

# 高分子聚合物材料中邻苯二甲酸酯类化合物的测量不确定度评定

李展鹏,黄秋玲,李肖瑶,关耀威

(广东省科学院工业分析检测中心,广东 广州 510651)

**摘要:** 根据 GB/T 39560.8-2021/IEC 62321-8:2017《电子电气产品中某些物质的测定 第8部分:气相色谱-质谱法(GC-MS)与配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法(Py-TD-GC-MS)测定聚合物中的邻苯二甲酸酯》的检测原理和方法,结合 JJF 1059-1999《测量不确定度评定与表示》的基本程序,以邻苯二甲酸二正丁酯为例,评定了气相色谱-质谱法测定电子电气产品中高分子聚合物材料里的7种邻苯二甲酸酯类化合物的不确定度。通过系统分析检测过程的不确定度来源,建立数学模型量化各不确定度分量,从而评定不确定度,并计算了扩展不确定度,提高了检测数据的可靠性,也为不良结果的原因分析提供了帮助。

**关键词:** 气相色谱-质谱法;聚合物;塑化剂;邻苯二甲酸酯;不确定度

中图分类号:TQ317.2

文献标志码:A

文章编号:1673-9981(2022)06-1058-06

**引文格式:** 李展鹏,黄秋玲,李肖瑶,等. 高分子聚合物材料中邻苯二甲酸酯类化合物的测量不确定度评定[J]. 材料研究与应用,2022,16(6):1058-1063.

LI Zhanpeng, HUANG Qiuling, LI Xiaoyao, et al. Uncertainty Evaluation in Measurement of Phthalates Compounds in Polymer Material[J]. Materials Research and Application, 2022, 16(6): 1058-1063.

随着科技的发展,电子电气产品在生活中使用越来越广泛,电子电气产品中的有害物质对人体和环境的危害也得到了重视。邻苯二甲酸酯类化合物对健康产生危害,同时也会迁移到环境中而污染环境<sup>[1-5]</sup>。传统的邻苯二甲酸酯检测方法的检测效率低且成本高,还需要使用大量易造成环境污染的化学试剂,这大大制约了相关检测业务的发展,这使评定测量结果的不确定度显得十分重要。在2021年,为了对检测结果进行准确表达和有效评价,提出了《电子电气产品中某些物质的测定 第8部分:气相色谱-质谱法(GC-MS)与配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法(Py-TD-GC-MS)测定聚合物中的邻苯二甲酸酯》国家标准<sup>[6]</sup>。目前,对于使用气相色谱质谱法测定邻苯二甲酸酯含量的不确定度的相关研究主要在食品和环境领域中<sup>[7-9]</sup>,对于需经过较复杂前处理的高分子聚合物样品的研究甚少。

本文依据上述检测标准的相关方法,结合不确定度评定的参考标准,对使用气相色谱-质谱法进行邻苯二甲酸酯类测定的不确定度进行全面评定,以期能对正确检测结果的保障和不良结果的原因分析提供帮助。

## 1 实验部分

### 1.1 实验试剂与仪器

实验所用试剂:7种邻苯二甲酸酯类标准溶液,含DIBP、DINP、DIDP各5000  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,含DBP、BBP、DEHP、DNOP各500  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,介质为二氯甲烷,上海安谱瑾世标准技术有限公司生产;蒎-d10标准溶液,浓度为1000  $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ ,介质为二氯甲烷,上海安谱瑾世标准技术有限公司。

收稿日期:2022-10-19

基金项目:广东省科学院打造综合产业技术创新中心行动专项资金项目(2022GDASZH-2022030603-03);广州市基础与应用基础研究项目(202002030302)

作者简介:李展鹏(1997-),男,广东汕头人,硕士研究生,主要从事工业产品分析检测研究工作,E-mail:lzpz0320@163.com。

实验所用仪器为Agilent 7890B-5977A气相色谱-质谱联用仪,色谱柱(HP-5 MS UI石英毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm),Sartorius BT 224 S电子天平。

## 1.2 实验方法

根据GB/T 39560.8-2021/IEC 62321-8:2017《电子电气产品中某些物质的测定(第8部分):气相色谱-质谱法(GC-MS)与配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法(Py-TD-GC-MS)测定聚合物中的邻苯二甲酸酯》,将购置的7种邻苯二甲酸酯类混合标准溶液稀释配制成系列浓度的标准使用溶液,分别在气相色谱-质谱联用仪上进行分析,以气相色谱法分离的保留时间和质谱检测器的定性离子定性、以质谱检测器的定量离子的峰面积定量,各浓度的响应峰面积与其浓度作回归曲线,添加内标物并以内标法辅助校正。样品使用正己烷作溶剂进行6h的索氏提取,将提取液浓缩后进行分析。根据实验结果对高分子聚合物中邻苯二甲酸酯类化合物的测定不确定度进行评定。

### 1.2.1 标准曲线绘制

根据实验需要将7种邻苯二甲酸酯类标准溶液稀释配置成一系列浓度的标准使用溶液,添加内标物校正仪器响应偏差,以校正后的峰面积为横坐标,以浓度为纵坐标,用最小二乘法计算绘制标准曲线的回归方程。

以邻苯二甲酸二正丁酯(DBP)为例,用10 μL和200 μL的可调移液器依次准确移取7种邻苯二甲酸酯类标准溶液10、20、50、100和200 μL至10 mL容量瓶(A级)中,再用10 μL可调移液器移取10 μL的蒎-d10标准溶液至容量瓶中,用正己烷稀释至标线,配得质量浓度依次为0.5、1、2.5、5、10 μg·mL<sup>-1</sup>。分别用自动进样量为1 μL的自动进样器进样,得到相应的峰面积,用最小二乘法拟合峰面积-浓度曲线进行校准。

### 1.2.2 样品前处理

用分析天平称取聚合物样品500 mg,将其置于索氏提取的纤维套管中,用玻璃棉覆盖套管以防止样品漂浮。使用约200 mL的正己烷用于回流萃取,萃取6h后,使用旋转蒸发器将萃取液浓缩并转移到50 mL的容量瓶(A级)中,用正己烷稀释至刻度。

### 1.2.3 样品测定

使用1 mL可调移液器准确移取1 mL的上述萃取液到2 mL的自动进样瓶中,使用10 μL可调移液器移取10 μL的蒎-d10稀释标准溶液(100 μg·mL<sup>-1</sup>)至瓶中,经自动进样器进样1 μL,上机测定,对该实

验进行不确定度评定分析。

## 2 数学模型

根据测量原理,得到高分子聚合物中邻苯二甲酸二正丁酯含量测定数学模型 $c(m)=\frac{x \times F_r \times V \times D}{m}$ 。

其中: $c(m)$ 为高分子聚合物中邻苯二甲酸二正丁酯的含量,mg·kg<sup>-1</sup>;  $x$ 为回归直线法测定高分子聚合物中邻苯二甲酸二正丁酯质量浓度,μg·mL<sup>-1</sup>;  $F_r$ 为回收率校正因子,其值为回收率的倒数;  $V$ 为索氏提取后的萃取液的体积,mL;  $D$ 为稀释因子,在本方法中 $D=1000$ ;  $m$ 为电子电气产品样品的称样量,mg。

邻苯二甲酸二正丁酯浓度 $x$ 由线性回归方程 $y=a+bx$ 计算得到。其中: $a$ 为回归方程截距, $b$ 为回归方程斜率; $y=\frac{A}{A_n}$ , $A$ 为邻苯二甲酸二正丁酯峰面积、 $A_n$ 为内标物峰面积。最终的数学模型为 $c(m)=(\frac{A}{A_n}-a) \times \frac{F_r \times V \times D}{b \times m}$ 。

## 3 不确定度分量的评定

由检测方法和数学模型分析,不确定度来源有邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液引入的不确定度 $u(f_s)$ 、样品称量引入的不确定度 $u(m)$ 、样品前处理引入的不确定度 $u(q)$ 、线性回归方程 $x$ 值拟合不确定度 $u(x)$ 、样品测量重复性引入的不确定度 $u(s)$

### 3.1 邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液引入的不确定度 $u(f_s)$

#### 3.1.1 邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液引入的不确定度 $u(f_{s1})$

邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液引入的不确定度,采用B类不确定度评定方法进行测定。邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液(500 μg·mL<sup>-1</sup>)证书给出的不确定度是25 μg·mL<sup>-1</sup>,按 $k=2$ 计算,其相对标准不确定度 $u_{rel}(f_{s1})=(25/500)/2=0.025$

#### 3.1.2 邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液配制引入的不确定度 $u(f_{s2})$

邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液配制引入的不确定度,采用B类不确定度评定方法进行测定。用10和200 μL可调移液器,依次准确移取邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液( $c(\text{DBP})=500 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )至10 mL容量瓶(A级),稀释定容后配制成标准溶液。此处需评定,配制标准溶液时各移液管及容量瓶引入的

不确定度。

### 3.1.3 容量允差引入的相对标准不确定度

根据校准证书,使用200  $\mu\text{L}$ 可调移液器,移取20  $\mu\text{L}$ 溶液的容量相对误差为 $-0.9\%$ ,则其相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{0.02}) = u_1(V_{0.2})/V_{0.2} = 0.9 \times 200 / (\sqrt{3} \times 200) / 100 = 5.20 \times 10^{-3}$ 。

使用200  $\mu\text{L}$ 可调移液器,移取50  $\mu\text{L}$ 溶液的容量相对误差为 $-0.9\%$ ,则其相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{0.05}) = u_1(V_{0.2})/V_{0.2} = 0.9 \times 200 / (\sqrt{3} \times 200) / 100 = 5.20 \times 10^{-3}$ 。

使用200  $\mu\text{L}$ 可调移液器,移取100  $\mu\text{L}$ 溶液的容量相对误差为 $+0.2\%$ ,则其相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{0.1}) = u_1(V_{0.2})/V_{0.2} = 0.2 \times 200 / (\sqrt{3} \times 200) / 100 = 1.15 \times 10^{-3}$ 。

使用200  $\mu\text{L}$ 可调移液器,移取200  $\mu\text{L}$ 溶液的容量相对误差为 $-0.4\%$ ,则其相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{0.2}) = u_1(V_{0.2})/V_{0.2} = 0.4 \times 200 / (\sqrt{3} \times 200) / 100 = 2.31 \times 10^{-3}$ 。

根据校准证书,使用10  $\mu\text{L}$ 可调移液器,移取10  $\mu\text{L}$ 溶液的容量相对误差为 $-0.5\%$ ,则其相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{0.01}) = u_1(V_{0.01})/V_{0.01} = 0.5 \times 10 / (\sqrt{3} \times 10) / 100 = 2.89 \times 10^{-3}$ 。

10 mL容量瓶的容量允差为 $\pm 0.020$  mL,则其相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{10}) = u_1(V_{10})/V_{10} = 0.020 / (\sqrt{3} \times 10) = 1.15 \times 10^{-3}$ 。

在配制标准溶液时,使用了10  $\mu\text{L}$ 可调移液器1次(移取10  $\mu\text{L}$ ),200  $\mu\text{L}$ 可调移液器4次(分别移取20、50、100、200  $\mu\text{L}$ ),10 mL容量瓶5次,所以合成配制标准溶液引入的相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(f_{s2}) = \sqrt{(u_{2\text{rel}}(V_{0.2}) + u_{2\text{rel}}(V_{0.1}) + u_{2\text{rel}}(V_{0.05}) + u_{2\text{rel}}(V_{0.02}) + u_{2\text{rel}}(V_{0.01}) + u_{2\text{rel}}(V_{10}) \times 5)} = 8.39 \times 10^{-3}$ 。所以,邻苯二甲酸二正丁酯标准溶液引入的相对标准不确定度  $u(f_s) = \sqrt{(u_{2\text{rel}}(f_{s1}) + u_{2\text{rel}}(f_{s2}))} = 0.0264$ 。

### 3.2 样品称量引入的不确定度 $u(m)$

样品称量引入的不确定度,采用B类不确定度评定方式进行评定。称量使用的电子天平的允许差为0.1 mg,其相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(m) = u(m) / m = 0.1 / (\sqrt{3} \times 500) = 1.15 \times 10^{-4}$ 。

### 3.3 样品前处理引入的不确定度 $u(q)$

称取500 mg的样品置于纤维套管中,使用200 mL的正己烷进行索氏提取,萃取6 h后,使用旋转蒸发器将萃取液浓缩,再用正己烷定容至于50 mL容量瓶中。使用1 mL可调移液器,移取1 mL

的上述溶液并加入内标物后上机检测。样品前处理中引入的不确定度主要为50 mL容量瓶和萃取率引入的不确定度。

#### 3.3.1 容量允差引入的相对标准不确定度

50 mL容量瓶的容量允差为 $\pm 0.05$  mL,则其相对标准不确定度  $u_{1\text{rel}}(V_{50}) = u_1(V_{50})/V_{50} = 0.05 / (\sqrt{3} \times 50) = 5.77 \times 10^{-4}$ 。

#### 3.3.2 溶液温度引入的相对标准不确定度

设溶液温度为 $(20 \pm 3)$   $^{\circ}\text{C}$ ,正己烷的膨胀系数同为 $1.37 \times 10^{-3}$   $\text{mL} \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,按均匀分布考虑,则50 mL容量瓶引入的相对标准不确定度  $u_{2\text{rel}}(V_{50}) = u_2(V_{50})/V_{50} = (1.37 \times 10^{-3} \times 3 \times 50) / (\sqrt{3} \times 50) = 2.37 \times 10^{-3}$ 。因此,50 mL容量瓶引入的相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(V_{50}) = (u_{1\text{rel}}^2(V_{50}) + u_{2\text{rel}}^2(V_{50})) = 2.44 \times 10^{-3}$ 。

#### 3.3.3 样品萃取回收率引入的不确定度

样品前处理萃取时,邻苯二甲酸二正丁酯会有一定损失,添加邻苯二甲酸二正丁酯的计算加标回收率和相对标准偏差结果列于表1。以平均值的相对标准偏差作为标准不确定度,进行平均回收率的显著性检验,以确定回收率校准因子  $F_r$  是否在计算公式中采用。

表1 样品回收率测定结果

Table 1 Sample recovery measurement results

编号	回收率 $R/\%$	回收率平均值 $\bar{R}/\%$	RSD/ $\%$
1	98.5	100.5	2.45
2	102.8		
3	98.2		
4	102.4		

由表1可知,  $u_{\text{rel}}(F_r) = \text{RSD} / \sqrt{4} = 0.0245 / \sqrt{4} = 0.0123$ ,根据统计学数据  $T = \frac{|1 - \bar{R}|}{u_{\text{rel}}(F_r)}$

$\frac{|1 - 1.005|}{0.0123} = 0.407$ 。查JJF 1059-1999《测量不

确定度评定与表示》附录A可知,水平信号95%时,  $T_{95} = 2.78$ 。因为  $T < T_{95}$ ,显示  $\bar{R}$  与100%并无显著差异,  $u(F_r)$  不用于计算公式中校正结果。所以,样品前处理引入的相对标准不确定度为  $u_{\text{rel}}(q) = u_{\text{rel}}(V_{50}) = 2.44 \times 10^{-3}$ 。

### 3.4 线性回归方程 $x$ 值拟合不确定度 $u(x)$

标准曲线各个浓度点的测量值列于表2。标准曲线回归方程  $y = 0.109x - 0.0244$ ,其中

$a = -0.024 4$ 、 $b = 0.109$ 、相关系数的平方为  $R^2 = 0.999$ 。

表 2 标准曲线测量值  
Table 2 Standard curve measurements

编号	与内标物的峰面积之比 $y$	标液质量浓度 $x / (\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$
1	0.035 9	0.5
2	0.088 2	1.0
3	0.232	2.5
4	0.533	5
5	1.07	10

线性回归方程的标准不确定度,采用 A 类不确定度评定方法进行评定。回归直线的实验标准差

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [y_i - (a + bx_i)]^2}{n - 2}} = 0.012 6, \text{ 其中 } y_i \text{ 为}$$

各浓度测得的峰面积与内标物的峰面积的比值、 $x_i$  为各质量浓度点的浓度值、 $n$  为标准系列的点数 ( $n=5$ )。

标准曲线拟合的标准不确定度计算公式为

$$u(x) = \frac{S_R}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(m - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}} = 0.071, \text{ 其}$$

中  $n$  为测试标准溶液次数 10、 $p$  为测量样品的次数 ( $p=8$ )、 $x$  为标准系列质量浓度的平均值 ( $x = 3.8 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )、 $m$  为 8 次测定浓度平均值 ( $m = 0.713 9 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )。所以,标准曲线拟合引入的相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(x) = u(x)/m = 0.071/0.713 9 = 0.099$ 。

### 3.5 样品测量重复性引入的不确定度 $u(s)$

样品测量重复性引入的不确定度,采用 A 类不确定度评定方法进行评定。对样品进行 8 次平行测定,结果列于表 3。样品重复性的相对标准不确定度  $u_{\text{rel}}(s) = 0.044$ 。

表 3 样品重复测定结果  
Table 3 Sample repeat assay results

与内标物的峰面积之比	样品浓度/ $(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$	平均值/ $(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$	标准差/ $(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$
0.055 5、0.055 3、0.056 4、0.055 3、 0.042 0、0.055 7、0.053 7、0.056 0	0.729 8、0.728 3、0.738 5、0.728 1、 0.606 6、0.731 9、0.713 4、0.734 2	0.713 9	0.043 94

## 4 合成不确定度

样品中邻苯二甲酸二正丁酯的测定结果的相对不确定度由  $u(f_s)$ 、 $u(m)$ 、 $u(q)$ 、 $u(x)$  和  $u(s)$  5 个分量组成(见表 4),且各个分量之间相互独立,因此其合成不确定度  $u_{\text{rel}}(c) = \sqrt{u_{\text{rel}}(f_s)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(q)^2 + u_{\text{rel}}(x)^2 + u_{\text{rel}}(s)^2} = 0.11$ 。

对于样品而言,其不确定度  $u_m(c) = u_{\text{rel}}(c) \frac{x \times F_r \times V \times D}{m} = 0.11 \times 71.4 = 7.9$ ,其中  $V$  为萃取液体积 ( $V = 50 \text{ mL}$ )、 $D$  为稀释因子 ( $D = 1000$ )、 $m$  为样品称样量 ( $m = 500.0 \text{ mg}$ )。

表 4 各不确定度分量结果

Table 4 Results of each uncertainty component

不确定度分量	相对标准不确定度
$u(f_s)$	0.026 4
$u(m)$	$1.15 \times 10^{-4}$
$u(q)$	$2.44 \times 10^{-3}$
$u(x)$	0.099
$u(s)$	0.044

对于全部 7 种邻苯二甲酸酯类化合物,相对不确定度均由  $u(f_s)$ 、 $u(m)$ 、 $u(q)$ 、 $u(x)$  和  $u(s)$ ,共计 5 个分量组成,其合成不确定度和样品不确定度见表 5。

表5 邻苯二甲酸酯类化合物的不确定度分量结果  
Table 5 Results of uncertainty components of phthalates

不确定度分量	$u(f_s)$	$u(m)$	$u(q)$	$u(x)$	$u(s)$	$u_{rel}(c)$	$u_m(c)/$ ( $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
邻苯二甲酸二异丁酯	0.026 4	$1.15\times 10^{-4}$	$2.44\times 10^{-3}$	0.101	0.036	0.11	6.1
邻苯二甲酸二正丁酯	0.026 4	$1.15\times 10^{-4}$	$2.44\times 10^{-3}$	0.099	0.044	0.11	7.9
邻苯二甲酸二叔丁酯	0.026 4	$1.15\times 10^{-4}$	$2.44\times 10^{-3}$	0.089	0.035	0.10	6.7
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	0.026 4	$1.15\times 10^{-4}$	$2.44\times 10^{-3}$	0.104	0.039	0.11	7.8
邻苯二甲酸二正辛酯	0.026 4	$1.15\times 10^{-4}$	$2.44\times 10^{-3}$	0.106	0.043	0.12	7.6
邻苯二甲酸二异壬酯	0.026 4	$1.15\times 10^{-4}$	$2.44\times 10^{-3}$	0.142	0.114	0.18	9.2
邻苯二甲酸二异癸酯	0.026 4	$1.15\times 10^{-4}$	$2.44\times 10^{-3}$	0.145	0.109	0.18	9.2

## 5 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ,置信水平为95%,则邻苯二甲酸二正丁酯的扩展不确定度 $u=k\cdot u_m(c)=2\times 7.9=15.8$ 。全部7种邻苯二甲酸酯类化合物的扩展不确定度列于表6。

表6 邻苯二甲酸酯类化合物的扩展不确定度结果  
Table 6 Results of extended uncertainty of phthalates

化合物名称	扩展不确定度/ $(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$
邻苯二甲酸二异丁酯	12.2
邻苯二甲酸二正丁酯	15.8
邻苯二甲酸二叔丁酯	13.4
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	15.6
邻苯二甲酸二正辛酯	15.2
邻苯二甲酸二异壬酯	18.4
邻苯二甲酸二异癸酯	18.4

## 6 结论

使用气相色谱-质谱法测定高分子聚合物中的邻苯二甲酸二正丁酯,测定结果为 $71.4\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ,扩展不确定度为 $15.8\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}(k=2)$ ,其结果为 $(71.4\pm 15.8)\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}(k=2)$ 。参考国家标准GB/T 39560.8-2021,对于电子电气产品中的邻苯二甲酸酯类化合物含量的限值为 $1000\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ,因此该方法的不确定度完全能满足检测的需要。

该检测方法的不确定度主要来源为标准溶液引入的不确定度 $u(f_s)$ 、线性回归方程 $x$ 值拟合不确定度 $u(x)$ 和样品测量重复性引入的不确定度 $u(s)$ ,其中 $u(x)$ 最为主要。

根据不同化合物的不确定度分量结果和扩展不

确定度结果可知,导致不同化合物不确定度差异的分量主要是线性回归方程 $x$ 值拟合不确定度 $u(x)$ 和样品测量重复性引入的不确定度 $u(s)$ 。其原因主要是质谱仪对于不同化合物的灵敏度和稳定性不同,尤其对于邻苯二甲酸二异壬酯和邻苯二甲酸二异癸酯,其积分峰形为指纹峰,谱图积分的稳定性远小于常规峰形。

降低标准溶液引入的不确定度 $u(f_s)$ 的方法,包括使用不确定度更小的母液和使用不确定度更小的器具来配置标液。降低样品测量重复性引入的不确定度 $u(s)$ 则可以通过增加样品重复测量的次数来实现。对于线性回归方程 $x$ 值拟合不确定度 $u(x)$ ,减小样品浓度和标准系列点平均浓度的差是一个好的降低方法,通过增加标准系列或样品的测量次数也可以达到目的。

采用气相色谱-质谱法,测定高分子聚合物中的邻苯二甲酸酯类化合物的不确定度能够满足检测的需要。当不确定度过大时,应优先考虑标准溶液引入的不确定度、线性回归方程 $x$ 值拟合的不确定度和样品测量重复性引入的不确定度,并采取合适的方法进行纠正。

### 参考文献:

- [1] 郇志博,王晓燕,田海,等.海南省11个市县设施农业土壤邻苯二甲酸酯类塑化剂污染状况及健康风险[J].热带作物学报,2021,42(3):806-815.
- [2] 邓彬.环境中邻苯二甲酸酯类的危害及污染治理研究[J].科技视界,2016(4):256.
- [3] 李桂香,郎茜,浦亚清.邻苯二甲酸酯类的危害及其降解途径的研究进展[J].中国民族民间医药,2016,25(3):39-40.
- [4] 王小逸,林兴桃,客慧明,等.邻苯二甲酸酯类环境污染健康危害研究新进展[J].2007(9):736-738.
- [5] 吴平谷,韩关根,王惠华,等.饮用水中邻苯二甲酸酯类的调查[J].环境与健康杂志,1999(6):338-339.

- [6] 中华人民共和国国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. GB/T 39560.8-2021/IEC 62321-8:2017 电子电气产品中某些物质的测定 第8部分:气相色谱-质谱法(GC-MS)与配有热裂解/热脱附的气相色谱-质谱法(Py-TD-GC-MS)测定聚合物中的邻苯二甲酸酯[S].北京:中国标准出版社, 2021.
- [7] 田辉, 谯顺彬, 董汝晶, 等. 白酒中邻苯二甲酸酯检测的不确定度评价[J]. 酿酒科技, 2014(11):94-97.
- [8] 李淑静, 陈其勇, 宓捷波, 等. 气相色谱-质谱法测定葡萄酒中邻苯二甲酸二丁酯含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(9):2899-2902.
- [9] 房健. 气相色谱-串联质谱法测定水中邻苯二甲酸酯类增塑剂含量及其不确定度评估[J]. 新疆环境保护, 2016, 38(2):41-46.

## Uncertainty Evaluation in Measurement of Phthalates Compounds in Polymer Material

LI Zhanpeng, HUANG Qiuling, LI Xiaoyao, Guanyaowei

(Center for Industrial Analysis and Testing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510651, China)

**Abstract:** According to the basic principle and method given in GB/T 39560.8-2021/IEC 62321-8:2017 “Determination of certain substances in electrical and electronic products-Part 8: Phthalates in polymers by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), gas chromatography-mass spectrometry using a pyrolyzer/thermal desorption accessory (Py/TD-GC-MS)”, the components of uncertainty in the measuring process were studied and analyzed as the procedure for uncertainty assessment described in JJF 1059-1999 Evaluation and Expression of Uncertainty in Measurement and CNAS-GL06 Guidance on Evaluating the Uncertainty in Chemical Analysis, taking Di-n-butyl phthalate for example. By systematically analyzing the uncertainty sources in the testing process, a mathematical model is established to quantify each uncertainty component to evaluate the uncertainty, and the extended uncertainty is calculated. These improves the reliability of the test data and also provide help for the cause analysis of adverse results.

**Keywords:** gas chromatography-mass spectrometry; polymer; plasticizers; phthalates; uncertainty

(学术编辑: 宋琛)