

# 기체용적계를 이용한 분동식 압력계용 기준분동의 새로운 부피측정 방법

이용재<sup>a\*</sup> · 이우갑<sup>a</sup> · 모하메드<sup>a,b</sup> · 박연규<sup>a</sup> · 오재윤<sup>c</sup>

<sup>a</sup>한국표준과학연구원 기반표준부, 대전 305-340

<sup>b</sup>과학기술연합대학원, 대전 305-333

<sup>c</sup>전북대학교 공과대학 시스템공학부, 전주 570-752

(2013년 9월 9일 받음, 2013년 9월 13일 수정, 2013년 9월 13일 확정)

본 연구에서는 분동식 기준압력계의 기준분동(reference weight)의 부피를 측정하는 새로운 측정방법인 기체용적계(gas pycnometer) 측정방법을 제안하였다. 제안된 측정방법에 의한 측정결과로서 기준분동 1 kg, 2 kg, 5 kg에 대한 부피 측정불확도는 신뢰수준 95%에서 0.2%를 나타내었다. 기체용적계의 주요 장치는 샘플용기와 팽창용기, 정밀압력계, 정밀온도계, 진공펌프로 구성되며, 측정 원리는 일정한 용기 내에 들어 있는 일정한 양의 기체의 압력과 부피는 서로 반비례한다는 보일(boyle's law)의 법칙을 응용하였다. 본 결과는 현재까지 문헌이나 제조사로부터 기준분동 재질에 대한 밀도값을 적용하여 오던 것을 기준분동의 부피를 직접 측정하여 밀도값을 적용함으로써 압력기준기의 압력 기준값에 대한 국가측정표준의 신뢰도 향상에 기여될 것이다.

**주제어** : 분동식 압력계, 기준분동, 기체용적계, 부피, 밀도, 불확도

## I. 서 론

고체의 부피측정은 아르케메데스 원리(Archimedes' principle)를 이용한 정유체질량측정방법(Hydrostatic weighing method)을 사용하여 오고 있다. 이것은 현재 한국표준과학연구원 등 선진 측정표준연구기관에서 최고의 부피측정 정확도를 구현할 수 있는 방법으로서 저울과 표준분동 그리고 밀도표준 기준물을 이용하여 액체의 밀도를 측정 후 이 액체 가운데 분동을 잠입하고 이로 인한 부력을 측정하여 분동의 부피를 결정한다 [1]. 그러나 이 방법은 고정도의 측정은 가능하나 측정장치 및 측정절차의 복잡성으로 인한 측정시설의 고가 및 측정시간이 많이 소요되는 단점이 있다. 특히 분동식 압력계용 기준분동(reference weight)은 질량표준인 표준분동과 모양이 달라 표준분동 부피측정장치인 정유체질량측정장치에서 부피측정이 어려워 재질에 대한 문헌이나 제조사로부터 제공된 값을 사용해오고 있다 [2]. 그러나 국제표준의 상호비교가 활발해짐에 따라 압력표준의 향상과 신뢰도 제고를 위해 기준분동 부피의 직접측정이 필요하게 되었다. 이에 따라 기체

용적계를 이용한 분동식 압력계용 기준분동의 부피측정방법을 제안하게 되었다. 보일의 법칙에 근거한 기체용적계를 이용한 측정방법은 정유체질량측정방법보다 측정정확도는 떨어지나 측정장치와 측정절차가 간단하여 측정이 간편하고 측정소요시간이 짧아 측정생산성이 매우 높은 장점이 있어 앞으로 부피측정에 많은 활용이 기대된다. 본 논문은 제안된 측정방법에 따라 샘플로서 분동식 압력계용 분동의 부피를 측정하고 그 결과를 평가한다.

## II. 측정원리와 장치

기체용적계(gas pycnometer)를 이용한 분동식 압력계 기준분동의 부피측정 원리는 일정한 용기안에 들어 있는 일정한 양의 기체의 압력과 부피는 서로 반비례한다는 보일(boyle's law)의 법칙에 기초한다 [3].

샘플의 부피측정은 Fig. 1과 같이 3단계의 순서로서 샘플용기(vacant chamber)측정, 기준물(reference)측정, 그리고 샘플(sample)측정 단계로서 수행된다. 1단계, 2단계

\* [전자우편] yjlee@kriss.re.kr

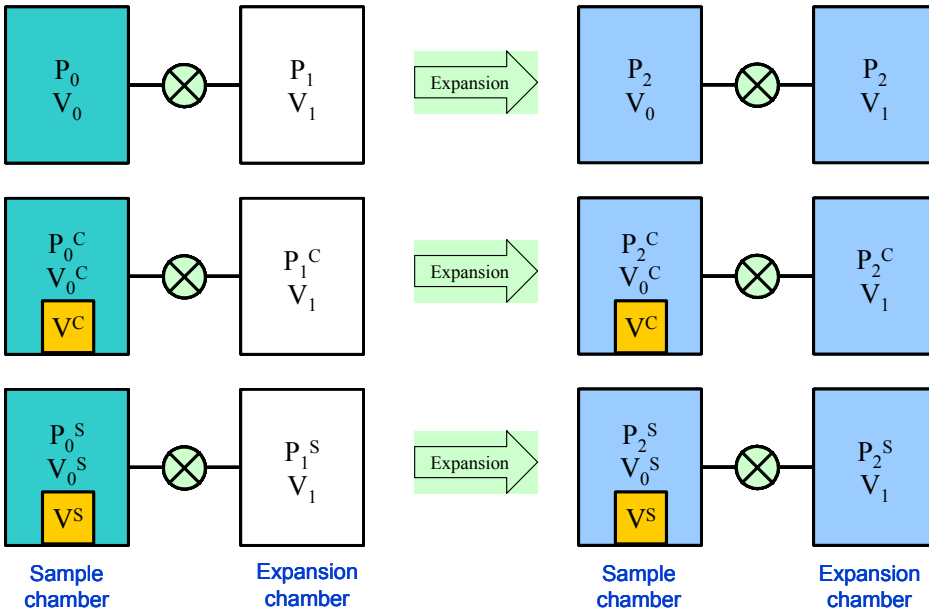


Figure 1. Schematic diagram of measurement principle (1st step: Top, 2nd step: Middle, 3rd step: Bottom).

의 빈용기측정과 기준물측정은 샘플용기(sample chamber)와 팽창용기(expansion chamber)의 부피를 결정하기 위한 것이고, 3단계의 샘플측정은 결정된 용기들의 부피를 이용하여 측정할 샘플의 부피를 측정하는 단계이다.

Fig. 1은 각 측정단계들의 작동상태에 대하여 크게 화살표를 중심으로 왼편과 오른편그림으로 나누어 설명하면 좌측은 샘플용기와 팽창용기 사이 닫혀진 밸브에서 작동기체 (medium gas)의 차압을 보여주고 우측은 열려진 밸브에서 작동기체의 평형압력을 보여준다.

보일의 법칙에 의하여 각 단계들은 식 (1), 식 (2), 식 (3)과 같이 나타낼 수 있다. 식 (1)은 샘플용기측정(1단계)로서 먼저 밸브를 닫고 빈 샘플용기에 작동기체를 1기압 정도 채우고 진공 상태인 팽창용기의 상태를 식 (1)의 좌변에 나타냈고 식 (1)의 우변은 닫혀진 밸브를 열어 평형된 압력상태를 나타낸다. 위와 같은 방법으로 식 (2)와 식 (3)도 빈 샘플용기에 각각 기준물과 샘플을 넣어 작동한 상태로써 평형식을 나타낸 것이다.

$$p_0 v_0 + p_1 v_1 = p_2 v_0 + p_2 v_1 \quad (1)$$

$$p_0^c v_0^c + p_1^c v_1 = p_2^c v_0^c + p_2^c v_1 \quad (2)$$

$$p_0^s v_0^s + p_1^s v_1 = p_2^s v_0^s + p_2^s v_1 \quad (3)$$

여기서

$p_0, p_1, p_2$ : 1단계 샘플용기측정의 샘플용기 초기압력, 팽

창용기 초기압력, 평형압력

$p_0^c, p_1^c, p_2^c$ : 2단계 기준물측정의 샘플용기 초기압력, 팽창용기 초기압력, 평형압력

$p_0^s, p_1^s, p_2^s$ : 3단계 샘플측정의 샘플용기 초기압력, 팽창용기 초기압력, 평형압력

$v_0, v_1$ : 샘플용기 부피, 팽창용기 부피, 기준물부피, 샘플 부피

Fig. 1의 2단계 측정과 3단계 측정에서

$v^c, v^s$ : 기준물부피, 샘플부피, 따라서  $v_0^c = v_0 - v^c, v_0^s = v_0 - v^s$  이다.

식 (4), 식 (5), 식 (6)은 각각 식 (1), 식 (2), 식 (3)을 정리한 식이다.

$$v_0 = \frac{p_2 - p_1}{p_0 - p_2} v_1 = k v_1, \quad k = \frac{p_2 - p_1}{p_0 - p_2} \quad (4)$$

$$v_0^c = \frac{p_2^c - p_1^c}{p_0^c - p_2^c} v_1 = k^c v_1, \quad k^c = \frac{p_2^c - p_1^c}{p_0^c - p_2^c} \quad (5)$$

$$v_0^s = \frac{p_2^s - p_1^s}{p_0^s - p_2^s} v_1 = k^s v_1, \quad k^s = \frac{p_2^s - p_1^s}{p_0^s - p_2^s} \quad (6)$$

따라서 구하고자 하는 샘플의 부피는 식 (7)과 같이 나타낸다.

$$v^s = \frac{k - k^s}{k - k^c} v^c \quad (7)$$

분동식 압력계용 기준분동의 부피측정을 위한 기체용적계의 주요 구성은 Fig. 2와 같이 샘플용기와 팽창용기, 정밀압력계, 정밀온도계, 진공펌프로 이루어진다.

샘플용기는 1 kg, 2 kg, 5 kg의 분동식 압력계용 기준분동과 기준물의 출입이 용이하도록 제작하였다. 샘플용기의 구조는 하부받침과 상부덮개로 구성되고, 하부받침대는 온도센서가 장착되어지도록 하부받침대 중앙부에 슬롯(slot)으로 온도센서를 넣을 수 있는 튜브를 삽입하고 샘플용기 외경부에서 튜브를 용접하여 용기와 외부와의 기밀을 유지하도록 하였다.

팽창용기는 7개의 팽창용기로서 팽창부피를 최소 300 cm<sup>3</sup> 최대 1,000 cm<sup>3</sup>까지 확장할 수 있도록 구성하였으며 본 연구에서는 샘플부피에 상당하는 최대부피를 사용하였다 [4]. 팽창용기들 사이는 외부 지름이 6.35 mm인 스테인레스강(stainless steel) 재질의 튜브(tube)와 밸브(valve)로 연결되어 있다. 밸브는 다이어프램(diaphragm) 형태로서 용기들의 한계 영역을 결정하는데 사용된다. 다이어프램 밸브는 공압에 의하여 자동으로 개폐되고 밸브의 작동

전후의 부피변화가 거의 없어 밸브동작시 발생하는 부피오차를 줄일 수 있다.

정밀압력계는 샘플용기와 팽창용기에 측정포트를 설치하여 각각의 압력을 측정하였다. 정밀압력계(Paroscientific, Inc.)는 트랜스듀서(transducer, series 2000)와 표시장치(display, Model 735)로 구성된 것으로서 측정범위는 0~1,189 mmHg, 정밀도 80 ppm의 성능의 것을 장착하였다. 정밀온도계는 백금센서(Minco, SPRT)와 표시장치(Automatic Systems Laboratories, Precision Thermometry Bridge, Model F300)로 구성하여 정확도는 2 mK 성능의 것을 설치하였다.

진공펌프(Varian, Model DS102)는 rotary vane pump로서 시편용기와 팽창용기의 압력을 2 Pa 까지 강하할 수 있는 것을 사용하였다. 마지막으로 샘플용기에 입력될 작동기체의 압력을 조절할 수 있는 needle valve를 장착하여 대기압 근처에서 압력으로 조절될 수 있도록 하였다.

### III. 측정방법 및 결과

기준물측정 단계에서 사용될 기준물(references)은 Fig. 3



Figure 2. Gas pycnometer system (left: a photograph of the whole unit, right: Detailed view of the sample chamber).



Figure 3. References (left) and samples (right).

에 나타낸 바와 같이 1 kg, 2 kg, 5 kg으로서 기체용적계 측정방법에서 측정할 샘플(samples)인 분동식 압력계 기준분동과 같은 형상으로 설계 제작하였다. 특히 측정할 샘플의 부피는 기체용적계 측정방법의 측정결과와 비교할 목적으로 정유체질량측정(hydrostatic weighing) 방법을 이용하여 측정하였으며, Table 1은 기준물로서 C 1 kg, C 2 kg, C 5 kg의 부피측정결과, Table 2는 측정할 샘플로서 S 1 kg, S 2 kg, S 5 kg의 부피측정결과를 각각 나타냈다.

본 논문에서 제안된 기체용적계 측정방법의 2단계 기준물측정은 1 kg, 2 kg, 5 kg의 부피를 병합하여 사용하였다. 이것은 기준물의 부피와 샘플의 부피를 동등하게 하여 부피측정 정밀도를 제고하고자 한 것이다. 이와 같이 3단계 샘플측정도 샘플을 기준물과 혼합하여 기준물의 부피와 같은 샘플의 부피를 갖도록 하였다. 즉, 샘플 1 kg의 부피측정은 샘플 1 kg과 기준물 2 kg과 5 kg을 혼합하고, 시편 2 kg은 기준물 1 kg과 5 kg을 혼합하며, 시편 5 kg은 기준물 1 kg과 2 kg을 혼합하여 측정함을 말한다. 따라서 샘플의 측정부피는 혼합하여 측정된 부피에서 사용된 기준물의 부피를 감하여 구하였다.

측정절차는 측정원리에 따라 샘플용기측정, 기준물측정, 샘플측정의 순서로 수행하였다. 먼저 첫 단계인 샘플용기의 측정은 샘플용기와 팽창용기의 플라싱(flushing)으로부터 시작한다. 본 측정에서 사용된 작동기체(medium gas)는 불활성가스인 헬륨(He)으로서 헬륨은 용기의 재질인 스테

인리스강과 흡착이 특성이 거의 없다. 용기 내의 플라싱은 측정 전후에 대기압 상태의 실험실 공기를 제거하고 헬륨으로 용기를 채우고 비우는 작업을 반복시행한다. 용기 내의 공기는 진공펌프를 사용하여 배출되게 하며, 측정시작시 용기 내의 표면에 잔류되어 있는 이물질들을 충분히 제거하기 위해 진공펌프를 약 1시간 정도 가동시킨다. 진공펌프 가동중 용기들 사이의 밸브들을 2~3회정도 작동시켜 밸브내에 잔류되어 있는 공기와 이물질들을 최대한 제거한다. 이후 헬륨을 용기 내에 대기압 수준으로 채우고 다시 진공펌프로 배출시키는 작업을 3회 정도 반복 수행한다. 이때에도 용기 내의 밸브들을 작동시켜 플라싱을 완료한다.

플라싱후에 1단계인 샘플용기의 측정을 하며, 빈 샘플용기에 헬륨을 압력조절장치를 통하여 대기압 수준으로 서서히 채워 넣는다. 샘플용기 내의 온도가 평형이 될 때까지 기다린 후 압력과 온도를 측정하고 또한 진공상태인 팽창용기의 온도와 압력을 측정하고 밸브를 열어 진공상태인 팽창용기에 샘플용기 내의 기체를 평형 이동시킨다. 기체가 진공상태인 용기로 이동될 때 단열팽창으로 인하여 온도가 하강하게 됨으로 온도평형이 될 때까지 기다린 후 평형된 온도와 압력을 측정한다.

1단계의 빈 샘플용기측정 후에 2단계인 기준물측정을 수행한다. 기준물은 Table 1의 (C 1 kg + C 2 kg + C 5 kg)을 병합하여 사용하였다. 기준물측정은 샘플용기 내에 기준물을 넣고 1단계인 샘플용기측정과 같이 측정한다. 2단계의 기준물측정후에 3단계인 샘플측정을 수행한다. 샘플측정은 샘플용기에서 기준물을 꺼내고 측정할 샘플을 샘플용기 내에 넣고 1단계와 같이 측정한다. 샘플은 Table 1, 2의 기준물과 샘플을(S 1 kg + C 2 kg + C 5 kg), (C 1 kg + S 2 kg + C 5 kg), (C 1 kg + C 2 kg + S 5 kg)와 같은 조합으로서 각각 혼합하여 측정한다.

측정결과는 Table 3에 나타내었다. 샘플의 부피측정에 대한 오차(error)는 샘플의 기체용적계에서 측정된 부피측

Table 1. Reference volume by a hydrostatic weighing.

| Reference | Hydrostatic weighing/cm <sup>3</sup> | Uncertainty cm <sup>3</sup> | Relative uncertainty/% |
|-----------|--------------------------------------|-----------------------------|------------------------|
| C 1 kg    | 126,478                              | 0,008                       | 0,006                  |
| C 2 kg    | 252,772                              | 0,012                       | 0,005                  |
| C 5 kg    | 632,622                              | 0,017                       | 0,003                  |

Table 2. Sample volume by a hydrostatic weighing.

| Sample | Hydrostatic weighing/cm <sup>3</sup> | Uncertainty cm <sup>3</sup> | Relative uncertainty/% |
|--------|--------------------------------------|-----------------------------|------------------------|
| S 1 kg | 126,714                              | 0,009                       | 0,007                  |
| S 2 kg | 252,759                              | 0,010                       | 0,004                  |
| S 5 kg | 632,155                              | 0,014                       | 0,002                  |

Table 3. Sample volume by a gas pycnometer.

| Sample | Error cm <sup>3</sup> | Uncertainty cm <sup>3</sup> | Relative uncertainty/% |
|--------|-----------------------|-----------------------------|------------------------|
| S 1 kg | -0.09                 | 0.25                        | 0.200                  |
| S 2 kg | -0.18                 | 0.52                        | 0.205                  |
| S 5 kg | -0.54                 | 1.35                        | 0.213                  |

**Table 4. Uncertainty budget for 5 kg sample by a gas pycnometer.**

| Influence quantity | Symbol   | Uncertainty/cm <sup>3</sup> |
|--------------------|----------|-----------------------------|
| 기준물 부피             | $v^c$    | 0.0391                      |
| 1단계 샘플용기 초기 압력     | $p_0$    | 0.0076                      |
| 1단계 팽창용기 초기 압력     | $p_1$    | 0.0066                      |
| 1단계 팽창후 평형 압력      | $p_2$    | 0.0129                      |
| 1단계 샘플용기 초기 온도     | $t_0$    | 0.0115                      |
| 1단계 팽창용기 초기 온도     | $t_1$    | 0.0019                      |
| 1단계 팽창후 평형 온도      | $t_2$    | 0.0163                      |
| 2단계 샘플용기 초기 압력     | $p_0^c$  | 0.1256                      |
| 2단계 팽창용기 초기 압력     | $p_1^c$  | 0.1338                      |
| 2단계 팽창후 평형 압력      | $p_2^c$  | 0.2371                      |
| 2단계 샘플용기 초기 온도     | $t_0^c$  | 0.1904                      |
| 2단계 팽창용기 초기 온도     | $t_1^c$  | 0.0019                      |
| 2단계 팽창후 평형 온도      | $t_2^c$  | 0.2691                      |
| 3단계 샘플용기 초기 압력     | $p_0^s$  | 0.1258                      |
| 3단계 팽창용기 초기 압력     | $p_1^s$  | 0.1340                      |
| 3단계 팽창후 평형 압력      | $p_2^s$  | 0.2373                      |
| 3단계 샘플용기 초기 온도     | $t_0^s$  | 0.1910                      |
| 3단계 팽창용기 초기 온도     | $t_1^c$  | 0.0019                      |
| 3단계 팽창후 평형온도       | $t_2^c$  | 0.2701                      |
| 측정반복도              | $m_r$    | 0.2279                      |
| 합성표준불확도            | $u_c$    | 0.6725                      |
| 확장불확도              | $U_{95}$ | 1.3450                      |

정값에서 Table 2의 값을 감한 값으로서 샘플 1 kg, 2 kg, 5 kg에 대하여 각각  $-0.09 \text{ cm}^3$ ,  $-0.18 \text{ cm}^3$ ,  $-0.54 \text{ cm}^3$  측정불확도는  $0.25 \text{ cm}^3$ ,  $0.52 \text{ cm}^3$ ,  $1.35 \text{ cm}^3$  로서 평가되었다. 이들의 상대불확도는 0.213% 이내로서 기준압력계의 측정소급성에 대한 신뢰성 확보에 충분한 것으로 분석되었다. Table 4는 샘플 5 kg에 대한 불확도 요인별 표준불확도를 평가한 것이다. 주요 불확도로서 1, 2, 3 측정 단계의 팽창후 압력과 온도로 나타났다. 이것은 측정시스템의 온도안정화 장치의 미비에서 기인함을 알 수 있었다.

Table 4의 합성표준불확도는 식 (8)의 불확도 계산식으

로서 각 불확도 요인별 표준불확도에 대한 제곱합에 대한 제곱근(square root of sum of squares)으로서 평가되었다.

$$u_c = \{u^2(v^c) + u^2(p_0) + u^2(p_1) + u^2(p_2) + u^2(t_0) + u^2(t_1) + u^2(t_2) + u^2(p_0^c) + u^2(p_1^c) + u^2(p_2^c) + u^2(t_0^c) + u^2(t_1^c) + u^2(t_2^c) + u^2(p_0^s) + u^2(p_1^s) + u^2(p_2^s) + u^2(t_0^s) + u^2(t_1^s) + u^2(t_2^s) + u(m_r)\}^{1/2} \quad (8)$$

확장불확도(expanded uncertainty,  $U$ )는 식 (8)의 합성표준불확도(combined standard uncertainty,  $u_c$ )와 포함인자(coverage factor,  $k$ )의 곱으로서 식 (9)와 같이 계산되었다. 여기서  $k=2$ 로서 신뢰수준(confidence level)은 약 95%이다 [5].

$$U = k \times u_c = 2 \times 0.6725 = 1.345 \text{ cm}^3 \quad (9)$$

#### IV. 결 론

분동식 기준압력계의 기준분동의 부피를 측정하는 새로운 방법인 기체용적계 측정방법을 제안하였다. 이 방법은 전통적으로 사용되어온 hydrostatic weighing의 부피측정 방법에 비하여 측정불확도 약 0.2%로서 높은 것으로 나타났다. 하지만 분동식 기준압력계의 측정소급성의 신뢰도 확보와 더불어 측정의 편의성과 효율성을 제공한 것으로 나타났다. 앞으로 주요 측정불확도 요인인 2단계 및 3단계 측정의 팽창 압력과 팽창 온도의 안정화 연구를 수행하여 분동식 기준압력계의 기준분동에 대한 부피측정 소급성을 제고할 예정이다.

#### References

- [1] K. H. Chang and Y. J. Lee, Metrologia **41**, S95, (2004).
- [2] S. Y. Woo, Y. J. Lee, and I. M. Choi, J. Korean Vac. Soc. **157**, (2003).
- [3] Bengt-Olov Marinder, Meas. Sci. Technol. **7**, 1569,

- (1996).
- [4] S. Tamari and A. Aguilar-Chávez, *Meas. Sci. Technol.* **15**, 1146, (2004).
- [5] BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAP, and OIML, *GUIDE 98-3 Uncertainty of Measurement*, (ISO, Geneva, 2008), p. 23.

## **New Method of Volume Measurement for Reference Weights of a Pressure Balance Using a Gas Pycnometer**

Yong Jae Lee<sup>a\*</sup>, Woo Gab Lee<sup>a</sup>, Mohammed Abdurahman Mohammed<sup>a,b</sup>,  
Yon-Kyu Park<sup>a</sup>, and Chae Yoon Oh<sup>c</sup>

<sup>a</sup>*Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-340*

<sup>b</sup>*University of Science and Technology, Daejeon 305-333*

<sup>c</sup>*Chonbuk National University, Jeonju 570-752*

(Received September 9, 2013, Revised September 13, 2013, Accepted September 13, 2013)

New method of volume measurement for reference weights of a pressure balance using a gas pycnometer is proposed. The result of volume measurement of proposed method shows the uncertainties of approximately 0.2% at the level of confidence of 95% for reference weights in the ranges of 1 kg, 2 kg, and 5 kg. This measuring system consists of a sample chamber, an expansion chamber, a precision pressure gage, a precision thermometer, a vacuum pump, and helium as a medium gas. The measurement principle of this proposed method is based on Boyle's law. This method will contribute a reliability of the volume measurements of reference weights for a pressure balance to the national measurement standard.

Keywords : Pressure balance, Reference weight, Gas pycnometer, Volume, Density, Uncertainty

\* [E-mail] yjlee@kriss.re.kr