

附 1

尊朋酒业有限公司

白酒甲醇含量检验测量过程不确定度评定

一、概述

- 1.1 测量依据：GB 5009.266-2016 《食品安全国家标准食品中甲醇的测定》
- 1.2 环境条件：温度：（22-28）℃；湿度：30%RH-70%RH
- 1.3 测量设备：气相色谱仪，型号：8860, 测量范围（0-1）g/L，, 定性重复性 0.1%, 检测限：0.13%
- 1.4 测量对象：白酒甲醇含量检验
- 1.5 测量方法：

取实验室样品进行试样制备，每次量取不超过 100mL。分别吸取 10mL 甲醇系列标准工作溶液于 5 个试管中，加入 0.01mL 叔戊醇标准溶液，混匀。将制备的试样溶液注入气相色谱仪中，以保留时间定性，同时记录甲醇和叔戊醇色谱峰面积的比值，根据标准曲线得到待测液中甲醇的深度。

- 1.6 样品测定：按照仪器测试条件测定样品。每个样品平行测定两次。

二、测量模型：

$$X = p \quad (\text{测量值直接读取})$$

式中：X——试样中甲醇的含量，单位：mg/L；

p——从标准曲线中得到试样溶液甲醇的浓度，单位：mg/L。

三、标准不确定度分量来源分析

- 1、由测量重复性带来的不确定度；
- 2、由测量设备引入的不确定度；

四、标准不确定度分量的评定

- 1. 测量重复性引入的标准不确定度 u_1 ，采用 A 类评定方法，对样品进行 5 次重复测量，数据如下：单位：mg/L

测量次数 n	1	2	3	4	5	平均值
测量值（甲醇含量）	9.389	9.399	9.340	9.372	9.369	9.3716
测量次数 n	6	7	8	9	10	
测量值（甲醇含量）	9.367	9.398	9.376	9.347	9.359	

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{(n-1)}} = 0.0199$$

由于每个样品平行测定两次，取 2 次平均值，则：

$$u_1 = s/\sqrt{n} = 0.0199/\sqrt{2} = 0.014 \quad (\text{mg/L})$$

2. 由气相色谱仪带来的不确定度 u_2 ，采用 B 类评定方法

测量设备的实际检测限毫克每升 (mg/L) 误差：0.13%，即 $1\text{mg/L} \times 0.13\% = 0.0013\text{mg/L}$ ，

则：满量程 1g/L (1000mg/L) 最大误差为 $1000\text{mg/L} \times 0.0013\text{mg/L} = 1.3\text{mg/L}$ ，属于均匀分布，取 $k = \sqrt{3}$

$$u_2 = 1.3/\sqrt{3} = 0.751 \quad (\text{mg/L})$$

五、合成标准不确定度 u_c

不确定度来源	类型	分布	包含因子	符号	数值 (mg/L)
重复测量引入的不确定度分量	A	正态	1	u_1	0.014
气相色谱仪引入的不确定度分量	B	均匀	$\sqrt{3}$	u_2	0.751

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2} = \sqrt{0.014^2 + 0.751^2} = 0.751$$

六、扩展不确定度 U ，取包含因子 $k=2$

$$U = k \cdot u_c = 0.751 \times 2 = 1.502\text{mg/L} \quad (k=2)$$

评定员：杨勤环

审核：曾瑶