

面粉中灰分测量及其测量不确定度评估

姜 英 李晓冬

(大连市甘井子区疾病预防控制中心 大连 110006)

摘 要 本文对灰分测量结果不确定度进行评定。采用国标方法 GB/T 5009.4-2003 中的重量法测定面粉中灰分¹,对测量结果进行表述。本文建立面粉中灰分测量结果不确定度的评定方法。

关键词 面粉 灰分 重量法 不确定度

1 测定步骤

将洁净坩埚置 550±25℃ 高温炉内灼烧 30 min,冷至 200℃ 以下后,取出,放入干燥器中冷至室温,准确称量,并重复灼烧至恒量。称取试样 2g 于坩埚内,在电炉上充分炭化后,置 550±25℃ 高温炉内灼烧 4h,冷至 200℃ 以下后,取出,放入干燥器中冷却 30 min,称量,重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.5 mg 为恒量。按式(1)计算灰分含量 %。

2 被测量的数学模型

灰分(X)含量按下式计算:

$$A(\%) = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

式中,

m_0 :坩埚质量 g

m_1 :盛有试样的坩埚质量 g

m_2 :盛有试样坩埚灰化后的质量 g

3 分析和量化不确定度分量

3.1 空坩埚质量 m_0

空坩埚质量主要受到天平的校准、灼烧温度和时间以及称量中的变动性等影响,称量中的变动性归并到重复性中考虑(以下的质量 m_1 、 m_2 类似处理)^{2,3}。

3.1.1 天平校准 天平校准所引入的不确定度主要来自于天平的线性和分辨力^{4,5}。

(1)天平的线性: $u_1(m_0) = 0.15/3 = 0.087(\text{mg})$

(2)天平的分辨力: $u_2(m_0) = 0.29\delta_x = 0.29 \times 0.1 = 0.029(\text{mg})$

由天平校准所导致的标准不确定度可合成:

$$u_3(m_0) = \sqrt{u_1^2(m_0) + u_2^2(m_0)} = \sqrt{0.087^2 + 0.029^2} = 0.092(\text{mg})$$

3.1.2 恒重

$$u_4(m_0) = 0.5/3 = 0.29(\text{mg})$$

空坩埚质量的合成标准不确定度为:

$$u(m_0) = \sqrt{u_3^2(m_0) + u_4^2(m_0)} = \sqrt{0.092^2 + 0.29^2} = 0.30(\text{mg})$$

3.2 盛有试样的坩埚质量 m_1

$$u(m_1) = 0.092(\text{mg})$$

3.3 盛有试样的坩埚灰化后的质量 m_2

$$u_5(m_0) = 0.092(\text{mg}); u_6(m_0) = 1/3 = 0.58(\text{mg});$$

$$u(m_2) = \sqrt{u_5^2(m_2) + u_6^2(m_2)} = \sqrt{0.092^2 + 0.58^2} = 0.59(\text{mg})$$

3.4 重复性 rep

表 2 灰分测量结果

	m_0	$m_1(\text{g})$	$m_2(\text{g})$	$m_1 - m_0(\text{g})$	$m_2 - m_0(\text{g})$	X(%)
1	35.6281	37.6335	35.6372	2.0054	0.0091	0.454
2	35.9418	37.9231	35.9505	1.9813	0.0087	0.439
平均值				1.9934	0.0089	0.447

单次测量结果的实验标准偏差: $u(\text{rep}) = 0.01\%/1.13 = 0.0089\%$

两次重复测量结果平均值的实验标准偏差: $u(\text{rep}) = 0.009\%/2 = 0.0064\%$

4 合成标准不确定度分量的计算

$$u(m') = \sqrt{u^2(m_1) + u^2(m_0)} = \sqrt{0.092^2 + 0.30^2} = 0.32(\text{mg})$$

$$u(m'') = \sqrt{u^2(m_2) + u^2(m_0)} = \sqrt{0.59^2 + 0.30^2} = 0.66(\text{mg})$$

由系统效应引起的标准不确定度 $u_{\text{CB}}(X)$ 为

$$\begin{aligned}
 u_{cB}(X) &= \sqrt{\frac{u(m_1)^2}{m} + \frac{u(m_2)^2}{m} + 2 \times 1 \times (-1) \frac{u(m_1)u(m_2)}{m}} K(m_1, m_2) \\
 &= 0.447\% \sqrt{\frac{0.32 \times 10^{-3}}{1.9934}^2 + \frac{0.66 \times 10^{-3}}{0.0089}^2 - \frac{0.32 \times 10^{-3} \times 0.66 \times 10^{-3}}{1.9934 \times 0.0089}} \\
 &= 0.447\% \times \sqrt{1.077 \times 10^{-3}} = 0.033\%
 \end{aligned}$$

5 测量结果与讨论

盛有试样的坩埚质量 m_1 的不确定度主要是由天平的校准引入的, 得到校准引入的标准不确定度为 0.092 mg 。与处理空坩埚质量不同的是, 这里没有涉及恒重的影响, 因此仅考虑校准引入的标准不确定度, 灰分测量结果的不确定度是由系统效应引入的标准不确定度与随机效应引入的标准不确定度两分量共同贡献的结果, 二者是独立的, 灰分单次测量结果的合成标准不确定度为

$$\begin{aligned}
 u_c(X) &= \sqrt{u_{cB}^2(X) + u_w^2(rep)} = \sqrt{0.033^2 + 0.0089^2} \\
 &= 0.034(\%)
 \end{aligned}$$

灰分平均结果的合成标准不确定度为

$$\begin{aligned}
 u_c(\bar{X}) &= \sqrt{u_{cB}^2(X) + u_w^2(rep)} = \sqrt{0.033^2 + 0.0064^2} \\
 &= 0.034(\%)
 \end{aligned}$$

取包含因子 $k=2$, 得到面粉灰分的扩展不确定度 $U=2u_c(\bar{X})=2 \times 0.034\% = 0.07\%$

面粉灰分测量结果为 $\bar{X}=(4.50 \pm 0.07)\%$, $k=2$

参考文献

- 1 中华人民共和国国家标准 GB/T5009.4-2003, 食品中灰分的测定(M), 北京: 中国标准出版社, 2003
- 2 肖明耀. 测量不确定度表达指南(M), 北京: 中国计量出版社, 1994
- 3 李慎安. 测量不确定度表达(M), 北京: 中国计量出版社, 1999
- 4 中华人民共和国技术规范 JJF1059-1999, 测量不确定度表达(M), 北京: 中国标准出版社, 1999
- 5 李慎安, 李兴仁. 测量不确定度与检测辞典, 北京: 中国计量出版社, 1996

Uncertainty evaluation of ash content in wheat flour

Jiang Ying Li Xiaodong

(Ganjingzi District Center For Disease Control And Prevention of Dalian,
Dalian 116031)

Abstract This article evaluated the uncertainty of ash content in wheat flour; ash content in foods was detected by weight method based on GB/T5009.4-2003. A new method evaluating the uncertainty of ash content in wheat flour is presented here, and the method is simple, rapid and precision.

Key words Wheat flour Ash Weight method Uncertainty

关于举办“超速离心机应用 技术讲座”的预通知

为了不断提高工程技术人员的理论水平, 加强学术交流, 推进装备技术队伍建设和改革。中国医学装备协会责成中国医学装备协会生物工程技术装备专业委员会具体承办、天美科技有限公司协办《超速离心机应用技术讲座》培训班。

培训对象为: 各生产企业、研究部门、医疗单位、大专院校等单位的设备使用人员、工程技术人员、设备维修工程师及相关管理人员。

培训纳入继续教育学分6分, 并颁发证书。

地点在北京, 时间定在2005年7月20日前后(具体时间地点另行通知)。

联系地址: 北京市灯市口大街75号

邮政编码: 100006

电话: 010-65130954 传真: 65136114

联系人: 桂福如 徐淑芬

电子邮件: E-bio-equ@sohu.com sfxu@csimc.com.cn