

食品中亚硝酸盐含量测定及实验室质量控制

李思漫 龙阳阴 王 丛

云南三正技术检测有限公司 云南 昆明 650000

摘 要：食品中亚硝酸盐含量测定是保障食品安全的关键环节。本文系统阐述了亚硝酸盐的来源分布、常用测定方法的技术要点及实验室质量控制的核心措施。具体涵盖分光光度法、高效液相色谱法等检测技术的操作规范，以及样品处理、试剂管理、仪器校准等质控环节的标准化要求。通过科学测定与严格质控，可平衡食品加工需求与健康风险，为消费者提供安全食品选择，推动行业健康发展。

关键词：亚硝酸盐含量测定；实验室质量控制；分光光度法

引言：亚硝酸盐作为自然界中广泛存在的含氮化合物，常通过食品加工、储存及环境因素进入各类食物体系，其含量超标会对人体健康形成潜在威胁。食品安全是民生之本，对食品中亚硝酸盐的准确检测成为监管与防护的关键环节。不同食品基质的复杂性，既对检测方法的适用性提出考验，也对实验室质控体系的规范性与严谨性提出更高要求，亟须对检测技术与质控流程进行系统梳理。

1 食品中亚硝酸盐概述及测定意义

食品中亚硝酸盐是自然界中广泛存在的含氮化合物，主要来源于食品加工、储存过程中的化学反应及环境因素。其含量过高可能对人体健康造成潜在风险，因此准确测定并控制其含量对保障食品安全具有重要意义。（1）来源与分布：亚硝酸盐在腌制食品、加工肉类中含量较高，蔬菜中的硝酸盐在微生物作用下也可转化为亚硝酸盐，需关注原料选择与加工工艺的优化。（2）测定方法的技术要点：分光光度法因其操作简便、灵敏度高成为常用手段，需注意样品前处理步骤的标准化，如去除干扰物质、控制反应条件，以确保数据可靠性。（3）质量控制的关键措施：实验室需建立完善的质控体系，包括标准物质校准、平行样测试、加标回收率验证等，同时定期评估仪器性能，确保检测结果的准确性与可比性。亚硝酸盐的合理控制需兼顾食品加工需求与健康风险，通过科学测定与严格质控，既能保留食品风味，又能降低潜在危害，为消费者提供更安全的食品选择^[1]。此项工作对提升食品质量、维护公众健康具有不可替代的作用，需持续关注技术进步与标准完善，推动行业健康发展。

2 食品中亚硝酸盐含量测定方法

2.1 分光光度法

食品中亚硝酸盐含量测定常采用分光光度法，该方法基于亚硝酸盐与对氨基苯磺酸发生重氮化反应，再与盐酸萘乙二胺偶联形成紫红色染料，在 538nm 波长处测定吸光度。样品需经均质、提取、净化后测定，确保检测结果准确可靠。（1）样品前处理需严格控制：称取 5g 均质样品置于 50mL 离心管，加入 10mL 饱和硼砂溶液，沸水浴加热 15 分钟，冷却后加入 5mL 亚铁氰化钾和乙酸锌溶液，沉淀蛋白质后定容至 50mL，取上清液测定。（2）显色反应条件需精确：取 2mL 滤液于 25mL 比色管，加入 1mL 对氨基苯磺酸溶液（0.4g/L），摇匀静置 3 分钟，再加入 1mL 盐酸萘乙二胺溶液（0.2g/L），加水定容至刻度，混匀后静置 15 分钟，于 538nm 处测吸光度。（3）实验室质量控制需多维度：每批样品需做空白试验和加标回收试验，回收率控制在 95%-105%；仪器需定期校准，波长精度误差不超过 $\pm 1\text{nm}$ ；标准曲线相关系数需大于 0.999，确保数据可靠性。该方法操作简便，适用于蔬菜、肉类等食品中亚硝酸盐的快速检测。

2.2 高效液相色谱法

高效液相色谱法通过色谱柱对亚硝酸盐的特异性吸附与洗脱实现分离，配合紫外检测器在 213nm 波长下完成定量分析，分离效率高、抗基质干扰强，适用于复杂食品基质中亚硝酸盐的精准检测。（1）样品前处理需关注基质适配性：称取 5g 样品进行匀浆处理，向其中加入 10mL、浓度为 0.1mol/L 的盐酸溶液，超声提取 15 分钟；离心处理后取上清液，经 0.45 μm 滤膜过滤，全程控制温度在 4℃以下，避免亚硝酸盐受热发生转化^[2]。（2）色谱条件需精准调控：选用 C18 反相色谱柱，流动相采用甲醇与水按 5:95 体积比混合并含 0.02mol/L 磷酸二氢

钾, 流速 0.8mL/min, 柱温 25℃, 亚硝酸盐保留时间约 3.8min, 与硝酸盐、有机酸等杂质分离度大于 2.0。(3) 质量控制需贯穿检测全流程: 每批次样品携带质控样品, 浓度与待测样品相当; 空白样品无目标物检出; 加标回收率控制在 90%-110%。该方法为食品中亚硝酸盐含量评估提供科学支撑, 适用于实验室常规检测与质量监控。

2.3 离子色谱法

食品中亚硝酸盐含量测定采用离子色谱法时, 需关注样品前处理与仪器参数的适配性。该方法通过离子交换柱分离亚硝酸根离子, 配合电导检测器实现定量分析, 具有灵敏度高、干扰少的优势。例如在检测腌制蔬菜时, 取 10g 样品经超声提取后, 用 0.45 μ m 滤膜过滤, 注入色谱仪分析, 可准确测定亚硝酸盐含量。(1) 样品前处理: 需控制提取剂浓度与 pH 值, 以 50mmol/L 碳酸钠溶液为流动相时, 亚硝酸根与氯离子分离度需大于 1.5, 避免峰重叠影响定量准确性。(2) 仪器参数优化: 需结合标准物质验证, 在流速 1.0mL/min、柱温 30℃条件下, 亚硝酸盐保留时间应稳定在 4.2 $\pm$ 0.3min, 峰面积重复性 RSD $\leq$ 3%。(3) 实验室质量控制: 需实施空白试验与加标回收, 每批次样品分析时, 同步测定空白溶液与加标样品, 回收率应控制在 95%-105%, 确保方法可靠性。该方法在肉类制品、饮料等食品检测中应用广泛, 通过优化前处理与仪器条件, 可有效降低基质干扰, 提升检测结果准确性, 为食品安全评估提供可靠数据支撑。

2.4 电化学测定法

电化学测定法通过电极表面电化学反应产生的电流或电位变化实现亚硝酸盐定量分析, 具有灵敏度高、响应快速、设备便携的优势, 适用于实验室精密检测及现场快速筛查场景。(1) 电极修饰增强选择性: 以玻碳电极为基底, 修饰纳米金-壳聚糖复合膜, 提升对亚硝酸盐的电催化活性, 例如在 0.1mol/L 磷酸盐缓冲液中, 修饰电极对亚硝酸盐的氧化峰电流较裸电极提高 5 倍, 检测限低至 0.05 μ mol/L, 有效降低基质干扰。(2) 实验条件优化关键参数: 采用循环伏安法确定最佳工作电位, 通过差分脉冲伏安法提高信噪比, 例如在 pH4.5 的醋酸缓冲液中, 亚硝酸盐氧化峰电位稳定在 0.85V, 峰电流与浓度在 0.1-100 μ mol/L 范围内呈良好线性, 相关系数达 0.998。(3) 质量控制保障数据可靠: 每批次样品需进行空白试验与加标回收验证, 回收率控制在 95%-105%。定期校准电极响应, 确保批次间稳定性, 例如对标准溶液连续测定 6 次, RSD $<$ 3%, 证明方法重现性良好^[3]。

该方法通过电极优化与条件调控, 结合严格质控措施, 为食品中亚硝酸盐含量测定提供高效、精准的技术支撑, 适用于多种食品基质的检测需求。

3 食品中亚硝酸盐测定的实验室质量控制

3.1 样品采集与处理的质量控制

食品中亚硝酸盐测定的实验室质量控制, 样品采集与处理环节是确保数据准确性的基础。该阶段需严格遵循科学规范, 避免因操作不当引入误差或污染, 从而保障后续检测结果的可靠性。(1) 采样工具选择: 应使用惰性材质容器如玻璃或聚乙烯制品, 避免金属材质可能导致的离子交换或吸附现象; 采样前需用去离子水充分冲洗容器, 防止残留物质干扰目标物测定。(2) 保存条件控制: 样品采集后应立即置于低温环境, 并尽快完成前处理操作; 若需长期保存, 可添加适量防腐剂如抗坏血酸, 抑制微生物活动对亚硝酸盐含量的影响, 同时防止因温度波动导致的化学转化。(3) 操作过程防污染: 处理样品时需在洁净环境中进行, 避免与挥发性有机物、强氧化剂等接触; 匀浆、过滤等步骤应使用专用器具, 每完成一次操作后需彻底清洁, 防止交叉污染影响不同批次样品的检测结果。通过上述措施的落实, 可有效提升样品采集与处理的规范性, 为后续仪器分析提供高质量的待测样本, 最终确保亚硝酸盐含量测定的准确性和实验室质量控制目标的实现。

3.2 试剂与标准物质的质量控制

在亚硝酸盐含量测定的实验室质量控制中, 试剂与标准物质的精准管理直接影响检测结果的可靠性, 需从多维度构建质量保障体系。(1) 试剂批号一致性: 同一批次试剂应确保性能稳定, 避免因批次差异导致检测结果波动, 例如显色剂需在相同条件下进行空白试验, 确认其吸光度值在可接受范围内, 减少系统误差来源。(2) 标准物质配制规范: 标准溶液的配制需遵循严格的操作流程, 包括精确称量、定容、混匀等步骤; 配制过程中应使用校准过的量具, 避免体积误差, 同时记录配制日期、浓度及操作者信息, 确保可追溯性, 为后续数据分析提供依据。(3) 试剂有效期监控: 试剂启用后需定期检查其有效期, 避免使用过期试剂, 例如某些试剂在开封后可能因氧化、潮解或微生物滋生导致浓度变化, 需通过定期标定或空白试验确认其适用性, 确保检测结果的准确性^[4]。通过实施试剂批号一致性管理、标准物质配制规范及有效期监控措施, 可有效降低系统误差, 提升实验室质量控制水平, 为亚硝酸盐含量测定的准确性提供可靠保障。

3.3 仪器设备的质量控制

仪器设备是亚硝酸盐测定的核心工具，其性能稳定性直接影响检测结果的准确性。因此，实施严格的质量控制是保障检测质量的关键环节。（1）定期校准与溯源管理：需建立仪器校准周期表，使用国家标准物质或认证校准液定期校准，例如分光光度计需验证波长准确性及光路稳定性，电化学仪器需测试电极响应斜率与重复性，确保测量结果可追溯至国际标准。（2）日常维护与状态监控：制定维护规程，记录使用频率、清洁保养及故障维修情况，如色谱仪需定期更换泵密封圈以防漏液，电极需浸泡在专用存储液中避免干燥失效，通过日常巡检发现并处理潜在问题。（3）性能验证与能力评估：通过平行样测试、加标回收试验等方法验证仪器性能，例如使用标准样品评估重复性、检测限及线性范围，结合实验室间比对验证结果一致性，确保仪器在不同批次样品检测中保持稳定表现。质量控制需贯穿仪器全生命周期，通过科学管理、规范操作与持续优化，显著提升检测结果的可靠性与可比性，为食品安全评估提供坚实的技术支撑，推动实验室质量控制水平提升。

3.4 测定过程的质量控制

测定过程的质量控制需聚焦操作细节与数据质量双重保障，通过多维度管理提升结果可靠性。（1）操作步骤标准化：严格遵循标准操作程序执行每一步骤，如样品称量精度控制、反应时间精确到秒级，减少人为操作差异带来的误差，操作人员需定期接受技能复训，确保实验流程的一致性。（2）环境条件动态监控：实时监测实验室温度、湿度及洁净度，例如使用温湿度传感器自动记录环境参数，当温度波动超过 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 时触发预警系统，及时调整实验环境，避免环境因素对反应体系的影响。（3）数据记录与审核机制：建立双人复核数据记

录制度，原始数据需包含样品信息、操作时间、仪器参数等完整信息，通过数据比对软件自动核查异常值，如吸光度突变超过 10% 时启动人工复核流程，确保数据采集的准确性与可追溯性^[5]。通过实施操作标准化、环境动态监控及数据审核机制，可有效提升测定过程的稳定性与准确性，为实验室质量控制目标的达成提供坚实保障，确保亚硝酸盐含量测定的可靠性。

结束语：未来，需聚焦技术革新与标准迭代，推动检测技术向智能化、微型化迈进。通过研发纳米传感器、便携式光谱仪等新型设备提升现场检测能力，结合大数据与 AI 算法优化数据处理流程。同时完善国际标准对接机制，动态更新国内检测规范，确保检测结果的科学性与可比性，为食品安全评估提供全链条技术支撑，护航行业健康升级与公众健康权益。

参考文献

- [1] 徐静, 何雪, 梁佳, 等. 基于岗课赛证融通的中职食品理化分析与检验课程教学改革创新——以预制菜中硝酸盐和亚硝酸盐含量测定为例 [J]. 中国食品工业, 2025(22):174-176.
- [2] 何青科, 熊娅岚, 李红爱, 等. 离子色谱-柱后衍生-双紫外可见光检测器串联同时测定食品中硝酸盐和亚硝酸盐含量 [J]. 中国食品添加剂, 2025, 36(12):126-133.
- [3] 孙淑艳, 古丽米娜·热恒别克. 塔城风干肉制品中亚硝酸盐含量控制的优化策略 [J]. 中外食品工业, 2025(17):79-81.
- [4] 耿蓓蓓, 左红军. 餐饮店误用亚硝酸盐引发的一起食物中毒事件调查与分析 [J]. 食品安全导刊, 2025, 19(30):11-13.
- [5] 高炯. 山东青岛腌制鱼中桔青霉素与亚硝酸盐含量的测定与分析 [J]. 中外食品工业, 2024(14):51-53.