

分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量的 不确定度评定

陈丽芳, 贾彦博*

(杭州市食品药品检验研究院, 杭州 310022)

摘要: **目的** 对分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量的不确定度进行评定。**方法** 通过建立不确定度评定数学模型, 分析并计算各不确定度分量, 从而得出合成不确定度和扩展不确定度。**结果** 肉制品中亚硝酸盐含量 6.01 mg/kg, 扩展不确定度为 0.25 mg/kg (95%, $k=2$)。结果表明, 用分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐时, 其测量不确定度主要来源于标准曲线制备过程, 特别是标准曲线系列显色定容过程, 而样品称量和样液定容引入的不确定度可以忽略不计。**结论** 该评定方法可为分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量的测量不确定度评定提供参考。

关键词: 分光光度法; 亚硝酸盐; 肉制品; 不确定度

Evaluation of uncertainty in determination of the nitrite content in meat products by spectrophotometry

CHEN Li-Fang, JIA Yan-Bo*

(Hangzhou Institute for Food and Drug Control, Hangzhou 310022, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of the determination of the nitrite content in meat products by spectrophotometry. **Methods** Through the establishment of the uncertainty evaluation mathematical model, the main components of uncertainty were analyzed and calculated, and the composite uncertainty and extended uncertainty were obtained. **Results** When the nitrite content in meat sample was 6.01 mg/kg, its expansion uncertainty was 0.25 mg/kg (95%, $k=2$). The results showed that the uncertainty of determination of nitrite in meat products by spectrophotometry was mainly due to the process of preparing standard curves, especially the process of color liquid setting capacity of standard curves. The uncertainty caused by sample weighing and solution setting capacity is not important. **Conclusion** This study can be used as a reference for the uncertainty evaluation for the determination of nitrite content in meat products by spectrophotometry.

KEY WORDS: spectrophotometry; nitrite; meat products; uncertainty

基金项目: 杭州市农业与社会发展科研计划项目(20180432B30)

Fund: Supported by Hangzhou Agricultural and Social Development Research (20180432B30)

*通讯作者: 贾彦博, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术。E-mail: 82998580@qq.com

*Corresponding author: JIA Yan-Bo, Senior Engineer, Hangzhou Institute for Food and Drug Control, No.198, Shiqiao Road, Xiacheng District, Hangzhou 310022, China. E-mail: 82998580@qq.com

1 引言

亚硝酸盐作为发色剂和防腐剂,一直以来被应用于肉制品的加工制作过程中^[1]。研究表明在肉制品制备过程中,添加适量的亚硝酸盐,可以让肉制品色泽鲜艳、风味独特^[2]。所以,亚硝酸盐在肉制品的加工工艺中具有重要意义。但是,亚硝酸盐本身具有一定毒性,人体过量摄入会引起食物中毒。所以在肉制品的生产工艺中,应该严格按照国家规定的标准用量使用亚硝酸盐^[3]。而且亚硝酸盐是肉制品的重要检测项目^[4,5]。测量不确定度是一个与测量结果相联系的参数,表示被测值的可信程度。随着科学技术的发展以及技术要求的提高,测量不确定度在检验检测工作中的越来越受重视^[6-8]。在出具测量结果时,必须附有测量不确定度,这样测量的结果才具有完整的意义^[9-13]。本研究根据新版 CNAS-GL006: 2018《化学分析中不确定度的评估指南》^[6]对新版 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》^[8]中的分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量过程中的不确定度进行了分析评定。以期分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量的不确定度评定提供科学依据。

2 材料与方法

2.1 仪器和试剂

UV2550 紫外可见分光光度计[日本岛津(苏州)有限公司]; MS304S/01 电子分析天平(上海梅特勒-托利多仪器有限公司; 使用玻璃量器均为 A 级。

食品检测用亚硝酸钠溶液标准物质[200 μg/mL(以 NaNO₂ 计), 扩展不确定度(k=2)为 1.0%, 北京海岸鸿蒙标准物质技术有限责任公司]; 硼酸钠(Na₂B₄O₇·10H₂O)、亚铁氰化钾[K₄Fe(CN)₆·3H₂O]、乙酸锌[Zn(CH₃COO)₂·2H₂O]、对氨基苯磺酸(C₆H₇NO₃S)、盐酸萘乙二胺(C₁₂H₁₄N₂·2HCl)(分析纯, 国药集团)。

2.2 实验方法

2.2.1 提取

称取 5.000 g 匀样, 于 250 mL 锥形瓶中, 依次加入 12.5 mL 饱和硼砂溶液(50 g/L)、150 mL 70 °C 左右的水, 混匀, 在沸水浴中加热 15 min, 冷却至室温。将提取液转移至 200 mL 容量瓶中定容, 再依次加入 5 mL 亚铁氰化钾溶液(106 g/L)、5 mL 乙酸锌溶液(220 g/L), 摇匀定容, 静置 30 min 后过滤, 滤液备用。

2.2.2 测定

吸取滤液 40.0 mL 于 50 mL 比色管中, 另吸取 0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 亚硝酸钠标准使用液(5.0 μg/mL), 分别置于 50 mL 比色管中, 再分别加入显色剂, 定容显色, 测定 538 nm 处的吸光度,

绘制标准曲线比较, 同时做试剂空白。

3 结果与分析

3.1 数学模型和不确定度来源分析

3.1.1 数学模型

根据 GB 5009.33-2016^[8]中亚硝酸盐(以 NaNO₂ 计)含量的计算公式, 得出评定肉制品中亚硝酸盐含量的测量不确定度的数学模型为: $X=M_2 \times V_0 / M_1 / V_1$ 。

其中, X 为样品中 NaNO₂ 的含量, mg/kg; M_1 为样品质量, g; M_2 为样液中 NaNO₂ 的质量, μg; V_0 为样液总体积, mL; V_1 为显色用样液体积, mL。

3.1.2 不确定度来源分析

根据亚硝酸盐含量的检测步骤及其与输入量的函数关系可以发现, 不确定度分量主要来源为:

- (1) 样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(M)$;
- (2) 样液定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$;
- (3) 制备标准曲线引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{标})$;
- (4) 样液显色引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{样液显色})$;
- (5) 样品测量重复性引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(X)$;

3.2 不确定度的评估

3.2.1 样品称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(M)$

由电子分析天平的检定证书可知, 当称样量 ≤ 50 g 时, 其最大允许误差为 ±0.0005 g, 概率均匀分布($k=\sqrt{3}$), 则分析天平引入的标准不确定度为:

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

按称样量 5 g 计算, 则样品称量引入的相对标准不确定度为:

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

3.2.2 样液定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$

样液定容至 200 mL 容量瓶中, 其不确定度主要是由检定、温度等因素所引入的。

(1) 容量瓶检定引入的不确定度 $u_1(V)$ 根据 JJG196-2006《常用玻璃容器检定规程》^[14]可知, 在标准温度 20 °C 时, 200 mL 容量瓶(A 级)的容量允差是 ±0.15 mL, 概率分布均匀($k=\sqrt{3}$), 则容量瓶检定引入的标准不确定度为:

$$u_1(V) = \frac{0.15}{\sqrt{3}} = 0.08660 \text{ mL}$$

(2) 温度引入的不确定度 $u_2(V)$ 水的膨胀系数是 2.1×10^{-4} , 按 ±2 °C 的温差以及 95% 的置信概率($k=1.96$)计算, 温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(V) = \frac{200 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 2}{1.96} = 0.04286 \text{ mL}$$

因此由 200 mL 容量瓶引入的标准不确定度 $u(V)$ 为:

$$u(V) = \sqrt{u_1(V)^2 + u_2(V)^2} = \sqrt{0.08660^2 + 0.04286^2} = 0.09663 \text{ mL}$$

由样液定容引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(V)$ 为:

$$u_{\text{rel}}(V) = \frac{0.09663}{200} = 0.000483$$

3.2.3 制备标准曲线引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{标})$

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

亚硝酸钠标准物质证书显示,标准值 200 $\mu\text{g/mL}$ (以 NaNO_2 计),扩展不确定度($k=2$)为 1.0%,则相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{NaNO}_2) = \frac{0.01}{2} = 0.005$$

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

亚硝酸钠标准使用液(5.0 $\mu\text{g/mL}$),临用前,用 5 mL 刻度移液管移取 2.5 mL 亚硝酸钠标准溶液(200 $\mu\text{g/mL}$),置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

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

已知,5 mL 刻度移液管(A 级)的容量允差是 $\pm 0.025 \text{ mL}^{[14]}$,概率分布均匀($k=\sqrt{3}$),则 5 mL 移液管容量允差产生的标准不确定度为:

$$u_1(5) = \frac{0.025}{\sqrt{3}} = 0.01443 \text{ mL}$$

由温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(5) = \frac{5 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 2}{1.96} = 0.001071 \text{ mL}$$

因此由 5 mL 移液管引入的标准不确定度为:

$$u(5) = \sqrt{0.01443^2 + 0.001071^2} = 0.01447 \text{ mL}$$

由 5 mL 移液管引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(5) = \frac{0.01447}{5} = 0.002894$$

2) 标准使用液定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(100)$

已知,100 mL 容量瓶(A 级)的容量允差是 $\pm 0.10 \text{ mL}^{[14]}$,概率分布均匀($k=\sqrt{3}$),则容量瓶检定引入的标准不确定度为:

$$u_1(100) = \frac{0.10}{\sqrt{3}} = 0.05774 \text{ mL}$$

温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(100) = \frac{100 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 2}{1.96} = 0.02143 \text{ mL}$$

因此由 100 mL 容量瓶引入的标准不确定度为:

$$u(100) = \sqrt{0.05774^2 + 0.02143^2} = 0.06131 \text{ mL}$$

由标准使用液配制定容引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(100) = \frac{0.06131}{100} = 0.000613$$

配制标准使用液引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{标准使用液}) = \sqrt{u_{\text{rel}}(5)^2 + u_{\text{rel}}(100)^2} \\ = \sqrt{0.002894^2 + 0.000613^2} = 0.002958$$

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

显色)

用 1 mL 刻度移液管吸取 0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL 标准使用液分别置于 50 mL 带塞比色管中,用 2 mL 刻度移液管吸取 1.50、2.00 mL 标准使用液分别置于 50 mL 带塞比色管中、用 5 mL 刻度移液管吸取 2.50 mL 标准使用液置于 50 mL 带塞比色管中,最后显色定容至 50 mL。

1) 使用移液管引入的不确定度

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

已知 1 mL 刻度移液管(A 级)的容量允差是 $\pm 0.008 \text{ mL}^{[14]}$,概率分布均匀($k=\sqrt{3}$),则移液管检定引入的标准不确定度为:

$$u_1(1) = \frac{0.008}{\sqrt{3}} = 0.004619 \text{ mL}$$

温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(1) = \frac{1 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 2}{1.96} = 0.000214 \text{ mL}$$

因此由 1 mL 移液管引入的标准不确定度为:

$$u(1) = \sqrt{0.004619^2 + 0.000214^2} = 0.004624 \text{ mL}$$

标准曲线系列显色时,由 1 mL 刻度移液管引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(1) = \frac{0.004624}{1} = 0.004624$$

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

已知 2 mL 刻度移液管(A 级)的容量允差是 $\pm 0.012 \text{ mL}^{[14]}$,概率分布均匀($k=\sqrt{3}$),则移液管检定引入的标准不确定度为:

$$u_1(2) = \frac{0.012}{\sqrt{3}} = 0.006928 \text{ mL}$$

温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(2) = \frac{2 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 2}{1.96} = 0.000429 \text{ mL}$$

因此由 2 mL 移液管引入的标准不确定度为:

$$u(2) = \sqrt{0.006928^2 + 0.000429^2} = 0.006941 \text{ mL}$$

标准曲线系列显色时,由 2 mL 刻度移液管引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(2) = \frac{0.006941}{2} = 0.003471$$

③使用 5 mL 移液管引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(5)$

$$u_{\text{rel}}(5) = 0.002894 (\text{计算过程见 3.2.3-(2)-1)})$$

2) 标准曲线系列定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(50)$

JJG10-2005《专用玻璃量器检定规程》^[15]规定,50 mL 比色管的容量允差是 $\pm 0.40 \text{ mL}$,概率分布均匀($k=\sqrt{3}$),则 50 mL 比色管检定引入的标准不确定度为:

$$u_1(50) = \frac{0.40}{\sqrt{3}} = 0.2309 \text{ mL}$$

温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(50)=\frac{50\times2.1\times10^{-4}\times2}{1.96}=0.01071\text{ mL}$$

因此由 50 mL 比色管引入的标准不确定度为:

$$u(50)=\sqrt{0.2309^2+0.01071^2}=0.2311\text{ mL}$$

由 50 mL 比色管引入的相对不确定度为:

$$u_{rel}(50)=\frac{0.2311}{50}=0.004622$$

综上所述, 由标准曲线系列显色引入的相对不确定度 u_{rel} (标准系列显色)为:

$$\begin{aligned} &u_{rel}(\text{标准系列显色}) \\ &= \sqrt{5u_{rel}(11)^2 + 2u_{rel}(2)^2 + u_{rel}(5)^2 + 9u_{rel}(50)^2} \\ &= \sqrt{5\times0.004624^2 + 2\times0.003471^2 + 0.002894^2 + 9\times0.004622^2} \\ &= 0.01821 \end{aligned}$$

(4) 拟合标准曲线引入的不确定度 $u_{rel}(Y)$

测定 9 个标准系列溶液浓度, 每个浓度测 3 平行, 检测数据和计算结果见表 1。对该组数据的拟合, 得到标准曲线方程: $Y=0.0151C+0.0008$, 斜率 $b=0.0151$, 相关系数 $r^2=0.9998$ 。

表 1 标准系列溶液测定结果
Table 1 Contents of standard series solution

$C_{\text{标}i}$	Y_i	$\overline{Y_i}$	曲线模拟响应值 Y	$(Y_i-Y)^2$	$(C_{\text{标}i}-\overline{C_{\text{标}}})^2$
	0.000			6.4×10^{-7}	25.00
0.000	0.000	0.0000	0.0008	6.4×10^{-7}	25.00
	0.000			6.4×10^{-7}	25.00
	0.015			8.1×10^{-7}	16.00
1.000	0.016	0.0153	0.0159	1.0×10^{-8}	16.00
	0.015			8.1×10^{-7}	16.00
	0.031			0	9.00
2.000	0.031	0.0310	0.0310	0	9.00
	0.031			0	9.00
	0.047			8.1×10^{-7}	4.00
3.000	0.047	0.0467	0.0461	8.1×10^{-7}	4.00
	0.046			1.0×10^{-8}	4.00
	0.062			6.4×10^{-7}	1.00
4.000	0.062	0.0620	0.0612	6.4×10^{-7}	1.00
	0.062			6.4×10^{-7}	1.00
	0.076			9.0×10^{-8}	0.00
5.000	0.076	0.0760	0.0763	9.0×10^{-8}	0.00
	0.076			9.0×10^{-8}	0.00
	0.113			1.1×10^{-6}	6.25
7.500	0.114	0.1140	0.11405	2.5×10^{-9}	6.25
	0.115			9.0×10^{-7}	6.25
	0.151			6.4×10^{-7}	25.00
10.000	0.153	0.1520	0.1518	1.4×10^{-6}	25.00
	0.152			4.0×10^{-8}	25.00
	0.187			6.5×10^{-6}	56.25
12.500	0.189	0.1883	0.18955	3.0×10^{-7}	56.25
	0.189			3.0×10^{-7}	56.25
$\sum_{i=1}^n (Y_i-Y)^2$ $p-2$	—	—	—	7.4×10^{-7}	—
$\sum_{i=1}^n (C_{\text{标}i}-\overline{C_{\text{标}}})^2$	—	—	—	—	427.50

注: $C_{\text{标}i}$ 为标准系列溶液各点浓度(μg); Y_i 为标准系列溶液各点对应的吸光度。

由拟合标准曲线引入的标准不确定度为:

$$u(Y) = \frac{S_Y}{b} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{1}{p} + \frac{(\bar{C}_{\text{标}} - \bar{C}_{\text{样}})^2}{\sum_{i=1}^n (C_{\text{标}i} - \bar{C}_{\text{标}})^2}}$$

$$= \frac{0.00086}{0.0151} \sqrt{\frac{1}{6} + \frac{1}{27} + \frac{(5-6.0185)^2}{427.5}}$$

$$= 0.02586 \mu\text{g}$$

其中 S_Y 为拟合曲线的剩余标准差:

$$S_Y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - Y)^2}{p-2}} = \sqrt{7.4 \times 10^{-7}} = 0.00086 \quad \bar{C}_{\text{标}} \text{ 为标准}$$

系列溶液各点浓度的平均值:

$$\bar{C}_{\text{标}} = \frac{0+1+2+3+4+5+7.5+10+12.5}{9} = 5 \mu\text{g}$$

式中: n 为样品重复测定次数($n=6$); p 为标准溶液的重复测定次数(9 个点, 3 平行, 共重复测定 27 次); $\bar{C}_{\text{样}}$ 为样液中亚硝酸钠浓度的平均值($\bar{C}_{\text{样}}=6.0185$)(具体数值与计算见表 1、表 2)。因此由拟合标准曲线引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(Y) = \frac{u(Y)}{\bar{C}_{\text{样}}} = \frac{0.02586}{6.0185} = 0.004297$$

综上所述, 制备标准曲线引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{标})$:

$$u_{\text{rel}}(\text{标}) = \sqrt{u_{\text{rel}}(\text{NaNO}_2)^2 + u_{\text{rel}}(\text{标准使用液})^2 + u_{\text{rel}}(\text{标线系列色})^2 + u_{\text{rel}}(Y)^2}$$

$$= \sqrt{0.005^2 + 0.002958^2 + 0.01821^2 + 0.004297^2}$$

$$= 0.01959$$

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

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

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

已知 20 mL 单标线移液管(A 级)的容量允差为 $\pm 0.030 \text{ mL}^{[14]}$, 概率分布均匀($k=\sqrt{3}$), 则 20 mL 移液管检定引入的标准不确定度为:

$$u_1(20) = \frac{0.030}{\sqrt{3}} = 0.01732 \text{ mL}$$

温度引入的标准不确定度为:

$$u_2(20) = \frac{20 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 2}{1.96} = 0.00429 \text{ mL}$$

因此由 20 mL 单标线移液管引入的标准不确定度为:

$$u(20) = \sqrt{0.01732^2 + 0.00429^2} = 0.01784 \text{ mL}$$

样液移取时, 由 20 mL 单标线移液管引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(20) = \frac{0.01784}{20} = 0.000892$$

(2) 样液显色定容引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(50)$

显色液定容时, 由 50 mL 带塞比色管引入的相对不确定度为: $u_{\text{rel}}(50)=0.004622$ (计算过程见 3.2.3-(3)-2))

因此由样液显色引入的相对不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{样液显色}) = \sqrt{2u_{\text{rel}}(20)^2 + u_{\text{rel}}(50)^2}$$

$$= \sqrt{2 \times 0.000892^2 + 0.004622^2} = 0.004791$$

3.2.5 样品测量重复性导入的不确定度 $u_{\text{rel}}(X)$

样品测定 6 次, 结果见表 2。由表 2 可知, 样品测定结果的标准偏差为:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-2}} = 0.06282$$

样品重复测定平均值的标准不确定度:

$$u(X) = \frac{s}{\sqrt{n}} = \frac{0.06282}{\sqrt{6}} = 0.02565 \text{ mg/kg}$$

样品重复测定平均值的相对不确定度:

$$u_{\text{rel}}(X) = \frac{u(X)}{\bar{X}} = \frac{0.02565}{6.0112} = 0.004267$$

表 2 样品测定结果
Table 2 Contents of samples

样品序号	称样量 M/g	样液中亚硝酸盐浓度 $C_{\text{样}}/\mu\text{g}$	样品中亚硝酸盐含量 $X/(\text{mg/kg})$
1	5.0002	5.985	5.9848
2	5.0103	6.052	6.0396
3	5.0187	6.118	6.0952
4	5.0014	6.052	6.0503
5	5.0004	5.919	5.9185
6	5.0052	5.985	5.9788
$\bar{M}$	5.0060	—	—
$\bar{C}_{\text{样}}$	—	6.0185	—
$\bar{X}$	—	—	6.0112

3.3 合成标准不确定度

$$u_{\text{rel}} = \sqrt{u_{\text{rel}}(M)^2 + u_{\text{rel}}(V)^2 + u_{\text{rel}}(\text{标})^2 + u_{\text{rel}}(\text{样液显色})^2 + u_{\text{rel}}(X)^2}$$

$$= \sqrt{0.0000577^2 + 0.000483^2 + 0.01959^2 + 0.004791^2 + 0.004267^2}$$

$$= 0.02062$$

3.4 扩展不确定度的评定

经 6 次重复测定肉制品中亚硝酸盐的含量得到平均值为 $\bar{X} = 6.0112 \text{ mg/kg}$, 合成标准不确定度为:

$$u = u_{\text{rel}} \times \bar{X} = 0.02062 \times 6.0112 = 0.1240 \text{ mg/kg}$$

取扩展因子 $k=2$ (95%置信率), 则扩展不确定度为:

$$U = 2u = 2 \times 0.1240 \approx 0.25 \text{ mg/kg}$$

3.5 测定结果

根据以上不确定度评定的结果,采用分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量的结果应表示为: $X=(6.01\pm 0.25)$ mg/kg ($k=2$)。

4 结 论

本实验表明依据 GB 5009.33-2016 第二法,用分光光度计测定肉制品中亚硝酸盐时,其测量不确定度主要来源于标准曲线制备过程,特别是标准曲线系列显色过程,而样品称量和样液定容引入的不确定度可以忽略不计。因此,标准曲线制备过程、标线系列显色定容过程以及分光光度计的稳定性是影响检测结果准确度的关键因素,在使用分光光度法测定亚硝酸盐时,需要使用有证标准物质、并熟练实验操作以降低制备标准曲线引入的测量不确定度,同时整个实验过程还需带随行质控,以确保亚硝酸盐提取与检测等实验过程的可重复性,从而尽可能地降低检测结果的不确定度,提高检测结果的准确性。

参考文献

- [1] 张坤生. 亚硝酸盐系统的研究及其进展[J]. 天津商学院学报, 1999, 19(6): 31-33.
Zhang KS. Research progress of nitrite free curing system [J]. J Tianjin Univ Commerce, 1999, 19(6): 31-33.
- [2] 陆扬, 燕志, 张琛, 等. 亚硝酸盐用量对香肠品质的影响[J]. 中国调味品, 2018, 43(7): 33-35.
Lu Y, Yan Z, Zhang C, et al. Effect of nitrite consumption on quality of sausage[J]. Chin Condiment, 2018, 43(7): 33-35
- [3] 张颖琦, 沈俊毅, 徐映如, 等. 亚硝酸盐对人体的危害及检测方法的进展[J]. 职业与健康, 2015, 31(6): 851-855.
Zhang YQ, Shen JY, Xu YR, et al. Harm of nitrite to human body and progress on test methods [J]. Occup Health, 2015, 31(6): 851-855.
- [4] 张荣荣. 食品中亚硝酸盐检测的研究进展[J]. 现代食品, 2018, 7(45): 137-143.
Zhang RR. Research progress on detection of nitrite in food [J]. Mod Food, 2018, 7(45): 137-143.
- [5] 刘小鹏, 刘忠艳. 关于分光光度法测定肉制品中亚硝酸盐含量的标准曲线线性范围的探讨[J]. 现代食品, 2018, 16(35): 110-112.
Liu XP, Liu ZY. Discussion on the linear range of standard curve for determination of nitrite content in meat product by spectrophotometry [J]. Mod Food, 2018, 16(35): 110-112.
- [6] CNAS-GL 006: 2018 化学分析中不确定度的评估指南.
CNAS-GL 006: 2018 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [S].
- [7] 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].
- [8] 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].

- [9] 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.
- [10] 陈亚波, 王光培. 食品中亚硝酸盐含量的不确定度评定[J]. 计量与测试技术, 2009, 36(5): 75-78.
Chen YB, Wang GP. Evaluation of uncertainty in measurement on the content of nitrite in foods [J]. Metrol Meas Tech, 2009, 36(5): 75-78.
- [11] 林舒忆, 贾彦博, 胡文彬, 等. 液相色谱-原子荧光联用法测定灵芝孢子粉中甲基汞含量的测量不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(13): 4352-4357.
Lin SY, Jia YB, Hu WB, et al. Uncertainty evaluation of for determining ethyl mercury in *Ganoderma lucidum* by high performance liquid chromatography combined with atomic fluorescence spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(13): 4352-4357.
- [12] 赵一霖, 李珊, 何霜, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定水产品中 16 种元素的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(10): 4156-4162.
Zhao YL, Li S, He S, et al. Uncertainty evaluation for the determination of 16 kinds of elements in aquatic product by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(10): 4156-4162.
- [13] 吴坚, 宋海燕, 陈卓然, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定糕点中铝含量的不确定度评定[J]. 质谱学报, 2013, 34(6): 367-372.
Wu J, Song HY, Chen FR, et al. Uncertainty evaluation of determination of aluminum in pastry by ICP-MS [J]. J Chin Mass Spectro Socie, 2013, 34(6): 367-372.
- [14] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Working glass container [S].
- [15] JJG 10-2005 专用玻璃量器[S].
JJG 10-2005 Special glassware [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



陈丽芳, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术。
E-mail: 509618932@qq.com



贾彦博, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术。
E-mail: 82998580@qq.com