

## 점도 측정표준 불확도 평가

최 해만\* · 윤 병로\* · 이 용봉\*\* · 최 용문\* · 이 상현\*

### Uncertainty Evaluation of Viscosity Measurement Standards

H. M. Choi\*, B. R. Yoon\*, Y. B. Lee\*\*, Y. M. Choi\*, S. H. Lee\*

*Key Words* : Viscosity(점도), ISO/IEC 17025, Step-up(단계적 확장법), Master viscosimeter(표준점도계), Uncertainty(불확도)

#### ABSTRACT

Viscosity measurement standards were evaluated according to ISO/IEC 17025. The step-up procedure was employed to calibrate a series of capillary type master viscometers. Uncertainty was calculated with evaluation of various uncertainty factors affected in viscosity measurement. The maximum expanded uncertainty( $U$ ) of the master viscometer was  $3.0 \times 10^{-3}$  (at the confidence level of 95 %). This evaluation example will be useful in viscosity measurement uncertainty determination of other standard measurement.

#### 1. 서론

점도는 길이, 질량 및 시간의 차원을 갖으며 뉴턴법칙에 의해 유체의 내부에 전단속도가 있을 때, 그 전단속도의 방향에 수직인 면에서, 속도의 방향에 단위면적에 대하여 생기는 응력의 크기에 따라 나타내는 액체의 내부저항이다.

점도는 유체의 운동성을 표현하는 물리적 성질로서 많은 유체 산업적인 응용과 공정에 중요한 성질 중의 하나이다. 점도는 유체량의 정밀한 측정, 제어는 물론 마찰력의 계산, 순환성능, 인쇄와 성형 등의 공정관리, 정유, 정밀화학 및 고분자 공정에서 품질관리에 매우 중요하다. 그러므로 점도 측정은 우수하고 경쟁력 있는 고급제품을 생산하기 위하여, 또 정밀하게 작동하는 공정시스템의 제작과 개발을 위해서 매우 필요하다.

이러한 점도의 중요성은 특히 20세기 초부터 정유산업과 화학공정의 폭발적 성장에 힘입어 이미 선진국에서는 충분히 인식되어 왔으며, 산업과 기술이 점차 고도화되고 대형화, 대량 생산화 되는 근래의 추세는 우수하고 경쟁력 있는 고급제품을 생산하기 위하여 또

정밀하게 작동하는 공정시스템의 제작과 개발을 위해 유체유동과 물성의 정확한 파악이 요구되고 있다.

점도측정은 시험, 연구실 및 제조현장 등에서 각종의 점도계를 사용한다. 그리고 측정된 점도의 신뢰성을 보증하기 위한 기본적인 요건으로 사용한 점도계가 점도의 국가표준에 소급성을 가져야 한다. 또 최근 급격한 세계화에 의해 점도의 측정 결과를 상호인증하고, 국제적으로 일치하기 위해서도 점도의 국가표준이 확립되어야 하고 불확도가 평가되어야 한다.

또 국제비교나 점도계를 교정하기 위해서는 교정에 사용되는 점도측정의 불확도를 정확히 평가하여야 한다<sup>(1)</sup>. 이미 선진 외국의 표준 기관은 점도 측정표준의 정확도를 분석하고 국제 규격<sup>(2,3)</sup>에서 권장하는 시험 방법에 따라 불확도를 평가하고 있다. 그러나 점도 측정표준에 관해 발표된 논문에서 측정 불확도를 간단히 명기하고 있을 뿐 불확도를 구체적으로 평가한 논문은 거의 없다.

따라서 점도의 국가 표준으로 소급성을 가져 교정/시험 결과에 대한 신뢰성을 주이기 위해 점도 측정표준의 불확도는 ISO guide 25<sup>(2)</sup>에 따라 평가하였다.

\* 한국표준과학연구원 유체유동그룹

\*\* 한국표준과학연구원 음향진동그룹

E-mail : hmchoi@kriss.re.kr

#### 2. 점도 측정표준

## 2.1. 제 1차 점도 측정표준의 국제표준값

점도의 국가표준에서 1차 표준은 ISO<sup>(4)</sup>에서 1998년 이후 국제적으로 정한 것으로 20.00 °C, 101.325 kPa에서 순수(증류수)의 점도값 ( $\eta = 1.0016 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ ) 및 동점도값 ( $\nu = 1.0034 \text{ mm}^2/\text{s}$ )이다. 이 값의 상대 확장 불확도(95 % 신뢰수준)는 0.17 %이다.

세계의 모든 표준기관은 결정된 값을 1차 표준으로 하여 표준체계를 수립하고 있다. 점도측정 표준은 결정된 점도값을 기준으로 순수한 물을 사용하여 표준점도계가 교정되어지고, 교정된 점도계로 시료의 점도를 정확하게 측정하여 유지하고 있다.

## 2.2. 점도측정 방법

점도의 1차표준물인 293.15 K에서의 물의 점도를 기준으로 표준점도계를 정밀 교정하고, 교정된 표준점도계로 시료의 점도를 상대적으로 측정할 다음에는 단계적으로 측정범위를 확장한다. 단계적 확장법(Step-up procedure)은 가능한 최대의 정확도와 안정성을 갖는 표준점도계를 이용하여 점도의 표준체계를 확립하는 방법이다.

교정에 사용된 표준점도계(Fig. 1)는 유리 세관형으로 미국 Cannon Co.사의 표준점도계이다. 표준점도계 세트는 총 14조로서 0.002 cSt/s에서 125 cSt/s의 점도계 상수 값의 범위를 갖는다. 이 표준점도계 세트로 확장가능한 점도 측정표준의 범위는 동점도 단위로  $10^0$  cSt에서  $10^5$  cSt이다.

표준점도계는 전체길이는 약 620~640 mm이고, 세관의 길이는 450 mm내외로서 범용 점도계에 비해 약 3배가량 크며 세관의 길이도 세관 끝의 오차영향을 최소화하기 위해 3배정도 길다. 점도측정의 범위에 따라 세관의 직경도 다른데, 세관의 직경의 측정은 단계적 확장과정의 경우 상대적 점도측정 방법이므로 정밀하게 측정할 필요는 없다. 측정점도는 해당 세관의 반경의 4제곱에 비례한다.

표준점도계의 교정절차는 ASTM D 2162-99<sup>(5)</sup>를 참조하였다. 우선 점도계상수가 0.001 ~ 0.003 cSt/s의 범위인 두개의 표준점도계(No. 1, No. 2)를 깨끗이 세척하여 준비한 다음 정제된 증류수를 진공펌프를 이용하여 점도계에 주입하고 293.15 K에서 각각 교정한다.

표준점도계는 수직을 맞춰 항온조 내에 설치한 다음, 시료의 세관을 통한 유출시간(efflux time)을 측정하게 되는데 원칙적으로 유출시간이 300 s 이상이 되어야 하

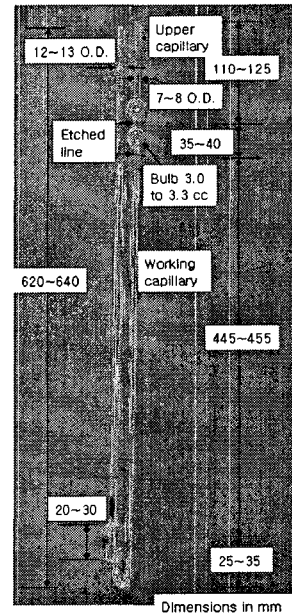


Fig. 1 General dimension of master capillary viscometer

고, 한 시료에 대해 3회 이상 측정할 시간의 최대와 최소치가 평균치의 0.1 %내에 들면 평균값을 취한다. 표준점도계를 세척한 뒤 이와 같은 과정을 한번 이상 반복하여 각각의 평균치가 서로 0.1 %이내에 들면 최종 평균을 낸다.

유출시간의 최종평균은 시료의 부력보정, 온도보정 및 표면장력 보정을 한다. 보정된 유출시간으로부터 293.15 K의 물의 동점도값  $1.0034 \text{ mm}^2/\text{s}$ 를 이용하여 점도계 상수를 구한다. 다음에 교정된 표준점도계(No. 2)를 사용하여 증류수보다 더 높은 점도를 갖는 시료의 점도를 측정할 다음 이 점도 표준액으로 다른 표준점도계(No. 3)를 교정한다. 이와 같은 방법으로 14개의 표준점도계를 교정하여 점도계 상수값을 결정한다.

## 2.3. 점도측정 표준 시스템

점도표준의 1차 표준물인 순수한 증류수의 점도는 293.15 K에서 교정을 하기 위해서는 293.15 K에서 0.01 K 이내의 조절능력을 갖는 정밀 항온조 시스템이 필요하다. 정밀 항온시스템은 점도계교정용 항온조, 백급저항온도계, A.C. bridge, 가열용 전압조정기, 냉각용 순환 냉동기 및 컴퓨터로 구성되어 있다.

항온조는 온도를 정확히 조절하기 위해서는 정밀 정확한 온도측정 능력 및 온도 평행이 필요하다. 선택

된 온도측정 장치는 AC Bridge이며, 온도 측정센서는 25 Ω의 백금저항 온도계이다. 이들 기기는 한국표준 과학연구원 전기실과 온도실에서 각각 교정하였다. PRT bridge의 정확도는 약 1.5 mK이며 0.1 mK의 분해능을 갖는다. PRT bridge에서의 출력은 백금 저항값으로 10 μΩ까지 측정된다.

### 3. 불확도 평가

#### 3.1. 점도 측정표준 불확도 산정절차

점도측정 표준에 사용되는 표준점도계는 모두 14개 (1번~14번)이므로 점도계 교정절차에 의해 각각의 점도계 상수값을 결정하여 점도 측정 불확도를 평가한다. 처음에 증류수를 넣어 측정한 점도계의 점도계 상수값(C)을 결정하는 식(6)은 다음과 같다.

$$C_1 = \frac{v_1}{t_1} - \frac{V}{8\pi L} t_1^2 = \frac{v_1}{t_1} \quad (6)$$

여기서  $\frac{V}{8\pi L}$ 는 운동에너지 보정계수이다. 표준점도계의 경우 세관 양단이 등근 형태로 제작되었으므로 운동에너지 보정을 무시해도 좋을 만큼 작으므로 생략된다. ASTM D-2162의 표준점도계 교정절차에서도 운동에너지 보정은 무시되고 있다.

구해진 점도계 상수(C)에 시료를 넣어 시간측정( $t_2$ )하면 다음 식(7)과 같이 시료의 점도값( $v_2$ )을 구할 수 있다.

$$C_1 = \frac{v_2}{t_2}, \quad v_2 = C_1 t_2 \quad (7)$$

점도값을 구한 시료( $v_2$ )를 다음 표준점도계에 넣고 유출시간( $t_3$ )을 측정하면 표준점도계의 점도 상수값( $C_2$ )이 측정된다(식(8)). 이와 같은 단계적 확장법으로 14개의 점도계의 각각의 점도상수를 구한다(식(9)).

$$C_2 = \frac{v_2}{t_3} = \frac{1}{t_3} C_1 t_2 = \frac{t_2}{t_1 t_3} v_1 \quad (8)$$

$$C_{14} = \frac{v_{14}}{t_{27}} = \frac{t_2 t_4 t_6 \dots t_{26}}{t_1 t_3 t_5 \dots t_{27}} v_1$$

$$C_n = \frac{v_n}{t_{2n-1}} = \frac{t_2 t_4 t_6 \dots t_{2n-2}}{t_1 t_3 t_5 \dots t_{2n-1}} v_1 \quad (9)$$

여기서,  $v_1$ 는 증류수 동점도값,  $v_n$ 은 n번째 점도계 교정 시료 동점도값,  $C_n$ 는 n번째 점도계 상수값,

$t_i$ 는 유출시간이다.

표준점도계 점도계 상수값의 상대 불확도는 다음과 같이 구한다.

$$\frac{u(C_n)}{C_n} = \left[ \sum_{i=1}^{2n-1} \left\{ (-1)^i \frac{u(t_i)}{t_i} \right\}^2 + \left( \frac{u(v_1)}{v_1} \right)^2 \right]$$

측정된 유출시간( $t_i^*$ )는 부력, 온도, 표면장력 등의 영향을 보정해 줄 필요가 있다. 실 측정 유출시간  $t_i^*$ 로부터 보정된 유출시간( $t_i$ )는 식(11)과 같이 구한다.

$$t_1 = t_1^* (1 + C_{b1} + C_{T1} + C_{S1})$$

$$t_{27} = t_{27}^* (1 + C_{b27} + C_{T27} + C_{S27}) \quad (11)$$

표준점도계 유출시간의 상대 합성 표준 불확도는 식(12)와 같이 나타낸다.

$$\frac{u(t_1)}{t_1} = \left[ \left( \frac{u(t_1^*)}{t_1^*} \right)^2 + u^2(C_{b1}) + u^2(C_{T1}) + u^2(C_{S1}) \right]^{\frac{1}{2}}$$

$$\frac{u(t_n)}{t_n} = \left[ \left( \frac{u(t_n^*)}{t_n^*} \right)^2 + u^2(C_{bn}) + u^2(C_{Tn}) + u^2(C_{Sn}) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (12)$$

점도측정의 상대 합성 표준불확도는 다음 식(13)과 구한다.

$$\frac{u(C_n)}{C_n} = \left[ \sum_{i=1}^{2n-1} \left\{ (-1)^i \frac{u(t_{2n-1})}{t_{2n-1}} \right\}^2 + u^2(C_{b2n-1}) + u^2(C_{T2n-1}) + u^2(C_{S2n-1}) + \left( \frac{u(v_1)}{v_1} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (13)$$

$$C_{bi} = \left( \frac{\rho_{air}}{\rho_{H_2O}} \right) - \left( \frac{\rho_{air} \cdot t}{\rho_{oil}} \right) \quad (15)$$

여기서  $\rho_{air}$ 는 293.15 K의 습윤공기의 밀도,

Table 1 Relative standard uncertainty of efflux time

Master viscometer	Sample	Efflux time(s)			Ave. efflux time	% Deviation	$u_A$	$u_B$	$u_C$	Resolution	$u(t)/t_i$
		1	2	3							
1	Distilled water	481.87	481.87	481.87	481.87	0.000	0.000	0.003	0.003	0.001	0.004
		481.84	481.82	481.8	481.82	0.020	0.003	0.003	0.004	0.001	0.006
2	Distilled water	273.84	273.98	273.76	273.86	0.111	0.029	0.006	0.029	0.002	0.030
		273.99	273.72	273.71	273.8067	0.159	0.041	0.006	0.041	0.002	0.051
3	KS 5	136.46	136.53	136.45	136.48	0.044	0.023	0.011	0.025	0.004	0.057
		646.27	646.33	646.31	646.3033	0.031	0.003	0.003	0.004	0.001	0.057
4	KS 5	320.89	320.72	320.78	320.7967	0.086	0.019	0.005	0.020	0.002	0.061
		739.41	739.35	739.47	739.41	0.060	0.006	0.002	0.006	0.001	0.061
5	KS 10	313.52	313.62	313.96	313.7	0.231	0.052	0.005	0.052	0.002	0.080
		1386.69	1386.77	1386.61	1386.69	0.080	0.004	0.001	0.004	0.000	0.080
6	KS 50	493.22	493.22	493.33	493.2567	0.064	0.009	0.003	0.010	0.001	0.081
		1013.34	1013.39	1013.44	1013.39	0.050	0.003	0.002	0.004	0.001	0.081
7	KS 100	464.33	464.78	464.86	464.6567	0.286	0.043	0.003	0.044	0.001	0.092
		913.77	913.72	913.86	913.7833	0.071	0.005	0.002	0.006	0.001	0.092
8	KS 200	366.38	366.32	366.38	366.36	0.035	0.007	0.004	0.008	0.002	0.093
		963.87	963.99	963.82	963.8933	0.087	0.006	0.002	0.007	0.001	0.093
9	KS 500	384.54	384.37	384.86	384.59	0.249	0.046	0.004	0.046	0.002	0.104
		749.7	749.82	749.62	749.7133	0.101	0.009	0.002	0.010	0.001	0.104
10	KS 1000	198.73	198.7	198.57	198.6667	0.085	0.030	0.008	0.031	0.003	0.109
		1155.66	1155.89	1155.47	1155.673	0.210	0.013	0.002	0.013	0.000	0.109
11	KS 5000	390.18	390.32	390.45	390.3167	0.135	0.024	0.004	0.025	0.001	0.112
		818.77	818.31	818.95	818.6767	0.330	0.029	0.002	0.029	0.001	0.116
12	KS 10000	565.53	565.65	565.91	565.6967	0.194	0.024	0.003	0.024	0.001	0.118
		1774.06	1774.55	1775.08	1774.563	0.510	0.020	0.001	0.020	0.000	0.120
13	KS 20000	686.65	686.83	686.23	686.57	0.308	0.032	0.002	0.032	0.001	0.124
		906.59	906.15	906.35	906.3633	0.220	0.017	0.002	0.017	0.001	0.125
14	KS 50000	405.15	405.15	405.68	405.3267	0.306	0.053	0.004	0.054	0.001	0.136

여기서,  $t_i$ 는 보정된 유출시간,  $C_{bi}$ 는 부력보정,  $C_n$ 는 온도보정,  $C_{Si}$ 는 표면장력 보정이다.

### 3.2.1. 유출시간측정 상대 표준불확도

유출시간 측정에 초시계가 사용되었다. 유출시간 측정 불확도 요인으로는 초시계와 시계의 분해능 및 유출시간 측정에서 발생하는 A형 불확도이다. 이 초시계는 시간실에서 교정하였다. 이 초시계의 샘플링타임은 1초이며, 총 50회 측정하였다. Table 1에 유출시간 측정에서 발생한 불확도 요인과 불확도를 표시하였다.

### 3.2.2. 부력측정 표준불확도

유리세관 점도계에서는 시료의 driving head가 공기에 의한 부력 때문에 약간 감소하게 된다. 이 부력에 의한 영향은 공기의 밀도를 시료의 밀도로 나눈 값이며 기준으로는 293.15 K의 공기와 물의 밀도를 취한다. 표준점도계 교정시의 부력보정식(15)<sup>(5)</sup>은

$\rho_{H_2O}$ 는 293.15 K의 물의 밀도,  $\rho_{oil}$ 는 시험온도 293.15 K에서의 시료 오일의 밀도,  $\rho_{air, t}$ 는 시험온도에서의 밀도이다.  $\rho_{air, t}$ 는 293.15 K에서 시험하므로  $\rho_{air}$ 값과 같다. 따라서 불확도는 다음 식(16)과 같이 표시된다.

$$\frac{u(C_{bi})}{C_{bi}} = \left[ \left( \frac{u(\rho_{air})}{\rho_{air}} \right)^2 + \frac{u^2(\rho_{H_2O}) + u^2(\rho_{oil})}{\left( \frac{1}{\rho_{H_2O}} - \frac{1}{\rho_{oil}} \right)^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (16)$$

293.15 K에서 시료가 물일 경우는 이 상태가 기준조건이므로 보정의 필요가 없으나, 293.15 K의 오일시료를 사용한 점도계 교정 혹은 시료의 점도측정에는 보

정이 필요하다. 부력측정 상대불확도는 Table 3에 표시하였다.

### 3.2.2.1. 공기밀도 상대 표준불확도

공기 밀도식은 다음과 같다.

$$\rho_{air} = \frac{P_{air}}{Z(P_{air}, T_{air})R T_{air}}$$

공기 밀도식에서 공기 밀도의 불확도는 다음과 같이 표시된다.

$$\frac{u(\rho_{air})}{\rho_{air}} = \left[ \left\{ \frac{u(P_{air})}{P_{air}} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(T_{air})}{T_{air}} \right\}^2 + \left\{ -\frac{u(R)}{R} \right\}^2 + \left\{ -\frac{u(Z(P_{air}, T_{air}))}{(Z(P_{air}, T_{air}))} \right\}^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

#### (1) 대기압 측정의 상대 불확도

대기압계의 B형 불확도는 최대 측정값에 대해서 0.0018 %이며 자유도는 51이다. 압력측정의 A형 불확도와 합성 불확도는 Table 2에 주어져 있다. 유효 자유도는 다음 식과 같이 계산된다.

$$v_{eff} = \frac{(0.0075)^4}{\frac{(0.0073)^4}{9} + \frac{(0.0018)^4}{51}} \approx 10$$

#### (2) 실내온도측정의 상대 불확도

온도센서는 데이터 수집장치와 같이 교정되었으며 B형 불확도는 0.017 % 이다. 피스톤 푸루버 온도의 A형 불확도와 합성 불확도는 Table 2와 같으며 유효 자유도는 57이다.

#### (3) 기체상수 R과 압축계수 Z의 불확도

기체상수 R은 일정한 값이므로 불확도는 0이며 압축계수 Z의 불확도<sup>(6)</sup>는 0.02 %이며 유효자유도는 무한대이다.

### 3.2.2.2. 물 밀도 상대 표준불확도

물 밀도는 질량·힘그룹에서 실측한 데이터를 근거로, 물의 온도(293.15 K)로부터 회귀식을 사용해 결정한다. 물 밀도 값은 질량·힘그룹의 데이터로부터 다음과 같은 회귀식으로 표시된다.

$$\rho_{H_2O1} = 1000.024246 + 0.0476893 T_{H_2O}$$

$$- 7.263 \times 10^{-2} T_{H_2O}^2 + 3.2 \times 10^{-5} T_{H_2O}^3$$

그리고 물 온도측정에 사용되는 온도센서의 교정결과로부터 불확도와 표준점도계 교정이 진행되는 동안 항온조에서의 온도변화는 최대  $\pm 0.03$  °C 이내이다.

### 3.2.2.3. 오일밀도 상대 표준불확도

오일 밀도측정은 피콜로미터를 사용하여 질량·힘그룹의 밀도실에서 제시한 절차서<sup>(7)</sup>에 따라 표준점도계의 시험온도인 293.15 K에서 측정하였다.

Table 2 Uncertainty of air density

$u(P_{air})/P_{air}$		$u(T_{air})/T_{air}$		$u(z)/z$	$u(\rho_{air})/\rho_{air}$
$u_A(\%)$	$u_B(\%)$	$u_A(\%)$	$u_B(\%)$	%	%
0.0073	0.0018	0.0024	0.017	0.02	0.028

오일의 밀도는 사용한 표준분동의 불확도, 비중병 질량의 불확도, 표준분동의 저울지시값에 대한 불확도, 비중병의 저울지시값에 대한 불확도, 공기밀도측정의 불확도, 비중병 부피의 불확도 및 항온조온도 및 온도계 등을 고려하여 밀도 불확도를 평가하였다.

### 3.2.3. 온도측정 표준불확도

점도계의 교정이나 시료의 점도측정이 시료의 주입 온도와 다른 시험온도에서 행해질 때는 시료의 열팽창이나 점도계의 부피변화가 있게 된다.

표준점도계의 경우 오일시료들의 팽창 계수와 점도계의 부피변화를 감안한 보정식을 제시하였는데

$$C_{Ti} = B(T_f - T_i) \quad (17)$$

이며, 불확도는 다음식과 같다.

$$\frac{u(C_{Ti})}{C_{Ti}} = \left[ \left( \frac{u(B)}{B} \right)^2 + \frac{u^2(T_f) + u^2(T_i)}{(T_f - T_i)^2} \right]^{\frac{1}{2}}$$

이다. B는 보정계수로서 점도계별로  $13 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 에서  $50 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 의 값을 갖는다.  $T_f$ 는 시료주입온도,  $T_i$ 는 시험 온도이다. 교정시험 과정의 온도보정에는 식 (17)을 사용하였는데 물을 사용한 교정에는 보정을 피했고 오일

시료의 경우  $C_T$ 값은 약  $10^{-5}$  이다. 온도측정 불확도를 Table 3에 표시하였다.

### 3.3 점도측정 상대 불확도 산정

점도측정의 상대합성 표준 불확도( $u_c$ )는 단계적 확장법으로 불확도를 평가하였다. 고점도용 표준점도계 14

Table 3 Uncertainty evaluation of master viscometer

Master viscosity	Time(%) $u(t)/t_i$	Buoyancy correction( $C_B$ )	Temperature correction( $C_T$ )	Surface tension correlation( $C_s$ )	Standard viscosity $u(u)/u$	Temperature correction $u(T)/T$	Relative combined uncertainty %	Relative expanded uncertainty(k=2) %
		-	-	-				
1	3.52E-03		-3.82E-03		0	0.04	0.040	0.08
	5.78E-03		-3.83E-03		0	0.04	0.041	0.08
2	2.99E-02		-3.83E-03		0	0.04	0.050	0.10
	5.11E-02		-3.83E-03		0	0.04	0.065	0.13
3	5.72E-02		-3.83E-03		0	0.04	0.070	0.14
	5.73E-02	-2.44E-04	-3.83E-03	5.83E-04	0	0.04	0.070	0.14
4	8.06E-02	-2.44E-04	-3.83E-03	5.89E-04	0	0.04	0.073	0.15
	6.09E-02	-1.88E-04	-3.83E-03	5.89E-04	0	0.04	0.073	0.15
5	8.03E-02	-1.88E-04	-3.83E-03	5.86E-04	0	0.04	0.090	0.18
	8.04E-02	-2.01E-04	-3.83E-03	5.86E-04	0	0.04	0.090	0.18
6	8.10E-02	-2.01E-04	-3.83E-03	5.91E-04	0	0.04	0.090	0.18
	8.11E-02	-1.91E-04	-3.83E-03	5.91E-04	0	0.04	0.090	0.18
7	9.21E-02	-1.91E-04	-3.83E-03	5.87E-04	0	0.04	0.100	0.20
	9.22E-02	-1.75E-04	-3.83E-03	5.87E-04	0	0.04	0.101	0.20
8	9.26E-02	-1.75E-04	-3.83E-03	5.93E-04	0	0.04	0.101	0.20
	9.28E-02	-1.54E-04	-3.83E-03	5.93E-04	0	0.04	0.101	0.20
9	1.04E-01	-1.54E-04	-3.83E-03	5.89E-04	0	0.04	0.111	0.22
	1.04E-01	-1.43E-04	-3.83E-03	5.89E-04	0	0.04	0.112	0.22
10	1.09E-01	-1.43E-04	-3.83E-03	5.86E-04	0	0.04	0.116	0.23
	1.09E-01	-1.71E-04	-1.47E-02	5.86E-04	0	0.04	0.117	0.23
11	1.12E-01	-1.71E-04	-1.47E-02	5.86E-04	0	0.04	0.120	0.24
	1.16E-01	-1.61E-04	-1.47E-02	5.86E-04	0	0.04	0.123	0.25
12	1.18E-01	-1.61E-04	-1.47E-02	5.71E-04	0	0.04	0.126	0.25
	1.20E-01	-1.54E-04	-1.47E-02	5.71E-04	0	0.04	0.127	0.25
13	1.24E-01	-1.54E-04	-1.47E-02	5.83E-04	0	0.04	0.131	0.26
	1.25E-01	-1.44E-04	-1.47E-02	5.83E-04	0	0.04	0.132	0.26
14	1.36E-01	-1.44E-04	-1.47E-02	5.83E-04	0	0.04	0.143	0.29

### 3.2.4. 표면장력 측정 표준불확도

표면장력의 보정은 시료의 표면장력을 밀도로 나눈 값에 반비례하는데 그 이유는 오일 시료들의 표면장력이 기준물인 물에 비해 작기 때문이다. 표면장력 보정 식은

$$C_{Si} = \frac{\Delta h_i}{h_i} \quad (18)$$

이며, 불확도는

$$\frac{u(C_{Si})}{C_{Si}} = \left[ \left( \frac{u(\Delta h)}{\Delta h} \right)^2 + \left( \frac{u(h)}{h} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

이다. 여기서,  $C_{Si}$ 는 표면장력의 보정,  $\Delta h$ 는 물 (293.15 K)을 기준으로 한 오일시료의 effective driving head의 차이,  $h$ 는 293.15 K의 물에 대한 effective driving head이다. 표준점도계의 경우 293.15 K에서 교정 할 때, Kawata et al. (1969)의 평균  $\Delta h$ 값인 0.028 cm를 사용한다. Table 3에 표면장력 불확도를 표시하였다.

번이 가장 크다. 따라서 표준점도계 14번의 합성 표준 불확도를 Table 2에서 구하면 0.149 %이다.

여기서 95 % 신뢰구간에서 포함인자  $k$ 는 2이므로 점도측정의 상대 확장불확도는 0.3 %로 평가되었다.

## 4. 결 론

ISO guide 25에 의해 표준점도계의 점도측정 불확도를 계산하였다. 1~100,000 cSt의 측정범위의 표준점도계 14조로 293.15 K의 증류수의 점도를 1차 표준으로 하여 단계적 확장법으로 교정하여 각각의 점도계의 불확도를 평가하였다. 평가 결과 95 % 신뢰구간에서 표준점도계는 0.3 %의 상대 확장 불확도가 평가되었다.

점도측정표준의 불확도 평가로 점도측정 관련 데이터의 신뢰도 향상에 기여할 수 있다. 또한 점도측정 데이터의 표준에 소급성을 유지하는 데 필요한 자료가 될 것이다.

## 참고문헌

- (1) ISO/IEC 17025, 1999, "General Requirement for the Competence of Testing and Calibration"

- Laboratory”, ISO
- (2) ISO Guide 25, 1993, “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement”, ISO
  - (3) 측정 불확도 표현지침, 1998, KRISS-98-096-SP, KRISS
  - (4) ISO/TR 3666, 1998, “Viscosity of water”, ISO
  - (5) ASTM D-2161, 1999, “Standard Test Method for Basic Calibration of Master Viscometers and Viscosity Oil Standards”, ASTM
  - (6) R. C. Johnson, 1965, NASA TN D-2565, NASA Lewis Research Center
  - (7) 장경호외 4인, 1997, “비중병을 이용한 액체밀도 측정절차”, T-01-001, KRISS