

肉制品中亚硝酸盐的测量不确定度评定

任 翊, 范博望, 周易枚, 慕 妮, 陈丹丹*

(南通市食品药品监督检验中心, 南通 226006)

摘 要: 目的 对分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐的含量进行测量不确定度评定。**方法** 根据分光光度法测定亚硝酸盐的检测步骤建立测量不确定度模型, 分析影响测定结果的各个分量, 最后计算得到合成不确定度。**结果** 肉制品中亚硝酸盐含量的扩展不确定度为 (2.71 ± 0.16) mg/kg ($k=2$)。**结论** 标准曲线拟合、试液显色、样品重复测量以及标准曲线制备是测量不确定度的主要来源, 在实验过程中需重点关注, 提高实验结果的准确度。而样品称量、试样处理液总体积和测定用样液引入的不确定度很小, 基本可以忽略。

关键词: 分光光度法; 肉制品; 亚硝酸盐; 不确定度; 评定

Uncertainty evaluation in measurement of nitrite in meat products

REN Yi, FAN Bo-Wang, ZHOU Yi-Mei, MU Ni, CHEN Dan-Dan*

(Nantong Food and Drug Supervision and Inspection Center, Nantong 226006, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of spectrophotometric determination of nitrite content in meat products. **Methods** According to the detection steps of the spectrophotometric determination of nitrite, the measurement uncertainty model was established, and each component that affected the determination result was analyzed. Finally, the synthetic uncertainty was calculated. **Results** The expanded uncertainty of nitrite content in meat products was (2.71 ± 0.16) mg/kg ($k=2$). **Conclusion** The main sources of measurement uncertainty are standard curve fitting, test solution coloration, repeated measurement of samples, and preparation of standard curve. It should be focused on during the experiment to improve the accuracy of the experimental results. The uncertainties introduced in sample weighing, the total volume of sample treatment solution, and the sample solution for determination are very small and can be basically ignored.

KEY WORDS: spectrophotometry; meat products; nitrite; uncertainty; evaluation

0 引 言

亚硝酸盐是肉制品加工中常用的一种食品添加剂, 具有护色、防腐、抑菌等作用, 在食品加工工艺中发挥重要作用^[1-2]。但其具有一定的毒性, 如果摄入过多, 会对人体造成伤害, 血液中的亚铁血红蛋白会与亚硝酸盐发生氧化, 生成高铁血红蛋白, 造成人体缺氧中毒, 亚硝酸盐还

能与人体中的胺类形成具有强致癌性的亚硝胺。亚硝酸盐食入 0.3~0.5 g 即可引起中毒, 3 g 甚至会导致死亡^[3-4]。因此严格控制亚硝酸盐的添加量, 提高亚硝酸盐残留量的检测水平尤为重要。

测量不确定度是表征合理赋予被测量值的分散性, 与测量结果相联系的参数, 是评定测量结果可信度的重要指标。随着检测要求的提高, 测量不确定度已经成为实

基金项目: 南通市科学技术局项目(JCZ18027)

Fund: Supported by the Nantong Science and Technology Bureau Project (JCZ18027)

*通信作者: 陈丹丹, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 9292327@qq.com

*Corresponding author: CHEN Dan-Dan, Master, Engineer, Nantong Food and Drug Supervision and Inspection Center, No 196, Qingnian West Road, Chongchuan District, Nantong 226006, China. E-mail: 9292327@qq.com

实验室数据质量控制的重要环节,具有重要的科学意义和现实意义^[5],在理化实验^[6-10]、仪器操作^[11-15]和微生物检验^[16]中都有广泛的应用。本研究根据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》^[17],对 GB 5009.33—2016《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》^[18]中第二法分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量进行测量不确定度评定,建立肉制品中亚硝酸盐测量不确定度的评定方法,找出测量不确定度的主要来源和影响实验结果准确度的主要因素,为测量结果的可信度提供科学依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

亚硝酸盐标准溶液(1000 $\mu\text{g/mL}$, 美国 o2si smart solutions 标准品有限公司); 硼酸钠、亚铁氰化钾、乙酸锌、对氨基苯磺酸、盐酸萘乙二胺(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

1.2 仪器与设备

Cary 60 紫外可见分光光度计(安捷伦科技有限公司); BSA224S 电子天平(0~220 g, 赛多利斯科学仪器有限公司); 使用玻璃量器均为 A 级。

1.3 实验方法

1.3.1 提 取

按照 GB 5009.33—2016^[18]中第二法,称取 5.000 g 匀浆试样,于 250 mL 具塞锥形瓶中,加 12.5 mL 50 g/L 饱和硼酸钠溶液,加入 70 $^{\circ}\text{C}$ 左右的水 150 mL,混匀,于沸水浴中加热 15 min,取出置冷水浴中冷却,并放置至室温。定量转移上述提取液至 200 mL 容量瓶中,加入 5 mL 106 g/L 亚铁氰化钾溶液,摇匀,再加入 5 mL 220 g/L 乙酸锌溶液,以沉淀蛋白质。加水至刻度,摇匀,静置 30 min 后过滤,滤液备用。

1.3.2 测 定

吸取 40.0 mL 滤液于 50 mL 带塞比色管中,另吸取 0.00、0.20、0.40、1.00、2.00、5.00 mL 亚硝酸钠标准使用液(5.0 $\mu\text{g/mL}$),分别置于 50 mL 带塞比色管中。于标准管与试样管中分别加入 2 mL 4 g/L 对氨基苯磺酸钠溶液,混匀,静置 3~5 min 后各加入 1 mL 2 g/L 盐酸萘乙二胺溶液,加水至刻度,混匀,静置 15 min,于波长 538 nm 处测吸光度,绘制标准曲线比较。同时做试剂空白。

2 数学模型

由 GB 5009.33—2016^[18]中第二法分光光度法的亚硝酸盐(以亚硝酸钠计)含量的计算公式,肉制品中亚硝酸盐含量的测量不确定度的数学模型为公式(1):

$$X = \frac{m_2 \times 1000}{m_3 \times \frac{V_1}{V_0} \times 1000} \quad (1)$$

式中: X 为试样中亚硝酸钠的含量, mg/kg ; m_2 为测定用样液中亚硝酸钠的质量, μg ; m_3 为试样质量, g ; V_1 为测定用样液体积, mL ; V_0 为试样处理液总体积, mL 。

3 不确定度来源分析

根据分光光度法测定亚硝酸盐(以 NaNO_2 计)的检测步骤,并且结合测量不确定度的数学模型,肉制品中亚硝酸盐含量的测量不确定度来源主要有: (1)样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$; (2)测定用样液的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_1)$; (3)试样处理液总体积引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_0)$; (4)标准曲线制备引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C)$; (5)试液显色引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(D)$; (6)标准曲线拟合引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(I)$; (7)样品重复测量的不确定度 $u_{\text{rel}}(x)$ 。

4 不确定度的评估

4.1 样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m)$

称取 5.000 g 试样,使用万分之一电子天平,根据检定证书当称样量在 0~50 g 时,其最大允许误差为 ± 0.0005 g,按均匀分布($k = \sqrt{3}$),则样品称量引入的标准不确定度为:

$$u(m) = \frac{0.0005}{\sqrt{3}} = 0.000289 \text{ g}。$$

则样品称量的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{0.000289}{5} = 0.0000577。$$

4.2 测定用样液的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_1)$

4.2.1 玻璃量器体积校准引入的不确定度 $u_1(V_1)$

使用 50 mL 分度吸量管吸取滤液,根据 JJG 196—2006《常用玻璃量器检定规程》^[19],50 mL 分度吸量管(A 级)的容量允差为 ± 0.10 mL,按均匀分布($k = \sqrt{3}$),则分度吸量管体积校准引入的标准不确定度为:

$$u_1(V_1) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.0577 \text{ mL}。$$

4.2.2 温度引入的标准不确定度 $u_2(V_1)$

实验室温度控制在 $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$,水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$,其按均匀分布($k = \sqrt{3}$),则温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(V_1) = \frac{2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 50}{\sqrt{3}} = 0.0303 \text{ mL}。$$

则测定用样液的标准不确定度为:

$$u(V_1) = \sqrt{u_1(V_1)^2 + u_2(V_1)^2} = 0.0652 \text{ mL}。$$

测定用样液的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_1) = \frac{0.0652}{50} = 0.00130。$$

4.3 试样处理液总体积引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V_0)$

4.3.1 玻璃量器体积校准引入的不确定度 $u_1(V_0)$

试液定容体积为 200 mL, 根据 JJG 196—2006^[19], 200 mL 容量瓶(A 级)的容量允差为 ± 0.15 mL, 按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则容量瓶体积校准引入的标准不确定度为:

$$u_1(V_0) = \frac{0.15}{\sqrt{3}} = 0.0866 \text{ mL}。$$

4.3.2 温度引入的标准不确定度 $u_2(V_0)$

实验室温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 其按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(V_0) = \frac{2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 200}{\sqrt{3}} = 0.121 \text{ mL}。$$

则试样处理液总体积的标准不确定度为:

$$u(V_0) = \sqrt{u_1(V_0)^2 + u_2(V_0)^2} = 0.149 \text{ mL}。$$

试样处理液总体积的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_0) = \frac{0.149}{200} = 0.00075。$$

4.4 标准曲线制备引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(C)$

4.4.1 标准物质引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{NaNO}_2)$

亚硝酸钠溶液标准物质浓度标准值为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 不确定度为 ± 7 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($k = 2$), 则标准物质引入的标准不确定度为:

$$u(\text{NaNO}_2) = \frac{7}{2} = 3.5 \mu\text{g}/\text{mL}。$$

标准物质引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{NaNO}_2) = \frac{3.5}{1000} = 0.0035。$$

4.4.2 配制标准使用液引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(S)$

亚硝酸钠标准使用液浓度为 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 临用前, 用单标线移液管移取 20 mL 亚硝酸钠标准溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 置于 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 配制成 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度的储备液。用 5 mL 刻度移液管移取 2.5 mL 亚硝酸钠储备液(200 $\mu\text{g}/\text{mL}$)置于 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度。

(1)使用 20 mL 移液管引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(20)$

①玻璃量器体积校准引入的不确定度 $u_1(20)$

根据 JJG 196—2006^[19], 20 mL 单标线移液管(A 级)的容量允差为 ± 0.030 mL, 按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则玻璃量器体积校准引入的标准不确定度为:

$$u_1(20) = \frac{0.030}{\sqrt{3}} = 0.0173 \text{ mL}。$$

②温度引入的标准不确定度 $u_2(20)$

实验室温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 其按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(20) = \frac{2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 20}{\sqrt{3}} = 0.0121 \text{ mL}。$$

则使用 20 mL 移液管引入的不确定度为:

$$u(20) = \sqrt{u_1(20)^2 + u_2(20)^2} = 0.0211 \text{ mL}。$$

使用 20 mL 移液管引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(20) = \frac{0.0211}{20} = 0.00106。$$

(2)使用 5 mL 移液管引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(5)$

①玻璃量器体积校准引入的不确定度 $u_1(5)$

根据 JJG 196—2006^[19], 5 mL 刻度移液管(A 级)的容量允差为 ± 0.025 mL, 其按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则玻璃量器体积校准引入的不确定度为:

$$u_1(5) = \frac{0.025}{\sqrt{3}} = 0.0144 \text{ mL}。$$

②温度引入的标准不确定度 $u_2(5)$

实验室温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 其按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(5) = \frac{2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 5}{\sqrt{3}} = 0.00303 \text{ mL}。$$

则使用 5 mL 移液管引入的不确定度为:

$$u(5) = \sqrt{u_1(5)^2 + u_2(5)^2} = 0.0147 \text{ mL}。$$

使用 5 mL 移液管引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(5) = \frac{0.0147}{5} = 0.00294。$$

(3)溶液定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(100)$

①玻璃量器体积校准引入的不确定度 $u_1(100)$

根据 JJG 196—2006^[19], 100 mL 容量瓶(A 级)的容量允差为 ± 0.10 mL, 其按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则玻璃量器体积校准引入的不确定度为:

$$u_1(100) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.0577 \text{ mL}。$$

②温度引入的标准不确定度 $u_2(100)$

实验室温度控制在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$, 其按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(100) = \frac{2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 100}{\sqrt{3}} = 0.0606 \text{ mL}。$$

则溶液定容引入的不确定度为:

$$u(100) = \sqrt{u_1(100)^2 + u_2(100)^2} = 0.0837 \text{ mL}。$$

溶液定容引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(100) = \frac{0.0837}{100} = 0.000837。$$

则配制标准使用液引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(S) = \sqrt{u_{\text{rel}}(20)^2 + u_{\text{rel}}(5)^2 + 2u_{\text{rel}}(100)^2} = 0.00334。$$

标准曲线制备引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(C) = \sqrt{u_{\text{rel}}(\text{NaNO}_2)^2 + u_{\text{rel}}(S)^2} = 0.00484。$$

4.5 试液显色引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(D)$

4.5.1 标准曲线系列显色引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(D_1)$

用 5 mL 刻度移液管吸取 0.00、0.20、0.40、1.00、2.00、5.00 mL 亚硝酸钠标准使用液(5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 分别置于 50 mL 带塞比色管中, 定容显色至 50 mL。

(1)使用 5 mL 移液管引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(5)$

$u_{\text{rel}}(5)=0.00294$ 。[过程见 4.4.2(2)]

(2)标准系列定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(50)$

①玻璃量器体积校准引入的不确定度 $u_1(50)$

根据 JJG 10—2005《专用玻璃量器》^[20]规定, 50 mL 比色管的容量允差为 ± 0.40 mL, 其按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则玻璃量器体积校准引入的不确定度为:

$$u_1(50) = \frac{0.40}{\sqrt{3}} = 0.231 \text{ mL}。$$

②温度引入的标准不确定度 $u_2(50)$

实验室温度控制在(20 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$, 水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$, 其按均匀分布($k = \sqrt{3}$), 则温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(50) = \frac{2.1 \times 10^{-4} \times 5 \times 50}{\sqrt{3}} = 0.0303 \text{ mL}。$$

则标准系列定容引入的不确定度为:

$$u(50) = \sqrt{u_1(50)^2 + u_2(50)^2} = 0.233 \text{ mL}。$$

标准系列定容引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(50) = \frac{0.233}{50} = 0.00466。$$

则标准曲线系列显色引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(D_1) = \sqrt{5u_{\text{rel}}(5)^2 + 6u_{\text{rel}}(50)^2} = 0.0132。$$

4.5.2 样液显色引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(D_2)$

用 20 mL 单标线移液管移取 2 次于 50 mL 带塞比色管中, 定容至刻度。

(1)使用 20 mL 移液管引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(20)$

$u_{\text{rel}}(20)=0.00106$ 。[过程见 4.4.2(1)]

(2)样液显色定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(50)$

$u_{\text{rel}}(50)=0.00466$ 。[过程见 4.5.1(2)]

则样液显色引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(D_2) = \sqrt{2u_{\text{rel}}(20)^2 + u_{\text{rel}}(50)^2} = 0.00490。$$

试液显色引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(D) = \sqrt{u_{\text{rel}}(D_1)^2 + u_{\text{rel}}(D_2)^2} = 0.0141。$$

4.6 拟合标准曲线引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(I)$

配制的标准曲线相当的亚硝酸钠含量为 1.0、2.0、5.0、10.0、25.0 μg , 每个含量测定 3 平行, 检测结果见表 1。采用最小二乘法拟合标准曲线, 得到标准曲线为 $I=0.0209c+0.0083$, 相关系数为 0.9992。

工作曲线变动性的标准差为公式(2):

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [I_i - (bc_i + a)]^2}{n-2}} = 0.0056。 \quad (2)$$

式中 S_R 为工作曲线的标准差; I_i 为测定的吸光度值; b 为校准曲线的斜率; a 为校准曲线的截距; c_i 为标准溶液含量, μg ; n 为标准曲线校准点测量次数。

用该曲线对样液重复测定 6 次, 样液中亚硝酸钠含量平均值为 5.30 μg , 曲线拟合引入的标准不确定度为公式(3):

$$u(I) = \frac{S_R}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c-\bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}} \quad (3)$$

$$= \frac{0.0056}{0.0209} \sqrt{\frac{1}{6} + \frac{1}{15} + \frac{(5.30-8.6)^2}{1155.6}}$$

$$= 0.1311 \mu\text{g}。$$

表 1 标准系列溶液吸光度结果

Table 1 Absorbance of standard series solutions

标准溶液相当的亚硝酸钠含量 $c/\mu\text{g}$	吸光度 I			曲线对应的响应值
	1	2	3	
1.0	0.0241	0.0240	0.0241	0.0292
2.0	0.0473	0.0472	0.0472	0.0501
5.0	0.1155	0.1154	0.1155	0.1128
10.0	0.2257	0.2258	0.2257	0.2173
25.0	0.5266	0.5266	0.5255	0.5308

式中 S_R 为工作曲线的标准差; b 为校准曲线的斜率; p 为被测样品测定次数; n 为工作曲线校准点测量次数; c 为样液中含量平均值, μg ; \bar{c} 为标准溶液含量的平均值, μg ; c_i 为标准溶液含量, μg 。

$$\text{其中 } \bar{c} = \frac{1+2+5+10+25}{5} = 8.6 \mu\text{g}。$$

则曲线拟合引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(I) = \frac{0.1311}{5.30} = 0.0247。$$

4.7 样品重复测量的不确定度 $u_{\text{rel}}(x)$

对样品重复测定 6 次, 结果见表 2。

表 2 样品测定结果
Table 2 Results of sample determination

样品序号	称样量/g	样液中亚硝酸盐含量/ μg	样品中亚硝酸盐含量/(mg/kg)
1	5.0719	2.755	2.7159
2	5.0284	2.681	2.6659
3	5.0832	2.813	2.7670
4	5.0356	2.703	2.6839
5	5.0056	2.684	2.6810
6	5.1012	2.805	2.7494

用贝塞尔公式计算样品重复测定的标准偏差为:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} = 0.0407 \quad (4)$$

式中: s 为标准偏差; X_i 为样品的测定值, mg/kg ; \bar{X} 为 n 次测定的算术平均值, mg/kg ; n 为测量次数。

$$\text{其中 } \bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} = 2.7105 \text{ mg/kg}。$$

样品重复测定平均值的标准不确定度为:

$$u(x) = \frac{s}{\sqrt{n}} = 0.0166 \text{ mg/kg}。$$

样品重复测定平均值的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(x) = \frac{u(x)}{\bar{X}} = \frac{0.0166}{2.7105} = 0.00612。$$

4.8 合成标准不确定度 u_{rel}

肉制品中亚硝酸盐含量的相对不确定度汇总见表 3。

表 3 亚硝酸盐含量不确定度分量总结
Table 3 Summary of the uncertainty components of nitrite content

不确定度来源	相对不确定度
样品称量 m	0.0000577
测定用样液 V_1	0.00130
试样处理液总体积 V_0	0.000745
标准曲线制备 C	0.00484
试液显色 D	0.0141
标准曲线拟合 I	0.0247
样品重复测量 x	0.00612

则其合成标准不确定度为:

$$\begin{aligned} u_{\text{rel}} &= \sqrt{u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(V_1)^2 + u_{\text{rel}}(V_0)^2} \\ &= \sqrt{0.0000577^2 + 0.00130^2 + 0.000745^2} \\ &= \sqrt{+0.00484^2 + 0.0141^2 + 0.0247^2 + 0.00612^2} \\ &= 0.0295。 \end{aligned}$$

4.9 扩展不确定度的评定 U

合成标准不确定度为: $u = u_{\text{rel}} \times \bar{X} = 0.0295 \times 2.7105 = 0.0800 \text{ mg/kg}$ 。

取扩展因子 $k = 2$ (95%置信率), 则扩展不确定度为:

$$U = 2u = 0.160 \text{ mg/kg}。$$

因此, 采用分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量的结果为 $X = (2.71 \pm 0.16) \text{ mg/kg}$ ($k = 2$)。

5 结 论

通过不确定度的分析, 分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐的含量, 其测量不确定度的主要来源是标准曲线拟合、试液显色、样品重复测量以及标准曲线制备。样品称量、试样处理液总体积和测定用样液引入的不确定度很小, 基本可以忽略。因此, 在实验过程中标准曲线的制备、显色过程、曲线的拟合以及样品测定的重复性是影响测定结果的准确度和可信度的重要因素。可以使用有效期内的标准物质, 使用精度更高、经过检定的玻璃量器, 增加标准曲线的测定次数, 增加样品的平行测定次数, 规范操作各个步骤, 从而降低测定结果的不确定度, 提高实验结果的可信度。

参考文献

- [1] 陈燕飞, 贺云发, 刘丽华, 等. 食品中亚硝酸盐的研究进展[J]. 微量元素与健康研究, 2019, 36(3): 48-49, 54.
CHEN YF, HE YF, LIU LH, et al. Research progress of nitrite in food [J]. Stud Trace Elem Health, 2019, 36(3): 48-49, 54.

- [2] 顾翔宇, 郭军. 硝酸盐/亚硝酸盐检测方法的研究进展[J]. 中国食物与营养, 2016, 22(3): 24-28.
GU XY, GUO J. Research advancements in detection methods of nitrate and nitrite [J]. Food Nutr China, 2016, 22(3): 24-28.
- [3] 王流国, 王雪蒙. 减少食品中亚硝酸盐危害的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(4): 1593-1598.
WANG LG, WANG XM. Research progress of method for reducing nitrite in foods [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(4): 1593-1598.
- [4] 卢尧. 肉制品腌制过程中亚硝酸盐变化规律及生物抗氧化剂对亚硝酸盐的抑制作用研究[D]. 吉林: 吉林大学, 2016.
LU R. The research of the nitrite changes in cured meat and the ability of biological antioxidants in inhibiting effect [D]. Jilin: Jilin University, 2016.
- [5] 卜兆杰. 测量不确定度在环境监测领域的应用[D]. 兰州: 兰州大学, 2013.
BU ZJ. Application of uncertainty measurement in the field of environmental monitoring [D]. Lanzhou: Lanzhou University, 2013.
- [6] 张雪琰, 胡炜, 程刚, 等. 葡萄酒中总酸测量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(11): 4216-4219.
ZHANG XY, HU W, CHENG G, *et al.* Uncertainty evaluation of determination of total acid in wine [J]. J Food Saf Qual, 2017, 8(11): 4216-4219.
- [7] 王霞, 殷超. 分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐的不确定度评定[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(20): 169-173.
WANG X, YIN C. Evaluation of the uncertainty in spectrophotometric determination of nitrite in meat products [J]. Food Res Dev, 2017, 38(20): 169-173.
- [8] 陈丽芳, 贾彦博. 分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(21): 7343-7348.
CHEN LF, JIA YB. Evaluation of uncertainty in determination of the nitrite content in meat products by spectrophotometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(21): 7343-7348.
- [9] 刘长娇, 王磊, 杨柳, 等. 分光光度法测定香肠中亚硝酸盐含量的不确定度评定[J]. 中国调味品, 2017, 42(7): 125-128.
LIU CJ, WANG L, YANG L, *et al.* Uncertainty evaluation of nitrite content in sausage detected by spectrophotometry [J]. Chin Condiment, 2017, 42(7): 125-128.
- [10] 宋鸽, 何娇, 李慧娟, 等. 分光光度法测定乳粉中亚硝酸盐含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(21): 7401-7405.
SONG G, HE J, LI HJ, *et al.* Evaluation of uncertainty in the determination of nitrite content in milk powder by spectrophotometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(21): 7401-7405.
- [11] 李艳, 罗立骏, 程辉跃, 等. 气相色谱法测定维生素E软胶囊含量的不确定度评定[J]. 药物分析杂志, 2012, 32(4): 692-696.
LI Y, LUO LJ, CHENG HY, *et al.* GC evaluation of measurement uncertainty for the determination of vitamin E soft cream [J]. Chin J Pharm Anal, 2012, 32(4): 692-696.
- [12] 王超, 刘杨, 蒋祥飞, 等. 原子吸收分光光度计石墨炉法测定食品中镉的不确定度评定[J]. 酿酒科技, 2019, 302(8): 112-116, 121.
WANG C, LIU Y, JIANG XF, *et al.* Evaluation of the uncertainties in the determination of cadmium content in food by graphite furnace method with atomic absorption spectrophotometer [J]. Liquor-Making Sci Technol, 2019, 302(8): 112-116, 121.
- [13] 陈佳, 乔菲, 金红宇, 等. ICP-MS 法测定马钱子中重金属及有害元素含量的不确定度评定[J]. 药物分析杂志, 2013, 33(12): 2176-2182.
CHEN J, QIAO F, JIN HY, *et al.* Evaluation of the uncertainty for the determination of heavy metals in strychni semen by ICP-MS [J]. Chin J Pharm Anal, 2013, 33(12): 2176-2182.
- [14] 王吉祥, 张学忠, 王亚琴, 等. 气相色谱法和气相色谱-质谱法测定茶叶中联苯菊酯的不确定度评定[J]. 食品科学, 2014, 35(12): 200-203.
WANG JX, ZHANG XZ, WANG YQ, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of bifenthrin in tea by gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2014, 35(12): 200-203.
- [15] 邵亮亮, 赵美凤, 宁晖, 等. 高效液相色谱法测定小麦中脱氧雪腐镰刀菌烯醇含量的不确定度评定[J]. 食品科学, 2016, 37(12): 232-237.
SHAO LL, ZHAO MF, NING H, *et al.* Uncertainty evaluation for determining deoxynivalenol in wheat by high performance liquid chromatography [J]. Food Sci, 2016, 37(12): 232-237.
- [16] 邓晓鸿, 强敏, 朱新生, 等. 食品中致病微生物检测结果的不确定度评定[J]. 食品研究与开发, 2016, 37(11): 160-165.
DENG XH, QIANG M, ZHU XS, *et al.* Uncertainty evaluation for palte counts of pathogenic bacteria colonies in foods [J]. Food Res Dev, 2016, 37(11): 160-165.
- [17] 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].
- [18] GB 5009.33—2016 食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定[S].
GB 5009.33—2016 National standards for food safety-Determination of nitrite and nitrate in foods [S].
- [19] JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196—2006 Working glass container [S].
- [20] JJG 10—2005 专用玻璃量器[S].
JJG 10—2005 Special glassware [S].

(责任编辑: 张晓寒)

作者简介



任 翊, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: renyi_ry@126.com.



陈丹丹, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: 9292327@qq.com