

고정밀 백금저항온도계를 이용한 교정기관의 온도교정능력 수행평가

감기술 · 이영희 · 양인석[†]

Performance Assessment on Temperature Calibration Capability of the Calibration Laboratories Using High-Precision Platinum Resistance Thermometers

Kee Sool Gam, Young Hee Lee, and Inseok Yang[†]

Abstract

Calibration capabilities for thermometer calibration by comparison method were assessed using high-precision industrial platinum resistance thermometers (IPRT). It was found in the performance assessment that out of 31 laboratories who participated, 28 laboratories resulted magnitude of E_n number less than 1 at every calibration points they submitted results in the range from 50 to 500 °C.

The results of about 75% of the laboratories showed the difference from the assigned values less than 1/10 of the tolerance level of the class B IPRT. This indicates that the participating calibration laboratories performed with satisfactory level that was enough to calibrate IPRTs to significant precision. The sensors used in this work were manufactured and chosen by the criteria of long-term instability less than 4 mK and hysteresis less than 8 mK in the temperature range used in this work. Furthermore, the change in the resistance of the sensors in the calibration temperature range were less than the uncertainty of the calibration, 25 mK ($k=2$).

Keywords : Calibration by comparison, Industrial platinum resistance thermometer, Performance assessment, Temperature calibration, Uncertainty

1. 서론

국제온도눈금에 소급하는 온도 측정을 위하여 한국표준과학연구원에서는 각 국가교정기관에서 기준온도계로 사용하는 표준백금저항온도계(standard platinum resistance thermometer, SPRT)를 온도 고정점에서 교정하고 온도 측정의 소급성을 제공해주는 역할을 하고 있다. 각 국가교정기관은 이렇게 교정된 SPRT를 기준온도계로 하여 보유하고 있는 기준급 백금저항온도계 혹은 산업용 온도계를 비교교정함으로써 소급성 사슬이 연결된다. 각 국가교정기관은 사용 장비, 측정 절차와 기술을 바탕으로 하여 교정대상온도

계를 교정할 수 있는 교정 및 측정 능력(calibration and measurement capability, CMC)을 산출하여 등록하도록 되어 있다[1]. 그리고 등록된 CMC를 만족시킬 수 있는 능력을 보유하고 있음을 정기적으로 숙련도 시험을 통하여 증명하도록 정해져 있다[2-6].

본 논문에서는 2012년 10월에서 2013년 1월에 걸쳐서 국내의 온도분야 국가교정기관 중 31개 기관이 참여하여 산업용 백금저항 온도계(industrial platinum resistance thermometer, IPRT)를 교정하는 능력을 평가한 숙련도 시험의 결과를 분석하여 정리하였다. 한국표준과학연구원이 기준시험기관으로서 숙련도 시험 아이টে인 IPRT를 제작, 분배하고 설정값을 제공하였으며, 결과 수집과 분석을 수행하였다. IPRT는 산업용 온도 측정에서 가장 정밀한 측정에 사용되는 온도 센서로서 SPRT에 비하여 정확도는 떨어지지만, 물리적으로 강하고 사용하기가 편리한 장점이 있다. 따라서 -50~500°C 범위에서 산업체와 연구기관에서 이차 기준 온도계로서나 정밀온도 측정을 위해서 많이 이용되고 있다. 따라서 본 숙련도 시험에서도 대상 온도 범위를 -50~500°C로 설정하였다. 이는, 2003~2004년에 이루어진 IPRT를 이용한 숙련도 시험의 온도 영역이 -50~250°C 였던 것[5]에 비하여 대폭 넓어진 것이며, 그동안 국가교정기관들의 전반적인 측정 능력이 향상되고, 측정 범위가 넓

한국표준과학연구원 기반표준본부 온도센터(Center for Thermometry, Div. of Physical Metrology, Korea Research Institute of Standards and Science)

267, Gajeong-ro, Yuseong-gu, Daejeon 305-340, Korea

[†]Corresponding author : iyang@kriss.re.kr

(Received : Aug. 13, 2013, Accepted : Sep. 10, 2013)

This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License(<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

어진 것을 반영한 것이다.

2. 고정밀 IPRT 제작 및 숙련도 시험절차

IPRT 제작에 사용되는 백금저항온도 센서는 세라믹형, 유리봉입형, 박막형 및 후막형으로 나눌 수 있으며, 센서의 형태에 따라 장단점을 가지고 있다. 숙련도 시험에서 사용할 순회용 기준기에 적합한 모델을 선정하기 위하여 사용온도영역 및 안정도 등 센서의 특성을 고려하여 2종의 세라믹형 백금저항온도 센서를 선정하였다. 산업용 백금저항온도센서의 고정불확도 인자는 고온에서의 안정도 특성, 히스테리시스, 기계적 충격 및 진동에 대한 내구성 등이 있으며, 이 특성을 감안하여 센서를 선정하였다. 본 숙련도 시험에 사용한 IPRT센서는 0℃에서의 명칭저항이 100 Ω이며, 500℃에서 3000시간 사용했을 때 0.05℃ 이내의 안정도와 5 mK의 히스테리시스 특성을 가진 것으로 알려져 있다. 이 센서를 사용하여 Fig. 1과 같은 고정밀 백금저항온도계 10대를 제작하였다. 제작된 온도계의 사양은 사용최고온도 500℃, 직경 6.4 mm, 길이 450 mm이다. 보호관은 seamless stainless steel (316 SS) 로 제작하였으며, 충전 물질로는 고순도 Al₂O₃ 분말을 사용하였다. IPRT 센서와 프로브 손잡이까지 4선 연결선은 선경 0.3 mm인 니켈 선을 사용하였다. 저항 측정기와 연결되는 플러그는 접촉저항을 줄이기 위해서 도금된 것을 사용하였다.

IPRT의 조립 후 장기 안정도, 히스테리시스를 평가하여 숙련도 시험에 적합한 온도계를 선정하는 작업을 하였다. 제작된 IPRT의 장기안정도를 확인하기 위하여 10대의 IPRT를 500℃로 온도가 제어되고 있는 수직형 열처리 전기로에 장착하였다. 열처리는 10시간 간격으로 10회 실시한 후 장기안정도 확인을 위하여 50 시간 간격으로 4회 더 실시하였다. 열처리 전후의 IPRT의 저항값을 빙점조에서 측정하였으며, 저항측정에는 Hart Scientific사의 저항측정기 Super thermometer 1575 및 switching unit을 사용하였다.

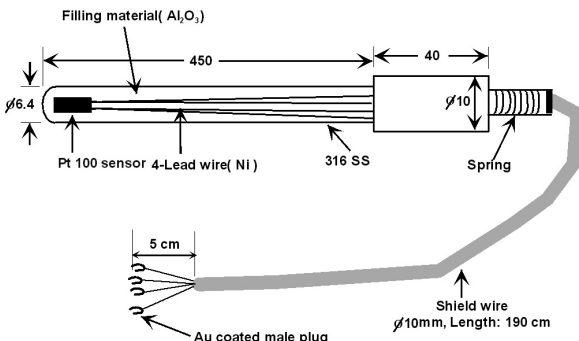


Fig. 1. High-precision IPRT for proficiency testing of the temperature calibration laboratories.

Fig. 2는 10대의 IPRT를 500℃에서 열처리하는 도중에 누적 열처리 시간에 대한 빙점에서의 저항 변화를 나타내고 있다. 이 결과에서 온도계 SW 1~SW 5는 안정한 특성을 보이고 있으며, 온도계 SW 6~SW 10은 열처리가 진행됨에 따라 지속적으로 온도가 증가하는 경향을 보였다. 열처리에 따른 IPRT의 안정도 특성 측정데이터에서 4대의 온도계가 4.0 mK 이내로 안정한 것으로 나타났다. 그 중 안정도가 상대적으로 더 우수한 3대의 온도계를 숙련도 시험에 사용하기로 결정하였으며, 이들 온도계의 히스테리시스를 측정 한 값은 8 mK 이내로 나타났다[7].

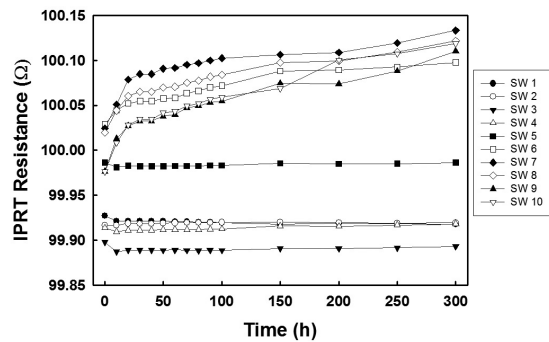


Fig. 2. Result of the stability test for high-precision IPRT. The resistance of the IPRTs at the ice point is shown as a function of accumulated heat-treatment time at 500℃.

최종적으로 선정된 온도계는 3개 모두 α값이 IEC 60751[8]에서 정한 값인 0.003 850를 기준으로 0.000 007이내로 나타났다. 센서의 α값은 센서의 상대 감도를 나타내는 척도이며 0℃에서의 저항값 R(0)와 100℃에서의 저항값 R(100)를 이용하여 다음과 같이 정의된다.

$$\alpha = \frac{R(100) - R(0)}{100R(0)} \quad (1)$$

시험에 참가한 교정기관 31개소를 A, B, C의 3조로 나누어 선정된 3개의 IPRT를 각 1조당 1개씩 순회하여 교정하도록 하였다. 기준시험기관에서는 선정된 시료를 빙점과 -50, -30, 100, 200, 300, 400, 500℃에서 비교교정하여 기준 측정값을 산정하였다. 기준시험기관의 교정은 숙련도 시험 직전, 도중(각 조당 4개의 교정기관이 교정을 마쳤을 때), 그리고 시험이 끝난 직후에 한번씩 총 3번 동안 이루어졌다. 교정은 명칭교정온도에 최대한 가까운 온도에서 이루어졌으나 정확히 일치할 수는 없으므로, 실제 교정온도에서의 저항값을 각 명칭교정온도 부근에서의 단위 온도당 저항변화 dR/dt 값을 이용하여 보정하였다. 각 교정온도에서 dR/dt 값은 센서의 저항-온도의 관계 R(t)를 교정 결과와 Callendar-van Dusen 식을 이용하여 구한 후[9] 이를 미분하여 산출하였다. 이렇게 총 3번 측정한

각 명칭교정온도에서의 저항값을 평균하여 각 온도에서의 저항의 기준값으로 정하였으며, 이 값이 숙련도 시험에서 정의하는 기준시험기관이 설정한 숙련도 시험 아이템의 “설정값”이 된다 [4].

각 교정기관에서는 시료를 수령한 후 $R(0)$ 를 기준시험기관에 보고하도록 하여 기준시험기관의 측정값과 10 mK 이내에 일치하는지 여부를 확인하였다. 일치하지 않을 경우 500℃에서 2시간 동안 열처리한 후 다시 빙점을 측정하여 10 mK 이내로 측정값이 안정될 때 까지 열처리를 반복하였다. 그 후 낮은 온도에서 높은 온도의 순서로 각 교정기관이 보유하고 있는 기준 온도계와 저항 측정장치, 항온 장치 등을 이용하여 IPRT를 비교교정하도록 하였다. 교정기관은 자신들이 등록되어 있는 인정 범위에 맞추어 기준시험기관에서 제시한 교정점 중 전부 혹은 일부의 교정점에서 교정을 실시하였다. (1)교정 전과 (2)영하의 온도 측정에서 영상의 온도 측정으로 바뀌는 점, 그리고 (3)교정 후에 $R(0)$ 를 측정하여 숙련도 시험 아이템의 단기 안정도를 평가하도록 하였다. 모든 저항측정에는 측정 전류 1 mA를 사용하였다.

3. 숙련도 시험 아이템의 빙점 측정값

Fig. 3은 숙련도 시험의 기준시험기관과 각 참가기관이 제출한 숙련도 시험 아이템의 빙점에서의 측정값을 측정시간 순서로 나타낸 것이다. 그림에서 동그라미 기호는 기준시험기관에서 측정한 것을 나타내며 삼각형 기호는 참가기관에서 측정한 것을 측정 순서대로 나타낸 것이다. 기호끼리 실선으로 연결된 부분은 동일한 참가자가 IPRT의 교정 도중에 빙점을 여러 번 측정한 것을 나타낸 것이다. 그림의 수평 점선은 기준시험기관에서 각 시료를 여러 번 측정한 것의 평균값을 나타낸 것이며, 그림의 아래에서부터 저항이 증가하는 순서로 차례로 A조, B조, C조에서 측정한 것을 측정 순서대로 나타내었다.

Fig. 3에서 볼 수 있듯이 KRISS에서 각 IPRT를 숙련도 시험 직전, 도중, 직후에 교정할 때 빙점을 두 번씩, 총 6번씩 측정한 결과의 산포가 세 IPRT모두 그 평균값으로부터 최고 2.1 mΩ (온도로 환산하면 5.4 mK)을 벗어나지 않았다. 숙련도 시험 도중까지를 포함해서 전후에 측정한 것을 모두 고려한 산포가 매우 작으므로 그림의 삼각형 기호에서 볼 수 있는 바와 같은 참가 기관에서 측정한 빙점 저항값의 산포는 시료의 실제적인 저항변화라기 보다는 각 기관의 빙점의 준비, 빙점 온도 측정, 저항 측정 등에 따른 오차인 것으로 보인다. 다만, 그림에서 동일한 교정 기관에서 측정한 값을 연결했을 때, 13개의 참여기관에서 뚜렷하게 “V”-자 형태의 그래프를 그리는 것을 볼 수 있는데, 이것은 영하의 온도를 측정할 직후에 IPRT의 빙점 저항이 일시적으로 감소한 것으로 측정되었다는 것을 의미한다. 따라서 시료 내부에 존재하는 수분이 저온에서 센서 표면에 응축되어 측정된 저항이 감소했을 가능성이 존재함을 보여주고 있다.

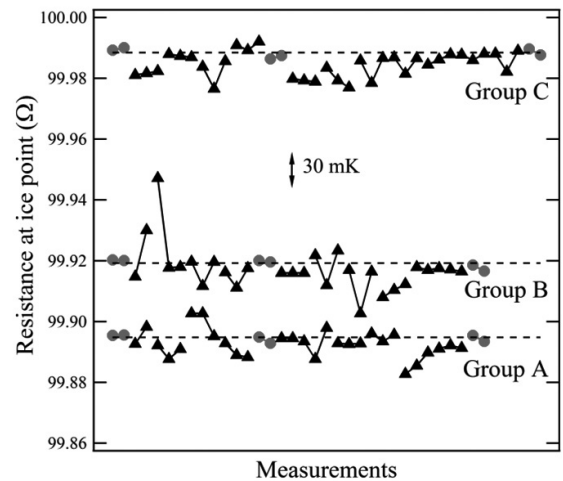


Fig. 3. Change of the ice-point resistance of three IPRTs used in the proficiency testing. Circles indicate measurement results from KRISS, and triangles indicate results from other calibration laboratories. Lines connecting adjacent symbols indicate that the connected measurements were performed at the same laboratory during one set of calibration. Horizontal dashed lines indicate average resistance of each IPRT measured at the reference laboratory.

4. 숙련도 시험 아이템의 안정도

Fig. 4의 (a), (b), (c)는 각각 A, B, C조에서 사용한 IPRT를 기준시험기관에서 세 번 교정한 결과가 각각의 평균값인 기준값에서 벗어난 정도를 나타내었다. 그림에서 알 수 있듯이 각 측정값은 기준값으로부터 최대 16 mK를 벗어나지 않았다. 기준시험기관이 각 교정점에서 산출한 교정 불확도가 25 mK ($k=2$)인 것을 감안하면, 시험 도중에 IPRT의 온도-저항 특성은 기준시험기관의 설정값으로부터 교정 불확도를 벗어나서 변하지 않았음을 알 수 있다. 이것은 이 숙련도 시험에 사용한 아이템인 IPRT 3개 모두가 시험 내내 숙련도 시험을 하기에 충분한 정도의 안정도를 보이며, 기준시험기관에서 측정된 온도-저항값이 기준값인 숙련도 시험의 “설정값”으로서 유효했다는 것을 뒷받침해준다.

5. 각 참여기관의 측정값 및 E_n 값 산출

각 참여기관은 정해진 교정 온도 중 전부 혹은 일부 온도에서 저항값을 측정하여 보고하였다. 각 교정온도에서의 측정이 기준시험기관과 마찬가지로 정확히 명칭 온도에서 이루어진 것은 아니므로 주관기관에서 각 IPRT마다 계산한 dR/dt 를 이용하여 이 저항값을 명칭온도에서의 저항값으로 보정한 후 비교하였다. 각 온도에서의

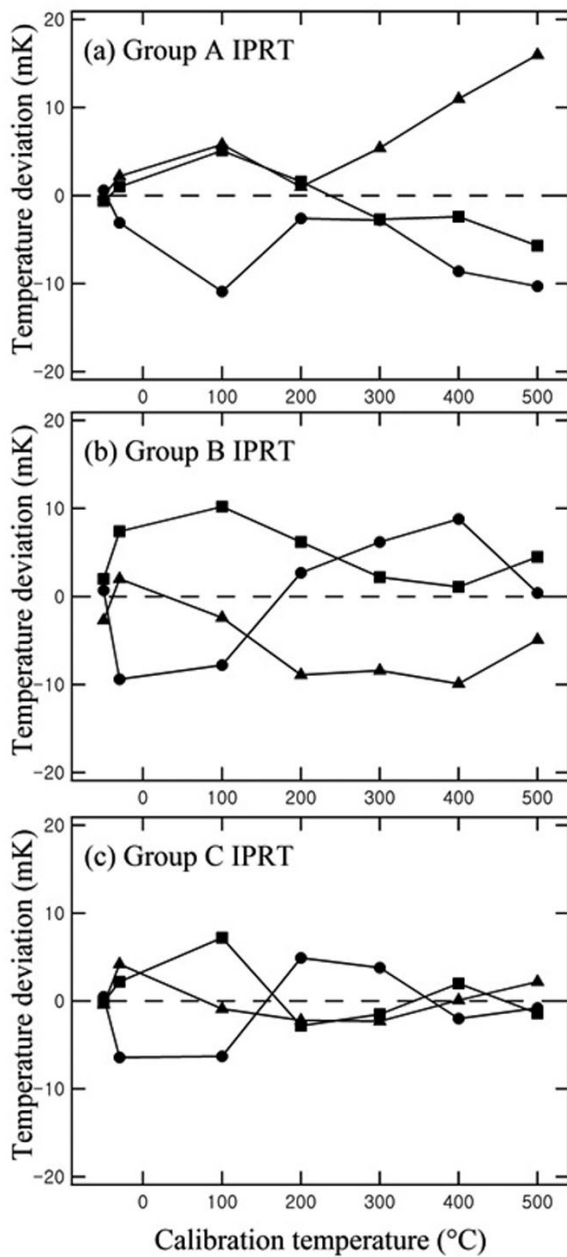


Fig. 4. Result of the calibration of three IPRTs at the reference laboratory. Figures (a), (b) and (c) represent calibration of IPRTs used in the group A, B and C in the proficiency testing, respectively. For each IPRT, three calibrations performed before (●), during (■), and after (▲) the proficiency testing are shown as deviations from their average values for each calibration temperature.

참가기관과 기준시험기관의 저항 측정값 차이 $R_{lab} - R_{ref}$ 는 다시 그 온도에서의 온도변화에 의한 저항 변화 계수 dR/dt 를 이용하여 온도 차이 $t_{lab} - t_{ref}$ 로 환산하여 표시하였다.

Fig. 5와 Fig. 6의 막대그래프는 각각 영하의 두 온도와 영상의 다섯 온도에서 각 참가기관의 $t_{lab} - t_{ref}$ 의 절대값을 왼쪽 축을 스케일

로 하여 나타낸 것이다. 그림의 수평축의 순서는 참가기관을 구분할 수 없도록 특정 순서를 배제하여 나타낸 것이다. 해당 온도에 데이터를 제출하지 않은 기관은 나타나지 않았으므로, 그래프에서 막대 그래프가 없는 것처럼 보이는 항목은 실제로 $t_{lab} - t_{ref}$ 가 0에 매우 가까운 것이다. 그림의 꺾은선은 참가기관과 기준시험소의 차이에 참가기관과 기준시험소의 측정 불확도를 고려한 E_n 값의 절대값을 오른쪽 축을 스케일로 하여 나타낸 것이다. E_n 값은 아래와 같이 정의된다[4].

$$E_n = \frac{t_{lab} - t_{ref}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}} \quad (2)$$

여기서 U_{lab} 과 U_{ref} 는 각각 기준시험기관과 참가기관에 산출한 불확도($k=2$)이다. 그림에서 $|E_n|=1$ 에 해당하는 수평 점선을 나타내었다. 숙련도 시험에서 $|E_n| \leq 1$ 이면 측정값이 기준시험기관과의 차이가 불확도 이내에 들어오므로 만족, $|E_n| > 1$ 이면 그렇지 못하므로 불만족으로 판별한다[4].

그림에서 보는 바와 같이 $-50, 200, 300, 500^\circ\text{C}$ 에서 각 1개씩의 기관이 $|E_n| > 1$ 인 것으로 나타나서 측정 결과가 불확도를 벗어난 것으로 결론 지을 수 있었다. 이 중 두 개의 $|E_n| > 1$ 인 측정 결과가 하나의 참가기관으로부터 나왔으므로 측정 결과가 불확도를 벗어난 기관은 총 세 개의 기관이었다.

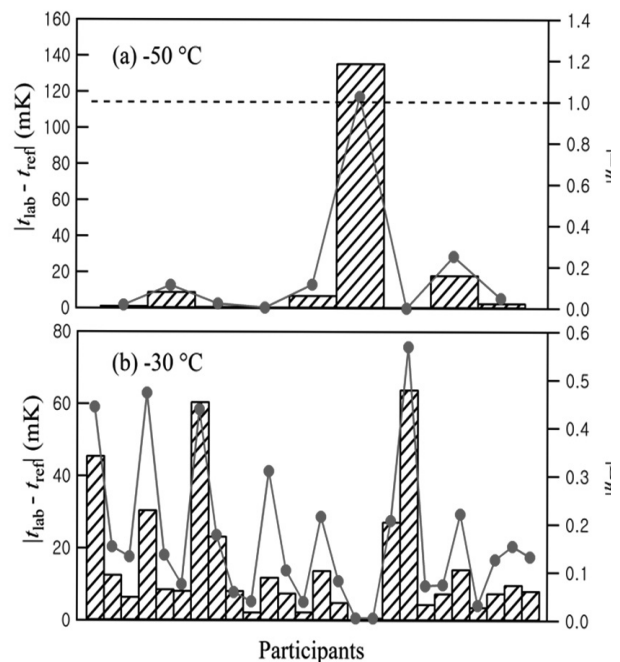


Fig. 5. Difference of calibration results of each laboratory from the reference values at the calibration temperature of (a) -50°C and (b) -30°C . The bar graphs on the left axis indicate differences in terms of temperature, and the line graph on the right axis represents deviation in terms of E_n numbers.

6. 결론

교정온도 -50°C에서 500°C까지 전부, 혹은 일부 교정 결과를 제출한 31개의 교정 기관 가운데 3개의 기관을 제외하고는 모든 교정 온도에서 $|E_n| \leq 1$ 을 만족하는 것으로 나왔으므로, 참가한 교정기관 중 90% 이상이 불확도 내에서 적절한 측정 능력을 갖추고 있는 것으로 나타났다. 각 교정기관은 대체로 60~130 mK의 불확도로 IPRT를 비교교정을 할 수 있다고 스스로 평가하고 있으나, 일부의 경우를 제외하고는 측정값의 기준시험기관과의 차이가 그 보다는 훨씬 작은 것으로 나타났다. 즉 참가기관에서 제출한 교정점의 개수를 모두 합한 131개 중에서 1/3을 넘는 47개 점에서 $|E_n| < 0.1$ 인 것으로 나타났다. 이것은 많은 경우에 참여 기관들이 교정의 불확도를 과대평가했을 가능성이 높다는 것을 시사한다. 이것은 참여 기관들이 실제 교정 능력보다 불확도를 크게 평가함으로써 교정 과정이나 불확도 평가에 실수가 발생하더라도 교정 결과가 불만족으로 평가될 확률을 떨어뜨리는 방법을 택했을 수 있음을 시사하며, 불확도를 과소평가하는 것과 마찬가지로 다소 바람직하지 않은 현상이다.

Fig. 7은 본 숙련도 시험에서 나타난 기준시험기관과 참여기관의 각 온도에서의 측정값의 차이를 등위를 매겨 25-percentile, 50-percentile(중앙값), 75-percentile을 나타낸 것이다. 측정값의 차이의 평균값을 구하는 것은 한두개의 이상값으로 인하여 통계가 왜곡되기 쉬우므로 그림과 같은 percentile 분석이 더 유효한 방법이다. 그림에서 볼 수 있듯이 $|t_{lab} - t_{ref}|$ 의 중앙값은 교정 온도에 따라 3~24 mK의 값을 갖는다. $|E_n|$ 의 중앙값은 0.05~0.20으로 나타났다.

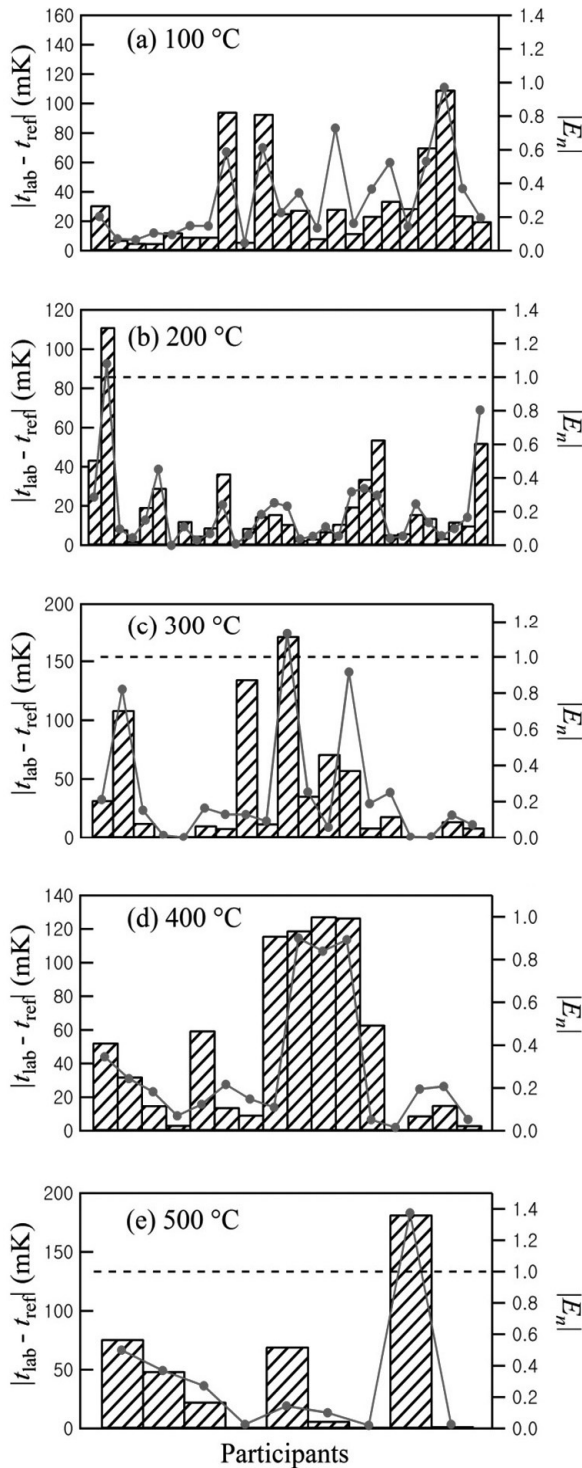


Fig. 6. Difference of calibration results of each laboratory from the reference values at the calibration temperature of (a) 100°C, (b) 200°C, (c) 300°C, (d) 400°C, and (e) 500°C. The bar graphs on the left axis indicate differences in terms of temperature, and the line graph on the right axis represents deviation in terms of E_n numbers.

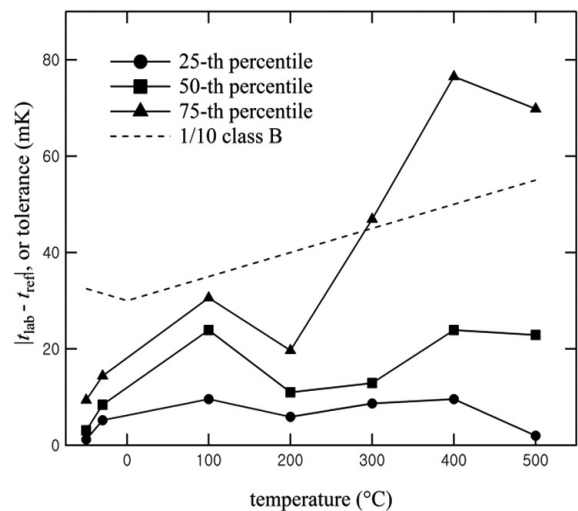


Fig. 7. Deviation from the reference value as a function of calibration temperatures of the 25-percentile laboratory, the 50-percentile laboratory, and the 75-percentile laboratory. The dashed line indicates 1/10 of the tolerance of the class B IPRT according to the IEC 60751 standard.

Fig. 7의 점선은 IPRT에 대한 규격인 IEC 60751[8]에 명시되어 있는 $-50\sim 500^{\circ}\text{C}$ 의 가용영역을 갖는 class B 허용오차(tolerance)의 1/10에 해당하는 온도편차를 나타낸 것이다. 가용 오차는 일종의 교환가능성(interchangeability)으로서 제품의 규격을 만족한다고 가정하면 따로 교정을 실시하지 않더라도 일정한 온도-저항의 테이블 내에서 허용오차를 벗어나지 않아야 한다고 정해놓는 것이다. 그림에서 알 수 있듯이 숙련도 시험에 참여한 국가교정기관 중 절반 이상이 class B 온도계의 허용오차의 1/10 보다 더 나은 정도의 정확도로 온도계를 교정할 수 있는 것으로 나타났다. 참여 교정기관 중 75-percentile에 해당하는 숫자가 대략 class B 허용오차의 1/10 정도에 해당하며, 이는 국가교정기관들이 유의미한 정확도로 IPRT를 충분히 교정할 수 있는 능력을 보유하고 있음을 말해준다.

전체적으로는 $-50\sim 500^{\circ}\text{C}$ 범위에서 31개의 교정 기관 중 단 3개만이 $|E_n| > 1$ 인 교정값을 냄으로서 대다수의 기관이 IPRT를 교정하는데 적합한 교정 능력을 보유하고 있는 것으로 나타났다. $|E_n| > 1$ 인 경우도 그 값이 모두 1.4 이하로 나타났다. 이는 온도 범위가 $-50\sim 250^{\circ}\text{C}$ 로서 그 상한이 더 낮았던 2003년~2004년의 숙련도 시험에서 31개 기관 중 7개 기관이 $|E_n| > 1$ 인 값을 냈으며 그 값도 6개 기관에서 2를 초과하여 10에 이르기도 했었던 것[5]에 비하여 국가교정기관의 교정능력과 불확도 산출 능력이 전체적으로 크게 향상되었음을 보여주고 있다.

REFERENCES

- [1] Korean Laboratory accreditation scheme, KOLAS-G-004 : 2012.
- [2] Korean Laboratory accreditation scheme, KOLAS-R-001 : 2012.
- [3] Korean Laboratory accreditation scheme, KOLAS-R-003 : 2012.
- [4] Korean Agency for Technology and Standards, KS Q ISO/IEC 17043 : 2011, "Conformity assessment - General requirements for proficiency testing", 2011.
- [5] K. S. Gam, S. H. Yoo, S. M. Kim, and I. S. Lee, "Experimental method and evaluation of the calibration capability for the national calibration centers using the platinum resistance temperature sensors", *J. Sensor Sci. & Tech.*, Vol. 14, No. 4, pp. 231-236, 2005.
- [6] K. S. Gam, Y.-G. Kim, and S. G. Kim, "Measurement of traceability error for calibration services center using type S thermocouples", *J. Sensor Sci. & Tech.*, Vol. 4, No. 1, pp. 43-50, 1995.
- [7] K. S. Gam, I. Yang, and Y. G. Kim, "Thermal hysteresis in thin-film platinum resistance thermometers", *Int. J. Thermophys.*, Vol. 32, No. 11, pp. 2388-2396, 2011.
- [8] International Electrotechnical Commission, IEC 60751 ed2.0, "Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors", 2008.
- [9] I. Yang, Y.-G. Kim, K. S. Gam, and Y. H. Lee, "Improved interpolating equation for industrial platinum resistance thermometer", *J. Sensor Sci. & Tech.*, Vol. 21, No. 2, pp. 109-113, 2012.