

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定聚乙烯中 硼、铬、铅的不确定度评定

梁敏思, 刘洪涛*

(中山大学分析测试中心, 广东广州 510275)

摘要: 测量不确定度的评定是检验实验室技术能力的重要方式。此案例采用电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-OES) 测定聚乙烯中硼 (B)、铬 (Cr)、铅 (Pb) 元素含量, 并对其进行了不确定度评定。根据 GB/T 27418-2017《测量不确定度评定和表示》建立测定聚乙烯中 B、Cr、Pb 元素含量的计量学数学模型, 分析和量化各不确定度分量。分别计算其相对标准不确定度, 最终得到合成不确定度和扩展不确定度。

关键词: 不确定度评定; 电感耦合等离子体原子发射光谱法; 聚乙烯; 硼; 铬; 铅

中图分类号: O652.1

文献标识码: A

Uncertainty Evaluation in Determination of B, Cr and Pb in Polyethylene by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry

Liang Minsi, Liu Hongtao*

(Instrumental Analysis and Research Center of Sun Yat-sen University, Guangzhou 510275, China)

Abstract: The evaluation of measurement uncertainty is the important way to evaluate the technical ability of the laboratory. In this work, the contents of B, Cr and Pb in polyethylene were determined by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES), and the uncertainty was evaluated. According to GB/T 27418-2017 "Evaluation and Expression of Uncertainty in Measurement", a metrological model for determination of B, Cr and Pb in polyethylene was established. The relative standard uncertainties were calculated respectively. Finally, the combined uncertainty and expanded uncertainty were obtained.

Keywords: uncertainty evaluation; inductively coupled plasma optical emission spectrometry; polyethylene; B; Cr; Pb

塑料是一种用途广泛的高分子材料, 它给经济发展、科技进步、日常生活带来种种益处

和便利的同时，也给环境、公共安全、大众健康带来了潜在的危害。如最常用的塑料之一聚乙烯常出现在各种限制使用管理办法中。聚乙烯也是电子电器设备中极为常见的一种聚合材料，国际上制定了包括 RoHS 指令在内的一系列相关的法令，要求所有在欧盟市场出售的电子电气产品中镉 $\leq 0.01\%$ ，铅、汞、六价铬、阻燃剂 PBB 和 PBDE $\leq 0.1\%$ 。我国也制定了《电器电子产品有害物质限制使用管理办法》。针对塑料及其制品，我国还出台多个食品包装材料的标准，对塑料中有毒有害物质的限制做出明确的规定^[1-9]。

此案例对国家计量认证高校评审组所发放的高校实验室间的比对样品聚乙烯，采用电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-OES）测定其中硼（B）、铬（Cr）、铅（Pb）元素含量，并对其进行了不确定度评定^[10]，使最大程度上反映了测量结果的可靠性，不确定度评定过程如下。

1 测量方法简述

1.1 测试原理

试样中加入浓硝酸，经微波消解后，定容至一定体积制备成试样溶液，用 ICP-OES 检测，实验采用内标法定量（由于样品基体复杂，且实验中样品酸度较大，所以用锗（Ge）、铟（In）作为内标进行检测）。

1.2 测试过程

1.2.1 仪器、试剂及样品

① 所用仪器为 PerkinElmer Optima8300 全谱直读等离子体原子发射光谱仪，工作环境及对电源要求根据仪器说明书规定执行；

② 所用微波消解仪为 CEM Mars 6 型微波消解仪，超高压密闭消解罐；

③ 所用天平为 Sartoris 万分之一天平，经广东省计量科学院检定合格；

④ 移液器为 Gilson 公司量程为 10~100 μL 、100~1000 μL 、500~5000 μL 移液器，经广东省计量科学院检定；

⑤ 实验所用容量瓶均经广东省计量科学院检定或校准；

⑥ B（编号：17A021-1）、Cr（编号：14422）、Pb（编号：14358-1）单个标准储备液溶液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）购买自国家有色金属及电子材料分析测试中心；扩展相对不确定度均为 0.7%， $k=2$ ；

⑦ 所用浓硝酸（ HNO_3 ， $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ）为优级纯并经亚沸蒸馏纯化，所用超纯水由 Millipore 纯水机制备，电阻率大于 18.0 $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ ；

⑧ 测试样品为高校评审组组织实验室比对所发聚乙烯考核样品；

⑨ 采用的质控样为国家一级标准物质 GBW (E) 083092 聚乙烯有证标准物质（测定 Cr、Pb）和国家一级标准物质 GBW10028 黄芪有证标准物质（测定 B）。

1.3 方法步骤

1.3.1 标准系列溶液配制

实验用标准系列溶液按表 1 进行配制：

表 1 标准系列溶液配制表

系 列	项 目	配 制 浓 度 mg/L	编 号	上 一 级 储 备 液 浓 度 mg/L	吸 取 量 mL	溶 剂	定 容 体 积 mL	容 量 瓶 编 号
1	B	100	17A021-1	1000	5	5% HNO ₃	50	R50-130
	Cr	100	14422	1000	5			
	Pb	100	14358-1	1000	5			
2	B、Cr、b	2	本系列 1	100	0.5	5% HNO ₃	25	67104-5
3	B、Cr、Pb	1	本系列 1	100	0.25	5% HNO ₃	25	67104-1
4	B、Cr、Pb	0.5	本系列 1	100	0.25	5% HNO ₃	50	R50-132
5	B、Cr、Pb	0.2	本系列 3	1	5	5% HNO ₃	25	67104-7
6	B、Cr、Pb	0.1	本系列 3	1	2.5	5% HNO ₃	25	67104-8
7	B、Cr、Pb	0.05	本系列 3	1	2.5	5% HNO ₃	50	R50-134

1.3.2 试样溶液的制备

准确称量 200 mg 样品（精确至 0.1 mg）于高压密闭微波消解罐，加入 10 mL 浓硝酸，放置过夜，次日按表 2 微波消解程序进行样品消解，待消解完成冷却至室温后，开盖，少量多次转移、清洗样品溶液至 25 mL 容量瓶中，超纯水定容至刻度。考核样、质控样均平行

制备三个试样溶液，同时制备三个全程序空白。

表 2 微波消解程序

步骤	温度/°C	爬升时间/min	保持时间/min
1	230	30	30

1.3.3 上机测定

依次分析系列标准溶液以及样品。以标准溶液浓度为横坐标，对应的信号强度为纵坐标绘制标准曲线，做线性回归分析，得到标准曲线的回归方程。

2 数学模型

试样中元素含量的计算公式如公式（1）：

$$C_{\text{样}} = \frac{C_{\text{检}} \times V}{m \times 1000} \quad (1)$$

式中：

$C_{\text{样}}$ —— 试样中元素的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$C_{\text{检}}$ —— 试样溶液中元素的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —— 试样定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样的质量，单位为克（mg）；

从数学模型上看，各分量的灵敏度系数为 1。

3 不确定度来源的识别

不确定度主要来源包括（图 1）：

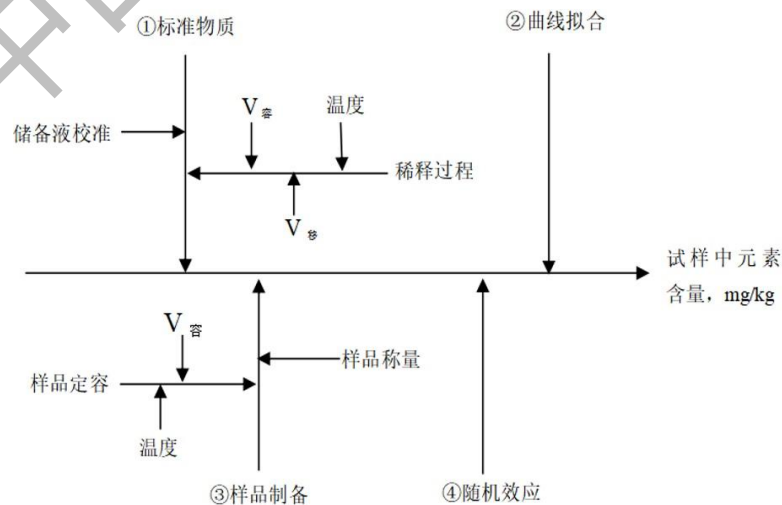


图 1 不确定度来源的识别

① 标准物质的不确定度：包括标准储备液的不确定度和稀释过程中引入的不确定度，标准系列浓度配制稀释过程的不确定度；

② 最小二乘法拟合标准曲线校准得出试样溶液浓度 $C_{\text{检}}$ 时所产生的不确定度；

③ 样品制备的不确定度来源：包括样品称量时的不确定度和定容时的不确定度；

④ 随机效应引入的不确定度。

4 各个分量不确定度的估算

4.1 标准物质的不确定度

4.1.1 标准储备液的不确定度

B、Cr、Pb 单个标准储备液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）购买自国家有色金属及电子材料分析测试中心；相对扩展不确定度均为 0.7%， $k=2$ ，计算出的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(C_{\text{储}})$ 见表 3，计算公式为公式（2）。

$$u_{\text{rel}}(C_{\text{储}}) = \frac{U_{\text{rel}}(C_{\text{储}})}{k} \quad (2)$$

式中：

$u_{\text{rel}}(C_{\text{储}})$ —— 标准储备液相对标准不确定度；

$U_{\text{rel}}(C_{\text{储}})$ —— 标准储备液相对扩展不确定度；

k —— 包含因子。

表 3 标准储备液的不确定度

元素	$U_{\text{rel}}(C_{\text{储}}), k=2$	$u_{\text{rel}}(C_{\text{储}})$
B	0.7 %	0.35 %
Cr	0.7 %	0.35 %
Pb	0.7 %	0.35 %

4.1.2 稀释过程中引入的不确定度

配制标准系列溶液过程中使用引入的不确定度包括：

① 可调移液器引入的不确定度：实验所用 100~1000 μL 、500~5000 μL 移液器，经广东省计量科学院检定合格，不确定度评定按检定规程中所用吸取量对应的允差按均匀分布进行 B 类评定，如吸取量落入规程中规定的两个级别中间，按允差较大者计算。

② 定容引入的不确定度：实验过程中挑选了经广东省计量科学研院校准的符合 B 级以上的容量瓶进行样品稀释，不确定度评定按容量瓶检定规程中所规定的允差按均匀分布进

行 B 类评定。

③温度引入的不确定度：本次实验过程中，温度与检定证书的温度一致，所以，因温度而引入的不确定度可以忽略不计。

稀释过程不确定度评定按公式（3）、（4）、（5）进行计算，结果列于表 4、表 5、表 6。

$$u(V) = \frac{E_{\text{检定}}}{\sqrt{3}} \quad (3)$$

$$u_{\text{rel}}(V) = \frac{u(V)}{V_{\text{标准}}} \quad (4)$$

$$u_{\text{rel},i,\text{总}}(V) = \sqrt{\sum_j u_{\text{rel},i,j}(V)^2} \quad (5)$$

式中：

$u(V)$ ——移液器或容量瓶定容引入的标准不确定度，单位为毫升（mL）；

$E_{\text{检定}}$ ——移液器或容量瓶检定规程中规定的允差，单位为毫升（mL）；

$u_{\text{rel}}(V)$ ——移液器或容量瓶定容引入的相对标准不确定度；

$V_{\text{标准}}$ ——移液器或容量瓶标称体积，单位为毫升（mL）；

$u_{\text{rel},i,\text{总}}(V)$ ——同一系列溶液配制过程中引入总的相对标准不确定度， i 表示对应的系列。

$u_{\text{rel},i,j}(V)$ ——同一系列溶液配制过程中单个溶液配制引入的相对标准不确定度， j 为对应不同的容量瓶或移液器。

表 4 配制 B、Cr、Pb 中间储备液 100 mg/L 时的不确定度， $i=1$

	j	$V1_{\text{标准}}/\text{mL}$	$E_{\text{检定}}/\text{mL}$	$u(V1) / \text{mL}$	$u_{\text{rel},1,j}(V1)$
容量瓶	1	50	0.1	0.058	0.12 %
移液器	2	5	0.03	0.017	0.34 %
$u_{\text{rel},1,\text{总}}(V1)$			0.36%		

表 5 配制 B、Cr、Pb 标准系列溶液时的不确定度， $i=2$

	j	$V2_{\text{标准}}/\text{mL}$	$E_{\text{检定}}/\text{mL}$	$u(V2) / \text{mL}$	$u_{\text{rel},2}(V2)$	
浓度 0.05 mg/L	1	容量瓶	50	0.06	0.035	0.070 %
	2	移液器	2.5	0.0125	0.0072	0.29 %
浓度 0.1 mg/L	3	容量瓶	25	0.06	0.035	0.14 %
	4	移液器	2.5	0.0125	0.0072	0.29 %

浓度 0.2 mg/L	5	容量瓶	25	0.06	0.035	0.14 %
	6	移液器	5	0.03	0.017	0.34 %
浓度 0.5 mg/L	7	容量瓶	50	0.08	0.046	0.092 %
	8	移液器	0.25	0.005	0.0029	1.2 %
浓度 1 mg/L	9	容量瓶	25	0.07	0.040	0.16 %
	10	移液器	0.25	0.005	0.0029	1.2 %
浓度 2 mg/L	11	容量瓶	25	0.009	0.0052	0.021 %
	12	移液器	0.5	0.005	0.0029	0.58 %
$u_{rel,2总}(V2)$				2.0 %		

4.1.3 标准物质引入的总不确定度计算

B、Cr、Pb 元素测定时，标准物质引入的总的相对标准不确定度 $u_{rel}(std)$ 按公式 (6) 进行计算，结果列于表 6。

$$u_{rel}(std) = \sqrt{u_{rel}(C_{储})^2 + u_{rel,1,总}(V1)^2 + u_{rel,2,总}(V2)^2} \quad (6)$$

表 6 标准物质引入的总不确定度

元素	B	Cr	Pb
$u_{rel}(std)$	2.1 %	2.1 %	2.1 %

4.2 最小二乘法拟合标准曲线校准得出 $C_{检}$ 时所产生的不确定度

对标准溶液系列进行 ICP-OES 检测，得到相应的光强度响应值 y_i ，经内标校准后的光强度响应值使用最小二乘法进行拟合，得到直线方程 $y_i = a + bC_i$ (a 为截距， b 为斜率) 及其相关系数 r ，见表 7、表 8。

表 7 最小二乘法拟合标准溶液质量浓度——内标校准后光强度响应值

i	$C_i/(mg/L)$	y_i		
		B	Cr	Pb
1	0	0	0	0
2	0.05	724	703	25
3	0.1	1482	1385	85
4	0.2	2988	2792	134
5	0.5	7508	6996	334
6	1	14727	14057	666
7	2	29562	28465	1313

表 8 最小二乘法拟合结果

元素	B	Cr	Pb
----	---	----	----

<i>a</i>	18.2	-51.1	4.4
<i>b</i>	14770	14220	655.8
<i>r</i>	0.999988	0.999979	0.999832

以拟合曲线为定量标准，本次实验一共对考核样、质控样 GBW(E)083092 和 GBW10028 进行了 3 次测量，得出平均质量浓度 $C_{\text{检}}$ 。见表 9。

表 9 试样溶液检测结果

样品	元素	$C_{\text{检},p}/(\text{mg/L})$			$C_{\text{检}}/(\text{mg/L})$
		$C_{\text{检},1}$	$C_{\text{检},2}$	$C_{\text{检},3}$	
考核样	B	0.118	0.122	0.119	0.120
	Cr	0.443	0.448	0.453	0.448
	Pb	0.950	0.920	0.926	0.932
GBW(E)083092	Cr	0.813	0.813	0.838	0.821
	Pb	0.743	0.768	0.763	0.758
GBW10028	B	0.126	0.132	0.135	0.131

最小二乘法拟合标准曲线校准得出 $C_{\text{检}}$ 时所产生的标准不确定度及相对标准不确定度由公式 (7) ~ (11) 计算。

$$C_{\text{平均值}} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n} \quad (7)$$

$$S(y) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_i - (a + bC_i)]^2}{n-2}} \quad (8)$$

$$S_{CC} = \sum_{i=1}^n (C_i - C_{\text{平均值}})^2 \quad (9)$$

$$u(C_{\text{检}}) = \frac{S(y)}{b} \cdot \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_{\text{检}} - C_{\text{平均值}})^2}{S_{CC}}} \quad (10)$$

$$u_{\text{rel}}(C_{\text{检}}) = \frac{u(C_{\text{检}})}{C_{\text{检}}} \times 100\% \quad (11)$$

式中：

$C_{\text{平均值}}$ ——标准溶液平均浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

C_i ——系列标准溶液浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

n ——标准溶液的测量次数；

$S(y)$ ——标准溶液质谱峰响应值残差的标准差；

y_i —— C_i 对应的光强度响应值；

a ——标准曲线截距；

b ——标准曲线斜率；

S_{CC} ——标准溶液质量浓度的残差的平方和；

$C_{\text{检}}$ ——试样溶液中元素的平均浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

p ——样品测试次数 3；

$u(C_{\text{检}})$ ——最小二乘法拟合标准曲线校准得出样品溶液平均浓度 $C_{\text{检}}$ 时所产生的标准不确定度，单位为毫克每升（mg/L）；

$u_{\text{rel}}(C_{\text{检}})$ ——最小二乘法拟合标准曲线校准得出样品溶液平均浓度 $C_{\text{检}}$ 时所产生的相对标准不确定度。

对三个平行聚乙烯考核样采用最小二乘法拟合标准曲线校准得出 $C_{\text{检}}$ 时所产生的不确定度进行计算，结果见表 10。

表 10 最小二乘法拟合标准曲线时引入的不确定度计算结果

样品	元素	n	p	$C_{\text{检}}$	$C_{\text{平均值}}$	$S(y)$	S_{CC}	$u(C_{\text{检}})$	$u_{\text{rel}}(C_{\text{检}})$
考核样	B	7	3	0.120	0.550	57.62	3.19	0.0029	2.4 %
	Cr	7	3	0.448	0.550	73.37	3.19	0.0036	0.80 %
	Pb	7	3	0.932	0.550	9.59	3.19	0.011	1.2 %
GBW(E)083092	Cr	7	3	0.821	0.550	73.37	3.19	0.0036	0.44 %
	Pb	7	3	0.758	0.550	9.59	3.19	0.010	1.3 %
GBW10028	B	7	3	0.131	0.550	57.62	3.19	0.0028	2.1 %

4.3 样品制备过程引入的不确定度

4.3.1 样品称量引入的不确定度

样品称量所用天平经广东省计量科学研究院检定合格。称量 200 mg 样品引入的不确定度根据 JJG 1036-2022《电子天平检定规程》^[1]规定使用最大允差应为检定最大允差的 2 倍，最大允差按均匀分布进行 B 类评定，故样品称量引入的不确定度按公式（12）、（13）计算，结果列于表 11（对于所有元素一致）。

$$u(m) = \frac{2 \times E_{\text{检定},m}}{\sqrt{3}} \quad (12)$$

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{u(m)}{m} \quad (13)$$

式中：

$u(m)$ ——称量引入的标准不确定度，单位为毫克（mg）；

$E_{\text{检定}, m}$ ——天平检定规程中规定的允差，单位为毫克（mg）；

$u_{\text{rel}}(m)$ ——称量引入的相对标准不确定度。

表 11 称量引入的不确定度计算结果

m/mg	$E_{\text{检定}, m}/(\text{mg})$	$u(m) /(\text{mg})$	$u_{\text{rel}}(m)$
200	0.5	0.58	0.29 %

4.3.2 定容引入的不确定度

使用 25 mL 的容量瓶定容， $E_{\text{检定}, V}$ 为容量瓶检定规程中规定的允差，这一过程引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$ 计算与 4.1.2 中的计算原理相同，结果见表 12（对于所有元素一致）。

表 12 样品定容引入的不确定度计算结果

$V_{\text{标准}}/\text{mL}$	$E_{\text{检定}, V}/\text{mL}$	$u(V) /\text{mL}$	$u_{\text{rel}}(V)$
25	0.03	0.017	0.068 %

本次实验过程中，温度与检定证书的温度一致，所以，因温度而引入的不确定度可以忽略不计。

4.3.3 样品制备引入的总的相对标准不确定度计算

计算由于样品制备引入的总的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(pre)$ 按公式（14）计算，结果列于表 13（对所有样品一致）：

$$u_{\text{rel}}(pre) = \sqrt{u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(V)^2} \quad (14)$$

表 13 样品制备引入的不确定度计算结果

元素	B	Cr	Pb
$u_{\text{rel}}(pre)$	0.30 %	0.30 %	0.30 %

4.4 测试过程中的随机效应导致的不确定度

根据公式（1）计算出 $C_{\text{样}}$ 结果见表 14，三次测量的随机效应导致的不确定度根据公式（15）、（16）计算，结果见表 15。

$$u(C_{\text{Rep}}) = \frac{SD}{\sqrt{3}} \quad (15)$$

$$u_{\text{rel}}(C_{\text{Rep}}) = \frac{u(C_{\text{Rep}})}{C_{\text{样}}} \quad (16)$$

式中：

SD ——为三次测量的偏差，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$u(C_{Rep})$ ——随机效应引入的标准不确定度，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$C_{样}$ ——试样中元素的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$u_{rel}(C_{Rep})$ ——随机效应引入的相对标准不确定度。

表 14 试样中元素含量

样品	元素	$C_{样,p}/(mg/kg)$			$C_{样}/(mg/kg)$
		$C_{样,1}$	$C_{样,2}$	$C_{样,3}$	
考核样	B	14.3	14.9	14.6	14.6
	Cr	53.6	54.7	55.5	54.6
	Pb	115	112	114	114
GBW(E)083092	Cr	104	100	105	103
	Pb	95.4	94.9	95.8	95.4
GBW10028	B	15.7	16.4	16.8	16.3

表 15 随机效应导致的不确定度

样品	元素	$u(C_{Rep})/(mg/kg)$	$u_{rel}(C_{Rep})$
考核样	B	0.18	1.2 %
	Cr	0.56	1.0 %
	Pb	0.74	0.65 %
GBW(E)083092	Cr	1.5	1.5 %
	Pb	0.25	0.26 %
GBW10028	B	0.33	2.0 %

4.5 相对合成标准不确定度、扩展不确定度的计算及结果表示

相对合成标准不确定度

相对合成标准不确定度 $u_{rel}(C)$ 由公式 (17) 计算，结果见表 16，不确定度各分量比例图见图 2。结果显示，标准物质引入的总不确定度普遍较大，而测试过程中的随机效应导致的不确定度较小。

$$u_{rel}(C) = \sqrt{u_{rel}(std)^2 + u_{rel}(pre)^2 + u_{rel}(C_{检})^2 + u_{rel}(C_{Rep})^2} \quad (17)$$

表 16 相对合成标准不确定度计算结果

样品	元素	$u_{rel}(std)$	$u_{rel}(C_{检})$	$u_{rel}(pre)$	$u_{rel}(C_{Rep})$	$u_{rel}(C)$
----	----	----------------	------------------	----------------	--------------------	--------------

考核样	B	2.1 %	2.4 %	0.30 %	1.2 %	3.4 %
	Cr	2.1 %	0.80 %	0.30 %	1.0 %	2.5 %
	Pb	2.1 %	1.2 %	0.30 %	0.65%	2.5 %
GBW(E)083092	Cr	2.1 %	0.40 %	0.30 %	1.5 %	2.6 %
	Pb	2.1 %	1.3 %	0.30 %	0.26 %	2.5 %
GBW10028	B	2.1 %	2.1 %	0.30 %	2.0 %	3.6 %

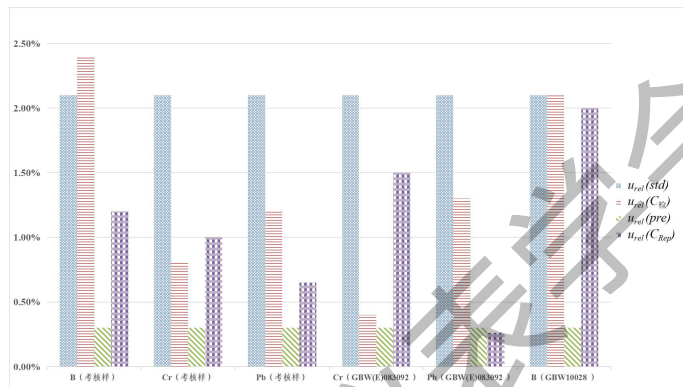


图2 相对合成标准不确定度各分量比例图

相对扩展不确定度及扩展不确定度

95 %包含概率下, $k=2$, 则相对扩展不确定度 U_{rel} 及扩展不确定度 U 按公式 18、公式 19 计算, 计算结果见表 17。

$$U_{rel} = k \cdot u_{rel}(C) \quad (18)$$

$$U = U_{rel} \cdot C_{样} \quad (19)$$

表 17 相对合成标准不确定度、扩展不确定度及结果表示

样品	元素	U_{rel}	$U/(mg/kg)$	$C_{样}/(mg/kg)$	结果表示 $/(mg/kg)$
考核样	B	6.8 %	1.0	14.6	$14.6 \pm 1.0, k=2$
	Cr	5.0 %	2.7	54.6	$54.6 \pm 2.7, k=2$
	Pb	5.0 %	6	114	$114 \pm 6, k=2$
GBW(E)083092	Cr	5.2 %	5	103	$103 \pm 5, k=2$
	Pb	5.0 %	4.8	95.4	$95.4 \pm 4.8, k=2$
GBW10028	B	7.2 %	1.2	16.3	$16.3 \pm 1.2, k=2$

对有证质控样检测结果进行 En 值评价, $C_{证书}$ 和 $U_{证书}$ 分别对应证书值的浓度及扩展不

确定度，结果见表 18。

表 18 质控样检测结果 E_n 值评价

样品	元素	$C_{\text{样}} /(\text{mg}/\text{kg})$	$U /(\text{mg}/\text{kg})$	$C_{\text{证书}} /(\text{mg}/\text{kg})$	$U_{\text{证书}} /(\text{mg}/\text{kg})$	E_n 值
GBW(E)083092	Cr	103	5	103	5	0
	Pb	95.4	4.8	99.1	4.7	0.551
GBW10028	B	16.3	1.2	16.8	1.6	0.250

由表 30 可知，质控样各元素 E_n 值均小于 1，质控样检测结果准确度满意。不确定度的评定不仅可提高检测结果的可靠性，还为不同仪器、不同方法、不同实验室间的检测数据提供了统一的标尺。此案例在高校评审组组织的实验室比对活动获得了满意的结果。

参考文献：

- [1]全国包装标准化技术委员会. 食品包装容器用聚乙烯发泡垫片: BB/T 0083—2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- [2]全国食品直接接触材料及制品标准化技术委员会. 食品用塑料自粘保鲜膜质量通则: GB/T 10457—2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- [3]中华人民共和国卫生部. 食品包装用聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯成型品卫生标准的分析方法: GB/T 5009.60—2003[S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.
- [4]中华人民共和国卫生部. 食品包装用聚乙烯树脂卫生标准的分析方法: GB/T 5009.58—2003[S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.
- [5]全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会. 电子电气产品中某些物质的测定 第 1 部分:介绍和概述: GB/T 39560.1—2020[S]. 北京: 中国标准出版社, 2020.
- [6]全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会. 电子电气产品中某些物质的测定 第 3-1 部分:X 射线荧光光谱法筛选 铅、汞、镉、总铬和总溴: GB/T 39560.301—2020[S]. 北京: 中国标准出版社, 2020.
- [7]全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会. 电子电气产品中某些物质的测定 第 4 部分:CV-AAS、CV-AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 测定聚合物、金属和电子件中的汞: GB/T 39560.4—2021[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- [8]全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会. 电子电气产品中某些物质的测定 第 5 部分:AAS、AFS、ICP-OES 和 ICP-MS 法测定聚合物和电子件中镉、铅、铬以及金

属中镉、铅的含量: GB/T 39560.5—2020[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.

[9]全国电工电子产品与环境标准化技术委员会. 电子电气产品中某些物质的测定 第7-1部分:六价铬 比色法测定金属上无色和有色防腐镀层中的六价铬[Cr(VI)]: GB/T 39560.701—2020[S]. 北京: 中国标准出版社, 2020.

[10]全国认证认可标准化技术委员会. 测量不确定度评定和表示: GB/T 27418—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.

[11]全国质量密度计量技术委员会. 电子天平检定规程: JJG 1036—2022[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.

中国仪器仪表学会