

塑料复合膜、袋溶剂残留量不确定度评估

李志平¹, 吴雄杰^{1,2}, 汪佳³, 江小平^{1,2}

(1.安徽省包装印刷产品质量监督检验中心, 桐城 231400;

2.国家高分子材料质量监督检验中心, 桐城 231400; 3.安徽大学, 合肥 230601)

摘要: **目的** 为提高包装用塑料复合膜、袋中溶剂残留的检测水平, 建立溶剂残留测定结果的不确定度评定方法模型。**方法** 以 GB/T 10004—2008《包装用塑料复合膜、袋 干法复合、挤出复合》中溶剂残留的检测方法为基础, 参考相关标准和文献系统分析该法测量结果的不确定度来源, 并对不确定度各个分量进行评估和合成。**结果** 样品中溶剂残留总量的测定结果可表示为 $(22.40+1.421)\text{mg}/\text{m}^2$, $k=2$, $P=95\%$ 。样品中苯系物残留量的测定结果可表示为 $(1.748+0.090\ 06)\text{mg}/\text{m}^2$, $k=2$, $P=95\%$ 。最小二乘法得到的拟合校准工作曲线是溶剂残留结果测量不确定度的主要来源。**结论** 溶剂残留测量结果的不确定度可作为表征测量结果准确度的指标之一。

关键词: 包装用塑料复合膜、袋; 溶剂残留; 不确定度; 拟合校准工作曲线

中图分类号: TB487; TB484.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2016)17-0048-06

Evaluation on Uncertainty of Determination of Solvent Residues in Plastic Laminated Films and Pouches

LI Zhi-ping¹, WU Xiong-jie^{1,2}, WANG Jia³, JIANG Xiao-ping^{1,2}

(1. Anhui Provincial Package and Printing Quality Supervision and Inspection Center, Tongcheng 231400, China;

2. China High Molecular Material Quality Supervision and Inspection Center, Tongcheng 231400, China;

3. Anhui University, Hefei 230601, China)

ABSTRACT: The aim of this work was to raise the detection level and study the model of the uncertainty evaluation method of solvent residues in laminated films and pouches. Solvent residues were tested according to the standard GB/T 10004—2008 "Plastic laminated films and pouches for packaging-dry lamination and extrusion lamination", The sources of uncertainty of the test result were evaluated and quantified according to some relevant standard and document. The result of the total solvent residues of sample in laminated films and pouches was expressed as: $(22.40+1.421)\text{mg}/\text{m}^2$, $k=2$, $P=95\%$. The result of the benzene series solvent residues of sample in laminated films and pouches was expressed as: $(1.748+0.090\ 06)\text{mg}/\text{m}^2$, $k=2$, $P=95\%$. The result showed that the uncertainty by fitting regression calibration line had the largest affect to the determination result. The uncertainty evaluation results can be used as one of the accuracy index of the test result.

KEY WORDS: plastic laminated films and pouches for packaging; solvent residues; uncertainty; fitting regression calibration line

塑料复合膜、袋集合多种高聚物材料的优良性能于一体^[1], 常用来制备复合食品包装袋, 其中溶

剂主要来自于印刷使用的油墨和复合使用的胶粘剂^[2], 包装材料在存放过程中外表面与内表面的直

收稿日期: 2016-01-15

作者简介: 李志平(1987—), 男, 四川人, 硕士, 助理工程师, 主要研究方向为包装材料检测及工艺。

接接触,会造成材料中残留溶剂迁移到内表面而污染食品^[3]。根据《食品用塑料包装、容器、工具等制品生产许可审查细则》,溶剂残留量是复合膜、袋发证检验和关键控制检验项目。测量不确定度是评定测量水平的指标,具有重要的现实意义^[4]。针对包装材料的不确定度评定研究^[5-7]表明,拟合标准工作曲线所引入的不确定度分量在总不确定度中通常占有较大比例,不可忽略^[8]。现有资料中关于复合膜、袋中溶剂残留测量结果的不确定度分析^[9-10]缺少对拟合的标准工作曲线等在内的不确定度分量进行评定分析。文中测量方法参考 GB/T 10004—2008^[11]中溶剂残留测定方法(顶空气相色谱法),并依据相关标准^[12-13]和文献,对溶剂残留测量结果的不确定度进行系统分析、评定和量化,找出影响测定结果不确定度的影响因素,进而对影响溶剂残留测量结果的因素加以控制,提高塑料复合膜、袋溶剂残留的检测水平。

1 实验

1.1 仪器与材料

仪器:气相色谱仪,安捷伦 7890A(FID),配顶空自动进样器;色谱柱,VOCOL 型(0.32 mm×0.25 μm×60 m);20 mL 顶空瓶(带聚四氟乙烯薄膜胶塞密封垫);钢直尺,0~300 mm。样品:某企业委托检测样品,材质为 OPP/ CPP。标准溶剂:异丙醇、乙酸乙酯、乙酸正丁酯、甲苯,其纯度 f 分别为 99.7%, 99.8%, 99%, 99.5%。

1.2 标准溶液的配制

准确称取异丙醇、乙酸乙酯、乙酸正丁酯、甲苯标准溶剂各 1 mL 并加入 25 mL 容量瓶中,用 DMF 为稀释剂定容至 25 mL,各标准溶剂的称取质量分别为 0.7855, 0.8971, 0.8799, 0.8670 g, 质量浓度分别为 3.133×10^{-2} , 3.581×10^{-2} , 3.484×10^{-2} , 3.451×10^{-2} mg/μL。混标溶液中各标准溶剂的质量浓度:

$$C_b = m \times f / 25 \quad (1)$$

式中: m 为各标准溶剂的称取质量(g); f 为标准溶剂的纯度(%); C_b 为各标准溶剂的质量浓度(mg/μL)。

1.3 实验条件

气相色谱分析条件:柱温为 40 °C,保持 1 min,以 2 °C/min 的速率升至 170 °C,保持 10 min;分流比为 5:1;进样器温度为 220 °C;检测器温度为 250 °C。

顶空分析条件:炉温为 80 °C,进样针温度为 110 °C,定量方式为定量环,进样量为 1 mL,顶空自动进样器传输管为 120 °C,平衡时间为 40 min。

1.4 测试过程

1) 标准曲线的绘制。取 2, 4, 6, 8, 10 μL 混标溶液分别注入清洁干燥的顶空瓶中,并以未注入混标溶液的为参照,置于 80 °C 顶空器中平衡 40 min 自动进样测定,外标法峰面积定量,标准曲线平行试验 3 次。

2) 待测样品制备及测定。裁取面积为 0.04 m² 的待测样品,并将样品迅速裁成 10 mm×20 mm 的碎片,放入清洁干燥的体积为 20 mL 的顶空瓶中,置于 80 °C 顶空器中平衡 40 min 自动进样测定,外标法峰面积定量,样品平行测定 3 次。

2 测量不确定度分量的识别、分析和量化

2.1 数学模型

根据 GB/T 10004—2008 结合具体的实验过程,建立统一的数学模型:

$$W = \frac{A_s \times m \times f \times V_1}{A_b \times V_0 \times S} \quad (2)$$

式中: W 为溶剂残留量(mg/m²); A_s 为样品的峰面积(pA·s); A_b 为标准品的峰面积(pA·s); S 为试样面积(m²); V_0 为标准品配制时定容体积(mL); V_1 为进样量(μL)。

2.2 不确定度分量的主要来源

不确定度分量的来源:标准溶剂纯度引起的不确定度;标准溶剂称取质量引入的不确定度;混合标准溶剂配制时所用量器以及微量进样器因允许误差和温度校准引入的体积不确定度;采用标准溶剂拟合工作曲线求得溶剂残留量引入的不确定度;样品面积测量引入的不确定度;仪器定量重复性引入的不确定度;其他方面的不确定度,如仪器不稳

定将其纳入仪器定量重复性引入的不确定度中,检测器灵敏度带来的不确定度很小,故忽略不计^[14]。

2.2.1 标准溶剂纯度

纯度不高会降低标准物质的实际含量,各标准溶剂证书提供的信息给出了无法定量的限值,因此按矩形分布处理换算为纯度引入的标准不确定度 $u(f) = \frac{1-f}{\sqrt{3}}$, 则各标准溶剂纯度引入的相对标准不确定度:

$$u_r(f) = \frac{1-f}{\sqrt{3}f} \quad (3)$$

则根据式(2)求得各标准溶剂纯度引入的相对标准不确定度: $u_r(f_a) = 1.737 \times 10^{-3}$, $u_r(f_b) = 1.157 \times 10^{-3}$, $u_r(f_c) = 5.832 \times 10^{-3}$, $u_r(f_d) = 2.901 \times 10^{-3}$ 。其中 f_a 为异丙醇的纯度; f_b 为乙酸乙酯的纯度; f_c 为乙酸正丁脂的纯度; f_d 为甲苯的纯度。

标准溶剂因纯度引入的总相对标准不确定度为:

$$u_r(f) = \sqrt{u_r^2(f_a) + u_r^2(f_b) + u_r^2(f_c) + u_r^2(f_d)} = 6.840 \times 10^{-3}$$

2.2.2 标准溶剂称取质量

称量引入的不确定度有 2 个来源,即天平校准和称量重复性^[15]。称量用电子分析天平检定证书的最大允差为 0.5 mg,按矩形分布考虑换算为标准不确定度为 $(0.5 \times 10^{-3})/\sqrt{3}$,对万分之一天平来说,称量重复性的标准不确定度约为 0.05 mg^[16],每种标准溶剂因称量引入的相对标准不确定度为:

$$u_r(m) = \frac{\sqrt{\left(\frac{0.5 \times 10^{-3}}{\sqrt{3}}\right)^2 + (0.05 \times 10^{-3})^2}}{m} \quad (4)$$

根据式(4)求得标准溶剂因称量引入的相对标准不确定度: $u_r(m_a) = 3.730 \times 10^{-3}$, $u_r(m_b) = 3.266 \times 10^{-3}$, $u_r(m_c) = 3.330 \times 10^{-3}$, $u_r(m_d) = 3.380 \times 10^{-3}$ 。其中 m_a 为异丙醇的质量; m_b 为乙酸乙酯的质量; m_c 为乙酸正丁脂的质量; m_d 为甲苯的质量。

标准溶剂因称量引入的总相对标准不确定度为:

$$u_r(m) = \sqrt{u_r^2(m_a) + u_r^2(m_b) + u_r^2(m_c) + u_r^2(m_d)} = 6.862 \times 10^{-4}$$

2.2.3 溶剂残留混标溶液及进样量

体积引入的不确定度主要考虑 2 个方面^[17],即体积校准和温度。

1) 量器校准引入的不确定度。配制标准溶液和进样所用的量器具有容积误差 x mL,其容积误差可认为呈三角形分布^[18],因此可按三角分布处理,取 $k = \sqrt{6}$,则标准不确定度为 $x/\sqrt{6}$ 。

2) 温度变化引入的不确定度。温度变化会导致液体和量器体积收缩或膨胀,由此带来体积变化的不确定度。容量器皿的膨胀系数(硼硅酸盐玻璃, $1 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)远小于液体的膨胀系数(有机溶剂, $1 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)^[12],因此一般仅考虑后者而忽略前者引入的不确定度。实验所用量器已于 $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ 校准,标准溶剂配制时温度和实验温度在 $\pm 2 \text{ } ^\circ\text{C}$ 之间波动,有机溶剂的膨胀系数取 $1 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$,则体积变化为 $2 \times 10^{-3} V$,按矩形分布考虑, $k = \sqrt{3}$,则不确定度为 $(2 \times 10^{-3} V)/\sqrt{3}$ 。

由量器校准和温度变化引入的相对标准不确定度可表示为:

$$u_r(V) = \frac{\sqrt{\left(\frac{x}{\sqrt{6}}\right)^2 + \left(\frac{2 \times 10^{-3} \times V}{\sqrt{3}}\right)^2}}{V} \quad (5)$$

式中: V 为容量瓶体积或者进样量(mL); x 为各量器具有的误差(mL)。

按照式(5),求得 25 mL 容量瓶(A级,容量允差为 ± 0.03 mL)^[19]因量器校准和温度变化引入的相对标准不确定度 $u_r(V_s) = 1.254 \times 10^{-3}$ 。

10 μL 微量进样器的示值最小刻度为 0.2 μL ,实际最大误差以 0.02 μL 计^[20]。按照式(4),则进样量的相对标准不确定度为: $u_r(V_a) = 4.243 \times 10^{-3}$, $u_r(V_b) = 2.345 \times 10^{-3}$, $u_r(V_c) = 1.785 \times 10^{-3}$, $u_r(V_d) = 1.541 \times 10^{-3}$, $u_r(V_e) = 1.414 \times 10^{-3}$ 。其中 V_a 为 2 μL 的进样量, V_b 为 4 μL 的进样量, V_c 为 6 μL 的进样量, V_d 为 8 μL 的进样量, V_e 为 10 μL 的进样量。

则配制溶剂残留混标溶液及进样量引入的体积不确定度:

$$u_r(V) = \sqrt{u_r^2(V_s) + u_r^2(V_a) + u_r^2(V_b) + u_r^2(V_c) + u_r^2(V_d) + u_r^2(V_e)} = 5.713 \times 10^{-3}$$

2.2.4 最小二乘法拟合标准工作曲线计算不确定度

气相色谱大多是经过拟合标准工作曲线从而间接计算被测物的量,工作曲线的好坏直接影响分析结果的准确度和可靠性,因此分析结果的不确定度应包括工作曲线线性的影响。

由最小二乘法拟合标准工作曲线引入的每种残留溶剂含量的相对标准不确定度^[12]:

$$u_r(m_s) = \frac{u(m_s)}{m_s} = \frac{E}{a \times m_s} \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{n} + \frac{(m_s - \bar{P}_b)^2}{\sum_{i=1}^n (P_b - \bar{P}_b)^2}} \quad (6)$$

式中： $P_b = C_b \cdot V_1$ ，其中 V_1 为标准溶液进样量(μL)； $\bar{P}_b = C_b \times (V_a + V_b + V_c + V_d + V_e) / 5$ ； E 为标准溶液峰面

积残留标准偏差（由仪器色谱工作站自动生成）； m_s 为样品中对应溶剂的平均质量(mg)； a 为回归方程斜率（由仪器色谱工作站自动生成）； N 为样品的平行测定次数（该实验 $N=3$ ）； n 为标准溶液测定次数该实验 $n=18$ ）。标准曲线及试样中溶剂残留计算结果见表 1。

表 1 标准曲线及试样中溶剂残留计算结果

Tab.1 The result of fitting regression calibration curve and solvent residues of the sample

种类	标准曲线斜率 a	判定系数 R^2	残留标准偏差 E	m_s/mg
异丙醇	41 569.24109	0.999 90	67.547 48	0.1406
乙酸乙酯	35 807.85141	0.999 34	223.634 82	0.4688
乙酸正丁脂	49 070.64908	0.999 4	71.403 63	0.2165
甲苯	88 560.72075	0.999 89	165.592 67	0.069 93

根据式(6)及表 1 计算得到各拟合标准工作曲线引入的相对标准不确定度 $u_r(m_{sa})=7.072 \times 10^{-3}$ ， $u_r(m_{sb})=1.533 \times 10^{-3}$ ， $u_r(m_{sc})=4.304 \times 10^{-3}$ ， $u_r(m_{sd})=1.919 \times 10^{-2}$ 。其中 m_{sa} ， m_{sb} ， m_{sc} ， m_{sd} 分别为样品中异丙醇、乙酸乙酯、乙酸正丁脂、甲苯的质量。

故溶剂残留总的相对不确定度：

$$u_r(m_s) = \sqrt{u_r^2(m_{sa}) + u_r^2(m_{sb}) + u_r^2(m_{sc}) + u_r^2(m_{sd})} = 2.592 \times 10^{-2}$$

2.2.5 样品面积测量

塑料复合膜、袋一般为长方形或正方形，样品面积需测量长和宽 2 个长度的尺寸，量取样品的面积为 0.04 m^2 ，钢直尺最大允许误差为 0.5 mm ，按均匀分布（矩形分布）考虑， $k=\sqrt{3}$ ，则量取样品面积引入的相对标准不确定度：

$$u_r(S_s) = \frac{\sqrt{\left(\frac{0.0005}{\sqrt{3}}\right)^2 + \left(\frac{0.0005}{\sqrt{3}}\right)^2}}{0.04} = 1.021 \times 10^{-2}$$

2.2.6 定量重复性^[21]

根据 7890A 检定证书中给予的检测器的重复性最大误差为 1.5%，按均匀分布考虑，进行 B 类评定，则峰面积的相对不确定度分量为： $u_r(A_s)=u_{re}(A_b)=8.660 \times 10^{-3}$ 。对于数学模型中峰面积比 A_s/A_b 来说，其相对标准不确定为：

$$u_r(A_s / A_b) = \sqrt{u_r^2(A_s) + u_r^2(A_b)} = 1.225 \times 10^{-2}$$

2.3 合成不确定度和扩展不确定度

因数学模型式(1)中的各计算因子全部为乘除

关系，所以根据溶剂残留不确定度分量，检测样品溶剂残留总量和苯系物测定结果的相对合成不确定度可分别表示为：

$$u_{\text{总}} = [u_r^2(f) + u_r^2(m) + u_r^2(V) + u_r^2(m_s) + u_r^2(S_s) + u_r^2(A_s / A_b)]^{1/2} = 3.172 \times 10^{-2}$$

$$u_{*} = [u_r^2(f_d) + u_r^2(m_d) + u_r^2(V) + u_r^2(m_{sd}) + u_r^2(S_s) + u_r^2(A_s / A_b)]^{1/2} = 2.576 \times 10^{-2}$$

样品中溶剂残留总量及苯系物溶剂残留量分别为 22.40 和 1.748 mg/m^2 ，故溶剂残留总量及苯系物量标准不确定度分别为 0.7105 ， 0.045 03 mg/m^2 。取置信水平 $P=95\%$ ，包含因子 $k=2$ ，则溶剂残留总量及苯系物量的扩展不确定度可分别表示为： $U_{\text{总}}=1.421 \text{ mg/m}^2$ ， $U_{*}=0.090 \text{ 06 mg/m}^2$ 。样品中溶剂残留总量的测定结果可表示为： $(22.40+1.421)\text{mg/m}^2$ ， $k=2$ ， $P=95\%$ 。样品中苯系物溶剂残留量的测定结果可表示为： $(1.748+0.090 \text{ 06}) \text{ mg/m}^2$ ， $k=2$ ， $P=95\%$ 。

3 讨论

通过上文可以发现由最小二乘法拟合标准工作曲线引入的不确定度是溶剂残留测量结果不确定度的主要来源，其他分量均相对较小。从标准工作曲线计算样品质量浓度的不确定度的关系式可知，增加样品测量次数和标准溶液测量次数，使配制的标准溶剂的质量浓度中间值接近于样品质量浓度，或增加标准工作曲线的相关性，都可以减小因标准工作曲线校准引入的不确定度值^[18]。优化实

验方案,规范操作,使用精密度更高的仪器设备或试剂,均可减少相关的不确定度值。通过溶剂残留总量和苯系物残留量的不确定度分析可以发现,增加溶剂种类会使结果的不确定度变大。

4 结语

样品中溶剂残留总量的测定结果可表示为: $(22.40+1.421)\text{mg}/\text{m}^2$, $k=2$ 。样品中苯系物残留量的测定结果可表示为: $(1.748+0.090\ 06)\text{mg}/\text{m}^2$, $k=2$ 。溶剂残留结果可作为判定该样品是否合格的依据。对测量结果影响较大的主要是最小二乘法拟合的标准曲线、样品定量重复性以及面积测量引入的不确定度。文中构建的不确定度评定模型,对多种物质测量结果的不确定度评定提供了参考。

参考文献:

- [1] 毛希琴,郑顺利,于利军,等.比较国内外塑料食品包材及溶剂残留管理现状[J].包装工程,2008,29(3):42—52.
MAO Xi-qin, ZHENG Shun-li, YU Li-jun, et al. Comparative Study of Management System of Plastic Food-Packaging Materials Worldwide[J]. Packaging Engineering, 2008, 29(3): 42—52.
- [2] 王翠青,张雅莉,孙奇,等.影响塑料食品包装溶剂残留量的因素[J].包装工程,2013,34(23):38—40.
WANG Cui-qing, ZHANG Ya-li, SUN Qi, et al. Factors Influencing Solvent Residual Amount of Plastic Food Packages[J]. Packaging Engineering, 2013, 34(23): 38—40.
- [3] 徐春祥,杨洋,高俊伟,等.食品包装复合膜中15种溶剂残留的同时测定方法[J].食品科学,2008,29(9):496—498.
XU Chun-xiang, YANG Yang, GAO Jun-wei, et al. Simultaneous Determination of 15 Kinds of Residual Organic Solvents in Laminated Films Used for Food Packages by Head-space Gas Chromatography[J]. Food Science, 2008, 29(9): 496—498.
- [4] 柯瑞华.化学成分测量不确定度的评定[J].冶金分析,2004,24(1):63—72.
KE Rui-hua. Analysis of the Uncertainty for the Determination of Copper in Iron Ore Buy Flame Atomic Absorption Spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2004, 24(1): 63—72.
- [5] 熊中强,李宁涛,于艳军.气相色谱-质谱法测定食品接触材料中五氯苯酚含量的不确定度评定[J].化学分析计量,2011,20(2):24—26.
XIONG Zhong-qiang, LI Ning-tao, YU Yan-jun. Uncertainty of Measurement of Pentachlorophenol in Food Contact material by Gas Chromatography-Mass Spectrometry[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2011, 20(2): 24—26.
- [6] 李中皓,唐纲岭,陈再根,等.顶空-气质联用法测定卷烟包装材料中苯不确定度评定[J].质谱学报,2009,30(6):359—363.
LI Zhong-hao, TANG Gang-ling, CHEN Zai-gen, et al. Evaluation of Uncertainty of Volatile Benzene in Cigarette Packing Material by HS-GC/MS[J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2009, 30(6): 359—363.
- [7] 黄惠贞,蒋锦锋,梁晖,等.顶空-气相色谱法测定烟用接装纸中乙酸丁酯的不确定度[J].烟草科技,2014(8):38—41.
HUANG Hui-zhen, JIANG Jin-feng, LIANG Hui, et al. Uncertainty in Determination of Butyl Acetate in Tipping Paper by Headspace Gas Chromatography[J]. Tobacco Science & Technology, 2014(8): 38—41.
- [8] 梅爱华,蓝学威.气相色谱法检测空气中有机物挥发总量的不确定度评定[J].分析测试学报,2010,29(1):88—92.
MEI Ai-hua, LAN Xue-wei. Evaluation of Uncertainty in the Measurement of Total Volatile Organic Compounds by GC Method[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2010, 29(1): 88—92.
- [9] 刘颖玲.顶空气相色谱法测定药品包装用复合膜、袋中溶剂残留的不确定度评定[J].现代医疗与仪器,2013,19(1):76—78.
LIU Ying-ling. Evaluation of the Measurement Uncertainty of Solvent Residues in Laminated Films and Pouches for Pharmac Eutical Packaging by Headspace Gas Chromatography[J]. Modern Instruments & Medical Treatment, 2013, 19(1): 76—78.
- [10] 孔祥威.食品包装复合膜中溶剂残留的不确定度评定[J].现代测量与实验室管理,2012(1):27—28.
KONG Xiang-wei. Evaluation on Uncertainty of Determination of Solvent Residues in Plastic Laminated Films[J]. Advanced Measurement and Laboratory Management, 2012(1): 27—28.
- [11] GB/T 10004—2008,包装用塑料复合膜、袋干法复合、挤出复合[S].
GB/T 10004—2008, Plastic Laminated Films and Pouches for Packaging Dry Lamination and Extrusion Lamination[S].
- [12] CNAS—GL06,化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS—GL06, Guidance on Evaluating the Uncertainty in Chemical Analysis[S].
- [13] JJF 1059.1—2012,测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059.1—2012, Evaluation and Expression of Uncertainty in Measurement[S].
- [14] 邓自西.气相色谱法和高效液相色谱法分析中不确定度的评定[J].色谱,2004,22(5):568.
DENG Zi-xi. Evaluation on Uncertainty of Gas Chromatography and Liquid Chromatography[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2004, 22(5): 568.
- [15] 王丁,齐白羽.ICP-AES测量铁矿石中MgO的不确

- 定度评估[J]. 中国计量, 2013(10): 88—90.
- WANG Ding, QI Bai-yu. Evaluation on Uncertainty of Determination of MgO in Iron Ore by ICP-AES[J]. China Metrology, 2013(10): 88—90.
- [16] 柯瑞华, 胡晓燕. 化学分析测量结果不确定度评定中若干问题的论述[J]. 中国标准化, 2006(4): 19—23.
- KE Rui-hua, HU Xiao-yan. The Treatise of Several Issues on Uncertainty in Chemistry Analysis[J]. China Standardization, 2006(4): 19—23.
- [17] 刘瑞芳, 廖和菁, 腾彩超, 等. 木薯淀粉中铅含量测量不确定度评估[J]. 食品研究与开发, 2014, 35(23): 79—82.
- LIU Rui-fang, LIAO He-jing, TENG Cai-chao, et al. Lead Measurement Uncertainty Evaluation of the Cassava Starch[J]. Food Research and Development, 2014, 35(23): 79—82.
- [18] 曹宏燕. 分析测试中测量不确定度及评定第三部分分析测试中主要不确定度分量的评定[J]. 冶金分析, 2005, 35(3): 82—87.
- CAO Hong-yan. Uncertainty in Measurement and Its Evaluation in Analysis and Testing Part 3 Evaluations of Main Components of Uncertainty in Analysis and Measurements[J]. Metallurgical Analysis, 2005, 35(3): 82—87.
- [19] GB/T 12806—2011, 实验室玻璃仪器、单标线容量瓶[S].
- GB/T 12806—2011, Laboratory Glassware-One-Mark Volumetric Flasks[S].
- [20] 邵华, 刘肃, 钱永忠, 等. 气相色谱-质谱联用法测定乐果的不确定度评定[J]. 分析试验室, 2006, 25(6): 84—87.
- SHAO Hua, LIU Su, QIAN Yong-zhong, et al. Evaluation on Uncertainty of Determination of Dimethoate by GC-MS[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2006, 25(6): 84—87.
- [21] 周美玲, 夏燕蕾. 顶空气相色谱法测定食用植物油中残留溶剂的不确定度分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(10): 2157—2158.
- ZHOU Mei-ling, XIA Yan-lei. Evaluation of the Measurement Uncertainty of Solvent Residues in Edible Vegetable Oil by Headspace Gas Chromatography[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2008, 18(10): 2157—2158.