

# 食品包装纸中甲醛测定不确定度的评估

邹晓通

(常熟市检验检测中心, 常熟 215500)

为了使结果更可靠、更具有科学性, 本文就现有条件对国标 GB 31604.48-2016 的甲醛测定方法过程进行不确定度的评估, 确定影响测试结果的误差因子, 继而针对这些误差因子进行控制和优化, 从而获得更加可靠的测试数据, 以提升检验检测能力。

## 1 测定准备

### 1.1 参考国家标准

GB 31604.48-2016《食品接触材料及制品 甲醛迁移量的测定》第一法 乙酰丙酮分光光度法

### 1.2 设备和试剂

序号	设备材料	试剂材料
1	分析天平	无水乙醇(分析纯)
2	容量瓶: 10mL、100mL、250mL	无水乙酸铵固体
3	单标吸量管: 1mL、2mL、5mL、10mL	乙酰丙酮(分析纯)
4	剪刀	冰乙酸(优级纯)
5	恒温水浴锅(带振荡器)	甲醛标准溶液(100mg/L)
6	紫外可见分光光度计	三级水

### 1.3 实验流程

用剪刀将试样制成  $1\text{cm}^2$  的小块, 用天平准确称量  $10 \pm 0.1\text{g}$  的试样, 放入具塞三角烧瓶中, 加入 200mL 水, 盖上盖子, 与  $23^\circ\text{C}$  下放置 24h 并振摇。取出定容 250mL。从中吸取 5mL 浸泡液于试管中, 加入 5mL 乙酰丙酮溶液,  $40^\circ\text{C}$  恒温 30min 后在 410nm 波长处进行测定甲醛含量并计算。

### 1.4 计算公式

$$X = \frac{n \times v}{m}$$

式中:

X: 试样中甲醛的含量 (mg/kg)

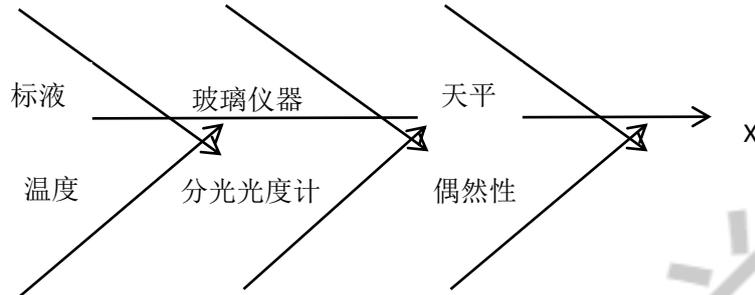
v: 试样定容体积 (ml)

n: 由标准曲线所得甲醛浓度 (mg/L)

## 2 计算不确定度

### 2.1 识别不确定度来源

(见下图)



### 2.2 计算各因子量值

#### 2.2.1 甲醛的标准溶液浓度引入的相对不确定度

##### ① 纯度引入的不确定度

甲醛标准品, 自带证书上显示  $U_{\text{rel}} = \pm 0.2\%$ ,  $k=2$ , 因此  $u_{\text{rel}(c1)} = \frac{0.002}{2 \times 0.998} = 0.0010$

##### ② 母液定容误差引入的相对不确定度

10mg/L 的母液配置定容操作使用了 100mL 的容量瓶, 实验室温度变化为  $20 \pm 5^\circ\text{C}$ , 其中溶剂水的膨胀系数为  $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , 忽略玻璃容器的膨胀系数。按均匀分布,

则温度对定容的影响为:

$$u_{(c21)} = \frac{2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 100}{\sqrt{3}} = 0.0606 \text{ ml}$$

按照 GB 12806-2011《实验室玻璃仪器 单标线容量管》中的规定, 100mL 容量瓶 (A 级) 允差为  $\pm 0.10 \text{ mL}$ , 按均匀分布, 故 100ml 容量瓶引入的不确定度为:

$$u_{(c22)} = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.0577 \text{ ml}$$

合成不确定度为

$$u_{\text{rel}(c2)} = \frac{\sqrt{u_{(c21)}^2 + u_{(c22)}^2}}{v} = \frac{\sqrt{0.0606^2 + 0.0577^2}}{100} = 0.0008$$

##### ③ 吸取母液引入的相对不确定度