

## 버어리종 담배종 암모니아성 질소에 대한 불확도 측정

이정민<sup>\*</sup> · 이경구 · 한상빈<sup>1)</sup>

KT&G 중앙연구원, <sup>1)</sup>한국과학기술정보연구원  
(2005년 5월 30일 접수)

### Uncertainty Evaluation of Ammonia Determination in Burley Tobacco

Jeong-Min Lee<sup>\*</sup>, Kyoung-Ku Lee and Sang-Bin Han<sup>1)</sup>

KT&G Central Research Institute, <sup>1)</sup>Korea Institute of Science and Technology Information  
(Received May 30, 2005)

**ABSTRACT** - The uncertainty of measurement in quantitative analysis of ammonia by continuous-flow analysis method was evaluated following internationally accepted guidelines. The sources of uncertainty associated with the analysis of ammonia were the weighing of sample, the preparation of extracting solution, the addition of extracting solution into the sample, the reproducibility of analysis and the determination of water content in tobacco, etc. In calculating uncertainties, Type A of uncertainty was evaluated by the statistical analysis of a series of observation, and Type B by the information based on supplier's catalogue and/or certificated of calibration. It was shown that the main source of uncertainty was caused by the volume measurement of 1 mL and 2 mL, the purity of ammonia reference material in the preparation of standard solution, the reproducibility of analysis and the determination of water content of tobacco. The uncertainty in the addition of extraction solution, the sample weighing, the volume measurement of 50 mL and 100 mL, and the calibration curve of standard solution contributed relatively little to the overall uncertainty. The expanded uncertainty of ammonia determination in burley tobacco at 95% level of confidence was 0.00997%.

**Key words** : uncertainty, ammonia, auto-analyzer

불확도는 측정값에 대한 충분한 타당성 있는 이유에 의해 측정량에 영향을 미칠 수 있는 인자를 숫자화하여 표현하는 것으로서, 측정값에 대한 정확성 또는 신뢰성 정도를 수치로 표시하는 것이라 할 수 있다. 분석자가 정확한 측정값을 얻기 위해 많은 노력을 기울이고 있지만 참값은 구할 수 없다는 것은 잘 알려져 있는 사실이다.

그러나 측정값의 신뢰성을 높이기 위해서는 분석 과정에서 불가피하게 따르는 불확실한 사항들을 반드시 고려하여 측정결과에 표시해 줄 필요성이 있다.

불확도 개념은 1993년 ISO(International Organization for Standardization, 국제표준화기구)에서 다른 국제 기구와 함께 측정 불확도 평가 및

\*연락처 : 305-805 대전광역시 유성구 신성동 302 번지, KT&G 중앙연구원

\*Corresponding author : KT&G Central Research Institute, 302 Shinseong-dong, Yuseong-gu, Daejeon 305-805, Korea

표현을 국제적으로 통일하기 위하여 측정의 불확도 표현지침서(Guide to the Expression of Uncertainty of Measurement, GUM)가 발행되었다. 이 지침서는 측정의 신뢰성 확보를 위하여 불확도의 표현에 최초의 통일된 지침으로서 국제적으로 이 지침에 따라 측정값과 함께 측정결과의 불확도를 표기하고 있으며, 실험과 검량선(EAL-R2, 1997; NAMAS, 1995; Taylor 등, 1994) 뿐만 아니라 analytical measurements(Eurachem, 1995; ILAC, 1994) 등 여러 분야에 널리 적용되고 있다.

화학분석 분야에 있어서 불확도 측정과 관련해서는 산-염기 적정, 세라믹 제품 중의 카드뮴 함량, 빵 중의 유기인계 농약 잔류량, 육류 중의 단백질 함량 등에 대한 연구가 있고(Eurachem, 1995), 그밖에도 식물체 중의 무기원소 함량(Ricardo 등, 1999), 토양중 중금속 함량(Maroto 등, 1999), 불확도 평가 방법(Maroto 등, 1999; Meinrath 등, 2000) 등에 대해서도 많은 연구가 이루어지고 있다.

일반적으로 불확도는 같은 성분을 분석할 경우라도 분석 방법 자체가 다르면 불확도 값이 달라질 수 있고, 분석과정이 복잡할수록 그에 따른 오차요인이 많아지게 되어 불확도 값이 커지며, 한 시료에 미량으로 함유된 성분을 분석할 경우가 다량으로 함유된 성분을 분석할 때 보다 불확도 값이 상대적으로 크게 나타나는 것(Eurachem, 1995; Maroto 등, 1999; Meinrath 등, 2000)으로 알려져 있다.

담배 화학성분 분석과정에서 분석오차는 기본적으로 무게 측정시 저울의 정확성, 부피 측정시 사용된 초자 자체 눈금과 실험자의 눈금 맞추기 및 실험실 온도의 영향, 표준물질의 순도와 분자량, 화학반응, 사용된 분석기기 및 장비 등과 같은 여러 부분에서 불확도 요인이 존재할 수 있으나 아직까지 담배와 관련된 연구분야에서 불확도를 표시해 준 사례는 거의 없는 실정이다.

본 시험에 사용한 방법은 2004년 CORESTA Routine Analytical Chemistry Sub Group에서 고시한 분석법으로, 담배시료 추출액을 자동분석기로 발색시킨 후 660 nm 파장의 필터를 사용하여

UV-자외선 검출기로 농도를 측정하는 방법이다. 이 분석법의 경우 연속비색을 하기 때문에 많은 시료를 한꺼번에 처리할 때 아주 유용하게 사용되지만 시료의 절대값에 대한 오차가 비교적 많이 발생하는 분석법이라 생각된다.

따라서 본 연구는 담배 중의 암모니아성 질소를 분석하는 과정에서 분석오차가 발생할 수 있는 요인으로 시료무게 측정, 추출용액 조제 및 첨가, 표준용액 조제, 표준용액의 검량선, 실험의 반복성, 시료중의 수분함량 측정 등의 분석과정에서 존재하는 불확도 인자들에 대하여 불확도 값을 구하여 분석값에 대한 신뢰도를 높이고자 하였다.

## 재료 및 방법

본 실험에 사용된 시료는 2003년산 국내산 버어리종 가공원료엽 본엽1등(BIT)을 40℃에서 6~8시간 건조 후 분쇄하여 1 mm의 체를 통과시켜 사용하였다.

시료중의 암모니아성 질소는 CORESTA DRAFT 1(2004)에 준하여 분석하였는데, 시료 0.5 g을 정확히 달아 250 mL 삼각플라스크에 넣고 증류수 100 mL를 가하여 30분간 진탕한 후 Whatman Grade 40 여과지를 통해 여과한 다음 Auto Analyzer II(Bran+Lubbe, Germany)의 분석시료로 사용하였다.

시료중의 수분 함량은 ISO 6488 방법으로 50 g의 담배시료를 400 mL cyclohexane으로 3시간 증류하여 포집된 물의 부피를 측정하여 정량하였다.

표준용액은 순도 99%의 황산암모늄( $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , Sigma, USA)을 사용하였고, 표준용액의 농도는 암모니아성 질소 기준으로 0.1~0.5%로 조제하였다.

저울과 용량 플라스크, 피펫, 메스 실린더 등의 B type 불확도는 교정 검사기관에서 발급한 교정 검사 성적서에 표시된 불확도 값을 이용하였고, A type 불확도는 반복 측정에 따른 표준편차를 반복회수의 제곱근으로 나누어 구하였다.

불확도 계산은 각각의 분석과정에서 발생할 수 있는 불확도 인자들에 대하여 A type과 B type 표준불확도를 먼저 구한 다음 이를 합성하여 합

성불확도를 계산하고, 합성불확도를 각 인자들의 특정값으로 나누어 상대 표준불확도를 구한 후 최종 확장불확도는 각 인자들의 상대불확도를 다시 합성하고 포함인자(k=2, 95% 신뢰수준)와 측정결과를 곱하여 구하였다.

### 결과 및 고찰

#### 시료 무게 측정에 대한 불확도

시료의 무게를 측정하는데 사용하는 저울에 대한 교정 성적서상의 불확도는 0.125 mg의 불확도를 가지고 있으므로, 이 값을 2로 나누어 줌으로써 B-type의 표준불확도는  $6.25 \times 10^{-5} (0.000125/2)$  g이 된다. 따라서 시료 0.5 g을 측정하는데 있어 상대 표준불확도는  $1.25 \times 10^{-4} (0.0000625/0.5)$ 이었다.

#### 시료 추출용액 조제에 대한 불확도

순수제조기로 얻어진 증류수 100 mL를 사용하였으므로 불확도는 생략하였다.

#### 시료 추출용액 첨가량에 대한 불확도

시료에 추출용액 50 mL를 첨가하므로 50 mL 부피에 대한 불확도를 고려하였다. 즉, 50 mL 피펫 사용에 대한 개인 불확도인 A type 표준불확도(UPI), B type 표준불확도(UP2), 표준기물에 대한 사용 피펫의 표준불확도(UP3) 및 물의 부피 팽창계수(UP4)를 각각 구하고 각 불확도 인자를 합성하였다.

50 mL 피펫 사용에 대한 A type 표준불확도(UPI)을 구하기 위하여 50 mL 피펫에 포선까지 증류수를 채운 후 흘러나온 증류수의 무게를 10회 반복측정하고 그 결과를 Table 1에 나타내었다. Modeling equation(Y)는 사용 피펫(a)에서 교정값(b)를 뺀 값으로 구하였고, 감응계수는 modeling equation에서 편미분하면 1이 되기 때문에 고려하지 않았다.

피펫 사용에 따른 개인 불확도인 A type 표준불확도(UPI)는 Table 1에서와 같이  $2.6 \times 10^{-3}$  mL이었다. B type 표준불확도는 피펫의 반범위가 0.18 mL이었고, 신뢰구간이 주어지지 않으므로 직사각형 분포(ISO, 1993)로 가정하여 이에 대한

표준불확도는  $0.18/\sqrt{3}$ 으로 0.1039 mL이었다. 따라서 표준기물에 대한 사용 피펫의 표준불확도(UP3)는 교정성적서상의 표준불확도 0.023 mL를 2로 나눈값 0.0115 mL와 B type 불확도를 합성하면 표준불확도는  $0.1046(\sqrt{0.1039^2 + 0.0115^2})$  mL이었다.

온도변화에 따른 물의 부피변화에 대한 불확도(UP4)는 다음과 같이 계산하였다. 실험실의 온

Table 1. Reproducibility in the volume measurement of 50 mL pipet

Repeat No.	Weight (g)	Volume (mL) <sup>1)</sup>
1	49.837	50.024
2	49.854	50.041
3	49.842	50.029
4	49.852	50.039
5	49.841	50.028
6	49.847	50.034
7	49.832	50.019
8	49.859	50.046
9	49.844	50.031
10	49.849	50.036
Mean		50.033
Standard Deviation(SD)		0.0082
A Type(SD/ $\sqrt{n}$ )		0.0026

<sup>1)</sup>The density of water at 28 is 0.99626.

도변화가  $\pm 3^\circ\text{C}$ (95% 신뢰수준)이고 물의 팽창계수는  $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$ 이다. 따라서 95% 신뢰수준으로 온도에 따른 부피변화의 불확도는  $\pm V \times 3 \times 0.00021$ 이므로 50 mL 피펫의 불확도는 95% 신뢰수준에서 0.0315( $50 \times 3 \times 0.00021$ ) mL이고 표준불확도는 0.01575( $0.0315/2$ )이었다.

이상에서 50 mL 피펫을 2회 사용한 시료추출

용액 첨가에 따른 합성표준불확도(UP)는 각각의 불확도 전과의 법칙에 따라 제곱합의 제곱근으로 합성하면  $0.14958(\sqrt{0.0026^2 + 0.1046^2 + 0.01575^2 \times 2})$  mL이고, 50 mL 부피의 상대불확도는  $1.50 \times 10^{-3}$  (0.14958/100)이었다.

**표준용액 조제에 대한 불확도**

표준용액은 황산암모늄 0.1959 g을 정확히 취하여 100 mL의 용량플라스크에 넣고 증류수로 표선까지 채운 후, 이 용액을 1, 2, 3, 4, 5 mL씩 취해 100 mL 용량플라스크에 각각 넣고 증류수로 표선까지 채워 조제하였다. 따라서 본 표준용액은 담배시료 1 g에 대한 암모니아성 질소가 0.1% (0.005 mg/mL), 0.2%(0.010 mg/mL), 0.3% (0.015 mg/mL), 0.4%(0.020 mg/mL), 0.5%(0.025 mg/mL)에 상당하며, 표준용액 조제시에 불확도가 나타날 수 있는 인자는 표준물질의 순도, 표준물질의 무게측정, 1 mL와 2 mL 그리고 100 mL 부피 측정에 대한 불확도를 고려하였다.

**암모니아성 질소 표준물질의 순도**

시약 제조회사의 규격에서 황산암모늄의 순도는 99%이므로  $0.99 \pm 0.01$ 로 가정하고, 신뢰구간이 주어지지 않으므로 직사각형 분포로 간주하였을 때 순도에 대한 표준불확도는  $0.0577(0.01/\sqrt{3})\%$ 이었고, 상대표준불확도는  $5.89 \times 10^{-3}$  (0.00577/ 0.99)이었다.

**표준물질의 무게측정**

저울의 B Type 표준불확도는  $6.25 \times 10^{-5}$  (0.000125/2) g이므로 황산암모늄 0.1959 g을 측정하는데 있어서의 상대표준불확도는  $3.19 \times 10^{-4}$  (0.0000625/0.1959)이었다.

**표준용액 조제시 부피측정**

100 mL 부피의 A type 불확도(Uv1)는 앞서의 시료 추출용액 첨가량에 대한 불확도에서 50 mL 피펫 부피 측정과 동일한 방법으로 구한 결과 0.00913 mL이었다. B type 불확도(Uv2)는 먼저 100 mL 플라스크의 반범위 0.08 mL를  $\sqrt{3}$ 으로 나누어 0.0462 mL이었고, 표준기물에 대한 사용 플

라스크의 불확도(Uv3)는 교정성적서상의 불확도 0.033 mL를 2로 나눈값이 0.0165 mL이므로 B type 불확도를 합성하면  $4.90 \times 10^{-2}(\sqrt{0.0462^2 + 0.0165^2})$ 이었다. 따라서 100 mL 플라스크 부피에 대한 A type과 B type의 합성표준불확도(Upt1)는  $0.04989(\sqrt{0.00913^2 + 0.0490^2})$  mL이었다. 100 mL 플라스크의 사용횟수는 표준용액 원액을 조제할 때 1회, 이 용액을 희석하여 5수준의 검량선 작성용 표준용액을 조제할 때 5회 등 모두 6회를 사용하게 된다. 따라서 100 mL 부피에 대한 합성표준불확도(Uv4)는  $0.1222(\sqrt{0.04989^2 \times 6})$  mL이었다. 온도 변화에 따른 물의 부피변화에 대한 불확도(Uv5)는 앞서 언급한 바와 같은 방법으로 구하면 100 mL 부피의 불확도는 95% 신뢰수준에서  $0.063(100 \times 3 \times 0.00021)$  mL이고 표준불확도는 0.0315 (0.063/2) mL이었다. 따라서 100 mL 부피의 A 와 B type 및 온도변화의 합성불확도는  $0.1262(\sqrt{0.1222^2 + 0.0315^2})$  mL이었고, 상대불확도는  $1.26 \times 10^{-3}$  (0.1262/100)이었다.

1 mL 부피의 A type 불확도(Uv1)는 앞서의 시료 추출용액 첨가량에 대한 불확도에서 50 mL 피펫 부피측정과 동일한 방법으로 구한 결과 0.000337 mL이었다. B type 불확도는 반범위 0.01 mL를  $\sqrt{3}$ 으로 나누어 0.00577 mL이었고, 교정성적서상의 불확도 0.03 mL를 2로 나누면 0.0015 mL이 되므로 B type 합성불확도(Upt1)는  $0.00597(\sqrt{0.00577^2 + 0.0015^2})$  mL이었다. 따라서 1 mL 피펫 부피에 대한 A type과 B type의 합성표준불확도(Upt1)는  $0.00597(\sqrt{0.000337^2 + 0.00597^2})$ 이었다. 1 mL 피펫은 0.1%, 0.3% 및 0.5%의 표준용액 조제시 각각 1회씩 모두 3회 사용하므로 1 mL 부피의 합성표준불확도는  $0.01035(\sqrt{0.00597^2 \times 3})$  mL이 되고, 상대불확도는  $1.04 \times 10^{-2}$  (0.01035/1)이었다.

2 mL 부피의 A type 불확도(Uv1)는 앞서의 시료 추출용액 첨가량에 대한 불확도에서 50 mL 피펫 부피측정과 동일한 방법으로 구한 결과 0.00064 mL이었다. B type 불확도는 반범위 0.015 mL를  $\sqrt{3}$ 으로 나누어 0.00866 mL이었고, 교정성적서상의 불확도 0.005 mL를 2로 나누면

버어리종 담배중 암모니아성 질소에 대한 불확도 측정

Table 2. Ammonia measurements depending upon the calibration standard solution

Measurement (x)	Concentration (y)	$(y_i - \hat{y}_i)^2$ [ $y_i - (aX + b)$ ] <sup>2</sup>	$(y_{obs} - \hat{y})$	$\Sigma(xi)^2$	$(\Sigma xi)^2/n$
0.102	0.1	0.000000650		0.0104	
0.200	0.2	0.000000643		0.0400	
0.300	0.3	0.000000161		0.0900	
0.400	0.4	0.000000000003		0.1600	
0.500	0.5	0.000000159		0.2500	
SUM	n=5, $\hat{y}=0.30$	0.000001613	-0.015	0.5504	0.4512

0.0025 mL이 되므로 B type 합성불확도( $U_{p1}$ )은  $0.00901(\sqrt{0.00866^2 + 0.0025^2})$  mL이었다. 따라서 2 mL 피펫 부피에 대한 A type과 B type의 합성표준불확도( $U_{pt1}$ )는  $0.00904(\sqrt{0.00064^2 + 0.0090^2})$ 이었다. 2 mL 피펫은 0.2%, 0.3%의 표준용액 조제시 각 1회, 0.4%, 0.5%의 표준용액 조제시 각 2회, 모두 6회 사용하므로 2 mL 부피의 합성표준불확도는  $0.02213(\sqrt{0.00904^2 \times 6})$  mL이 되고, 상대불확도는  $1.11 \times 10^{-2}(0.02213/2)$ 이었다.

암모니아성 질소 검량선에 대한 불확도

암모니아성 질소와 같이 표준물질에 대한 미지 시료의 농도를 상대 비색법으로 정량할 경우에는 검량선 자료를 활용하여 EURO CHEM(1995)에서 제시된 다음의 식에 따라 계산된 linear least fitting procedure를 사용하여 불확도  $U(C_0)$ 를 계산한다.

$$U = \sqrt{\frac{\sum(y_i - \hat{y}_i)^2}{a^2(n-2)} \cdot \left(1 + \frac{1}{n} + \frac{(y_{obs} - \hat{y})^2}{a^2[\sum(xi)^2 - (\sum xi)^2/n]}\right)}$$

본 연구에서 5개의 표준용액을 제조하여, 5회씩 반복측정한 결과를 Table 2에 나타내었다.

암모니아성 질소에 대한 1차 회귀식  $Y = aX + b$ 에서 계수 a 값은 1.00400이었고 상수 b는 -0.001602이었다. 본 식을 편미분하면 1이므로 감응계수는 고려하지 않았다. 표준용액의 농도에 대한 측정값의 상관계수(r)는 0.9999로 높은 상관성을 보였으며 표준불확도 값은 0.00080%이었다. 또한 담배시료에 대한 5반복 실험에서의 측정값은  $0.285(y_{obs})\%$ 로  $2.81 \times 10^{-3}(0.00080/0.285)$ 의 상대

표준불확도 값을 나타내었다.

반복분석에 대한 불확도

국내산 버어리종 가공원료엽 본엽1등(B1T)의 암모니아성 질소를 5회 반복 분석한 결과를 Table 3에 나타내었다. 암모니아성 질소의 반복분석에 대한 A type 표준불확도는 0.00129%이고, 상대불확도는  $4.53 \times 10^{-3}(0.00129/0.285)$ 이었다.

Table 3. Reproducibility of ammonia concentration from burley tobacco

Repeat No.	ammonia(%)
1	0.284
2	0.281
3	0.283
4	0.288
5	0.287
Mean	0.285
SD	0.0029
A-type(SD/n)	0.001288

수분함량 분석에 대한 불확도

ISO 6488(1981)에 의한 담배중 수분함량 분석은 일정량의 시료를 cyclohexane으로 증류 추출하여 수기에 얻어진 수분의 부피를 측정하는 방법으로 시료의 무게와 수기에 포집된 물의 부피를 측정함에 있어 기기 고유의 오차와 개인적인

반복측정 등에서 불확도 요인이 발생될 수 있다.

시료의 무게 측정에 따른 저울의 B type 표준 불확도는 앞서 기술한 바와 같이  $6.25 \times 10^{-5}$ 이므로 50 g의 시료측정에 대한 상대표준불확도는  $1.25 \times 10^{-6}$  ( $0.0000625/50$ )이었다.

수분 측정용 10 mL 수기의 교정성적서 상의 불확도는 95% 신뢰수준에서  $\pm 0.03$  mL이므로 표준불확도는 0.015( $0.03/2$ ) mL이었다. 10회 반복측정에 의한 온도변화에 따른 5 mL 물 부피 변화의 불확도는 0.001920이었다. 따라서 5 mL 부피의 합성표준불확도는  $0.01512(\sqrt{0.015^2 + 0.001920^2})$  mL이었고, 상대표준불확도는  $3.02 \times 10^{-3}$ ( $0.01512/5$ )이었다.

**확장불확도**

확장불확도는 각 불확도 인자들의 상대표준불확도 값을 불확도 전파의 법칙에 따라 제곱합의 제곱근으로 합성하고, 합성된 값에 측정값과 포함인자(k=2, 95% 신뢰수준)를 곱하여 표시한다

(ISO, 1993).

Table 4는 버어리종 담배중 암모니아성 질소를 분석하는 과정에서 나타난 각 인자들의 불확도 값을 요약하여 나타내었다. 각 인자들의 상대표준불확도 값을 합성하였을 때, 그 값은 0.01749로 나타났고, 버어리종 담배중 암모니아성 질소의 함량은 0.285%이었다. 따라서 확장불확도 값은 95% 신뢰수준에서 버어리종 담배인 경우 0.00997( $0.01749 \times 2 \times 0.285$ )%이었으며 분석결과 값과 비교하였을 때 3.5% 정도의 불확도인 것으로 나타났다.

각 불확도 인자들의 상대 표준불확도 값이 전체 불확도에 미치는 영향을 보면, 표준용액 조제 시 피펫사용에 따른 불확도가 큰 것으로 나타났고, 그 다음 표준 시약 순도, 암모니아성 질소의 반복분석, 수분 함량 반복분석 순이었으나 무게 측정, 부피측정 등은 비교적 적은 영향을 미친 것으로 나타났다.

Table 4. Overall uncertainty in the analysis of ammonia concentration in burley tobacco

Description		Value	Standard Uncertainty	Relative Standard Uncertainty
Sampling	Weighing	0.500 g	0.0000625	$1.25 \times 10^{-4}$
Addition of extraction solution	Pipet	50 mL	0.14958	$1.5 \times 10^{-3}$
	Purity	99.0%	0.00577	$5.89 \times 10^{-3}$
Preparation of standard solution	Weighing	0.1959 g	0.0000625	$3.19 \times 10^{-4}$
	Flask	100 mL	0.1262	$1.26 \times 10^{-3}$
	Pipet	1 mL 2 mL	0.01035 0.02213	$1.04 \times 10^{-2}$ $1.11 \times 10^{-2}$
Calibration curve	Y = aX + b	0.285%	0.0008	$2.81 \times 10^{-3}$
Reproducibility of ammonia	Burely tobacco	0.285%	0.00129	$4.53 \times 10^{-3}$
Water concentrations of tobacco	Weighing	50.0 g	0.0000625	$1.25 \times 10^{-6}$
	Adapter	5 mL	0.01512	$3.02 \times 10^{-3}$
Overall uncertainty			0.01749	

## 결 론

원료 잎담배중 암모니아성 질소 함량을 분석하여 얻은 결과에 대한 신뢰성 정도를 알아보고자 측정불확도 값을 구하였다. 암모니아성 질소 분석은 담배시료 추출액을 자동분석기로 발색시킨 후 660 nm 파장의 필터를 사용하여 UV-자외선 검출기로 농도를 측정하여 정량하였다. 분석과정에서 불확도가 나타날 수 있는 인자로서 시료무게 측정, 추출용액 조제 및 첨가, 표준용액 조제, 표준용액의 검량선, 실험의 반복성, 시료중의 수분함량 측정 등을 선정하였다. 각 인자들에 대하여 통계적으로 구할 수 있는 A type 불확도 값은 반복측정에 따른 표준편차를 이용하고, B type 불확도는 제조규격이나 고정성적서에 표시된 값을 사용하였다. 각 불확도 인자들에 대한 표준불확도 값을 먼저 구한 후 이를 합성하여 합성 표준불확도 값을 계산하였고, 최종 확장불확도 값은 각 인자들의 상대불확도를 다시 합성하고 포함인자(k=2, 95% 신뢰수준)와 분석결과를 곱하여 계산하였다. 국내산 버어리종 본엽1등 원료엽의 암모니아성 질소 분석할 때 나타나는 불확도 인자들중 총 불확도에 미치는 영향은 표준용액 조제시 부피측정에 따른 불확도가 가장 컸으며, 표준 시약 순도, 암모니아성 질소의 반복 분석, 수분 함량 반복분석 순이었으나 무게측정, 부피측정 등의 영향은 상대적으로 적은 것으로 나타났다. 국내산 버어리종 본엽1등 원료엽의 암모니아성 질소 함량은 0.285%이고 확장불확도는 0.00997%(k=2)이었다.

## 참 고 문 헌

CORESTA (2004) Tobacco-Determination of ammonia-continuous flow analysis method. CORESTA Routine Analytical Chemistry Sub-Group, DRAFT 1, April 2004.  
 EAL-R2 (1997) Expression of uncertainty of measurement, European Cooperation for Accreditation of Laboratories.  
 Eurachem (1995) Quantifying uncertainty in

analytical measurements. 1st ed. pp.1-86. Laboratory of the Government Chemist, London.  
 ILAC (1994) Uncertainty of measurement in testing: Examples of estimation of uncertainty of measurement in tests based on the ISO/TAG4 Approach. Committee Papers Supplement, Appendix 2.5, Annex H. ILAC, Hong Kong.  
 ISO (1993) Guide to the expression of uncertainty of measurement, Geneva, Switzerland.  
 ISO 6488 (1981) Tobacco-Determination of water content. International Organization for Standardization, Switzerland.  
 Maroto, A., Boque, R., Riu, J. and Rius, F.X. (1999) Evaluating uncertainty in routine analysis. *Trends in Analytical Chemistry* 18: 577-584.  
 Maroto, A., Riu, J., Boque, R. and Rius, F.X. (1999) Estimating uncertainties of analytical results using information from the validation process. *Analytica Chimica Acta* 391: 173-185.  
 Meinroth, G., Ekberg, C., Landgren, A. and Liljenzin, J.O. (2000) Assessment of uncertainty in parameter evaluation and prediction. *Talanta* 51: 231-246.  
 NAMAS (1995) The Expression of uncertainty and confidence in measurement for calibrations, NIS3003. 8th ed., NAMAS, NPL, Teddington.  
 Ricardo, J.N., Silva, B., Camoes, M.F. and Barros, J.S. (1999) Validation and quality control schemes based on the expression of results with uncertainty. *Analytica Chimica Acta* 393: 167-175.  
 Taylor, B.N. and Kuyatt, C.E. (1994) Guidelines for evaluating and expressing the uncertainty of NIST measurement results. NIST Technical Note 1297. NIST, Gaithersburg, MD.