

文章编号 :1003-8701(2013)05-0093-04

食用菌中粗脂肪测定结果不确定度的评定

王宇¹,张爽¹,候宇¹,潘明杰¹,任明月¹,
张文¹,韩晓红¹,姚忱¹,王海岩^{2*}

(1.吉林省产品质量监督检验院,长春 130022;2.吉林省农业科学院,长春 130033)

摘要:本文通过建立不确定度的数学模型,对食用菌中粗脂肪的测定不确定度进行了评估,分析了测定过程中存在的不确定度来源,量化了不确定度的分量,并求出合成不确定度和扩展不确定度,最终给出了不确定度测定结果的表示式。

关键词:食用菌;粗脂肪;不确定度;评定

中图分类号:TS201.4

文献标识码:A

Evaluation of Uncertainty of Results of Crude Fat Measurement in Edible Mushroom

WANG Yu¹, ZHANG Shuang¹, HOU Yu¹, PAN Ming-jie¹, REN Ming-yue¹,
ZHANG Wen¹, HAN Xiao-hong¹, YAO Chen¹, WANG Hai-yan^{1*}

(1. Jinlin Province Product Quality Supervision Test Institute, Changchun 130022;

2. Jilin Academy of Agricultural Sciences, Changchun 130033, China)

Abstract: A mathematical model of uncertainty was established in the paper to evaluate the uncertainty of crude fat measurement in edible mushroom. Sources of uncertainty in the process of measurement were analyzed. The components of uncertainty were measured and the combined uncertainty and the expanded uncertainty were gotten. At last, the expression of measurement results of the uncertainty was given.

Keywords: Edible mushroom; Crude fat; Uncertainty; Evaluation

食用菌中粗脂肪含量是食用菌品质判定的重要指标之一,如国家标准 GB/T 6192-2008《黑木耳》中规定黑木耳粗脂肪含量应 $\geq 0.40\%$ ^[1]。粗脂肪测定结果的质量关系到食用菌品质评价是否准确,为了评定粗脂肪测定结果的准确性,通常用不确定度进行评定。对测定结果进行不确定度的评定既是满足 GB/T 27025-2008/ISO/IEC 17025:2005《检测和校准实验室能力的通用要求》中对测试实验室的要求^[2],又能定量表明其测量结果的有效性。

本文依据国家标准 GB/T 15674-2009《食用菌中粗脂肪含量的测定》中的分析步骤^[3],采用自

动脂肪测定仪法对食用菌中粗脂肪含量进行了测定,并对所得测定结果进行了不确定度评定。

1 测定方法与数学模型

1.1 测定方法

称取试样于高型烧杯中(同时按照 GB 5009.3-2010《食品安全国家标准 食品中水分的测定》中的直接干燥法^[4]测定试样含水率),加 3 mol/L 的盐酸溶液 100 mL,在电热板上加热煮沸并水解 1h;水解液在室温下冷却后,用湿润的无脂双层中速滤纸过滤,残渣用冷水洗涤至中性;将残渣及滤纸放入烘箱中 80℃下干燥,烘干后,将含有残渣的双层滤纸放入提取套管中,在 100℃烘箱中干燥 30 min,取出套管并用脱脂棉覆盖;采用脂肪测定仪,用石油醚(沸程 30~60℃)按仪器程序进行提取;提取结束后,取出滤纸包,待抽提

收稿日期:2013-08-08

作者简介:王宇(1980-),女,硕士,工程师,主要从事食品、农产品和饲料的检测工作。

通讯作者:王海岩,男,研究员,E-mail:ncspkj@cjaas.com

瓶中石油醚挥发尽后,将抽提瓶及提取物在100℃干燥箱中烘干至恒重(两次质量差不超过0.001 g)。

1.2 数学模型

以X表示食用菌中粗脂肪的含量(%),构建的数学模型如下:

$$X = \frac{G}{m(1-\omega)} = \frac{m_1 - m_2}{m(1-\omega)} \times 100\%$$

式中:m为称取的试样的质量(g);G为测定用试样中粗脂肪的质量(g), $G=(m_1 - m_2)$,其中 m_1 为恒重的抽提瓶和提取物的质量(g), m_2 为恒重的抽

提瓶的质量(g); ω 为试样的含水率(%)。

2 结果与不确定度评定

2.1 测定结果

本文采用黑木耳干品作为试验样品,将其粉碎通过0.9 mm试验筛后装入清洁自封袋中密闭保存。按GB 5009.3-2010中直接干燥法^[4]测定试样含水率,设4个平行样,试验数据见表1,经计算得到试样的含水率为8.41%。粗脂肪含量测定时,取样质量为5g并设10个平行样,按1.1的测定方法进行测定,所得试验数据见表2。

表1 黑木耳干品含水率的测定数据

序号	M_1 (g)	M_2 (g)	$(M_1 - M_2)$ (g)	M_3 (g)	$(M_1 - M_3)$ (g)	ω (%)
1	21.385 7	21.199 3	0.186 4	19.172 5	2.213 2	8.42
2	22.357 4	21.184 6	0.172 8	20.305 1	2.052 3	8.42
3	22.048 3	21.854 4	0.193 9	19.742 5	2.305 8	8.41
4	21.654 6	21.477 4	0.177 2	19.542 6	2.112 0	8.39
平均值	-	-	0.182 6	-	2.170 8	8.41

注 M_1 为称量瓶和试样的质量, M_2 为称量瓶和干燥后试样的质量, M_3 为称量瓶的质量。

表2 黑木耳干品粗脂肪的测定数据

序号	m(g)	m_1 (g)	m_2 (g)	$G=(m_1 - m_2)$ (g)	X(%)
1	5.200 4	45.999 6	45.970 5	0.029 1	0.61
2	5.045 3	45.881 9	45.855 6	0.026 3	0.57
3	5.163 3	45.986 8	45.957 5	0.029 3	0.62
4	5.007 1	45.669 7	45.641 7	0.028 0	0.61
5	4.997 8	45.339 8	45.313 3	0.026 5	0.58
6	5.102 9	45.487 0	45.459 0	0.028 0	0.60
7	5.006 5	46.424 8	46.397 3	0.027 5	0.60
8	4.892 3	45.648 2	45.620 9	0.027 3	0.61
9	4.763 7	45.846 6	45.821 3	0.025 3	0.58
10	5.107 4	45.615 3	45.587 2	0.028 1	0.60
平均值	5.0287	-	-	0.027 5	0.60

2.2 不确定度评定

从测定过程和数学模型分析,食用菌中粗脂肪含量测定的不确定度主要来源于样品称量(m)、测定用试样中粗脂肪的质量(G)、试样的含水率(ω)和重复性测定。

2.2.1 样品称量(m)引入的不确定度 $u_1(m)$

主要由天平校准和称量变动性(即称量重复性)引入。

(1)天平校准:试验中用到的电子分析天平的置信区间为 ± 0.15 mg,该数值代表了托盘上被称量的实际质量与从天平所读取的数值的最大差

值,服从均匀分布。

$$u_1(m) = \frac{0.15 \text{ mg}}{\sqrt{3}} = 0.086 6 \text{ mg}$$

(2)称量变动性(即称量重复性):称量变动性可根据CNAS-GL06:2006《化学分析中不确定度的评估指南》附录G(不确定度的常见来源和数值)中给出的标准^[5]计算。

$$u_2(m) = 0.5 \times \text{最后一位有效数字} \\ = 0.5 \times 0.1 \text{ mg} = 0.05 \text{ mg}$$

(3)由m带来的合成不确定度为:

$$u(m) = \sqrt{[u_1(m)]^2 + [u_2(m)]^2}$$

$$= \sqrt{(0.0866 \text{ mg})^2 + (0.05 \text{ mg})^2} = 0.10 \text{ mg}$$

相对不确定度为：

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{u(m)}{m} = \frac{0.10 \text{ mg}}{5.0287 \text{ g}} = 0.000020$$

2.2.2 测定用试样中粗脂肪的质量(G)引入的不确定度 $u(G)$

在建立的数学模型中, $G = m_1 - m_2$, 所以 G 的不确定度主要由 m_1 和 m_2 质量称量引入。

(1) 由 m_1 质量称量引入的不确定度: 由天平校准、称量变动性和恒重称量引入。

① 天平校准和称量变动性: 分析过程见 2.2.1。

$$u_1(m_1) = \frac{0.15 \text{ mg}}{\sqrt{3}} = 0.0866 \text{ mg}$$

$$u_2(m_1) = 0.5 \times \text{最后一位有效数字} \\ = 0.5 \times 0.1 \text{ mg} = 0.05 \text{ mg}$$

恒重称量: 测定方法要求抽提瓶和提取物在干燥箱中烘干至恒重(两次质量差不超过 0.001 g), 这就是说质量的最大允许差值为 $\pm 1 \text{ mg}$, 按均匀分布计算其不确定度。

$$u_3(m_1) = \frac{1 \text{ mg}}{\sqrt{3}} = 0.577 \text{ mg}$$

由 m_1 带来的不确定度为：

$$u(m_1) = \sqrt{[u_1(m_1)]^2 + [u_2(m_1)]^2 + [u_3(m_1)]^2} \\ = \sqrt{(0.0866 \text{ mg})^2 + (0.05 \text{ mg})^2 + (0.577 \text{ mg})^2} \\ = 0.586 \text{ mg}$$

(2) 由 m_2 引入的不确定度: 分析过程同 2.2.2 中(1), 其不确定度 $u(m_2) = 0.586 \text{ mg}$ 。

(3) 由 G 带来的合成不确定度为：

$$u(G) = \sqrt{[u(m_1)]^2 + [u(m_2)]^2} \\ = \sqrt{(0.586 \text{ mg})^2 + (0.586 \text{ mg})^2} = 0.829 \text{ mg}$$

相对不确定度为：

$$u_{\text{rel}}(G) = \frac{u(G)}{G} = \frac{0.829 \text{ mg}}{0.0275 \text{ g}} = 0.030$$

2.2.3 试样的含水率(ω)引入的不确定度 $u(\omega)$

从水分的测定过程和数学模型 $\omega = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_3} \times 100\%$ 分析, 试样的含水率(ω)的不确定度主要由 $(M_1 - M_2)$ 和 $(M_1 - M_3)$ 的质量称量、重复性测定引入。

(1) $(M_1 - M_2)$ 质量称量引入的不确定度 $u(M_1 - M_2)$: 分别由 M_1 、 M_2 的质量称量引入。

分析过程见 2.2.2, 其合成不确定度 $u(M_1 - M_2) = 0.829 \text{ mg}$ 。

(2) $(M_1 - M_3)$ 质量称量引入的不确定度 $u(M_1 - M_3)$: 分别由 M_1 、 M_3 的质量称量引入。

分析过程见 2.2.2, 其合成不确定度 $u(M_1 -$

$$M_3) = 0.829 \text{ mg}。$$

(3) 重复性测定引入的不确定度 $u(\bar{\omega})$: 在重复性条件下, 对黑木耳进行了 4 次重复测定, 结果分别是 8.42%、8.42%、8.39%、8.41%, 测得含水率的平均值为：

$$\bar{\omega} = \frac{\sum \omega_i}{n} = 8.41\%$$

单次测量的标准不确定度为：

$$u(\omega) = s(\omega) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\omega_i - \bar{\omega})^2}{n-1}} = 0.0141\%$$

算术平均值的相对不确定度为：

$$u(\bar{\omega}) = \frac{u(\omega)}{\bar{\omega}} = \frac{0.0141\%}{8.41\%} = 0.00168\%$$

(4) 相对不确定度: 各不确定度分量彼此间独立无关, 则合成相对不确定度 $u_{\text{rel}}(\bar{\omega})$ ：

$$u_{\text{rel}}(\bar{\omega}) = \sqrt{\left[\frac{u(M_1 - M_2)}{M_1 - M_2}\right]^2 + \left[\frac{u(M_1 - M_3)}{M_1 - M_3}\right]^2 + \left[\frac{u(\bar{\omega})}{\bar{\omega}}\right]^2} \\ = \sqrt{\left(\frac{0.829 \text{ mg}}{0.1826 \text{ g}}\right)^2 + \left(\frac{0.829 \text{ mg}}{2.1708 \text{ g}}\right)^2 + \left(\frac{0.00168\%}{8.41\%}\right)^2} \\ = 0.0046$$

2.2.4 重复性测定引入的不确定度 $u(\bar{X})$

在重复性条件下, 对黑木耳进行了 10 次独立测定, 测得粗脂肪的平均值为：

$$\bar{X} = \frac{\sum X_i}{n} = 0.60\%$$

单次测量的标准不确定度为：

$$u(X) = s(X) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = 0.0162\%$$

算术平均值的相对不确定度为：

$$u(\bar{X}) = \frac{u(X)}{\bar{X}} = \frac{0.0162\%}{0.60\%} = 0.0027\%$$

相对不确定度为：

$$u_{\text{rel}}(\bar{X}) = \frac{u(\bar{X})}{\bar{X}} = \frac{0.0027\%}{0.60\%} = 0.0045$$

3 不确定度概算及报告

3.1 不确定度分量汇总

表 3 相对不确定度分量汇总

分量类型	不确定度来源	相对不确定度
$u(m)$	样品称量	0.000020
$u(G)$	测定用试样中粗脂肪的质量	0.030
$u(\omega)$	试样的含水率	0.0046
$u(\bar{X})$	重复性测定	0.0085

将得到的各相对不确定度汇总,见表3。

3.2 合成不确定度

合成相对标准不确定度 $u_{rel}(X)$:

$$u_{rel}(X) = \sqrt{[u_{rel}(m)]^2 + [u_{rel}(G)]^2 + [u_{rel}(\omega)]^2 + [u_{rel}(\bar{X})]^2}$$

$$= \sqrt{(0.000\ 020)^2 + (0.030)^2 + (0.004\ 6)^2 + (0.008\ 5)^2}$$

$$= 0.032$$

$$\text{因 } u_{rel}(X) = \frac{u(X)}{X}, \text{ 故 } u(\bar{X}) = u_{rel}(\bar{X}) \times \bar{X} = 0.032 \times$$

$$0.60\% = 0.02\%$$

3.3 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$, 则扩展不确定度为:

$$U(X) = k \times u(\bar{X}) = 2 \times 0.02\% = 0.04\%$$

3.4 结果报告

利用自动脂肪测定仪法对黑木耳中粗脂肪进行测定,测定结果表示式如下:

$$X = \bar{X} \pm U(X) = (0.60 \pm 0.04)\%$$

4 讨论

(上接第80页)快,苗子长不起来。

2.4 液体培养基中接入芽数对成苗的影响

由表3、表4可以看出,在室内温度35℃的情况下,液体培养基的量相对大,因此对接入茎段的长度要求也是比较严格的。由表4试验结果可以

从整个计算过程可以看出,粗脂肪质量(G)带来的相对不确定度对合成相对标准不确定度的总量贡献最大。因G由两次相对独立的恒重称量(m_1 和 m_2)数值计算得到,其中由恒重称量引入的不确定度分量较天平校准和称量变动性的不确定度分量之和大约六倍,故应确保在恒重称量时连续两次称量的差值越小越好。

参考文献:

- [1] 中华全国供销合作总社昆明食用菌研究所. GB/T 6192-2008 黑木耳[S]. 北京:中国标准出版社,2008:2.
- [2] 国家认证认可监督管理委员会,等. GB/T 27025-2008/ISO/IEC 17025:2005 检测和校准实验室能力的通用要求[S]. 北京:中国标准出版社,2008:10.
- [3] 农业部食用菌产品质量监督检验测试中心(上海),等. GB/T 15674-2009 食用菌中粗脂肪含量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2009:1-2.
- [4] GB 5009.3-2010 食品安全国家标准 食品中水分的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2010:1-2.
- [5] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-GL06:2006《化学分析中不确定度的评估指南》[M]. 2006:143.

看出,单芽茎段太短小,组培苗生根后很容易淹死,成苗率较低,芽太多严重影响繁殖速度,本试验通过单芽、双芽、3芽、4芽茎段的研究,初步认为在室温35℃,每150 mL三角瓶加40~50 mL营养液的情况下,以双芽较为适合。

表4 液体培养基中接入芽数对成苗的影响

处理	接种茎段数(个)	接种芽数(个)	生根茎段数(个)	生根率(%)	相对CK百分数	芽数(个)	新增芽数(个)	增值倍数	相对CK百分数
A(单芽)	60	60	60	100	100	450	390	6.5	100
B(双芽)	60	120	60	100	100	696	636	10.6	1.63
C(3芽)	60	180	60	100	100	976	916	15.27	2.35
D(4芽)	60	240	60	100	100	1036	976	16.27	2.50

3 结论

研究结果表明,在室内温度35℃,室内湿度无法控制,且无任何加湿措施的情况下,液体培养的试管苗叶片浓绿,植株粗壮,茎呈紫红色,茎粗远高于固体培养,且液体培养成本远低于固体培养,培养基的量以150 mL三角瓶加50 mL培养液为宜,接种茎段以双芽茎段较好,本研究不仅克服了高温、低湿的不利因素,而且简化了培养基及其配制程序,降低了培养成本,提高了工作效率,在生产实践中具有较高的实用价值。

参考文献:

- [1] 高炳德. 马铃薯营养特性的研究[J]. 马铃薯,1984(4):3-13.
- [2] 门福义,刘梦芸. 马铃薯栽培生理[M]. 北京:中国农业出版社,1995:43-53.
- [3] Allard R H. Principles of Plant Breeding [J]. New York: 1986 (14): 25-30.
- [4] 牛爱国,侯丽娟,包永信,等. 马铃薯组培苗液体静置培养微繁殖技术研究[J]. 中国马铃薯,1999,13(2):75-78.
- [5] 齐恩芳,仲乃琴,王一航. 不同培养方式和成分对马铃薯脱毒试管苗生长的影响[J]. 中国马铃薯,2000,14(1):18-19.
- [6] 仲乃琴,王一航,齐恩芳. 碳源浓度对不同光源培养的马铃薯脱毒试管苗生长的影响[J]. 中国马铃薯,2000,14(2):73-75.

《中国种业》

月刊,大16开,每期8元,全年96元。国内统一刊号:CN 11-4413/S,国际标准刊号:ISSN 1671-895X,全国各地邮局均可订阅,亦可直接汇款至编辑部订阅,挂号需每期另加3元。邮发代号:82-132。

地址:(100081)北京市中关村南大街12号 中国种业编辑部 电话:010-82105796(编辑部) 010-82105795(广告发行部)
传真:010-82105796 网址:www.chinaseedqks.cn E-mail: chinaseedqks@sina.com chinaseedqks@163.com