

电感耦合等离子体发射光谱法测定酱腌菜中钠含量的不确定度评定

林辉焕, 蔡展帆, 熊含鸿, 梁旭霞*

(广东省食品检验所, 广州 510435)

摘要: 目的 评定电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma optical emission spectrometer, ICP-OES)测定酱腌菜中钠含量的不确定度。**方法** 依据 CNAS-GL 006: 2019《化学分析中不确定度的评估指南》和 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》, 采用 ICP-OES 测定酱腌菜中钠含量, 建立了不确定度评定的数学模型, 对不确定度的来源进行了全面分析, 通过计算得到扩展不确定度。**结果** 在酱腌菜的钠含量测定中, 当样品的钠含量为 3148 mg/100 g, 其扩展不确定度为 430 mg/100 g ($k=2$), 结果表示为 $(3148 \pm 430) \text{ mg/100 g } (k=2)$ 。**结论** 用 ICP-OES 进行测量时, 主要不确定度来源于标准溶液配制、其次为样品的重复性测定和回收率, 通过降低可控不确定度来提高测量结果的准确度, 该质量控制手段可用于合理地体现测定结果的可靠程度。

关键词: 不确定度; 电感耦合等离子体发射光谱法; 钠; 酱腌菜

Uncertainty evaluation for determination of sodium in pickles by inductively coupled plasma spectrometry

LIN Hui-Huan, CAI Zhan-Fan, XIONG Han-Hong, LIANG Xu-Xia*

(Guangdong Institute of Food Inspection, Guangzhou 510435, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty for determination of sodium in pickles by inductively coupled plasma spectrometry (ICP-OES). **Methods** According to CNAS-GL 006: 2019 *Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis* and JJF 1135-2005 *Evaluation of uncertainty in chemical analysis measurement*, the sodium in pickles was measured by ICP-OES, and the mathematical model of uncertainty was established. Then the main sources of uncertainty in this method were analyzed and the expanded uncertainty was obtained by calculation. **Results** In the determination of sodium content in pickles, when the sodium content of pickles was 3148 mg/100 g, the extended uncertainty was 430 mg/100 g ($k=2$), and the result was $(3148 \pm 430) \text{ mg/100 g } (k=2)$. **Conclusion** In the determination of sodium content of pickles by ICP-OES, the uncertainty mainly comes from the preparation of the standard solution, followed by the repeatability of samples and recovery rate. By reducing the degree of controllable uncertainty to improve the accuracy of the measurement results, the quality control method can be used to show the reliability of the results.

KEY WORDS: uncertainty; inductively coupled plasma spectrometry; sodium; pickles

*通讯作者: 梁旭霞, 博士, 主任技师, 主要研究方向为食品理化检验与食品安全。E-mail: liangxuxia@126.com

*Corresponding author: LIANG Xu-Xia, Ph.D, Chief Technician, Guangdong Institute of Food Inspection, Guangzhou 510435, China. E-mail: liangxuxia@126.com

1 引言

酱腌菜是以新鲜蔬菜为主要原料,经腌渍或酱渍加工而成的各种蔬菜制品,如酱渍菜、盐渍菜、酱油渍菜、糖渍菜、醋渍菜、虾油渍菜、发酵酸菜和糟渍菜等^[1]。由于酱腌菜具有鲜甜脆嫩,或咸鲜辛辣等独特香味,具有一定的营养价值,深得群众青睐,成为人们日常生活中不可缺少的调味副食品,是我国各族人民喜欢的调味副食品之一。钠是与人体健康密切相关的重要指标。GB 28050-2011《预包装食品营养标签通则》^[2]明确规定:食品企业在标签上标示营养成分时,应包括能量以及蛋白质、脂肪、碳水化合物和钠 4 种核心营养素的含量值,及其占营养素参考值(nutrient reference value, NRV)的百分比。酱腌菜在生产制作过程中往往会加入大量的盐,可能导致钠含量的偏高,过多的钠摄入会增加一些疾病的患病风险^[3-6],因此需要准确测定其含量。

测量不确定度的评定对测定结果的可信性具有重要意义,随着不确定度理论在我国的推广,合理评定测定结果的不确定度在数据对比,方法确认等方面具有十分广泛的应用^[7,8]。本研究依据 CNAS-GL 006:2019《化学分析中不确定度的评估指南》^[9]和 JJF 1135-2005《化学分析测量不确定度评定》^[10],采用电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma optical emission spectrometer, ICP-OES)测定酱腌菜中钠含量^[11],并分析检测过程中不确定度来源,对各不确定度分量加以评定,以期完整表达测量结果,为改进实验方法、提高结果准确度提供科学依据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

2.1.1 仪器与设备

5110 电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 Agilent 公司); Milli-Q Advantage A10 型超纯水系统(美国 Merck 公司); ATY224 万分之一电子天平(日本 Shimadzu 公司); Multiwave PRO 微波消解仪(奥地利 Anton-Paar 公司); BHW-09A 加热仪(上海博通化学科技有限公司)。

2.1.2 材料与试剂

试样:酱腌菜(购于市场)。

钠标准溶液[钠的浓度为(3750±21.8) mg/L,美国 NSI Lab Solutions 公司];硝酸(优级纯,上海安谱实验科技股份有限公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液的配制

分别移取钠标准物质溶液 0、25、50、100、250、500、1000 μL 于 50 mL 容量瓶(A 级)中,用 2%硝酸定容至刻度线,得到 0、1.875、3.75、7.50、18.75、37.5、75.0 mg/L

钠标准系列溶液。其中,移取 25、50、100 μL 采用 100 μL 量程的移液器,移取 250、500、1000 μL 采用 1000 μL 量程的移液器。

2.2.2 样品前处理

样品预处理:称取适量样品剪碎,并用搅拌机搅拌均匀,待用。

称取预处理样品 0.2~0.5 g 于微波消解罐中,加入 6 mL 硝酸,按照微波消解仪标准操作步骤进行消解。消解完毕,待消解罐冷却后打开,在加热仪上加热赶酸 30 min。微波消解罐放冷后,用超纯水定容至 50 mL,混匀备用;同时做空白实验。

2.2.3 样品稀释

由于样品的含量较高,对样品进行稀释 10 倍后上机测定,稀释过程如下:用移液器(1000 μL 量程)从定容后的样品消化液中移取 1000 μL 到 10 mL 的容量瓶(A 级)中,定容至刻度,得到上机测试液。

2.2.4 样品测定

将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪中,测定 Na(589.592 nm)的强度信号响应值,以浓度为横坐标,强度响应值为纵坐标,绘制标准曲线。

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体发射光谱仪中,测定 Na(589.592 nm)的强度信号响应值,根据标准曲线得到消解液中钠的浓度。

2.2.5 数学模型的建立^[11]

试样中测定项目含量按以下公式模型进行计算:

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V \times F}{m \times 10} = \frac{\Delta C \times V \times F}{m \times R \times 10}$$

式中:X 为试样中钠的含量,mg/100 g;

C_1 试样中钠的测定浓度,mg/L;

C_0 空白溶液中钠的测定浓度,mg/L;

ΔC 试样溶液与空白溶液中钠的测定浓度差($\Delta C = C_1 - C_0$),mg/L;

V 试样消化液的定容体积,mL;

F 试样稀释倍数;

m 试样质量,g;

R 为回收率,%;

10 换算系数。

2.2.6 样品测定结果数据

根据 2.2.5 的公式模型进行计算得到样品测定结果数据,见表 1。

3 结果与分析

3.1 不确定度的来源分析

在本研究中,空白溶液中测定项目的响应值远小于样品溶液中测定项目的响应值(见表 1),其波动对结果的影响较小,故不单独考虑空白溶液浓度测定过程引入的不确定度,而是把 ΔC 作为一个整体去考虑。

表 1 样品测定结果数据
Table 1 Sample measurement result data

序号 <i>i</i>	称样量 <i>m</i> /g	定容体积 <i>V</i> /mL	稀释倍数 <i>F</i>	信号值 <i>Y</i>	上机浓度 <i>C</i> /(mg/L)	浓度 ΔC /(mg/L)	含量结果 <i>X</i> /(mg/100 g)
空白	—	—	—	124.115	-0.247	—	—
1	0.4565	50.00	10	273112.224	29.802	30.049	3291
2	0.4509	50.00	10	270959.729	29.565	29.812	3306
3	0.4578	50.00	10	293049.860	31.996	32.243	3522
4	0.4664	50.00	10	276250.160	30.147	30.394	3258
5	0.4731	50.00	10	282210.349	30.803	31.050	3282
6	0.4679	50.00	10	292689.614	31.957	32.204	3441
最小值	0.4509	—	—	—	—	29.812	—

根据数学模型及测量过程, 测定结果的不确定度来源主要有^[12]: 标准物质引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(RM)$ 、标准溶液配制引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(S)$ 、样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$ 、样品消化液定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$ 、试样溶液稀释引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(F)$ 、标准曲线法测定引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\Delta C)$ 、测量结果重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(X)$ 、回收率引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(R)$ 。

3.2 各不确定度分量的评定

3.2.1 标准物质引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(RM)$

从标准物质证书获得标准物质中测定项目的标准值 3750 mg/L、扩展不确定度 21.8 mg/L 和包含因子 2, 则标准物质含量的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(RM) = \frac{21.8}{2 \times 3750} = 0.00291$ 。

3.2.2 标准溶液配制引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(S)$

$u_{\text{rel}}(S)$ 的各个不确定度分量为配制过程中各次稀释引入的不确定度, 而单次稀释操作有 2 个不确定度来源: 移取体积的不确定度、定容体积的不确定度。在单次稀释操作过程中, 移取液体和稀释定容中的溶液处于几乎相同温度下, 因此可忽略温度对体积的影响。

3.2.2.1 移取体积的不确定度

移取体积有 2 个影响因素: 移液器的容量误差和测量重复性。使用标称容量为 V_{pn} 的移液器移取体积为 V_{p} 的溶液时, 容量允许误差百分比^[13]为 $\pm r_e(V_{\text{p}})$, 测量重复性百分比为 $\leq r_r(V_{\text{p}})$ 。按均匀分布计算($k=\sqrt{3} = 1.732$), 移液器容量误差引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(r_e)$ 和重复性引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(r_r)$ 分别为:

$$u_{\text{rel}}(r_e) = \frac{r_e(V_{\text{p}})}{k};$$
$$u_{\text{rel}}(r_r) = r_r(V_{\text{p}})。$$

因此, 移取体积的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_{\text{p}}) = \sqrt{u_{\text{rel}}(r_e)^2 + u_{\text{rel}}(r_r)^2}。$$

3.2.2.2 定容体积的不确定度

定容体积有一个影响因素: 容量瓶的容量允差。使用

标称容量为 V_l 的容量瓶(A 级)时, 其容量允差^[14]为 $\pm \Delta V_l$, 按均匀分布计算($k=\sqrt{3} = 1.732$), 因此定容体积(容量瓶容量)的标准不确定度为:

$$u(V_l) = \frac{\Delta V_l}{k}。$$

按均匀分布计算($k=\sqrt{3} = 1.732$), 定容体积(容量瓶容量)的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_l) = \frac{u(V_l)}{V_l} = \frac{\Delta V_l}{k \times V_l}。$$

3.2.2.3 标准溶液配制引入的不确定度

单次稀释引入的相对标准不确定度由以上 2 项合成所得(见下式):

$$u_{\text{rel}}(F_i) = \sqrt{u_{\text{rel}}(V_{\text{p}})^2 + u_{\text{rel}}(V_l)^2}。$$

标准溶液配制引入的相对标准不确定度由各次稀释引入的相对标准不确定度合成所得(见下式), 计算结果详见表 2。

$$u_{\text{rel}}(S) = \sqrt{\sum_i u_{\text{rel}}(F_i)^2}。$$

3.2.3 样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$

样品称量质量主要有 2 个影响因素: 天平示值误差和天平重复性。

3.2.3.1 天平示值误差引入的不确定度

根据天平检定结果报告可知, 天平在称量样品时, 示值误差的最大允许误差为 $\pm 0.0005 \text{ g}$, 按均匀分布计算($k = 1.732$), 最小称样量 0.4509 g 则天平示值误差引入的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(m_e) = \frac{0.0005}{1.732 \times 0.4509} = 0.000640$ 。

3.2.3.2 天平重复性引入的不确定度

根据天平检定结果报告可知, 天平在称量样品时, 天平重复性的最大允许误差为 0.0010 g, 按均匀分布计算($k = 1.732$), 则天平重复性引入的标准不确定度为 $u(m_r) = \frac{0.0010}{2 \times 1.732} = 0.000289 \text{ g}$ 。最小称样量为 0.4509 g, 故天平重复性引入的相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(m_r) = \frac{0.000289}{0.4509} = 0.000640$ 。

3.2.3.3 样品称量引入的不确定度

样品称量引入的相对标准不确定度由以上 2 项合成所得, 且需要按 2 次称量进行计算, 见下式:

$$u_{\text{rel}}(m) = \sqrt{[0.000289^2 + 0.000640^2]} \times 2 = 0.00128。$$

3.2.4 样品消化液定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$

样品消化液定容操作有 2 个不确定度来源: 容量瓶容量的不确定度、温度变化引入的不确定度。采用与 3.2.2.2 相同的方式可以计算容量瓶容量的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(V_f) = \frac{0.05}{1.732 \times 50} = 0.000577$ 。实验室温度在 $20 \pm 8(^{\circ}\text{C})$ 范围内, 水的膨胀系数为 $\alpha = 2.1 \times 10^{-4}(^{\circ}\text{C}^{-1})$, 因此产生的

体 积 相 对 变 化 为 $\Delta V_T = 8 \times 2.1 \times 10^{-4} = 0.00168$, 按均匀分布计算($k = 1.732$), 故温度变化引入的相对标准不确定度为: $u_{\text{rel}}(V_T) = \frac{\Delta V_T}{k} = \frac{0.00168}{1.732} = 0.000970$ 。样品消化液定容过程中产生的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(V) = \sqrt{0.000577^2 + 0.000970^2} = 0.00112$ 。

3.2.5 试样溶液稀释引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(F)$

采用 3.2.2 中单次稀释引入不确定度的计算方式, 可以计算试样溶液稀释的相对不确定度。计算结果详见表 2。

3.2.6 标准曲线法测定引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\Delta C)$

标准曲线的测定数据和计算结果见表 3。

表 2 标准溶液配制和试样溶液稀释引入的不确定度(置信因子 $k = \sqrt{3} = 1.732$)
Table 2 The uncertainty introduced by standard solution preparation and sample solution dilution (Confidence factor, $k = \sqrt{3} = 1.732$)

项目	数值							单位
	标准溶液配制						样液稀释	
移取体积 V_p	25	50	100	250	500	1000	1000	μL
定容体积(容量瓶标称容量) V_f	50.00	50.00	50.00	50.00	50.00	50.00	10.00	mL
移液器标称容量 V_{pn}	100	100	100	1000	1000	1000	1000	μL
移液器容量允许误差 $\pm \Delta V_p$	8.0	3.0	2.0	2.0	1.0	1.0	1.0	%
移液器测量重复性误差 $\leq r_r(V_p)$	4.0	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5	%
容量瓶容量允差 $\pm \Delta V_f$	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.020	mL
容量误差引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(r_e)$	0.04619	0.01732	0.01155	0.01155	0.00577	0.00577	0.00577	—
重复性引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(r_r)$	0.040	0.015	0.010	0.010	0.005	0.005	0.005	—
移取体积的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(V_p)$	0.0611	0.0229	0.0153	0.0153	0.00764	0.00764	0.00764	—
定容体积的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(V_f)$	0.000577	0.000577	0.000577	0.000577	0.000577	0.000577	0.001155	—
单次稀释引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(F_i)$	0.0611	0.0229	0.0153	0.0153	0.00766	0.00766	0.00772	—
稀释次数 t	1	1	1	1	1	1	—	—
标准溶液配制引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(S)$	0.0653						—	—
试样溶液稀释引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(F)$	—						0.00772	—

表 3 标准曲线的测定数据和计算结果
Table 3 Measurement data and calculation results of standard curve

序号 i	浓度 C_i	信号值 Y_i	$Y = A \times C + B$	$(C_i - \bar{C})^2$	$(Y_i - Y)^2$
1	0.00	726.762			2695992.9925
2	0.00	737.603	2368.710	425.3906	2660509.8049
3	0.00	731.855			2679294.0496
4	1.875	18813.602			347069.6598
5	1.875	18843.787	19402.728	351.5625	312415.2463
6	1.875	18758.602			414898.5399
7	3.75	35840.656			355323.8129
8	3.75	35717.757	36436.746	284.7656	516945.8151
9	3.75	35696.088			548574.9250

续表 3

序号 <i>i</i>	浓度 <i>C_i</i>	信号值 <i>Y_i</i>	<i>Y = A × C + B</i>	<i>(C_i - C̄)²</i>	<i>(Y_i - Y)²</i>
10	7.50	70588.975			7088.3006
11	7.50	70860.253	70504.783	172.2656	126358.9535
12	7.50	70968.922			215425.0539
13	18.75	174414.744			2909929.3539
14	18.75	175686.895	172708.892	3.5156	8868498.9142
15	18.75	174910.202			4845763.5327
16	37.5	340868.285			4755845.3103
17	37.5	346727.694	343049.075	284.7656	13532237.2643
18	37.5	346817.159			14198456.5365
19	75.0	682976.919			566288.1640
20	75.0	684945.090	683729.440	2956.6406	1477804.4241
21	75.0	678969.277			22659153.7382
斜率 <i>A</i>	—	—	9084.80973705	—	—
截距 <i>B</i>	—	—	2368.70992625	—	—
平均值	20.625	—	—	—	—
总和	—	—	—	13436.7188	84693874.3922

根据贝塞尔公式，标准曲线的残差标准差：

$$s(Y) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - Y)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{84693874.3922}{19}} = 2111.3。$$

为了使不确定度取较大值，试样溶液测定浓度 Δ*C* 取最小值 29.812 mg/L，标准曲线法测定引入的标准不确定度：

$$u(\Delta C) = \frac{s(Y)}{A} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{p} + \frac{(\Delta C - \bar{C})^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}} =$$

$$\frac{2111.3}{9084.80974} \sqrt{\frac{1}{21} + \frac{1}{3} + \frac{(29.812 - 20.625)^2}{13436.7188}} = 0.145。$$

式中 *A* 为标准曲线斜率 9084.80974 (mg/L)⁻¹，*n* 为标准曲线点测定总次数 21，*p* 为试样溶液重复测定次数 3。

故标准曲线法测定引入的相对标准不确定度为：

$$u_{rel}(\Delta C) = \frac{u(\Delta C)}{\Delta C} = \frac{0.145}{29.812} = 0.00485。$$

3.2.7 测量结果重复性引入的不确定度 *u_{rel}*(*X*)

样品平行测定 6 次，结果值为 *X_i* (3291, 3306, 3522, 3258, 3282, 3441 mg/100 g)，平均值为 $\bar{X} = 3350 \frac{mg}{100g}$ 。根据贝塞尔公式，结果重复性的标准偏差为 $s(X) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n X_i(X_i - \bar{X})^2}{6-1}} = \sqrt{\frac{56370}{4}} = 106.1 \text{ mg/100 g}$ ，测量结果重复性的标准不确定度为 $u(X) = \frac{s(X)}{\sqrt{6}} = \frac{106.1}{\sqrt{6}} = 43.30 \text{ mg/100 g}$ 。因此，测量结果重复性引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(X) = \frac{u(X)}{\bar{X}} = \frac{43.30}{3350} = 0.0129。$

3.2.8 回收率引入的不确定度 *u_{rel}*(*R*)

加标回收实验平行测定 6 次，回收率为 *R_i* (109.2%, 107.7%, 108.3%, 104.2%, 102.2%, 106.7%)，平均值为 $\bar{R} = 106.4%$ 。根据贝塞尔公式，回收率的标准偏差为 $s(R) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n R_i(R_i - \bar{R})^2}{6-1}} = \sqrt{\frac{37.43(\%^2)}{5}} = 2.74%$ ，则回收率的标准不确定度为 $u(R) = \frac{s(R)}{\sqrt{6}} = \frac{2.74\%}{\sqrt{6}} = 1.12%$ ，相对标准不确定度为 $u_{rel}(R) = \frac{u(R)}{\bar{R}} = \frac{1.12\%}{106.4\%} = 0.0105$ 。对平均回收率进行显著性 *t* 检验，公式如下： $t = \frac{|\bar{R} - 1|}{s(R)/\sqrt{n_R}} = \frac{0.064}{0.0272/\sqrt{6}} = 5.76$ ，显著性结果大于双边临界值 *t*(0.95, 5) = 2.571，此回收率引入的不确定度具有显著性，故需将回收率校正因子 *R* 带入公式以修正结果。

3.3 不确定度合成

将各不确定度分量进行合成，得到合成相对标准不确定度，即

$$u_{rel} = \sqrt{u_{rel}(RM)^2 + u_{rel}(S)^2 + u_{rel}(m)^2 + u_{rel}(V)^2 + u_{rel}(F)^2 + u_{rel}(\Delta C)^2 + u_{rel}(X)^2 + u_{rel}(R)^2}$$

则合成标准不确定度为：*u* = *u_{rel}* × $\bar{X}$ 。

按置信区间为 95%，得到扩展不确定度：*U* = *u* × *k* (按置信区间为 95%，*k* = 2)。

计算结果详见表 4。

表 4 不确定度合成计算结果
Table 4 Uncertainty composite calculation results

项目	相对标准 不确定度	单位
标准物质引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(RM)$	0.00291	—
标准溶液配制引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(S)$	0.0653	—
样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$	0.00128	—
样品消化液定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$	0.00113	—
试样溶液稀释引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(F)$	0.00772	—
标准曲线法测定引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\Delta C)$	0.00485	—
测量结果重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(X)$	0.0129	—
回收率引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(R)$	0.0105	—
合成相对标准不确定度 u_{rel}	0.0681	—
测量结果平均值 $\bar{x}$	3148	mg/100 g
合成标准不确定度 u	215	mg/100 g
扩展因子 k	2	—
扩展不确定度 U	430	mg/100 g
结果表示 $\bar{x} \pm U$	3148±430	mg/100 g

3.4 测量不确定度评定结果

采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定酱腌菜中钠含量结果, 取扩展因子 $k=2$ (置信区间为 95%), 得到扩展不确定度

表示为: $X = (3148 \pm 430) \text{ mg/100 g}(k=2)$ 。

4 结 论

通过比较各不确定度分量对测量不确定度贡献的大小可以看出, ICP-OES 法测定酱腌菜中钠含量时, 样品称量及样品溶液定容过程引入的不确定度分量较小; 标准溶液的配制、样品溶液的重复测定和回收率对不确定度的贡献较大, 其中标准溶液配置引入的不确定度最大, 其次为样品溶液的重复测定, 再者为回收率引入的不确定度。这可能是因为实验过程中选用的实验量具误差较大, 仪器对钠的响应值波动较大的。因此在今后的实验操作过程中要规范实验人员的操作、选用经检定的实验量具, 其次要稳定仪器, 以达到降低不确定度, 提高结果准确性的目的。

参考文献

[1] GB 2714-2015 酱腌菜卫生标准[S].
GB 2714-2015 Hygienic standard for pickles [S].

[2] GB 28050-2011 预包装食品营养标签通则[S].
GB 28050-2011 General rules of nutrition labels for prepackaged foods [S].

[3] Polonia J, Martins L. A comprehensive review on salt and health and current experience of worldwide salt reduction programmes [J]. J Human Hyperten, 2009, 23(11): 771–772.

[4] 卫生部心血管病防治研究中心. 中国心血管病报告[M]. 北京: 中国大百科全书出版社, 2012.
Cardiovascular Disease Research Center. Ministry of health, China cardiovascular disease report [M]. Beijing: China Encyclopedia Press, 2012.

[5] 王晓丽. 限盐饮食对肝硬化患者高血压病情的影响[J]. 心血管病防治知识, 2019, 9(18): 11–13.
Wang XL. Effect of salt-restricted diet on hypertension patients with liver cirrhosis [J]. Cardiovas Dis Prev Knowl, 2019, 9(18): 11–13.

[6] Paul KW, Lawrence JA, Ralph LS, et al. Sodium, blood pressure, and cardiovascular disease [J]. Circulation, 2014, 129(10): 1085–1087.

[7] 王艳鑫, 张亚南, 刘瑞朋, 等. 离子色谱法测定生活饮用水中 4 种阴离子含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 11(8): 2529–2534.
Wang YX, Zhang YN, Liu RP, et al. Uncertainty evaluation of determination of 4 anions in drinking water by ion chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 11(8): 2529–2534.

[8] 熊含鸿, 李南, 何海茵, 等. 气相色谱法测定白酒中氧化物的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(13): 4062–4067.
Xiong HH, Li N, He HY, et al. Evaluation of uncertainty in determination of cyanide in liquor by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(13): 4062–4067.

[9] CNAS-GL 006:2019 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL 006:2019 Guide to the evaluation of uncertainty in chemical analysis [S].

[10] JJF 1135-2005 化学分析测量不确定度评定[S].
JJF 1135-2005 Evaluation of measurement uncertainty of chemical analysis [S].

[11] GB 5009.91-2017 食品安全国家标准食品中钾钠的测定[S].
GB 5009.91-2017 National food safety standard-Determination of potassium and sodium in food [S].

[12] 陈晓敏, 陈科, 熊含鸿, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定肉制品中总砷的确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(12): 2986–2992.
Chen XM, Chen K, Xiong HH, et al. Evaluation of uncertainty determination of total arsenic in meat products by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(12): 2986–2992.

- [13] JJG 646-2006 移液器检定规程[S].
JJG 646-2006 Pipette verification regulations [S].
- [14] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Verification regulations of common glass measuring
instruments [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



林辉焕, 硕士, 助理工程师, 主要研究
方向为食品安全与检测技术。
E-mail: 904478338@qq.com



梁旭霞, 博士, 主任技师, 主要研究方
向为食品理化检验与食品安全。
E-mail: liangxuxia@126.com