

# 鸡精调味料中谷氨酸钠测定的不确定度分析

钟宏星\*, 张晶, 曾史俊, 陆剑华

(广东省生物工程研究所(广州甘蔗糖业研究所), 中国轻工业甘蔗制糖工程技术研究中心, 广州 510316)

**摘要:** **目的** 分析测定鸡精中谷氨酸钠的不确定度来源, 对不确定度的各个分量进行评估和合成。**方法** 根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》, 采用标准 SB/T 10371-2003《鸡精调味料》中规定方法进行谷氨酸钠的测定。结合实验室日常检测能力和条件, 找出影响测定结果的不确定度的因素, 通过建立数学模型对各个不确定度分量进行评估和合成。**结果** 不确定度主要来源有标准溶液、样品质量、样品溶液、重复性、滴定溶液的体积; 当鸡精中谷氨酸钠的测定值为 40.94 g/100 g 时, 扩展不确定度为 0.29 g/100 g, 测定结果表示为(40.94±0.29) g/100 g,  $k=2$ ,  $P=95\%$ 。**结论** 鸡精调味料中谷氨酸钠测定的扩展不确定度为 0.29 g/100 g, 符合标准要求。**关键词:** 鸡精; 谷氨酸钠; 不确定度

## Uncertainty analysis of determination of sodium glutamate in chicken seasoning

ZHONG Hong-Xing\*, ZHANG Jing, ZENG Shi-Jun, LU Jian-Hua

(Research Center for Sugarcane Industry Engineering Technology of Light Industry of China/Guangdong Provincial Bioengineering Institute (Guangzhou Sugarcane Industry Research Institute), Guangzhou 510316, China)

**ABSTRACT: Objective** To analyze and determine the source of uncertainty of sodium glutamate in chicken essence, evaluated and synthesized the components of uncertainty. **Methods** According to JJF 1059.1-2012 *Measurement Uncertainty Evaluation and Representation*, the determination of sodium glutamate was carried out according to the method specified in the standard SB/T 10371-2003 *Chicken Seasoning*. The factors affecting the uncertainty of the measurement results were found out with the daily testing capabilities and conditions of the laboratory, and the various uncertainty components were evaluated and synthesized by establishing a mathematical model. **Results** The main sources of uncertainty are: standard solution, sample quality, sample solution, repeatability and volume of titration solution. When the determination value of sodium glutamate in chicken essence was 40.94 g/100 g, the expanded uncertainty was 0.29 g/100 g. The determination results were (40.94±0.29) g/100 g,  $k=2$ ,  $P=95\%$ . **Conclusion** The expanded uncertainty is 0.29 g/100 g, which meets the standard requirement of sodium glutamate detection in chicken seasoning.

**基金项目:** 广东省科技计划项目(2016A040403066)、广州市科技计划项目(201806010093)、广东省科学院项目(2016GDASPT-010)、广东省科学院发展专项资金项目(2019GDASYL-0103036)

**Fund:** Supported by Guangdong Provincial Science and Technology Plan Projects (2016A040403066), Guangzhou Provincial Science and Technology Plan Projects (201806010093), Guangdong Academy of Sciences Project (2016GDASPT-010) and GDAS' Project of Science and Technology Development (2019GDASYL-0103036).

\***通讯作者:** 钟宏星, 工程师, 主要研究方向为食品检测。E-mail: 563739514@qq.com

\***Corresponding author:** ZHONG Hong-Xing, Engineer, Guangdong Provincial Bioengineering Institute, Guangzhou 510316, China. E-mail: 563739514@qq.com

**KEY WORDS:** chicken seasoning; monosodium glutamate; uncertainty

## 1 引言

鸡精调味料是以味精、食用盐、鸡肉/鸡骨的粉末或其浓缩抽提物、呈味核苷酸二钠及其它辅料为原料, 添加或不添加香辛料和/或食用香料等增香剂经混合、干燥加工而成, 具有鸡的鲜味和香味的复合调味料<sup>[1]</sup>。鸡精调味料中谷氨酸钠测定方法是甲醛值法, 其原理是利用氨基酸的两性作用, 加入甲醛以固定氨基的碱性, 使羧基显示出酸性, 用氢氧化钠标准溶液滴定后定量, 以酸度计测定终点<sup>[2]</sup>。

虽然误差和误差分析早就成为测量科学或计量学的一部分, 但作为定量特征的不确定度概念还是一个比较新的概念。现在大家都认识到, 当对已知的或可疑的误差分量都作了评定, 并进行了适当的修正后, 这样的测量结果仍然还存在着不确定度<sup>[3]</sup>。鸡精调味料谷氨酸钠的测定过程中, 所需试剂和仪器等较多及滴定过程中的一些人为误差, 会对测定结果造成不确定度。但这些因素又是无法避免的, 每个不同的因素造成的不确定度的大小各不相同<sup>[4-12]</sup>。不确定度是表征合理地赋予测量之值的分散性, 与测量结果相联系的参数<sup>[13]</sup>。

本研究根据新行业标准 SB/T10371-2003 鸡精调味料<sup>[1]</sup>的规定, 利用甲醛值法对鸡精调味料的谷氨酸钠进行测定。找出影响甲醛值法检测谷氨酸钠的准确性的主要因素, 根据国家计量技术规范 JJF1059-2012《测量不确定度评定与表示》<sup>[14]</sup>的要求对测量结果的不确定度进行评定, 通过建立数学模型对各个不确定度分量进行评估和合成, 最终合成了相对标准不确定度和扩展不确定度。

## 2 材料与方 法

### 2.1 试剂与仪器

0.1000 mol/L 氢氧化钠标准溶液(深圳市博林达科技有限公司); 甲醛溶液(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

FE20 酸度计、ME204E 电子天平(精确至 0.0001 g, 梅特勒-托利多(仪器)上海有限公司); 25 mL 和 10 mL A 级移液管、100 mL A 级容量瓶(北京博美玻璃有限公司); 磁力搅拌器(美国 INTLLAB 公司)。

### 2.2 实验方法

准确称取均匀样品 3~4 g, 用适量水溶解, 移入 100 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 混匀后吸取 10.00 mL, 置于 200 mL 的烧杯中, 加 60 mL 水, 边磁力搅拌边用氢氧化钠标准滴定溶液(0.0500 mol/L)滴定至酸度计指示 pH 8.2。加入 10.0 mL 甲醛溶液, 混匀。再用氢氧化钠标准滴定溶

液(0.0500 mol/L)继续滴定至 pH 9.6, 记下加入甲醛溶液后消耗氢氧化钠标准滴定溶液(0.0500 mol/L)的毫升数。同时, 取 70 mL 水, 先用氢氧化钠标准滴定溶液(0.0500 mol/L)调节 pH 为 8.2, 再加入 10.0 mL 甲醛溶液, 用氢氧化钠标准滴定溶液(0.0500 mol/L)滴定至 pH 9.6, 做试剂空白试验。

### 2.3 建立数学模型

样品中谷氨酸钠的含量按下式计算:

$$X = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{(V_i - V_0) \times c \times 0.187}{m_1 \times (V_{\text{取}} / 100)} \times 100$$

式中: X—样品中谷氨酸钠的含量(含 1 分子结晶水)/(g/100 g);

$V_i$ —样品稀释液加入甲醛溶液后消耗氢氧化钠标准滴定液体积/mL;

$V_0$ —试剂空白试验加入甲醛溶液后消耗氢氧化钠标准滴定液体积/mL;

$c$ —标准滴定溶液的摩尔浓度/(mol/L);

$n$ —重复实验次数;

56.1—氢氧化钾的摩尔质量/(g/mol)

0.187—与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [ $c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的含 1 分子结晶水谷氨酸钠的质量/g;

$m_1$ —样品的质量/g;

$V_{\text{取}}$ —样品稀释液取用量/mL;

计算结果保留 3 位有效数字。

## 3 结果与分析

### 3.1 不确定度主要来源分析

测量不确定度是与测量结果相关联的参数, 它合理地赋予被测值的分散性。该分散性主要涉及 A 类不确定度、B 类不确定度和合成标准不确定度<sup>[15,16]</sup>。根据数学模型和测量过程, 鸡精调味料谷氨酸钠的测定不确定度来源有(如图 1 所示): ①重复测量引入的不确定度  $u_{\text{rel}}(n)$ ; ②称样过程引入的不确定度  $u_{\text{rel}}(m)$ ; ③定容及取稀释液过程引入的不确定度  $u_{\text{rel}}(V)$ ; ④酸度计精度的不确定度  $u_{\text{rel}}(P)$ ; ⑤滴定管精度引入的不确定度  $u_{\text{rel}}(d)$ ; ⑥0.0500 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的不确定度  $u_{\text{rel}}(c)$ 。

### 3.2 不确定度分量评定

3.2.1 由重复性测定引入的标准不确定度评定  $U_{\text{rel}}(c_i)$

按标准要求, 进行实验得出结果(表 1):

由贝塞尔公式求得单次测量标准差  $s(X_i)$  为:

$$s(X_i) = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X}_{\text{平}})^2}{n-1}} = 0.236$$

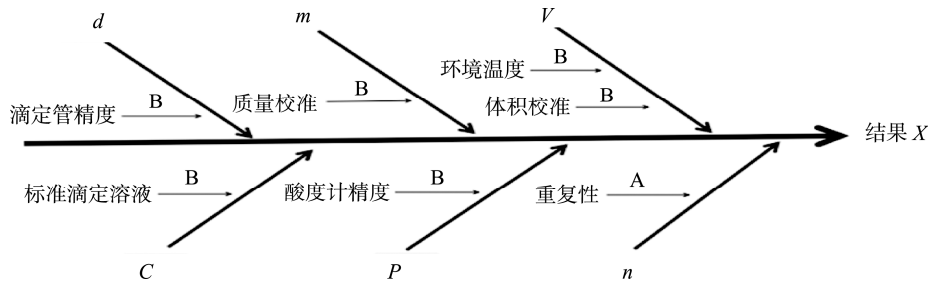


图 1 鸡精调味料谷氨酸钠的测定过程中不确定度来源

Fig.1 Sources of uncertainty in the determination of sodium glutamate in chicken seasoning

表 1 10 次平行测定的结果  
Table 1 Results of 10 parallel measurements

序号	$m/g$	$V_{取}/mL$	$V_0/mL$	$V_i/mL$	$X/(g/100g)$
1	3.5004	10.0		19.04	41.10
2	3.5005	10.0		19.08	41.21
3	3.4999	10.0		18.88	40.68
4	3.4998	10.0		18.85	40.60
5	3.5005	10.0		19.05	41.13
6	3.5000	10.0	3.65	18.95	40.87
7	3.4995	10.0		18.85	40.61
8	3.5006	10.0		19.02	41.05
9	3.5005	10.0		19.05	41.13
10	3.5003	10.0		19.03	41.08
平均值	3.5002	10.0		18.98	40.94

由测量重复性导致的标准不确定度  $u(X)$  为:

$$u(X) = s(X) = \frac{s(X_i)}{\sqrt{n}} = \frac{0.236}{\sqrt{10}} = 0.0746$$

因此, 重复测定的相对标准不确定度  $u_{rel}(X_i)$  为:

$$u_{rel}(X_i) = \frac{u(X)}{X_{平}} = \frac{0.0746}{40.94} = 0.00182$$

### 3.2.2 称样过程引入的不确定度 $u_{rel}(m)$

样品质量  $m$  引入的不确定度主要来自天平自身存在的系统误差。由检定证书得知最大允许误差为  $\pm 0.0002$  g, 按均匀分布考虑, 则有标准不确定度为  $0.0002/\sqrt{3}$ , 样品质量平均值为 3.5002 g, 因此其相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(m) = \frac{0.0002}{\sqrt{3} \times 3.5002} = 0.0000330$$

### 3.2.3 定容及取稀释液过程引入的不确定度 $u_{rel}(V)$

#### 1) 定容使用的 A 级 100 mL 容量瓶

该不确定度分量主要有 2 部分: (1) 由 JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程规定 A 级 100mL 容量瓶最大允差为  $\pm 0.10$  mL<sup>[17]</sup>, 按均匀分布计算, 其标准不确定度为  $0.10/\sqrt{3} = 0.0577$  mL; (2) 校准温度与实验室温度不同产生的不确定度: 仪器的校准温度为 20 °C, 而实验室的温度为

(20 $\pm$ 10) °C。按均匀分布计算, 体积变化的标准不确定度为  $2.1 \times 10^{-4} \times 10 \times 100 / \sqrt{3} = 0.121$  mL。

合成以上 2 项标准不确定度  $u(V_{容1})$  为:

$$u(V_{容1}) = \sqrt{0.0577^2 + 0.121^2} = 0.134$$

即其相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(V_{容1}) = \frac{0.134}{100} = 0.00134$$

#### 2) 取稀释液使用的 A 级 10 mL 移液管

该不确定度分量主要有 2 部分: (1) 由 JJG 196-2006 玻璃量器检定规程规定 A 级 10 mL 移液管最大允差为  $\pm 0.020$  mL<sup>[17]</sup>, 按均匀分布计算, 其标准不确定度为  $0.020/\sqrt{3} = 0.0116$  mL。

#### 3) 校准温度与实验室温度不同产生的不确定度

仪器的校准温度为 20 °C, 而实验室的温度为 (20 $\pm$ 10) °C。按均匀分布计算, 体积变化的标准不确定度为  $2.1 \times 10^{-4} \times 10 \times 10 / \sqrt{3} = 0.0121$  mL。

合成以上 2 项标准不确定度  $u(V_{10移})$  为:

$$u(V_{10移}) = \sqrt{0.0116^2 + 0.0121^2} = 0.0168$$

即其相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(V_{10移}) = \frac{0.0168}{10} = 0.00168$$

综上, 定容及取稀释液过程引入的不确定度  $u_{rel}(V)$  为:

$$u_{rel}(V) = \sqrt{0.00134^2 + 0.00168^2} = 0.00215$$

### 3.2.4 酸度计精度的不确定度 $u_{rel}(P)$

仪器检定证书给出仪器的总体扩展不确定度为  $U = 0.02$  pH( $k=2$ ), pH 值最后滴定至 9.6, 假设为均匀分布, 其相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(P) = \frac{0.02}{2 \times \sqrt{3} \times 9.6} = 0.000601$$

### 3.2.5 滴定管精度引入的不确定度 $u_{rel}(d)$

25 mL A 级碱式滴定管, 检定证书给出仪器的扩展不确定度为  $U = 0.01$  mL( $k=2$ ), 假设为均匀分布, 换算成相对标准不确定度为:

$$u_{rel}(d) = \frac{0.01}{2 \times \sqrt{3} \times 25} = 0.000115$$

### 3.3 氢氧化钠标准滴定使用液(0.0500 mol/L)的不确定度 $u_{\text{rel}}(c)$

#### 3.3.1 由氢氧化钠标准溶液引入的不确定度 $u(\text{std})$

氢氧化钠标准溶液是由深圳市博林达科技有限公司提供的氢氧化钠标准溶液(0.1000 mol/L), 标准物质证书给出的标准不确定度为 0.2%,  $k=2$ 。即氢氧化钠标准溶液的相对不确定度为:

$$u(\text{std}) = \frac{0.2\%}{2} = 0.001$$

#### 3.3.2 由氢氧化钠标准滴定使用液稀释过程引入的不确定度

用 50 mL 刻度吸管吸取 50 mL 浓度为 0.1000 mol/L 氢氧化钠标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 得到浓度为 0.0500 mol/L 标准滴定溶液。

50 mL 刻度吸管该不确定度分量主要有 2 部分: (1) 由 JJG 196-2006 玻璃量器检定规程<sup>[17]</sup>规定 A 级 50 mL 刻度吸管最大允差为  $\pm 0.05$  mL, 按均匀分布计算, 其标准不确定度为  $0.05/\sqrt{3} = 0.0289$  mL; (2) 校准温度与实验室温度不同产生的不确定度: 仪器的校准温度为 20 °C, 而实验室的温度为  $(20 \pm 10)$  °C。按均匀分布计算, 体积变化的标准不确定度为  $2.1 \times 10^{-4} \times 10 \times 50/\sqrt{3} = 0.0606$  mL。

合成以上 2 项标准不确定度  $u(V_{50\text{移}})$  为:

$$u(V_{50\text{移}}) = \sqrt{0.0289^2 + 0.0606^2} = 0.0671$$

即其相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{50\text{移}}) = \frac{0.0671}{50} = 0.00134$$

100 mL 容量瓶不确定度分量主要有 2 部分: (1) 由 JJG 196-2006 玻璃量器检定规程<sup>[17]</sup>规定 A 级 100 mL 容量瓶最大允差为  $\pm 0.10$  mL, 按均匀分布计算, 其标准不确定度为  $0.10/\sqrt{3} = 0.0577$  mL; (2) 校准温度与实验室温度不同产生的不确定度: 仪器的校准温度为 20 °C, 而实验室的温度为  $(20 \pm 10)$  °C。按均匀分布计算, 体积变化的标准不确定度为  $2.1 \times 10^{-4} \times 10 \times 100/\sqrt{3} = 0.121$  mL。

合成以上 2 项标准不确定度  $u(V_{\text{容}2})$  为:

$$u(V_{\text{容}2}) = \sqrt{0.0577^2 + 0.121^2} = 0.134$$

即其相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{容}2}) = \frac{0.134}{100} = 0.00134$$

综上, 氢氧化钠标准滴定使用液(0.0500 mol/L)的不确定度  $u_{\text{rel}}(c)$  为:

$$u_{\text{rel}}(c) = \sqrt{0.001^2 + 0.00134^2 + 0.00134^2} = 0.00214$$

### 3.4 计算合成相对标准不确定度 $U_{\text{c(rel)}}$

相对标准不确定度分量的评定结果如表 2 所示, 合成相对标准不确定度为:

$$U_{\text{c, rel}} = \sqrt{0.00182^2 + 0.0000330^2 + 0.00215^2 + 0.000601^2 + 0.000115^2 + 0.00214^2} = 0.00359$$

表 2 谷氨酸钠含量测定相对不确定度分量评定结果  
Table 2 Relative Uncertainty Component Evaluation of Sodium Glutamate Content Determination

序号	来源	符号	数值
1	重复性	$U_{\text{rel}}(X_i)$	0.0018200
2	样品称量	$U_{\text{rel}}(m)$	0.0000330
3	样品定容	$U_{\text{rel}}(V)$	0.0021500
4	酸度计精度	$U_{\text{rel}}(P)$	0.0006010
5	滴定管精度	$U_{\text{rel}}(d)$	0.0001150
6	标准溶液	$U_{\text{rel}}(c)$	0.0021400

### 3.5 扩展不确定度 $U$

合成标准不确定度:

$$U_{\text{c}} = U_{\text{c, rel}} \times X_{\text{平}} = 0.00359 \times 40.94 = 0.147$$

在 95% 置信水平下, 包含因子取  $k=2$ , 则扩展不确定度为(标准要求保留 2 位有效数字):

$$U = k \times U_{\text{c}} = 2 \times 0.147 = 0.29 \text{ g}/100 \text{ g}$$

## 4 结 论

本次实验的鸡精调味料谷氨酸钠的实际测定结果可表示为:  $(40.94 \pm 0.29) \text{ g}/100 \text{ g}$ 。符合标准 SB/T 10371-2013 要求。

## 参 考 文 献

- [1] SB/T 10371-2003 鸡精调味料[S].  
SB/T 10371-2003 Chicken essence seasoning [S].
- [2] GB/T 5009.39-2003 酱油卫生标准的分析方法[S].  
GB/T 5009.37-2003 Method for analysis of hygienic standard of soybean sauce [S].
- [3] GB/T 27418-2017 测量不确定度评定和表示[S].  
GB/T 27418-2017 Guide to the evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [4] 张晶, 钟宏星, 曾史俊, 等. 食品中油脂的酸价的不确定度的分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(21): 5570-5575.  
Zhang J, Zhong HX, Zeng SJ, et al. Analysis and evaluation of the uncertainty of acid value of oil in food [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(21): 5570-5575.
- [5] 平秋婷, 王桂华, 张志强, 等. 白砂糖电导灰分测定结果的不确定度评定[J]. 甘蔗糖业, 2019, (1): 51-54.  
Pin QT, Wang GH, Zhang ZQ, et al. Uncertainty evaluation of determination results of conductivity ash in white granulated sugar [J]. Sugarcane Canesg, 2019, (1): 51-54.
- [6] 周衡钢, 朱克卫, 刘正华, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定进口鱼粉中镉含量的不确定度评定[J]. 饲料研究, 2019, (1): 89-92.

- Zhou HG, Zhu KW, Liu ZH, *et al.* Evaluation of uncertainty for cadmium determination in imported fish meal by ICP-MS [J]. *Feed Res*, 2019, (1): 89–92.
- [7] 马君. 石墨炉原子吸收法测定茶叶中铅的不确定度分析[J]. *职业与健康*, 2014, 30(3): 316–318.
- MA J. Analysis of uncertainty in determination Pb in tea by graphite furnace atomic absorption [J]. *Occup Health*, 2014, 30(3): 316–318.
- [8] 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 RF, Liao HJ, Teng CG, *et al.* Lead measurement uncertainty evaluation of the cassava starch [J]. *Food Res Dev*, 2014, 35(23): 79–82.
- [9] 周俊. 茶叶中锌含量的测量不确定度评定[J]. *食品研究与开发*, 2011, 32(6): 101–103.
- Zhou J. Evaluation of the uncertainty in the determination of zinc in tea [J]. *Food Res Dev*, 2011, 32(6): 101–103.
- [10] 曾史俊, 高裕锋, 钟宏星, 等. 白砂糖蔗糖分检测的不确定度评定[J]. *甘蔗糖业*, 2016, (3): 55–58.
- Zeng SJ, Gao YF, Zhong HX, *et al.* Uncertainty evaluation determination of sucrose in white granulated sugar [J]. *Sugarcan Canesg*, 2016, (3): 55–58.
- [11] Cox MPL. The use of a Monte Carlo method for evaluating uncertainty and expanded uncertainty [J]. *Metrologia*, 2006, 43(4): S178–S188.
- [12] Hall BD. Monte Carlo uncertainty calculations with small sample estimates of complex quantities [J]. *Metrologia*, 2006, 43(3): 220–226.
- [13] 测量不确定度的评定与表示指南[M]. 北京: 国家质量技术监督局计量司, 2000.
- Guidelines for the evaluation and representation of measurement uncertainty [M]. Beijing: Metrology Department, National Bureau of Quality and Technical Supervision, 2000.
- [14] 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].
- [15] 钟宏星, 张晶, 陆剑华, 等. 赤砂糖蔗糖分测定结果的不确定度评定[J]. *甘蔗糖业*, 2019, (2): 60–63.
- Zhong HX, Zhang J, Lu JH, *et al.* Uncertainty evaluation determination of sucrose in brown granulated sugar [J]. *Sugarcan Canesgar*, 2019, (2): 60–63.
- [16] 化学分析中不确定度的评估指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2002.
- Guidelines for the evaluation of uncertainty in chemical analysis [M]. Beijing: China Metrology Publishing House, 2002.
- [17] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
- JJG 196-2006 Verification regulation of working glass container [S].

(责任编辑: 陈雨薇)

## 作者简介



钟宏星, 工程师, 主要研究方向为食品检测。

E-mail: 563739514@qq.com