

连续流动法测定烟草中总糖、还原糖、氯、钾含量的不确定度评定

Uncertainty evaluation of the determination of total sugar, reducing sugar, chlorine, potassium in tobacco

许永 李超 杨乾栩 秦云华 蒋薇

XU Yong LI Chao YANG Qian-xu QIN Yun-hua JIANG Wei

刘志华 吴亿勤 蒋次清 张承明 刘巍

LIU Zhi-hua WU Yi-qin JIANG Ci-qin ZHANG Cheng-ming LIU Wei

(云南中烟工业有限责任公司技术中心, 云南 昆明 650231)

(Research and Development Center, China Tobacco Yunnan Industrial Co., Kunming, Yunnan 650231, China)

摘要:结合实验室的实际情况, 评定采用连续流动法同时测定烟草中总糖、还原糖、氯和钾含量时的测量不确定度, 分析了总糖、还原糖、氯、钾含量检测误差的影响因素, 计算了不确定度分量及合成不确定度, 得出总糖、还原糖、氯、钾测量结果扩展不确定度分别为 0.44%, 0.40%, 0.02%, 0.06%, 为测量结果提供了可信度和可信区间。

关键词:连续流动法; 总糖; 还原糖; 氯; 钾; 不确定度; 评定

Abstract: The uncertainty in the measurement for determination of the total sugar, reducing sugar, chlorine, potassium in tobacco by the continuous flow method was evaluated with the actual instance. The influence factors on the uncertainty in the measurement for determination of total sugar, reducing sugar, chlorine, potassium content were analyzed, the component and combined uncertainties were calculated, and the expanded uncertainties of the above three components were 0.44%, 0.40%, 0.02% and 0.06%, respectively, which providing the credibility and confidence interval to the measurement results.

Keywords: continuous flow method; total sugar content; reducing sugar content; chlorine content; potassium content; uncertainty; evaluation

烟草中的糖含量与烟叶品质有着密切的关系, 而氯、钾则与烟草的燃吸性和吸湿性密切相关^[1]。烟叶化学成分是评判烟叶品质的重要手段之一^[2]。目前在烟草行业中, 连续流动法被广泛用于烟草中总糖、还原糖、氯和钾含量的快速检测分析, 该方法自动化程度较高。1993 年, 中国实验室国家认可委员会公布了《测量不确定度表示指南》^[3], 自此, 不确定度便作为衡量检测结果可信度的重要指标, 陆续应用于化学计量学界, 但烟草中对于总糖、还原糖、氯和钾含量测量不确定度的相关评定分析研究较少^[4-8]。目前的研究大多是针对其中的某一种指标来做分析, 并计算其扩展不确定度和相应的权重, 鲜见有同一种检测方法同时分析多个指标的不确定度, 对不确定度各分量的权重的成因则未见具体分析。为克服前人研究的缺陷, 本试验对连续流动法同时测定烟叶样品中总糖、还原糖、氯和钾的检测过程进行了详细分析, 筛选并明确每一个不确定度的影响因素, 同时通过量化各不确定度的分量构成, 最终综合提出该种方法的合成不确定度, 以期实验室检测工作的准确性和科学性提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 主要试剂与仪器

样品: 任意抽检烟叶样品 A, 昆明卷烟厂配方库;

一水葡萄糖: 纯度 $\geq 98\%$, 国药集团化学试剂有限公司;

氯化钠: 纯度 $\geq 99.5\%$, 国药集团化学试剂有限公司;

硫酸钾: 纯度 $\geq 99\%$, 国药集团化学试剂有限公司;

其他试剂均为分析纯;

连续流动分析仪: AA3 型, 德国 BRAN+LUEBBE 公司;

电热鼓风干燥箱: DHG-9245A 型, 上海一恒科学仪器有限公司;

基金项目: 云南中烟工业有限责任公司 2017 年重点项目 (编号: 2017JC04); 云南中烟工业有限责任公司 2015 年重点项目 (编号: 2015JC07); 云南省应用基础研究计划项目 (编号: 2017FD048)

作者简介: 许永, 女, 云南中烟工业有限责任公司技术中心研究实习员, 硕士。

通信作者: 李超 (1985—), 男, 云南中烟工业有限责任公司技术中心工程师, 硕士。E-mail: super88man66@126.com

收稿日期: 2017-07-25

电子天平:CP224S 型,感量 0.000 1 g,德国 Sartorius 公司;

数字型可调瓶口分液器:50 mL,德国 BRAND 公司。

1.2 样品的处理与分析

精确称取 0.250 0 g 样品置于 50 mL 磨口三角瓶中,加入 25 mL 冰醋酸,封口后震荡萃取 30 min。用定性滤纸过滤萃取液,弃去前 5 mL 滤液,收集其余滤液用于分析。按照 YC/T31—1996《烟草及烟草制品试样的制备和水分测定 烘箱法》要求,严格进行水分测定,其中天平精度(0.001 g)、烘箱控温精度 $[(100\pm1)^\circ\text{C}]$ 、水分测定值有效期(15 d)和两次平行测定结果绝对值总差($\leq 0.10\%$)都严格按标准执行。

依据 YC/T 159—2002《烟草及烟草制品水溶性糖的测定 连续流动法》、YC/T 162—2002《烟草及烟草制品氯的测定 连续流动法》、YC/T 217—2007《烟草及烟草制品钾的测定 连续流动法》对样品进行检测。具体样品处理及检测步骤参见测量流程图,见图 1。

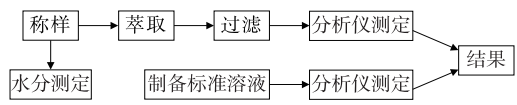


图 1 测量流程图

Figure 1 Measurement flow chart

1.3 总糖、还原糖、氯、钾含量

按式(1)计算:

$$P = \frac{C \times V}{(1 - W) \times m} \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

P——测定指标的含量,%;

V——萃取液体积,mL;

C——通过标准工作曲线计算得到的样品成分浓度,g/mL;

W——样品含水率,%;

m——样品质量,g。

2 结果与讨论

2.1 测量不确定度的评估

2.1.1 不确定度的来源识别 不确定度的来源根据来源因果图进行识别,见图 2。

通过分析整个测量模型及每一步试验过程,明确总糖、还原糖、氯和钾测量的不确定度来源。

2.1.2 水分测量的不确定度 $u(W)$ 包括烘箱温度的不稳定性,含水率测量的重复性,以及分析天平的称量误差。

2.1.3 样品称量的不确定度 $u(m)$ 试验主要通过分析天平进行样品称量,采用的方法为减量法。由于样品的称量量较小,可忽略空气浮力,样品用量虽小但仍在天平的线性范围内,因此样品称量的不确定度主要是由天平的最大允差造成。

2.1.4 萃取液体积的不确定度 $u(V)$ 主要由瓶口分液器刻度和人为读数误差造成。试验过程中,试剂瓶和容量瓶中的萃取液所处的环境温度差异较小,因此,可以忽略溶剂温度变化引入的不确定度,具体包括对体积的影响、非水溶液热膨胀系数差异等。

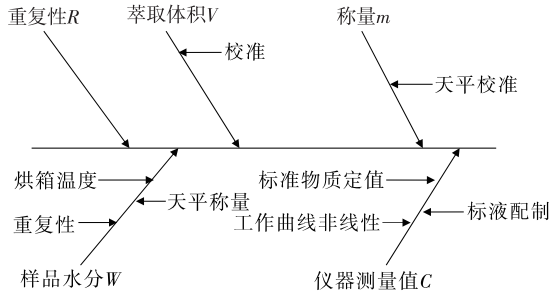


图 2 不确定度来源的因果图

Figure 2 The causal diagram of the source of uncertainty

2.1.5 测量样品中总糖、还原糖、氯和钾浓度的不确定度 $u(C)$ 主要来源为标准工作溶液的配制、标准物质定值和非线性工作曲线效应带来的误差。

2.1.6 试验重复性测量的不确定度 $u(R)$ 每次外界内部条件不同引入的不确定度。

2.2 测量不确定度分量的量化

2.2.1 样品水分测量的不确定度 $u(W)$ 评定 烟草样品含水率测量的不确定度来源主要有:含水率测量的重复性 $u(W_1)$,烘箱温度变化 $u(W_2)$ 和天平称量不准 $u(W_3)$ 。

(1) $u(W_1)$ 评定:假设样品瓶内样品含水率是均匀的,同一天内同一样品的 6 次试验数据,含水率分别为 8.96%,8.89%,8.96%,8.92%,8.87%,8.88%,采用标准偏差计算含水率的重复性。

水分单次试验的标准偏差为 0.040%,平均值标准偏差为:

$$\sigma(W) = \sigma/\sqrt{6} = 0.016\%; u(W_1) = 0.016\%。$$

(2) $u(W_2)$ 评定:在烘箱温度 $[(100\pm1)^\circ\text{C}]$ 条件下,采用同一样品进行 2 次水分测定,每次 6 个平行样,数据见表 1。假定烘箱温度为均匀分布,可得温度对含水率测量影响分量:

$$u(W_2) = \frac{(5.39\% - 5.31\%)}{2 \times \sqrt{3}} = 0.023\%。$$

(3) $u(W_3)$ 评定:含水率 W 按式(2)计算:

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%, \quad (2)$$

式中:

W——含水率,%;

m_0 ——称量皿质量,g;

m_1 ——烘前(称量皿+样品)质量,g;

m_2 ——烘后(称量皿+样品)质量,g。

用同一分析天平进行称量,假定均匀分布(计算相对不确定度时,采用重复性试验中数据, m_0 为 16.425 7 g, m_1 为 19.430 6 g, m_2 为 19.161 4 g),具体计算过程见表 2。

表 1 不同温度样品水分含量

Table 1 Moisture samples' content at different temperature

试验温度/ $^\circ\text{C}$	水分含量测定均值/%	测量标准偏差/%
101	5.39	0.072
99	5.31	0.052

表 2 $u(W_3)$ 的计算过程
Table 2 Calculation process of $u(W_3)$

类别	u/mg	$u_r/\%$
$m_1 - m_2$	$\sqrt{2} \times 1 \div \sqrt{3} = 0.82$	$0.82/269.2 = 0.30$
$m_1 - m_0$	$\sqrt{2} \times 1 \div \sqrt{3} = 0.82$	$0.82/3\ 004.9 = 0.03$
W_3	$0.30\% \times 8.96\% = 0.027\%$	$\sqrt{0.30\%^2 + 0.03\%^2} = 0.30\%$

(4) 合并不确定度:

$$u(W) = \sqrt{u(W_1)^2 + u(W_2)^2 + u(W_3)^2} = \sqrt{0.016^2 + 0.023^2 + 0.027^2} = 0.039\%;$$
$$u_r(W) = \frac{u(W)}{W} = \frac{0.039\%}{10\%} = 0.39\% \text{ (取日常样品水分含量的估算平均值 } 10\% \text{ 为水分)}.$$

2.2.2 样品称量的不确定度 $u(m)$ 评定 万分之一电子天平的称量误差为 $\pm 0.1 \text{ mg}$ (检定证书标出), 按均匀分布计算标准不确定度 $u_r(m) = \frac{0.1}{250 \times \sqrt{3}} = 0.02\%$ 。

2.2.3 萃取液体积的不确定度 $u(V)$ 评定 使用数字型可调瓶口分液器移取萃取液。事先采用衡量法对瓶口分液器进行容量检定, 共做 10 次测定, 其单次试验的标准偏差为 0.080 mL , 平均值标准偏差为:

$$\sigma(\bar{V}_1) = \sigma / \sqrt{10} = 0.025 \text{ mL}, u(V_1) = 0.025 \text{ mL}.$$

$$\text{相对标准不确定度为: } u_r(V_1) = \frac{0.025}{25} = 0.10\%.$$

2.2.4 测量烟样中总糖、还原糖、氯和钾浓度的不确定度 $u(C)$ 评定

(1) 由标准物质纯度引起的标准溶液定值不确定度 $u(C_0)$: 以生产商提供的信息作为根据, 一水葡萄糖纯度为 $98\% \sim 100\%$, 扩展不确定度近似为 1.0% , 按均匀分布计算, 其中覆盖因子 $k=3$, 则糖的相对标准不确定度为:

$$u_r(C_0)_{\text{糖}} = \frac{1.0\%}{\sqrt{3}} = 0.58\%.$$

氯化钠纯度为 $99.5\% \sim 100\%$, 扩展不确定度近似为 0.25% , 按均匀分布计算, 其中覆盖因子 $k=3$, 则氯的相对标准不确定度为:

$$u_r(C_0)_{\text{氯}} = \frac{0.25\%}{\sqrt{3}} = 0.14\%.$$

硫酸钾纯度为 $99\% \sim 100\%$, 扩展不确定度近似为 0.50% , 按均匀分布计算, 其中覆盖因子 $k=3$, 则钾的相对标准不确定度为:

$$u_r(C_0)_{\text{钾}} = \frac{0.50\%}{\sqrt{3}} = 0.28\%.$$

(2) 标准溶液配制引入的标准不确定度 $u(C_1)$: 称取一水葡萄糖(ρ_1) $11 \text{ g}(m_1)$, 氯化钠(ρ_2) $0.549 \text{ g}(m_2)$, 硫酸钾(ρ_3) $2.234 \text{ g}(m_3)$, 用水稀释至 100 mL , 得到储备液。逐级稀释储备液配制得标准工作溶液, 见表 3。建立标准曲线的过程中, 各影响量的不确定度包含在拟合工作曲线的不确定度中, 此处不进行单独计算。

由标准物质称量引起的相对标准不确定度 $u_r(m)$: 万分

表 3 标准系列溶液配制表

Table 3 Preparation table for standard series solution

移取体积/ mL	定容体积/ mL	水溶性糖标准 溶液浓度/%	氯标准溶 液浓度/%	钾标准溶 液浓度/%
3.0	100	30	1.00	3.0
2.5	100	25	0.83	2.5
2.0	100	20	0.67	2.0
1.5	100	15	0.50	1.5
1.0	100	10	0.33	1.0

之一电子天平称量误差为 $\pm 0.1 \text{ mg}$ (检定证书标出), 按均匀分布计算一水葡萄糖标准不确定度 $u_r(m_1) = \frac{0.1}{11\ 000 \times \sqrt{3}} = 0.000\ 52\%$, 氯化钠标准不确定度 $u_r(m_2) = \frac{0.1}{549.8 \times \sqrt{3}} = 0.010\ 5\%$, 硫酸钾标准不确定度 $u_r(m_3) = \frac{0.1}{2\ 234.0 \times \sqrt{3}} = 0.002\ 58\%$ 。

容量瓶自身体积的精确度是造成溶液体积不确定度的主要原因之一, 100 mL A 级容量瓶的体积误差为 $\pm 0.1 \text{ mL}$, 按均匀分布计算, 其中覆盖因子 $k=3$, 那么 100 mL 容量瓶的相对标准不确定度 $u_r(v_1) = \frac{0.1}{100 \times \sqrt{3}} = 0.058\%$ 。

将上述各值代入, 计算由标准工作液引入的合成相对标准不确定度为:

$$u_r(C_1)_{\text{糖}} = \sqrt{u_r^2(m_1) + u_r^2(v_1)} = \sqrt{0.000\ 52\%^2 + 0.058\%^2} = 0.058\%;$$
$$u_r(C_1)_{\text{氯}} = 0.059\%; u_r(C_1)_{\text{钾}} = 0.058\%.$$

(3) 工作曲线拟合的不确定度 $u(C_2)$: 5 个浓度 (每个浓度测定 3 次) 的标准工作液由标准物质配制, 应用最小二乘法拟合工作曲线, 得到回归方程:

$$H_j = bC_i + a, \tag{3}$$

式中:

H_j ——第 i 个标准工作溶液的第 j 次测定峰高;

b ——工作曲线的斜率;

C_i ——第 i 个标准工作溶液的浓度, %;

a ——工作曲线的截距。

根据表 4、5, 得到总糖回归方程为: $H_j = 1\ 438.0C_i + 3\ 366.3$ 。

误差公式: $v_i = H_j - (bC_i + a)$, 式中 v_i 为残差。根据总糖回归方程, 可以计算得到理论峰高值与相应的实测峰高值之差, 基于 Bessel 方程, 其标准化残差 S 为:

表 4 总糖标准工作曲线的峰高测定值

Table 4 Peak height measurements of total sugar standard working curve

次数	30%	25%	20%	15%	10%
1	46 746	39 336	32 556	24 826	17 718
2	45 732	39 454	31 682	25 072	17 702
3	46 651	39 441	32 605	24 742	17 650

表 5 总糖工作曲线

Table 5 Total sugar working curve

曲线号	相关系数 r	斜率 b	$\bar{b}$	截距 a	$\bar{a}$
1	0.999 8	1 451.3		3 210.0	
2	0.999 5	1 408.8	1 438.0	3 751.6	3 366.3
3	0.999 8	1 454.0		3 137.4	

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-2} \sum_{j=1}^n (H_j - \hat{H})^2} = \sqrt{\frac{1}{n-2} \sum_{j=1}^n [H_j - (bC_i + a)]^2} = 328.65, \quad (4)$$

式中:

H_j ——第 i 个标准工作溶液的第 j 次测定峰高;

b ——回归方程的斜率;

a ——工作曲线的截距;

P ——样品检测次数;

n ——标准工作溶液检测次数;

C ——样品溶液的浓度, %;

$\bar{C}$ ——系列标准工作溶液的平均浓度, %;

i ——第 i 个浓度的标准工作溶液;

j ——获得标准工作曲线的检测次数。

$$\text{所以 } S_{XX} = \sum_{j=1}^n (C_j - \bar{C})^2 = 750.$$

$$u(C_{2\text{总糖}}) = \frac{S}{b} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(C - \bar{C})^2}{S_{XX}}} =$$

$$\frac{328.65}{1\,438.0} \times \sqrt{\frac{1}{2} + \frac{1}{15} + \frac{(18.32 - 20.00)^2}{750}} = 0.172\,6\%,$$

$$u_r(C_{2\text{总糖}}) = \frac{u(C_2)}{18.32} = \frac{0.172\,6}{18.32} = 0.94\%.$$

考虑日常检测平行样,测试的次数取 2 次。在计算中,借用重复性测定的数据,试样溶液双样总糖平均值 $C = 18.32\%$ 。

同理得浓度为 C 的还原糖的标准不确定度:

$$u_r(C_{2\text{还原糖}}) = \frac{u(C_2)}{15.83} = \frac{0.161\,1}{15.83} = 1.02\%, \text{ 试样溶液双样}$$

还原糖平均值为 $C = 15.83\%$ 。

$$u_r(C_{2\text{氯}}) = \frac{u(C_2)}{0.81} = \frac{0.006\,2}{0.81} = 0.77\%, \text{ 试样溶液双样氯}$$

平均值为 $C = 0.81\%$ 。

$$u_r(C_{2\text{钾}}) = \frac{u(C_2)}{2.45} = \frac{0.026\,5}{2.45} = 1.08\%, \text{ 试样溶液双样钾}$$

平均值为 $C = 2.45\%$ 。

(4) 合并相对标准不确定度:

$$u_r(C)_{\text{总糖}} = \sqrt{u_r^2(C_0) + u_r^2(C_1) + u_r^2(C_2)} = \sqrt{0.58\%^2 + 0.058\%^2 + 0.94\%^2} = 1.11\%;$$

$$u_r(C)_{\text{还原糖}} = 1.17\%; u_r(C)_{\text{氯}} = 0.78\%; u_r(C)_{\text{钾}} = 1.12\%.$$

2.2.5 试验重复性引起的不确定度 $u(R)$ 评定 采用同一样品,进行 6 次完整的重复测定,包括称量样品、样品前处理和

分析检测的整个过程,数据见表 6。

由表 6 可得,总糖单次试验的标准偏差为 0.136% ,平均值标准偏差为: $\sigma(C) = \sigma / \sqrt{6} = 0.056\%$; $u(R)_{\text{总糖}} =$

$$0.056\%.$$

相对标准不确定度为: $u_r(R)_{\text{总糖}} = \frac{u(R)}{C} = \frac{0.056}{18.32} =$

$$0.30\%; u_r(R)_{\text{还原糖}} = \frac{u(R)}{C} = \frac{0.058}{15.83} = 0.37\%; u_r(R)_{\text{氯}} =$$

$$\frac{u(R)}{C} = \frac{0.006}{0.81} = 0.76\%; u_r(R)_{\text{钾}} = \frac{u(R)}{C} = \frac{0.016}{2.45} = 0.65\%.$$

表 6 样品 6 次测定结果

Table 6 Results of 6 times the test to the sample %

试验次序	总糖测定值	还原糖测定值	氯测定值	钾测定值
1	18.16	15.76	0.79	2.50
2	18.34	15.76	0.81	2.49
3	18.53	16.09	0.83	2.47
4	18.40	15.89	0.80	2.41
5	18.26	15.84	0.81	2.41
6	18.21	15.67	0.81	2.44
平均值	18.32	15.83	0.81	2.45
标准偏差	0.136	0.143	0.015	0.039

2.3 计算合成不确定度 $u(P)$

各指标合成相对标准不确定度分别为:

$$u_r(P)_{\text{总糖}} =$$

$$\sqrt{u_r^2(W) + u_r^2(m) + u_r^2(V) + u_r^2(C) + u_r^2(R)} =$$

$$\sqrt{0.39\%^2 + 0.02\%^2 + 0.10\%^2 + 1.11\%^2 + 0.30\%^2} = 1.22\%.$$

同理得 $u_r(P)_{\text{还原糖}} = 1.29\%$ 、 $u_r(P)_{\text{氯}} = 1.16\%$ 、 $u_r(P)_{\text{钾}} = 1.36\%$ 。

根据公式 $u(P) = P \times u_r(P)$ 计算各项目的合成不确定度,结果见表 7。

表 7 各项目合成不确定度

Table 7 Synthesis uncertainty of project %

总糖	还原糖	氯	钾
0.22	0.20	0.01	0.03

2.4 扩展不确定度分析 $U(P)$ 及报告

2.4.1 扩展不确定度计算 按正态分布,取 95% 置信区间, $k=2$,根据公式 $U(P) = k \times u(P)$,既得各项目测定结果的扩展不确定度,结果见表 8。

2.4.2 测量结果不确定度的表达 按各项目标准进行检测,样品中总糖、还原糖、氯、钾含量测定结果不确定度的表达见表 9。

表 8 各项目的扩展不确定度

Table 8 The expansion uncertainty of the project %

总糖	还原糖	氯	钾
0.44	0.40	0.02	0.06

(下转第 75 页)

[20] 蓝亮美, 马丽, 郭占京, 等. 三种桂产桉叶油对常见致病菌的抑制作用研究[J]. 食品工业科技, 2014, 35(22): 155-158.

[21] 郭俊贤, 刘晓丽, 吴克刚, 等. 11 种精油对三种水产品特定腐败菌的抑制[J]. 中国食品添加剂, 2014(6): 54-57.

[22] 杨忠全, 阚建全, 陈光静, 等. 新鲜薏仁米与异味薏仁米挥发性成分对比分析[J]. 食品与机械, 2017, 33(7): 35-39.

[23] ROTA M C, HERRERA A, MARTINEZ R M, et al. Antimicrobial activity and chemical composition of *Thymus vulgaris*, *Thymus zygis* and *Thymus hyemalis* essential oils[J]. Food Control, 2008, 19(7): 681-687.

[24] 刘光发, 王建清, 赵亚珠. 牛至精油微胶囊的制备及其抑菌效果研究[J]. 包装工程, 2012, 33(3): 19-22.

[25] LÓPEZ P, SANCHEZ C, BATLLE R, et al. Solid-and vapor-phase antimicrobial activities of six essential oils: susceptibility of selected foodborne bacterial and fungal strains[J]. J. Agric. Food Chem., 2005(53): 6 939-6 946.

[26] 田玉红, 周琪, 颜俊华, 等. 广林九号桉叶精油的抑菌活性研究[J]. 湖北农业科学, 2013(21): 5 193-5 196.

[27] KUMAR P, MISHRA S, MALIK A, et al. Compositional analysis and insecticidal activity of *Eucalyptus globules* (family: Myrtaceae) essential oil against housefly (*Musca domestica*) [J]. Acta. Trop., 2012, 122(2): 212-218.

[28] 叶舟. 大叶桉叶精油化学成分及其抑菌活性[J]. 福建林学院学报, 2007, 27(1): 48-51.

[29] AIT-OUAZZOU A, LORÁN S, BAKKALI M, et al. Chemical composition and antimicrobial activity of essential oils of *Thymus algeriensis*, *Eucalyptus globulus* and *Rosmarinus officinalis* from Morocco[J]. J. Sci. Food Agric., 2011, 91(14): 2 643-2 651.

[30] BAKKALI F, AVERBECK S, AVERBECK D, et al. Biological effects of essential oils: a review[J]. Food Chem. Toxicol., 2008, 46(2): 446-475.

[31] SPEROTTO A R M, MOURA D J, PÉRES V F, et al. Cytotoxic mechanism of *Piper gaudichaudianum* Kunth essential oil and its major compound nerolidol[J]. Food Chem. Toxicol., 2013, 57(12): 57-68.

[32] TYAGI A K, MALIK A. Antimicrobial potential and chemical composition of *Mentha piperita* oil in liquid and vapour phase against food spoiling microorganisms[J]. Food Control, 2011, 22 (11): 1 707-1 714.

[33] TYAGI A K, MALIK A. In situ SEM, TEM and AEM studies of the antimicrobial activity of lemon grass oil in liquid and vapour phase against *Candida albicans*[J]. Micron., 2010, 41 (7): 797-805.

[34] LEOPOLLO J, GERHARD B, ALBERA S, et al. Composition quality control and antimicrobial activity of the essential oil of long time dill seeds from Bulgaria[J]. Chem. Nat. Compd., 2003, 51(2): 3 854-3 857.

[35] 夏忠弟, 毛学政, 罗映辉. α -蒎烯抗真菌机制的研究[J]. 湖南医科大学学报, 1999(6): 507-509.

[36] 郝静梅, 盛冉, 孙志高, 等. 柠檬烯抗菌性研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(2): 274-278.

[37] 关天旺, 刘嘉煜. 柠檬烯的防腐作用及抑菌机理研究进展[J]. 保鲜与加工, 2015(6): 83-87.

[38] 何丽芝, 王婧, 赵振东, 等. 3-萜烯资源及其生物活性应用研究进展[J]. 林产化学与工业, 2011, 31(3): 122-126.

(上接第 64 页)

表 9 各项目测定结果不确定度的表达

Table 9 Expression uncertainty of measurement results for the project

测定项目	测定结果不确定度的表达/%
总糖	18.32±0.44
还原糖	15.83±0.40
氯	0.81±0.02
钾	2.45±0.06

3 结论

采用连续流动法测定烟草中的总糖、还原糖、氯、钾,分别考虑了水分测定、萃取、过滤、仪器设备以及测定等环节所引入的不确定度分量对测定结果的影响。其测定结果的扩展不确定度分别为 0.44%, 0.40%, 0.02%, 0.06%, 观察评定结果,从不同参数的分量大小可以发现,检测样品中总糖、还原糖、氯和钾的浓度引入了最大的不确定度。横向对比 3 种待测指标可知,总糖的扩展不确定度最大,还原糖次之,氯最小。这可能与 4 种物质在烟草中的含量有关,根据 4 种物质在烟草中的含量均值大小顺序:总糖(18.32%)>还原糖(15.83%)>钾(2.45%)>氯(0.81%)。说明 4 种指标不确定

度大小与其在烟草中的含量呈正比。而最具权重的分量是拟合工作曲线带来的不确定度。因此,为确保检测数据可靠准确,在标准工作溶液检测前,对相关标准溶液的配制和标准曲线制作应严格按照规定进行。

参考文献

[1] 李汉超, 王淑娟. 烟草、烟气化学及分析[M]. 郑州: 河南科技出版社, 1991: 28-63.

[2] 邵惠芳, 郭波, 任晓红, 等. 云南烤烟主产烟区烟叶化学成分比较分析[J]. 安徽农业科学, 2007, 37(7): 1 957-1 959.

[3] ISO. GUM 1995 Guide to expression of uncertainly in measurement, corrected and reprinted [S]. Geneva: International Organization for Standardization, 1995: 1-15.

[4] 中国实验室国家认可委员会. CNAS-GL06 化学分析中不确定度的评估指南[S]. 北京: 中国计量出版社, 2006: 1-141.

[5] 张婷, 李青诚, 廖晓玲, 等. 气相色谱法测定烟叶中硫丹残留量的测量不确定度评价[J]. 计量与测试技术, 2008, 35(2): 27-32.

[6] 李中皓, 唐纲岭, 陈再根, 等. 顶空-气质联用法测定卷烟包装材料中苯不确定度评价[J]. 质谱学报, 2009, 30(6): 359-363.

[7] 林海滨, 朱永平, 陈星峰, 等. 连续流动法测定烟草中总氮含量的不确定度评定[J]. 福建分析测试, 2009, 18(4): 53-57.

[8] 庞永强, 陈再根, 陈欢, 等. 卷烟侧流烟气中一氧化碳测量不确定度的评定[J]. 现代测量与实验室管理, 2010(1): 30-31.