



# 食品包装用树脂中灼烧残渣不确定度的评定

doi:10.3969/j.issn.1674-7100.2017.02.006

高龙美<sup>1</sup> 江小平<sup>1,2</sup>  
吴雄杰<sup>1,2</sup> 赵康<sup>1,2</sup>  
李志平<sup>1</sup> 王飞虎<sup>1</sup>  
方强<sup>1</sup>

1. 安徽省包装印刷产品质量  
监督检验中心  
安徽 桐城 231400
2. 国家高分子材料质量监督  
检验中心  
安徽 桐城 231400

**摘要:**以食品包装用聚乙烯树脂为例,根据 GB31604.6—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 树脂中灼烧残渣的测定》,对聚乙烯树脂的灼烧残渣进行了检测,并建立数学模型,分析和评定了测量重复性、天平称量过程以及结果数值修约对测量结果不确定度的影响。评定结果表明,该方法测定灼烧残渣中的不确定度主要来源于电子天平的最大允差和测量恒重要求的影响。在同一包含概率下,电子天平精度越高,测量不确定度越小,同时测量恒重要求越高,测量不确定度也相应越小;结果数值修约对测量结果不确定度也存在影响,应合理地对测量结果进行数值修约;测量重复性引入的不确定度影响也占有一定比例,可通过增加测量次数,避免人为误差,在一定程度上减小测量结果的不确定度。

**关键词:**食品包装;灼烧残渣;不确定度;聚乙烯树脂

**中图分类号:** TB487

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1674-7100(2017)02-0039-05

## 0 引言

测量结果不确定度的评定在检测、校准和合格评定中具有重要意义<sup>[1-5]</sup>。测量不确定度是根据所用信息,表征赋予被测量值分散性的非负参数<sup>[6]</sup>。测量不确定度是对测量结果的存疑程度,是测量结果不可分离的一部分。测量不确定度按其获得方法可分为 A、B 两类评定分量:A 类评定分量是通过在规定的测量条件下测得的量值采用统计分析方法进行的测量不确定度分量的评定,并可用标准偏差表征;B 类评定分量则是依据经验或其他信息进行估计,并以假定存在近似的“标准偏差”所表征的不确定度分量<sup>[6]</sup>。

检测人员进行检测时,首先要获得测量结果,其后才能对测量结果的可靠性进行分析。灼烧残渣是用于衡量制作食具、食品容器和食品用包装薄膜或其他食品用工具聚乙烯树脂的重要卫生指标之一,其

含量必须按照国家标准技术要求严格控制。灼烧残渣反映了食品包装用聚乙烯树脂中无机物污染的情况。这些无机物可能来自于生产过程中的一些添加剂,如抗氧剂、润滑剂等。由于这些添加剂对人体具有潜在危害,食品包装用聚乙烯树脂所生产的相关产品在与食品接触时,这些添加剂可能会迁入食品中,从而影响食品安全<sup>[7-10]</sup>。同时,灼烧残渣的检测结果直接影响食品包装用聚乙烯树脂的合格判定结果,因此,获得准确可靠的检测结果非常重要。

按照 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》<sup>[6]</sup>中评定不确定度的方法,本文给出了食品包装用聚乙烯树脂灼烧残渣测量结果的不确定度评定过程,对实验过程中涉及的检测方法、所用仪器设备、结果的数值修约等因素进行了分析,确定了主要的不确定度分量,并进行了相应计算和评定,建立了食品包装用聚乙烯树脂灼烧残渣测量结果不确定度的评

**收稿日期:** 2016-10-11

**作者简介:** 高龙美(1988-),女,安徽桐城人,安徽省包装印刷产品质量监督检验中心研究实习员,硕士,主要研究方向为包装材料检测及工艺, E-mail: gaolongmei8834@163.com

**通信作者:** 江小平(1971-),男,安徽桐城人,安徽省包装印刷产品质量监督检验中心助理工程师,主要研究方向为包装材料和食品检测及工艺, E-mail: 2381610576@qq.com

定方法。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器和材料

电子分析天平, AUY220型, 日本岛津公司; 电炉, W-1型, 南通金石实验仪器有限公司; 箱式高温电阻炉, 5-12型, 上海鸿都电子科技有限公司; 坩埚,  $\Phi 40\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ , 合肥贝特实验用品有限公司; 干燥器, 内径为 300 mm, 四川蜀玻(集团)有限责任公司; 聚乙烯树脂, 2426H, 某企业委托检验用样品, 白色颗粒。

### 1.2 测量原理

以食品包装用聚乙烯树脂经 800 °C 灼烧后的残渣表示无机物污染的情况。

### 1.3 测量方法

依据 GB31406.6—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 树脂中灼烧残渣的测定》, 对食品包装用聚乙烯树脂的灼烧残渣进行测定, 具体检测过程如下: 首先, 取洁净的坩埚置于高温电阻炉中, 于  $(800 \pm 25)\text{ °C}$  条件下灼烧 2 h 后, 冷却至约 200 °C 取出, 置于干燥器中冷却至室温, 再用电子天平称量坩埚的质量; 然后, 继续置于高温电阻炉中于  $(800 \pm 25)\text{ °C}$  条件下灼烧 30 min, 再冷却后称量其质量, 直至恒重 ( $m_1$ ); 其后, 用电子天平称取 5~10 g (精确至 0.1 mg) 的粒子试样 (试样的质量记为  $m_2$ ), 置于已灼烧至恒重的坩埚中, 先在电炉上碳化至无烟, 再放入  $(800 \pm 25)\text{ °C}$  高温电阻炉中灼烧 2 h, 冷却至约 200 °C 取出, 置于干燥器中冷却 30 min, 称量其质量, 再放入  $(800 \pm 25)\text{ °C}$  高温电阻炉中灼烧 30 min, 冷却称量其质量, 直至 2 次称量质量之差不超过 2.0 mg, 记下恒重后坩埚加残渣质量  $m_3$ 。

## 2 测量结果不确定度分析

### 2.1 数学模型的建立

根据 GB31604.6—2016, 食品包装用聚乙烯树脂试样的灼烧残渣公式为

$$X = \frac{100 \times (m_3 - m_1)}{m_2}, \quad (1)$$

式中:  $X$  为试样的灼烧残渣, g/100 g;  $m_1$  为空坩埚恒重后的质量, g;  $m_2$  为试样的质量, g;  $m_3$  为坩埚加灼烧残渣恒重后的质量, g。

### 2.2 测量结果

根据 GB31604.6—2016, 在实际检测工作中, 食品包装用聚乙烯树脂的灼烧残渣测量结果通过 2 次独立平行实验得到, 测量数据结果如表 1 所示。试样平均灼烧残渣为 0.052 20 g/100 g。

表 1 2 组平行样测量数据  
Table 1 Data measuring of two parallel samples

平行样	$m_1/\text{g}$	$m_2/\text{g}$	$m_3/\text{g}$	$X/(\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1})$
1	30.892 9	9.647 4	30.897 9	0.051 83
2	31.775 8	7.229 5	31.779 6	0.052 56

### 2.3 测量不确定度原理与因素分析

由于测量方法及环境不完善, 以及人们的认识具有局限性, 从某种意义上而言, 测量测得值只是被测量的估计值, 具有分散性。测量过程中产生的系统效应和随机效应均会导致测量不确定度的出现。虽然客观存在的系统误差是一个不变值, 但由于人们不能完全认知或掌握, 只能认为其是以某种概率分布存在于某个区域内, 而这种概率分布本身也具有分散性。因此, 对已认识的系统效应进行修正后的测量结果仍然只是被测量的估计值, 而修正值的不确定度以及随机效应导致的不确定度依然存在。在实际测量中, 有许多可能导致测量不确定度的来源<sup>[6]</sup>, 必须依据具体情况进行分析。分析时可以从被测量定义本身、测量仪器、测量环境、测量人员、测量方法等方面全面考虑, 尤其是对测量结果影响较大的不确定度来源, 尽量做到不遗漏、不重复。

在灼烧残渣测量的整个实验过程中, 测量结果不确定度的主要来源有以下几个方面: 1) 测量重复性引入的不确定度; 2) 天平称量过程包括天平波动和称量恒重要求所引入的不确定度; 3) 结果数值修约引入的不确定度。

## 3 测量结果不确定度分量的评定

### 3.1 测量重复性 $u_1(A)$ 引入的不确定度

测量重复性是指在一组重复性测量条件下的测量精密度。在重复性条件下, 对同一被测量  $X$  独立重复观测  $n$  次, 得到  $n$  个测得值  $x_i$  ( $i=1, 2, \dots, n$ ), 被测量  $X$  的最佳估计值是  $n$  个独立测得值的算术平均值  $\bar{x}$ , 如式 (2) 所示。单个测得值  $x_k$  的实验标准偏差  $S(x_k)$ , 按贝塞尔公式 (式 (3))<sup>[6]</sup> 计算。

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad (2)$$

$$s(x_k) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (3)$$

用 10 组 ( $n=10$ ) 试样测量重复性, 10 次测量均

是在重复条件下的独立测量, 因此可以利用贝塞尔公式计算灼烧残渣测定值的实验标准偏差  $s(x_i)$  来表征其测量重复性。测量重复性实验结果如表 2 所示。

表 2 测量重复性实验结果  
Table 2 Data for repeatability test

样品编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$m_1/\text{g}$	9.504 5	9.850 4	8.001 8	8.085 8	7.588 5	7.858 0	8.145 8	9.240 5	9.024 6	8.591 6
$m_2/\text{g}$	33.464 6	29.746 2	32.786 0	31.384 5	33.154 2	30.547 8	32.875 1	34.125 4	33.251 5	31.045 4
$m_3/\text{g}$	33.469 6	29.751 2	32.790 0	31.388 5	33.158 2	30.551 8	32.879 3	34.130 2	33.256 1	31.049 7
$x_i/(\text{g} \cdot 100 \text{ g}^{-1})$	0.052 61	0.050 76	0.049 99	0.049 47	0.052 71	0.050 90	0.051 56	0.051 95	0.050 97	0.050 05
$\bar{x}/(\text{g} \cdot 100 \text{ g}^{-1})$	0.051 097									

根据贝塞尔公式, 由表 2 中的数据计算求得单个测得值的实验标准偏差, 其计算公式为

$$s(x_i) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

计算所得结果为 0.001 104。

灼烧残渣实验测量结果  $X$  是通过 2 次 ( $m=2$ ) 平行实验并计算平均值得到, 则测量结果来源于测量重复性的  $A$  类不确定度  $u_1(A)$ , 其计算公式为

$$u_1(A) = s(x_i)/m^{1/2}$$

计算所得  $A$  类不确定度为 0.000 780 7。

测量重复性相对标准不确定度  $u_{r1}(A)$  的计算公式为

$$u_{r1}(A) = u_1(A)/X$$

计算所得结果为 0.014 96。

### 3.2 天平称量过程引入的不确定度

1) 天平波动引入的质量不确定度  $u_{B1}$

所用电子分析天平, 从检定证书查得其最大允差为  $\pm 0.5 \text{ mg}$ , 假定均匀分布, 包含因子  $k=3^{1/2}$ , 则电子分析天平一次称量所产生的标准不确定度分量  $u_{B1}$  为 0.288 7 mg。

2) 称量恒重要求引入的不确定度  $u_{B2}$

根据 GB31604.6—2016, 称量恒重要求指的是连续 2 次灼烧后称量之差不超过 2.0 mg。因此, 称量恒重过程最大允差为  $\pm 2.0 \text{ mg}$ 。假定均匀分布, 包含因子  $k=3^{1/2}$ , 则称量恒重要求所引入的标准不确定度  $u_{B2}$  为 1.154 7 mg。

由于天平波动和称量恒重要求产生的效应彼此独立不相关, 空坩埚恒重后的质量  $m_1$  和坩埚加灼烧残渣恒重后的质量  $m_3$  的合成标准不确定度计算公式为

$$u_c(m_1) = u_c(m_3) = (u_{B1}^2 + u_{B2}^2)^{1/2}$$

计算所得结果为 1.190 2 mg。

令  $m_{13}=m_3-m_1$ , 空坩埚恒重后的质量  $m_1$  和坩埚加灼烧残渣恒重后的质量  $m_3$  是彼此独立测量的, 则  $m_{13}$  引入的标准不确定度计算公式为

$$u_c(m_{13}) = \sqrt{u_c(m_1)^2 + u_c(m_3)^2}$$

计算所得结果为 1.683 3 mg。

$m_{13}$  的相对标准不确定度计算公式为

$$u_{r2}(m_{13}) = u_c(m_{13})/m_{13}$$

计算所得结果为 0.336 7。

### 3.3 试样质量 $m_2$ 引入的不确定度

试样质量是独立称量的, 与  $m_{13}$  无关。其不确定度主要由天平波动引入,  $u(m_2)=u_{B2}=0.288 7 \text{ mg}$ , 则试样质量  $m_2$  称量过程引入的相对标准不确定度计算公式为

$$u_{r3}(m_2) = u(m_2)/m_2$$

计算所得结果为 0.000 029 93。

### 3.4 结果数值修约引入的不确定度

实际工作中, 为了检测结果的规范性以及可比性, 需要根据相关国家标准中规定的技术要求或者客户提供的技术要求, 对检测结果进行数值修约。GB 9691—1988《食品包装用聚乙烯树脂卫生标准》中规定, 灼烧残渣  $\leq 0.20 \text{ g}/100 \text{ g}$ 。根据 GB/T 8170—2008《数值修约规则与极限数值的表示与判定》, 将测量结果修约到与标准规定的极限数值位数一致, 再与标准规定的极限数值进行比较和判定。因此, 数值修约的全宽为 0.01 g/100 g, 半宽为 0.005 g/100 g, 服从均匀分布, 包含因子  $k=3^{1/2}$ , 则结果数值修约引入的不确定度  $u_{B3}$  为 0.002 887 g/100 g, 那么, 结果

数值修约引入的相对标准不确定度  $u_{r4}$  为 0.055 31。

## 4 测量结果的合成标准不确定度计算和分析

测量结果的不确定度分量汇总如表 3 所示。

表 3 测量结果不确定度分量汇总

Table 3 Measurement uncertainty sources of the measurement result

不确定度	来源	类别	相对不确定度量序	量序
$u_{r1}(A)$	测量重复性	A 类	0.014 96	3
$u_{r2}(m_{13})$	天平校准和测量恒重要求	B 类	0.336 7	1
$u_{r3}(m_2)$	天平测量过程对试样质量的影响	B 类	0.000 029 93	4
$u_{r4}$	结果数值修约	B 类	0.055 31	2

各分量间不相关，可按如下公式进行计算。

1) 相对标准不确定度的合成

相对标准不确定度的合成计算公式为

$$u_{cr}(X) = \left\{ u_{r1}^2(A) + [1 \times u_{r2}(m_{13})]^2 + [-1 \times u_{r3}(m_2)]^2 + u_{r4}^2 \right\}^{1/2}$$

计算所得结果为 0.341 5。

2) 标准不确定度的合成

标准不确定度的合成计算公式为

$$u_c(X) = u_{cr}(X) \times X$$

计算所得结果为 0.017 83 g/100 g。

3) 测量结果扩展不确定度的计算与结果表示

为了测量结果间可以相互比较，按照惯例在确定扩展不确定度时，包含因子  $k$  取  $k=2$ ，包含概率约 95%， $u(X)=k \times u_c(X)$ ，计算所得结果为 0.035 66 g/100 g，该食品包装用聚乙烯树脂灼烧残渣测量结果为  $X=0.05$  g/100 g， $u(X)=0.04$  g/100 g， $k=2$ 。

## 4 结论

本文选用的聚乙烯树脂为某企业委托检验样品，其感官指标符合 GB9691—1988《食品包装用聚乙烯树脂卫生标准》的规定，无污染，无异物，不存在人为误差影响，因此样品本身对灼烧残渣的含量测定以及不确定度的量化分析影响可以忽略不计。

在聚乙烯树脂灼烧残渣的检测过程中，测量结果的不确定度主要来源于电子天平的最大允差和测量恒重要求的影响。在同一包含概率下，电子天平的最大允差越小，精度越高，测量不确定度越小；同时，

测量恒重要求越高，测量不确定度也相应越小。值得注意的是，结果数值修约对测量结果不确定度的影响同样不可忽略，所以要合理地对测量结果进行数值修约。测量重复性引入的不确定度影响也占有一定比例，因此，可以通过增加测量次数，避免人为误差，以在一定程度上减小测量结果的不确定度。

此外，本文中针对食品包装用聚乙烯树脂灼烧残渣所建立的测量结果不确定度评定方法也可以应用到其他类似食品包装用树脂测量结果的不确定度评定过程中。

## 参考文献:

- [1] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-CL01:2006 (ISO/IEC 17025:2005) 检测和校准实验室能力认可准则 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2005: 1-33. China National Accreditation Service for Conformity Assessment. CNAS-CL01:2006 (ISO/IEC 17025:2005) Accreditation Criteria for the Competence of Testing and Calibration Laboratories[S]. Beijing: China Standards Press, 2005: 1-33.
- [2] 王承忠. 测量不确定度原理及在理化检验中的应用 [J]. 理化检验 (物理分册), 2003, 39(7): 382-386. WANG Chengzhong. The Principle of Measurement Uncertainty and Its Application in Physical and Chemical Test[J]. Physical Testing and Chemical Analysis(Physical Testing), 2003, 39(7): 382-386.
- [3] 聂蕾. 药品包装材料和容器灼烧残渣测量不确定度评定 [J]. 化学工程师, 2012(5): 60-62. NIE Lei. Evaluation on Measurement Uncertainty of the Testing Result of Residue of Ignition in Some Drug Packing Materials and Containers[J]. Chemical Engineer, 2012(5): 60-62.
- [4] 臧慕文. 分析测试不确定度的评定与表示 (II) [J]. 分析实验室, 2005, 24(12): 85-90. ZANG Muwen. Evaluation and Expression of Uncertainty for Chemical Analysis and Measurement (II) [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2005, 24(12): 85-90.
- [5] 李志平, 吴雄杰, 汪佳, 等. 塑料复合膜、袋溶剂残留量不确定度评估 [J]. 包装工程, 2016, 37(17): 48-53. LI Zhiping, WU Xiongjie, WANG Jia, et al. Evaluation on Uncertainty of Solvent Residues in Plastic Laminated Films and Pouches[J]. Packaging Engineering, 2016, 37(17): 48-53.
- [6] 国家质量监督检验检疫总局. JJF 1059.1—2012 测量

- 不确定度评定与表示 [S]. 北京: 中国质检出版社, 2012: 1-53.  
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China. JJF 1059.1—2012 Evaluation and Expression of Uncertainty in Measurement[S]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2012: 1-53.
- [7] 杨博锋, 汤志旭, 高 昕. 食品塑料包装材料中单体和添加剂及其检测技术 [J]. 食品工业科技, 2012, 33(14): 392-395.  
YANG Bofeng, TANG Zhixu, GAO Xin. Monomers and Additives in Plastic Food Packaging Materials and Its Detection Technologies[J]. Science and Technology of Food Industry, 2012, 33(14): 392-395.
- [8] 秦 蓓. 塑料食品包装材料安全性研究现状 [J]. 包装工程, 2011, 32(19): 33-37, 42.  
QIN Bei. Progress of Plastic Food Packaging Safety Research[J]. Packaging Engineering, 2011, 32(19): 33-37, 42.
- [9] 薛 山, 赵国华. 食品包装材料中有害物质迁移的研究进展 [J]. 食品工业科技, 2012, 33(2): 404-409.  
XUE Shan, ZHAO Guohua. Research Progress on the Migration of Harmful Substances from Food Packaging Materials[J]. Science and Technology of Food Industry, 2012, 33(2): 404-409.
- [10] 戴宏民, 戴佩华. 食品包装材料的迁移规律及预防对策 [J]. 包装工程, 2012, 33(11): 32-36.  
DAI Hongmin, DAI Peihua. Migration of Food Packaging Materials and Its Preventive Measures[J]. Packaging Engineering, 2012, 33(11): 32-36.

## Evaluation of Uncertainty in Determination of Ignition Residue of Resin for Food Packaging

GAO Longmei<sup>1</sup>, JIANG Xiaoping<sup>1,2</sup>, WU Xiongjie<sup>1,2</sup>, ZHAO Kang<sup>1,2</sup>,  
LI Zhiping<sup>1</sup>, WANG Feihu<sup>1</sup>, FANG Qiang<sup>1</sup>

( 1. Anhui Provincial Package and Printing Quality Supervision and Inspection Center, Tongcheng Anhui 231400, China;  
2. China High Molecular Material Quality Supervision and Inspection Center, Tongcheng Anhui 231400, China )

**Abstract:** Taking the polyethylene resin for food packaging as an example, the determination of ignition residue of polyethylene resin was measured, the mathematical model was established and the impacts of sources of measurement uncertainty were analyzed and evaluated such as measurement repeatability, the weighing process and result data rounding according to GB31604.6—2016 “National Food Safety Standard Determination of Ignition Residues in Food Contact Materials and Products”. The evaluation results showed that the measurement uncertainty of ignition residue mainly came from the maximum tolerance of electronic scales and the requirement of constant weight. With the same coverage probability, the higher the precision of the electronic scale was, the smaller the measurement uncertainty would be, and the higher the constant weight requirement was, the smaller the uncertainty would be correspondingly. The result data rounding should be reasonable owing to its impact on the measurement uncertainty. Repeatability also exerted a certain proportion of the impact on the measurement uncertainty to avoid human error and reduce measurement uncertainty to a certain extent through increasing the number of measurements.

**Keywords:** food packaging; residue of ignition; uncertainty; polyethylene resin