 X_1 과 Y_1 값을 계산하기 위하여 용기 (A)를 n 회 반복하여 배기한 후 측정된 용기 (B+C)의 마지막 압력 P_{Y12} 감도계수는 Table 5와 같다. UIM에서 교정된 1.333 kPa 용량의 CDG 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$)에서 측정값 148.8117 Pa의 불확도가 0.029 Pa이며 정규분포로 적용하면 0.0145 Pa이 된다.

4.7 $u(P_{Y21})$

부피율 X_1 의 Y_2 를 계산하기 위하여 밸브 a와 b를 열고 읽은 용기 (A+B+C)의 초기 압력 P_{Y21} 감도계수는 Table 5와 같다. UIM에서 교정된 1.333 kPa 용량의 CDG의 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$)에서 측정값 155.777 Pa에서 불확도가 0.1262 Pa이며 정규분포로 적용하면 0.0631 Pa이 된다.

4.8 $u(P_{Y22})$

부피율 X_1 의 Y_2 를 계산하기 위하여 밸브 a는 닫

Table 5. 정적형 표준기를 이용하여 교정된 133 Pa 용량 CDG를 교정할 때 표준압력과 피 교정기 분해능 및 반복도에 대해 작성된 불확도 총괄표.

입력량 X_i	추정값 x_i	표준불확도 $u(x_i)$	확률 분포	감도계수 c_i		불확도 기여량 $ c(q_i) \cdot u(q_i)$ (Pa)	자유도 ν_i
				계산 식	계산 값		
P_S	0.5538 Pa	1.314×10^{-3} Pa	정규			1.314×10^{-3}	∞
P_i	10.667 kPa	1.665 Pa	정규	$c_{Pi} = \frac{\partial P_S}{\partial P_i}$	5.192×10^{-5}	8.646×10^{-5}	∞
P_{X21}	91.4695 kPa	57.95 Pa	정규	$c_{PX21} = \frac{\partial P_S}{\partial P_{X21}}$	-6.055×10^{-6}	-3.509×10^{-4}	∞
P_{X22}	1.9458 kPa	0.1212 Pa	정규	$c_{PX22} = \frac{\partial P_S}{\partial P_{X22}}$	2.846×10^{-4}	3.450×10^{-5}	∞
P_{Y11}	158.1841 Pa	0.0145 Pa	정규	$c_{PY11} = \frac{\partial P_S}{\partial P_{Y11}}$	5.726×10^{-2}	8.302×10^{-4}	∞
P_{Y12}	148.8117 Pa	0.0145 Pa	정규	$c_{PY12} = \frac{\partial P_S}{\partial P_{Y12}}$	-6.086×10^{-2}	-8.825×10^{-4}	∞
P_{Y21}	155.7777 Pa	0.0631 Pa	정규	$c_{PY21} = \frac{\partial P_S}{\partial P_{Y21}}$	3.555×10^{-3}	2.243×10^{-4}	∞
P_{Y22}	155.791 Pa	0.0631 Pa	정규	$c_{PY22} = \frac{\partial P_S}{\partial P_{Y22}}$	-3.555×10^{-3}	-2.243×10^{-4}	∞
T_A	295.84 K	0.05 K	정규	$c_{TA} = \frac{\partial P_S}{\partial T_A}$	1.872×10^{-3} (Pa/K)	9.361×10^{-5}	∞
T_C	295.7 K	0.05 K	정규	$c_{TC} = \frac{\partial P_S}{\partial T_C}$	-1.873×10^{-3} (Pa/K)	-9.366×10^{-5}	∞
P_T	0.5751 Pa	8.682×10^{-5} Pa	정규			8.682×10^{-5}	∞
P_{rest}		1.154×10^{-5} Pa	직사각형		1	1.154×10^{-5}	∞
P_{ppt}		8.605×10^{-5} Pa	정규		1	8.605×10^{-5}	3
u_c						1.314×10^{-3}	∞

고 b는 연 상태에서 읽은 용기 (A)+(B+C) 마지막 압력 P_{Y22} 감도계수는 Table 5와 같다. UIM에서 교정된 1.333 kPa 용량의 CDG 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$)으로 측정값 155.791 Pa에서 불확도가 0.1262 Pa이며 정규분포로 적용하면 0.0631 Pa이 된다.

4.9 $u(T_A)$

초기용기 (A)에 부착된 온도계는 온도그룹에서 교정되었으며 온도 T_A 의 감도계수는 Table 5와 같다. 용기 (A) 온도는 교정된 온도계로 측정되었으며 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$) 측정온도 295.84 K에서 0.1 K이므로 표준불확도는 0.05 K이

정규분포로 적용하면 0.05 K이 된다.

4.10 $u(T_C)$

마지막 용기 (C)에 부착된 온도계도 온도그룹에서 교정되었으며 온도 T_C 의 감도계수는 Table 5와 같다. 용기 (C) 온도는 교정된 온도계로 측정되었으며 확장불확도는 95% 신뢰수준 ($k=2$) 측정온도 295.7 K에서 0.1 K이므로 표준불확도는 0.05 K이며 정규분포로 적용하면 0.05 K이 된다.

위에서 계산된 각 입력량들 $P_S, P_i, P_{X21}, P_{X22}, P_{Y11}, P_{Y12}, P_{Y21}, P_{Y22}, T_A, T_C$ 의 표준불확도를 합성한 합성표준불확도 u_s 는 다음 식 (12)에 의해 계산된다.

$$\begin{aligned}
 u_s &= \sqrt{u^2(P_i) + u^2(P_{X21}) + u^2(P_{X22}) + u^2(P_{Y11}) + u^2(P_{Y12}) + u^2(P_{Y21}) + u^2(P_{Y22}) + u^2(T_A) + u^2(T_C)} \\
 &= \{(8.6460 \times 10^{-5})^2 + (-3.5093 \times 10^{-4})^2 + (3.4502 \times 10^{-5})^2 \\
 &\quad + (8.3029 \times 10^{-4})^2 + (-8.8258 \times 10^{-4})^2 + (2.2437 \times 10^{-4})^2 \\
 &\quad + (-2.2432 \times 10^{-4})^2 + (9.3615 \times 10^{-5})^2 + (-9.3660 \times 10^{-5})^2\}^{1/2} \\
 &= 1.3108 \times 10^{-3} Pa
 \end{aligned} \tag{12}$$

따라서 u_s 의 유효자유도 v_{eff} 는 다음 식 (13)에 의해 계산된다.

$$\begin{aligned}
 v_{eff} &= \frac{u_s^4}{\frac{u^4(P_i)}{v_{P_i}} + \frac{u^4(P_{X21})}{v_{PX21}} + \frac{u^4(P_{X22})}{v_{PX22}} + \frac{u^4(P_{Y11})}{v_{PY11}} + \frac{u^4(P_{Y12})}{v_{PY12}} + \frac{u^4(P_{Y21})}{v_{Y21}} + \frac{u^4(P_{Y22})}{v_{Y22}} + \frac{u^4(T_A)}{v_{TA}} + \frac{u^4(T_C)}{v_{TC}}} \\
 &= \frac{(1.3108 \times 10^{-3})^4}{\frac{(8.6460 \times 10^{-5})^4}{\infty} + \frac{(-3.5093 \times 10^{-4})^4}{\infty} + \frac{(3.4502 \times 10^{-5})^4}{\infty} + \frac{(8.3029 \times 10^{-4})^4}{\infty} \\
 &\quad + \frac{(1.3108 \times 10^{-3})^4}{\frac{(-8.8258 \times 10^{-4})^4}{\infty} + \frac{(2.2437 \times 10^{-4})^4}{\infty} + \frac{(-2.2432 \times 10^{-4})^4}{\infty} + \frac{(9.3615 \times 10^{-5})^4}{\infty} + \frac{(-9.3660 \times 10^{-5})^4}{\infty}} \\
 &= \infty
 \end{aligned} \tag{13}$$

4.11 u_{resl}

피교정기기인 133 Pa 용량 CDG의 분해능은 1×10^{-5} Pa이므로 이 값의 두 배를 표준불확도로 볼 수 있으며 직사각형 분포로 적용한다. 따라서 지시계 분해능에 의한 불확도는 다음과 같다.

$$\begin{aligned}
 u_{resl} &= \frac{1 \times 10^{-5} \times 2}{\sqrt{3}} Pa \\
 &= 1.1547 \times 10^{-5} Pa
 \end{aligned} \tag{14}$$

4.12 u_{rpt}

본 교정에 들어가기 전에 교정장치의 반복측정에 의한 불확도를 평가하였으며 표준압력에서 반복 측정의 표준편차 (s)와 측정횟수 (n)으로부터 구한다. 표준압력 0.5538 Pa에서 4회 반복측정에 표준편차는 0.0001721이었으므로 반복 측정에 의한 표준불확도는 다음 식 (15)에 의해 계산된다.

$$\begin{aligned}
 u_{rpt} &= \frac{1.721 \times 10^{-4}}{\sqrt{4}} Pa \\
 &= 8.605 \times 10^{-5} Pa
 \end{aligned} \tag{15}$$

4.13 확장불확도 계산, U

표준기의 합성불확도, 지시계 분해능에 의한 불확도, 그리고 반복도의 표준불확도를 합성한 합성 표준불확도와 합성유효자유도는 각각 식 (16)와 식 (17)에 의해 계산된다.

$$\begin{aligned}
 u_c &= \sqrt{(u_s^2 + u_{resl}^2 + u_{rpt}^2)} \\
 &= \sqrt{(1.3108 \times 10^{-3})^2 + (1.1547 \times 10^{-5})^2 + (8.605 \times 10^{-5})^2} \\
 &= 1.3137 \times 10^{-3} Pa
 \end{aligned} \tag{16}$$

표준기, 교정대상기기의 분해능과 반복도의 합성 유효자유도는 다음과 같다.

$$\begin{aligned}
 v_{eff} &= \frac{u_{c(R)}^4}{\left(\frac{u_{ps}^4}{v_{eff,ps}}\right) + \left(\frac{u_{resl}^4}{v_{eff,resl}}\right) + \left(\frac{u_{rpt}^4}{v_{eff,rpt}}\right)} \\
 &= \frac{(1.3137 \times 10^{-3})^4}{\frac{(1.3108 \times 10^{-3})^4}{\infty} + \frac{1.1547 \times 10^{-5})^4}{\infty} + \frac{(8.6050 \times 10^{-5})^4}{3}} \\
 &= 1.63 \times 10^5
 \end{aligned} \tag{17}$$

측정결과 유효자유도가 v_{eff} 가 ∞ 에 가까우므로 포함인자 k 값을 2로 적용하여 구한 확장불확도 U 는 다음과 같다.

$$\begin{aligned} U_{95} &= k \cdot u_c \\ &= 2 \times 1.314 \times 10^{-3} Pa \\ &= 2.628 \times 10^{-3} Pa \end{aligned} \quad (18)$$

따라서 정적형 표준기에서 교정된 133 Pa CDG의 표준압력 0.5538 Pa에서의 확장불확도는 95% 신뢰수준에서 2.628×10^{-3} Pa ($k=2$, 정규분포)이다. Table 5는 정적형 표준기를 이용하여 교정된 133 Pa 용량 CDG의 표준압력 0.5538 Pa에서 작성된 불확도 총괄표이다.

5. 결 론

정적법을 이용한 진공표준기는 수은주압력계나 정압법(constant expansion method)을 이용한 장치에 비해 비교적 측정범위가 넓고 불확도 요소가 작아서 많은 국가에서 진공표준기로 활용하고 있다. 지금까지 알려진 정적법 진공표준기에 관한 정보와 불확도 요소들에 대한 충분한 자료검토를 바탕으로 본 연구에서 개발된 중진공표준기의 분석결과 표준압력 0.5538 Pa에서 합성표준불확도가 1.314×10^{-3} Pa, 즉 0.24%이었다. 이 결과를 바탕으로 133 Pa 용량형 진공게이지 교정에 활용할 예정이며, 이 장치의 성능을 국제적으로 검증받기 위하여 내부 표준기나 다른 국가의 표준기와 상호비교도 수행할 계획이다.

본 연구 결과는 앞으로 측정범위를 넓혀 저진공용 1,333 Pa 용량형 진공게이지와 고진공용 1 mPa 용량의 스피닝 로터게이지(spinning rotor gauge)를 교정할 수 있는 표준기 개발에 기반기술로 활용할 계획이다. 특히 스피닝 로터게이지를 교정하기 위한 고진공표준기는 용기나 밸브 등에서 나온 탈기체가 가장 큰 불확도 요인이 되므로 이 분야에 대한 연구가 집중되어야 할 것으로 판단된다.

참 고 문 헌

- [1] 홍승수, 신용현, 정광화, 한국진공학회지 **5**, 181 (1996).
- [2] 홍승수, 신용현, 정광화, 한국진공학회지 **10**, 173 (2001).
- [3] M. Hirata, J. of Vac. Soc. Japan **32**, 174 (1989).
- [4] M. Hirata, J. of Vac. Soc. Japan **38**, 174 (1995).
- [5] Peer review information document Vacuum, NMIJ/AIST Japan, 1 (2003).
- [6] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO (1993).
- [7] 측정불확도 표현지침, 한국표준과학연구원, 1 (1998).
- [8] 배석희, 인상열, 정광화, 이영백, 신용현, 진공공학, 한국경제신문, 287 (2000).
- [9] 홍승수, 신용현, 정광화, I. Arakawa, 한국진공학회지 **12**, 151 (2003).
- [10] 홍승수, 최상철, 임인태, 신용현, 정광화, 새물리 **44**, 1 (2002).