

气质联用法测定 EVA 材料中 BHT 含量的测量不确定度

李剑波,熊菁菁

(广州市纤维产品检测院,广东 广州 510220)

摘要:介绍了气相色谱-质谱联用法测定 EVA 材料中 2,6-二叔丁基-4-甲苯酚(BHT)测量不确定度的评定方法。对测量不确定度的来源进行了分析,建立了各不确定度分量的数学模型,并对各不确定度分量进行了量化。当 EVA 材料中 BHT 含量为 2.85 mg/kg 时,其扩展不确定度为 0.88 mg/kg(k=2)。

关键词:测量不确定度;2,6-二叔丁基-4-甲苯酚;GC-MS;EVA 材料

中图分类号:TS 190.92

文献标识码:A

文章编号:1673-0356(2014)01-0050-04

测量不确定度是与测量结果关联的一个参数,用于表征合理赋予被测量值的分散性。为增加测定结果的准确性,参考测量不确定度的规定文献^[1-3],进行了 EVA 材料中 BHT 含量测量不确定度的评价。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

仪器:气相色谱-质谱联用仪(7890A-5975C, Agilent),电子天平(感量为 0.1 mg, XS105, 梅特勒)。

试剂:2,6-二叔丁基-4-甲苯酚标准品(BHT, 99.5%, Dr. Ehrenstorfer),内标物十四酸甲酯标准品(MM, 99.5%, Fluka)。

1.2 实验方法

称取 1.000 0 g 样品放入锥形瓶中,加入 25 ml 的内标溶液后具塞,放入振荡器中,室温振摇,过滤后待测。使用气质联用仪测定系列标准溶液和内标溶液,按照测定结果建立线性方程。对样品溶液测定,利用线性方程直接给出样液中的 BHT 含量。

1.3 数学模型

按下式(1)计算测定结果。

$$W = \frac{A_i \times c_i \times V \times A_{isc}}{A_{is} \times m \times A_{iss}} \quad (1)$$

式中 W ——样品中 BHT 的含量(mg/kg); A_i ——样液中 BHT 的峰面积; A_{is} ——标液中 BHT 的峰面积; C_i ——标准溶液中 BHT 的浓度($\mu\text{g/mL}$); V ——样品提取液体积(25 ml); m ——称取试样的质量(g); A_{isc} ——标准溶液中内标 MM 的峰面积; A_{iss} ——样液中内标 MM 的峰面积。

1.4 不确定度来源分析

EVA 材料中 BHT 含量的测量不确定度主要包括以下几个方面来源:

- (1)样品称量引入的不确定度;
- (2)提取溶液体积引入的不确定度;
- (3)样液浓度引入的不确定度;
- (4)样液测试时内标峰面积引入的不确定度;
- (5)标样测试时内标峰面积引入的不确定度;
- (6)工作液中标样引入的不确定度;
- (7)标样浓度引入的不确定度;

根据以上分析画出整个测量过程中不确定度来源的因果图,如图 1 所示。

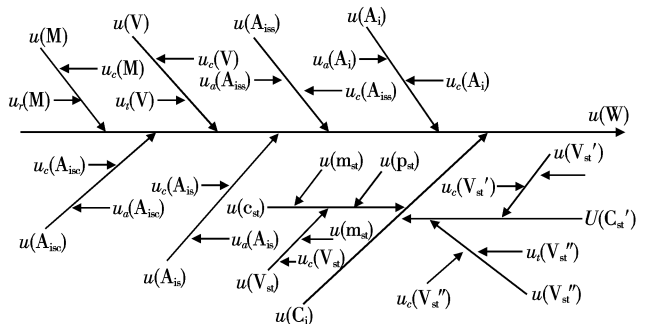


图 1 测量过程中不确定度来源的因果关系

1.5 不确定度分量的量化

1.5.1 样品称量产生的不确定度 $u(M)$

- (1)天平校准产生的不确定度 $u_c(M)$

称量时使用分辨率为 0.000 1 g 的电子天平,根据检定证书,该天平全量程法定允差为 $\pm 0.000 4$ g。由于检定结果较为可靠,可假定正态分布,自由度为 ∞ ,置信概率为 99%,则 $u_c(M) = 0.000 4/\sqrt{3} = 2.31 \times 10^{-4}$ g。

- (2)天平分辨率产生的不确定度 $u_r(M)$

收稿日期:2013-06-11

作者简介:李剑波(1981-),男,助理工程师,主要从事纺织品检验工作。

天平分辨率为 0.000 1 g, $u_r(M) = 0.000 1 \text{ g}/\sqrt{3} = 5.77 \times 10^{-5} \text{ g}$ 。

(3) 样品质量 M 的不确定度 $u(M)$

$$u(M) = \sqrt{u_c^2(M) + u_r^2(M)} = 2.831 \times 10^{-4} \text{ g}$$

称量分皮重和毛重 2 次, 即 $M = M_{\text{gross}} - M_{\text{tare}}$, 因此 $u(M_s) = \sqrt{2} \times 1.450 \times 10^{-4} = 2.050 \times 10^{-4} \text{ g}$, 自由度为 ∞ 。

$$u_{\text{rel}}(M) = \frac{u(m)}{m} = 2.050 \times 10^{-4} \text{ g}$$

1.5.2 样品提取液体积产生的不确定度 $u(V)$

(1) 移液管校准产生的不确定度 $u_c(V)$

移取样品提取液时使用 25 ml A 级分度吸量管, 根据玻璃量器检定规程, 25 ml A 级分度吸量管容量允差为 $\pm 0.100 \text{ ml}$, 假定均匀分布, 则 $u_c(V) = 0.100/\sqrt{3} = 0.173 2 \text{ ml}$ 。

(2) 移液温度与校准温度不同产生的不确定度 $u_t(V)$

移液管校准温度为 20°C , 假定移液时温度在 $(20 \pm 10)^\circ\text{C}$ 的范围内, 正己烷的膨胀系数为 1.36×10^{-3} , 远大于玻璃容器的容积膨胀系数, 可忽略温度对玻璃容积的影响, 则温度变化引起的体积变化范围为 $\pm 10 \times 25 \times 1.39 \times 10^{-3} = \pm 0.347 5 \text{ ml}$ 。

假定均匀分布, 则 $u_t(V) = 0.347 5/\sqrt{3} = 0.201 \text{ ml}$ 。

(3) 样品提取液体积 V 的不确定度 $u(V)$

$u(V) = \sqrt{u_c^2(V) + u_t^2(V)} = 0.265 \text{ ml}$, 自由度为 ∞ 。

$$u_{\text{rel}}(V) = \frac{u(V)}{V} = 0.011$$

1.5.3 样液测量产生的不确定度 $u(A_i)$

(1) 随机因素产生的 A 类不确定度 $u_a(A_i)$

同一样品由不同的人员, 在不同的时间重复测量 7 次, 得数据如表 1 所示。

表 1 样品重复测量数据

序号	1	2	3	4	5	6	7
峰面积	67 007	69 139	52 167	52 457	58 648	57 461	57 885

$$\bar{A} = 59 252$$

$$u_a(A_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (A_i - \bar{A})^2}{7-1}} = 6 579.047$$

自由度 $\gamma_a = 6$ 。

(2) GC-MSD 校准产生的不确定度 $u_c(A_i)$

根据 GC-MSD 校准证书, 其面积不确定度为 5.5%, $k=2$, 自由度 $\gamma_c = \infty$, $u_c(A_i) = 59 252 \times 5.5\%/2 = 1 629.43$ 。

(3) 样液峰面积 A 的不确定度 $u(A_i)$

$$u(A_i) = \sqrt{u_a^2(A_i) + u_c^2(A_i)} = 6 777.83$$

$$\text{自由度 } \nu(A_i) = \frac{u^4(A_i)}{\frac{u_a^4(A_i)}{\nu_a} + \frac{u_c^4(A_i)}{\nu_c}} = 6.8$$

$$u_{\text{rel}}(A_i) = \frac{u(A_i)}{A} = 0.114 4$$

1.5.4 样液中内标 MM 的不确定度 $u(A_{\text{iss}})$

(1) 随机因素产生的 A 类不确定度 $u_a(A_{\text{iss}})$

同一样品由不同的人员, 不同时间重复测量 7 次, 得数据见表 2 所示。

表 2 样品重复测量数据

序号	1	2	3	4	5	6	7
峰面积	1 765 459	1 805 448	1 604 757	1 462 321	1 558 317	1 432 602	1 523 899

$$\bar{A}_{\text{iss}} = 1 593 252.6$$

$$u_a(A_{\text{iss}}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^7 (A_{\text{iss}} - \bar{A}_{\text{iss}})^2}{7-1}} = 143 640.988$$

自由度 = 6。

(2) GC-MSD 校准产生的不确定度 $u_c(A_{\text{iss}})$

$u_c(A_{\text{iss}}) = 1 593 257.6 \times 5.5\%/2 = 43 814.583$, 自由度为 ∞ 。

(3) 样液峰面积 A 的不确定度 $u(A_{\text{iss}})$

$$u(A_{\text{iss}}) = \sqrt{u_a^2(A_{\text{iss}}) + u_c^2(A_{\text{iss}})} = 150 174.74$$

$$\text{自由度 } \nu(A_{\text{iss}}) = \frac{u^4(A_{\text{iss}})}{\frac{u_a^4(A_{\text{iss}})}{\nu_a} + \frac{u_c^4(A_{\text{iss}})}{\nu_c}} = 7.2$$

$$u_{\text{rel}}(A_{\text{iss}}) = \frac{u(A_{\text{iss}})}{A_{\text{iss}}} = 0.094 3$$

1.5.5 内标溶液浓度产生的不确定度 $u(C_{\text{ist}})$

(1) 内标贮备溶液浓度产生的不确定度 $u(C_{\text{ist}}')$

a. 内标称量产生的不确定度 $u(m)$

称量时使用分辨率为 0.000 1 g 的电子天平, 根据检定证书, 该天平全量程法定允差为 $\pm 0.000 4 \text{ g}$, $u(m) = \sqrt{2}u_c(m) \sqrt{2} \times 1.450 \times 10^{-4} = 2.050 \times 10^{-4} \text{ g}$

b. 内标纯度产生的不确定度 $u_c(p_{\text{ist}})$

根据标准品证书, BHT 纯度为 $(99.5 \pm 0.5)\%$, 假定均匀分布, 则 $u_c(p_{\text{ist}}) = 0.5\%/\sqrt{3} = 0.29\%$ 。

c. 内标储备液定容体积产生的不确定度 $u(V_{\text{ist}})$

标准储备液定容时使用 500 ml A 级容量瓶, 根据

玻璃量器检定规程,其容量允差为±0.25 ml。

$$u_c(V_{ist}) = 0.144 \text{ ml}, u_t(V_{ist}) = 3.926 \text{ ml}$$

$$u(V_{ist}) = \sqrt{u_c^2(V_{ist}) + u_t^2(V_{ist})} = 3.929 \text{ ml}$$

d. 内标储备液浓度的不确定度 $u(C_{ist}')$

根据公式 $C_{ist} = \frac{m \times p}{V_{st}}$ 可得 $C_{ist} = 0.5000 \times 10^6 \times$

$$99.5\%/500 = 995 \mu\text{g/ml}$$

$$\left[\frac{u(C_{ist}')}{C_{ist}'}\right]^2 = \left[\frac{u(m)}{m}\right]^2 + \left[\frac{u(p)}{p}\right]^2 + \left[\frac{u(V_{ist})}{V_{ist}}\right]^2 = 7.445 \times 10^{-5}$$

$$u_{rel}(C_{ist}') = 0.0086$$

$$u(C_{ist}') = (7.445 \times 10^{-5})^{1/2} \times C_{ist}' = 8.557 \mu\text{g/ml}$$

由于 $u(m)$, $u(p)$, $u(V_{ist})$ 的自由度为 ∞ ,因此 $u(C_{ist}')$ 自由度为 ∞ 。

(2) 内标工作溶液配置产生的不确定度 $u(C_{ist}'')$

a. 内标储备液移取体积产生的不确定度 $u(V_{ist}')$

移取内标储备液时,使用 5 ml A 级单标线移液管,根据玻璃量器检定规程,其容量允差为±0.100 ml。

$$u_c(V_{ist}') = 0.0046 \text{ ml}, u_t(V_{ist}') = 0.0393 \text{ ml}$$

$$u(V_{ist}') = \sqrt{u_c^2(V_{ist}') + u_t^2(V_{ist}')} = 0.0396 \text{ ml}$$

b. 内标工作液定容体积 V_{ist}'' 的不确定度 $u(V_{ist}'')$

内标工作液定容时,使用 500 ml A 级容量瓶,根据玻璃量器检定规程,其容量允差为±0.25 ml。

$$u_c(V_{ist}'') = 0.144 \text{ ml}, u_t(V_{ist}'') = 3.926 \text{ ml}$$

$$u(V_{ist}'') = \sqrt{u_c^2(V_{ist}'') + u_t^2(V_{ist}'')} = 3.929 \text{ ml}$$

c. 内标工作液浓度 C_{ist} 的不确定 $u(C_{ist}'')$

根据公式 $C_{ist}'' = \frac{C_{ist}' \times V_{ist}'}{V_{ist}''}$ 可得 $C_{ist}'' = 995 \times$

$$5/500 = 9.95 \mu\text{g/ml}$$

$$\left[\frac{u(C_{ist}'')}{C_{ist}''}\right]^2 = \left[\frac{u(C_{ist}')}{C_{ist}'}\right]^2 + \left[\frac{u(V_{ist}')}{V_{ist}'}\right]^2 + \left[\frac{u(V_{ist}'')}{V_{ist}''}\right]^2 = 2.0344 \times 10^{-4}$$

$$u_{rel}(C_{ist}'') = 0.0143$$

$$u(C_{ist}'') = (2.0344 \times 10^{-4})^{1/2} \times 9.95 = 0.142 \mu\text{g/ml}$$

由于 $u(C_{ist}')$, $u(V_{ist}')$, $u(V_{ist}'')$ 的自由度为 ∞ ,因此 $u(C_{ist}'')$ 自由度为 ∞ 。

1.5.6 标准储备液浓度产生的不确定度 $u(C_{st})$

(1) 标准品称量产生的不确定度 $u(m_{st})$

称量时使用分辨率为 0.0001 g 的电子天平,根据

检定证书,该天平全量程法定允差为±0.0004 g, $u(m_{st}) = \sqrt{2} u_c(m_{st}) = \sqrt{2} \times 1.450 \times 10^{-4} = 2.050 \times 10^{-4} \text{ g}$ 。

(2) 标准品纯度产生的不确定度 $u(p_{st})$

根据标准品证书,BHT 纯度为 $99.9 \pm 0.5\%$,假定均匀分布,则 $u(p_{st}) = 0.5\%/\sqrt{3} = 0.29\%$ 。

(3) 标准储备液定容体积产生的不确定度 $u(V_{st})$

标准储备液定容时使用 100 ml A 级容量瓶,根据玻璃量器检定规程,其容量允差为±0.10 ml。

$$u_c(V_{st}) = 0.058 \text{ ml}, u_t(V_{st}) = 0.803 \text{ ml}$$

$$u(V_{st}) = \sqrt{u_c^2(V_{st}) + u_t^2(V_{st})} = 0.805 \text{ ml}$$

(4) 标准储备液浓度 C_{st} 的不确定度 $u(C_{st})$

根据公式 $C_{st} = \frac{m \times p}{V_{st}}$ 可得 $C_{st} = 0.1001 \times 10^6 \times$

$$99.9\%/100 = 999.999 \mu\text{g/ml}$$

$$\left[\frac{u(C_{st})}{C_{st}}\right]^2 = \left[\frac{u(m_{st})}{m_{st}}\right]^2 + \left[\frac{u(p_{st})}{p_{st}}\right]^2 + \left[\frac{u(V_{st})}{V_{st}}\right]^2 = 7.742 \times 10^{-5}$$

$$u_{rel}(C_{st}) = 8.799 \times 10^{-3}$$

$$u(C_{st}) = (7.742 \times 10^{-5})^{1/2} \times C_{st} = 8.799 \mu\text{g/ml}$$

由于 $u(m)$, $u(p)$, $u(V_{st})$ 的自由度为 ∞ , $u(C_{st})$ 自由度为 ∞ 。

1.5.7 标准工作液浓度产生的不确定度 $u(C_{st}')$

(1) 标准储备液移取体积 V_{st}' 产生的不确定度 $u(V_{st}')$

移取标准储备液时,使用 1 ml A 级单标线移液管,根据玻璃量器检定规程,其容量允差为±0.008 ml。

$$u_c(V_{st}') = 0.0046 \text{ ml}, u_t(V_{st}') = 0.008 \text{ ml}$$

$$u(V_{st}') = \sqrt{u_c^2(V_{st}') + u_t^2(V_{st}')} = 0.009 \text{ ml}$$

(2) 标准工作液定容体积的不确定度 $u(V_{st}'')$

标准工作液定容时,使用 100 ml A 级容量瓶,根据玻璃量器检定规程,其容量允差为±0.10 ml。

$$u_c(V_{st}'') = 0.058 \text{ ml}, u_t(V_{st}'') = 0.803 \text{ ml}$$

$$u(V_{st}'') = \sqrt{u_c^2(V_{st}'') + u_t^2(V_{st}'')} = 0.805 \text{ ml}$$

(3) 标准工作液浓度的不确定 $u(C_{st}')$

根据公式 $C_{st}' = \frac{C_{st} \times V_{st}''}{V_{st}'}$ 可得 $C_{st}' = 999.999 \times$

$$1/100 = 10.00 \mu\text{g/ml}$$

$$\left[\frac{u(C_{st}')}{C_{st}'}\right]^2 = \left[\frac{u(C_{st})}{C_{st}}\right]^2 + \left[\frac{u(V_{st}'')}{V_{st}''}\right]^2 + \left[\frac{u(V_{st}')}{V_{st}'}\right]^2 = 2.1901 \times 10^{-4}$$

$$u_{rel}(C_{st}') = 0.0148$$

$$u(C_{st}') = (2.1901 \times 10^{-4})^{1/2} \times 10.00 = 0.15 \mu\text{g/ml}$$

由于 $u(C_{st})$, $u(V_{st}')$, $u(V_{st}'')$ 的自由度为 ∞ , 因此 $u(C_i)$ 自由度为 ∞ 。

1.5.8 标准工作液处理 BHT 的不确定度 $u(A_{is})$

(1) 标准工作液峰面积 A_{is} 的不确定度 $u_a(A_{is})$

标准工作液重复测量 6 次, 所得 BHT 峰面积数据如表 3 所示。

表 3 标准工作液重复测量数据

序号	1	2	3	4	5	6
峰面积	5 388 984	5 365 207	5 394 876	5 389 632	5 376 019	5 413 251

$$\bar{A}_{is} = 5\,387\,944.83$$

$$u_a(A_{is}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (A_{is} - \bar{A}_{is})^2}{6-1}} = 16\,441.34$$

自由度为 5。

(2) GC-MSD 校准产生的不确定度 $u_c(A_{is})$

$$u_c(A_{is}) = 5\,387\,944.83 \times 5.5\% / 2 = 148\,169.86,$$

自由度为 ∞ 。

(3) 标准工作溶液峰面积 A_s 的不确定度 $u(A_{is})$

$$u(A_{is}) = \sqrt{u_a^2(A_{is}) + u_c^2(A_{is})} = 149\,079.26$$

$$\text{自由度 } \nu(A_{is}) = \frac{u^4(A_{is})}{\frac{u_a^4(A_{is})}{\nu_a} + \frac{u_c^4(A_{is})}{\nu_c}} = 33\,796.7$$

$$u_{rel}(A_{is}) = \frac{u(A_{is})}{\bar{A}_{is}} = 0.0277$$

1.5.9 标准工作液处理内标 MM 的不确定度 $u(A_{isc})$

(1) 标准工作液内标峰面积 A_{st}' 的不确定度 $u_a(A_{isc})$

标准工作液重复测量 6 次, 所得 MM 峰面积数据如表 4。

表 4 标准工作液重复测量数据

序号	1	2	3	4	5	6
峰面积	1 665 385	1 689 025	1 673 508	1 689 381	1 701 980	1 698 998

$$\bar{A}_{isc} = 1\,686\,379.5$$

$$u_a(A_{isc}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^6 (A_{isc} - \bar{A}_{isc})^2}{6-1}} = 14\,318.20$$

自由度为 5。

(2) GC-MSD 校准产生的不确定度 $u_c(A_{isc})$

$$u_c(A_{isc}) = 1\,686\,379.5 \times 5.5\% / 2 = 46\,375.44,$$
 自

由度为 ∞ 。

(3) 标准工作溶液峰面积 A_s 的不确定度 $u(A_{isc})$

$$u(A_{isc}) = \sqrt{u_a^2(A_{isc}) + u_c^2(A_{isc})} = 48\,535.47$$

$$\text{自由度 } \nu(A_{isc}) = \frac{u^4(A_{isc})}{\frac{u_a^4(A_{isc})}{\nu_a} + \frac{u_c^4(A_{isc})}{\nu_c}} = 660.17$$

$$u_{rel}(A_{isc}) = \frac{u(A_{isc})}{\bar{A}_{isc}} = 0.0287$$

2 结果与分析

2.1 合成不确定度 $u_c(W)$

根据公式 $W = \frac{A_i \times c_i \times V \times A_{isc}}{A_{is} \times m \times A_{iss}}$, BHT 的浓度:

$$W = \frac{58109.1 \times 10 \times 25 \times 1686379.5}{5387944.83 \times 1.000 \times 1593257.6} = 2.85$$

mg/kg

不确定度分量汇总表如表 5 所示。

表 5 不确定度分量汇总表

分量	来源	评定方法	分布	相对不确定度
$u(m)$	分析天平样品称量	B类	均匀分布	0.0002
$u(V)$	提取溶剂体积	B类	均匀分布	0.0110
$u(c_i)$	标准工作溶液浓度	A类		0.0148
$u(A_i)$	样品峰面积	A类	正态分布	0.1144
$u(A_{is})$	工作溶液峰面积	A类	正态分布	0.0277
$u(A_{iss})$	样品中内标物峰面积	A类	正态分布	0.0943
$u(A_{isc})$	工作溶液中内标物峰面积	A类	正态分布	0.0287

根据表 1 数据计算合成不确定度如下式:

$$\left[\frac{u_c(W)}{W} \right] = \left[\frac{u(A_i)}{A_i} \right] + \left[\frac{u(A_{is})}{A_{is}} \right] + \left[\frac{u(C_i)}{c_i} \right] +$$

$$\left[\frac{u(V)}{V} \right] + \left[\frac{u(m)}{m} \right] + \left[\frac{u(A_{isc})}{A_{isc}} \right] + \left[\frac{u(A_{iss})}{A_{iss}} \right] = 0.0239$$

$$u_{c,rel}(W) = 0.155$$

$$u_c(W) = 0.155 \times 2.85 = 0.44 \text{ mg/kg}$$

2.2 扩展不确定度

取 $k=2$, 则扩展不确定度 $u = 2 \times 0.44 = 0.88$ mg/kg。

3 结论

(1) 样品中 BHT 含量为 (2.85 ± 0.88) mg/kg, 报告的扩展不确定度是由合成不确定度乘以包含因子 $k=2$ 得到的, 对应于正态分布约 95% 的置信概率。

(2) 合成不确定度 $u_c(W)$ 的主要来源为样品 GC-MSD 峰面积的不确定度 $u(A)$ 、样品溶液中内标物 GC-MSD 峰面积的不确定度 $u(A_{iss})$ 、(下转第 55 页)

表2 棉纤维的 d 值

样 品	溶前试样 干质量/g	溶后试样 干质量/g	d 值	d 值平均值
1	0.935 1	0.898 6	1.040 6	1.039 5
2	0.896 7	0.860 7	1.041 8	
3	1.011 4	0.981 8	1.030 1	
4	0.995 6	0.956 4	1.041 0	
5	0.956 9	0.918 7	1.041 6	
6	1.005 6	0.967 0	1.039 9	
7	0.986 3	0.948 3	1.040 1	
8	0.948 2	0.910 9	1.040 9	

表3 棉/莱赛尔混纺样品的棉含量

样 品	纤维实际含量 (棉/莱赛尔)	实验所得纤维含量 (棉)	绝对误差
1	15.3%/84.7%	14.7%	0.6
2	25.4%/74.6%	25.0%	0.4
3	34.9%/65.1%	35.4%	0.5
4	46.1%/54.9%	45.8%	0.3
5	55.9%/44.1%	56.1%	0.2
6	65.3%/34.7%	65.6%	0.3
7	74.9%/25.1%	74.4%	0.5
8	85.4%/14.6%	84.7%	0.7
误差平均值		0.4	

3 结论

用 AATCC-20A 中的 59.5% 硫酸法对棉/莱赛尔混纺产品做定量分析时,莱赛尔纤维不能完全溶解,把溶解温度提高到 30 ℃,时间延长到 40 min 时,莱赛尔纤维可完全溶解,且对棉纤维损伤也不大,测定结果较为准确。

参考文献:

- [1] 杭伟明. 纤维化学及面料[M]. 北京:中国纺织出版社, 2009.
- [2] AATCC Test Method 20A-2010 Fiber Analysis; Quantitative[S].

Improvement of Component Testing Method for Cotton/Lyocell Blended Product

ZHOU Fen

(Guangdong Vocational Technology College, Foshan 528500, China)

Abstract: Lyocell fiber could not fully dissolve when quantitative analysis of cotton and regenerated cellulose fiber blended products by sulfuric acid method of AATCC-20A method. It had great influence on the experimental results. The component testing method of cotton/lyocell blended product for quantitative analysis was improved.

Key words: cotton/lyocell blended fabric; sulfuric acid method; quantitative analysis

(上接第 53 页)

标准工作液 GC-MSD 峰面积的不确定度 $u(A_{is})$, 标准工作液中内标物 GC-MSD 峰面积的不确定度 $u(A_{isc})$ 、样品提取液体积 V 产生的不确定度 $u(V)$ 及标准工作液浓度的不确定度 $u(C_i)$ 。样品称量产生的不确定度 $u(M)$ 对合成不确定度 $u_c(W)$ 的贡献可忽略。

(3) $u(A_i)$ 、 $u(A_{is})$ 、 $u(A_{isc})$ 、 $u(A_{iss})$ 主要来源于 A 类不确定度和 GC-MSD 校准产生的不确定度。其中样品溶液产生的不确定度 $u(A_i)$ 和 $u(A_{iss})$ 是 A 类

不确定度的主要来源,且这两个分量也是合成不确定度的主要来源。

参考文献:

- [1] 中国实验室国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估方法[M]. 北京:中国计量出版社,2002. 4-5.
- [2] JJF 1059-1999, 测量不确定度评定与表示[S].
- [3] JJG 196-2006, 常用玻璃量具检定规程[S].

Measurement Uncertainty for Determination of BHT in EVA Materials by GC-MS

LI Jian-bo, XIONG Jing-lei

(Guangzhou Fiber Product Testing Institute, Guangzhou 510220, China)

Abstract: The method of uncertainty evaluation for determination of BHT in EVA materials was introduced. The sources of uncertainty were analyzed, the mathematical model of each uncertainty component during the measuring process was established, and each uncertainty component was quantified. The determination result of BHT content was (2.85 ± 0.88) mg/kg ($k=2$).

Key words: uncertainty of measurement; BHT; GC-MS; EVA materials