

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20241218005

引用格式: 林仁权, 夏海鸣, 桑娴. 亚硝化衍生超高效液相色谱法测定酱腌菜中亚硝酸盐的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(4): 279–283.

LIN RQ, XIA HM, SANG X. Determination of nitrite content in pickles by nitroso derivative ultra performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(4): 279–283. (in Chinese with English abstract).

亚硝化衍生超高效液相色谱法测定酱腌菜中 亚硝酸盐的含量

林仁权*, 夏海鸣, 桑 娴

[杭州市拱墅区疾病预防控制中心(杭州市拱墅区卫生监督所), 杭州 310022]

摘要: 目的 建立亚硝化衍生超高效液相色谱法测定酱腌菜中亚硝酸盐含量的方法。**方法** 在 0.02 mol/L 乙酸铵缓冲液(内含 0.1%乙酸)中, 安替比林与亚硝酸盐相互作用, 生成亚硝基衍生物, 该衍生物在波长 345 nm 有较强的吸收, 用超高效液相色谱法进行检测分析, 采用 ACQUITY UPLC BEH Shield RP18 色谱柱(150 mm×2.1 mm, 1.7 μm)进行分离, 外标法定量。**结果** 目标物在 0.05~5.00 μg/mL 质量浓度范围线性良好, 检出限为 0.01 mg/L。高、中、低 3 水平浓度加标, 检测回收率为 88%~96% (n=6), 相对标准偏差为 2.0%~4.5%。**结论** 该方法能够有效消除氯离子等阴离子和色素对本研究的干扰, 建立的分析方法灵敏度、准确度、精密度和回收率好, 适用于酱腌菜中亚硝酸盐的测定。

关键词: 亚硝酸盐; 酱腌菜; 超高效液相色谱法; 安替比林

Determination of nitrite content in pickles by nitroso derivative ultra performance liquid chromatography

LIN Ren-Quan*, XIA Hai-Ming, SANG Xian

[Gongshu Center for Disease Prevention and Control (Gongshu Health Supervision Institution), Hangzhou 310022, China]

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of nitrite content in pickles by nitroso derivative ultra performance liquid chromatography. **Methods** A novel and sensitive method for the determination of nitrite content was developed. This is a nitroso derivative produced based on the interaction between nitrite and antipyrine. This derivative has strong absorption in 0.02 mol/L acetate buffer solution (contains 0.1% acetic acid) at a wavelength of 345 nm. The nitrite content was determined by ultra performance liquid chromatography. **Results** Nitrite in the linear concentration range of 0.05–5.00 mg/L was determined with a limit of detection 0.01 μg/mL. The high, medium and low concentrations were spiked. The extraction recoveries ranged from 88%–96% (n=6). The relative standard deviation was the precision ranged from 2.0%–4.5%. **Conclusion** The method can effectively eliminate the interference of chloride ions and other anions and pigments on this experiment. The established analytical method has good sensitivity, accuracy, precision and recovery rate, and is suitable for the detection of nitrite in pickles.

KEY WORDS: nitrite; pickles; ultra performance liquid chromatography; antipyrin

收稿日期: 2024-12-18

第一作者/*通信作者: 林仁权(1975—), 男, 主任技师, 主要研究方向为食品水质理化检验及相关研究工作。E-mail: linrq007@163.com

0 引言

酱腌菜是一种以蔬菜为主要原料, 经过腌制、调味等工艺加工而成的食品。酱腌菜的制作过程包括精选、清洗、切分(或不切分)、脱盐、添加调味料和食品添加剂(如辣椒油、食用盐、酿造酱油、味精、白砂糖及香辛料等), 再经过调配或炒制、分装等工序。酱腌菜的种类多样, 包括酱渍菜、盐渍菜和酱油渍菜等方法对根茎类蔬菜进行制作, 味鲜可口, 深受人们的喜爱。现代科学研究发现, 在腌制过程中, 蔬菜中的硝酸盐会被大量还原, 产生酱腌菜的亚硝酸盐积累问题, 亚硝酸盐作为常见的致癌物质, 严重威胁人们的身体健康, 也因此受到人们的广泛关注。在 GB 2714—2003《食品安全国家标准 酱腌菜》酱腌菜卫生标准中, 明确规定酱腌菜中亚硝酸盐含量不得高于 20 mg/kg。目前已发展多种亚硝酸盐检测方法, 诸如紫外可见分光光度法^[1-3]、动力学分光光度法^[4-6]、极谱法^[7-8]、荧光分析法^[9-12]、离子色谱法^[13-15]、气相色谱法^[16-19]、流动注射^[20-22]和液相色谱法^[23-27]等, 食品中亚硝酸盐的国家检测方法为 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》, 该检测方法中有两种: 第一是离子色谱法, 通过电导检测器直接检测亚硝酸根, 该方法极易受到其他阴离子的干扰, 容易造成假阳性结果; 第二是分光光度法, 此方法检测灵敏度较低, 且分光光度计本身抗干扰能力差, 易受提取液糊化、本底颜色等影响。酱腌菜因工艺过程复杂, 蔬菜本身就含有各种复杂色素, 部分食品还添加淀粉、酱油等的, 提取液透光性较差, 加入活性炭并不能完全吸附有色的物质, 导致有色的物质对比色时有严重干扰, 出现结果偏差的缺点, 而高效液相法能有效解决这一问题。

目前, 应用高效液相色谱仪来检测食品中的亚硝酸盐含量的文献报道较少, 之所以亚硝酸盐检测无法在高效液相色谱仪上得到应用, 主要原因在于缺少合适的衍生试剂。亚硝酸盐自身不具有响应信号, 需要通过与检测试剂反应后得到准确且高灵敏的检测信号。目前, 已有标准及国内外文献报道的衍生试剂主要为 Griess 试剂和 2,3-二氨基萘试剂^[28-29], 并应用于紫外和荧光分光光度计的检测。陈文生等^[30]采用高效液相色谱法在 204 nm 波长下测定亚硝酸根离子, 此法前处理较简单, 但分析的基质比较单一, 且低波长下检测可能存在干扰。沈葵鸣等^[31]用 2,3-二氨基萘衍生剂采用高效液相色谱法在 233 nm 波长下测定亚硝酸盐, 该方法也是在低波长下检测, 干扰较多。本研究通过探究衍生试剂的反应活性和反应性质, 筛选出高性能的亚硝酸盐衍生试剂, 利用亚硝酸根离子与衍生剂生成的化合物(目标物)进行测定, 采用 C₁₈ 色谱柱对目标物进行分离, 在高波长(345 nm)下进行检测, 可为含高盐和色素等复杂基质中亚硝酸盐含量的测定提供技术支持和参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与设备

ACQUITY UPLC H-Class 超高效液相色谱仪(配备二极管阵列检测器)、ACQUITY UPLC BEH Shield RP18 色谱柱(150 mm×2.1 mm, 1.7 μm)(美国 Waters 公司); BSA223S 万分之一电子天平(德国赛多利斯公司); DK-S28 水箱(上海精宏实验设备有限公司); TG16-WS 台式高速离心机(上海卢湘仪离心机仪器有限公司); FW80 型高速万能粉碎机(天津泰斯特仪器有限公司); 0.22 μm 微孔滤膜(上海安谱实验科技股份有限公司)。

1.2 材料与试剂

萝卜类酱腌菜、黄瓜类酱腌菜、榨菜类酱腌菜和白菜类酱腌菜各 2 件, 市售散装。

亚硝酸盐标准溶液(质量浓度 100 mg/L, GSB05-1142-2000, 有效日期: 2027-03-31, 环保标样所); 甲醇(色谱纯, 德国 Merck 公司); 安替比林、硼砂、亚铁氰化钾、乙酸锌、乙酸钠、乙酸(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 实验用水均为经 Milli-Q 超纯水装置过滤的超纯水。

1.3 实验方法

1.3.1 试剂与标准溶液配制

饱和硼砂溶液: 称取 5.0 g 硼砂钠, 溶于 100 mL 热水中, 冷却后备用。

亚铁氰化钾溶液: 称取 10.6 g 亚铁氰化钾, 用水溶解, 并稀释至 100 mL。

乙酸锌溶液: 称取 22.0 g 乙酸锌, 加 3 mL 冰乙酸溶于水, 并稀释至 100 mL。

乙酸铵缓冲溶液: 称取 1.54 g 乙酸铵, 加水 200 mL, 加冰乙酸 1.0 mL, 加水稀释至 1000 mL。

安替比林溶液: 称取安替比林 2 g 溶于 100 mL 乙酸铵缓冲溶液中。

1.3.2 系列标准溶液配制

临用时, 移取亚硝酸盐标准原液 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用乙酸铵缓冲溶液稀释成 10.0 mg/L 的工作液。于 10 mL 试管中加入适量 10.0 mg/L 亚硝酸盐标准使用液, 加乙酸铵缓冲溶液至刻度, 再加入安替比林溶液 1.0 mL, 摇匀, 配制成质量浓度为 0.05、0.10、0.50、1.00、2.00、5.00 mg/L 的系列标准溶液。放置 10 min, 过 0.22 μm 针头滤膜, 上机。

1.3.3 样品处理

将切碎的样品用四分法取适量, 用粉碎机制成匀浆, 准确称取酱腌菜约 5 g(精确到 0.001 g)试样于 50 mL 具塞离心管中, 加水约 25 mL, 涡旋混匀, 于 50 °C 水浴超声 20 min, 冷却至室温后加亚铁氰化钾溶液 2 mL 和乙酸锌溶液 2 mL,

混匀,于8000 r/min离心5 min,将水相转移至50 mL容量瓶中,于残渣中加水20 mL,涡旋混匀后超声5 min,于8000 r/min离心5 min,将水相转移到同一50 mL容量瓶中,并用水定容至刻度,混匀,过滤,弃掉初滤液,准确移取适量滤液于10 mL比色管中,加乙酸铵缓冲液至刻度,加安替比林溶液1.0 mL,混匀,放置10 min,经0.22 μm滤膜过滤,上机。

1.3.4 色谱条件

ACQUITY UPLC BEH Shield RP18 色谱柱(150 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 流动相: 甲醇:0.02 mol/L 乙酸铵缓冲液(内含0.1%乙酸)=20:80 (V:V, 下同); 流速0.30 mL/min; 柱温35 °C; 检测波长345 nm; 进样体积10 μL。

1.4 数据处理

采用 Origin pro 7.5 软件对数据进行分析,并制表、绘制图形。

2 结果与分析

2.1 波长的选择

为选取检测的最佳波长,对标准溶液在200~400 nm范围内进行光谱扫描,绘制了吸收曲线,按实验方法,见图1可知,体系在波长345 nm处,吸光度最大。本研究选用345 nm为测量波长。

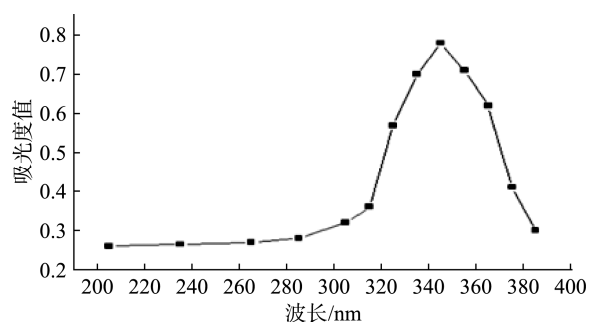


图1 光谱吸收曲线

Fig.1 Spectral absorption curve

2.2 色谱柱的选择

安替比林亚硝化后为亚硝化安替比林,极性适中、分子量不大、可采用反相色谱柱分离。在反相超高效液相色谱法检测中, C₁₈ 色谱柱对待测物极性的适用范围较大,对于极性适中、分子量不大的待测物均有较好的保留特性。本研究考察了亚硝化安替比林在 C₁₈ 反相色谱柱上的色谱保留特性,分别实验了 ACQUITY UPLC BEH C₁₈、ACQUITY UPLC BEH Shield RP18 和 ACQUITY UPLC CSH C₁₈ 色谱柱,使用 BEH C₁₈ 色谱柱,保留时间较短,使用 CSH C₁₈ 色谱柱,色谱峰不对称,有点拖尾。使用 BEH Shield RP18 色谱柱,色谱峰对称,衍生剂对目标分析物无

干扰,分离较好,因此,本研究最终采用 ACQUITY UPLC BEH Shield RP18 (150 mm×2.1 mm, 1.7 μm) 色谱柱。

2.3 流动相的优化

2.3.1 流动相体系

分别用甲醇-水、甲醇-0.1%乙酸、甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵和甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵缓冲液(内含0.1%乙酸)4种体系的流动相分析测定亚硝基衍生物。结果表明,甲醇-0.1%乙酸铵缓冲液流动相体系下亚硝化衍生物分离效果最好,因此甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵缓冲液(内含0.1%乙酸)体系被选为流动相。调节甲醇的比例,当甲醇-乙酸铵缓冲液的体积比为20:80时,亚硝基衍生物出峰时间6.0 min左右,目标物与样品基质分离,且分析时间短,因此确定甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵缓冲液(内含0.1%乙酸)体积比为20:80。

2.3.2 pH的影响

为保证衍生物的稳定,根据文献[1],安替比林与亚硝酸根相互作用分光光度法测定亚硝酸根,选用乙酸调节乙酸铵溶液 pH 为3.6、4.6和5.5作对比,由图2可知,当添加0.1%乙酸时 pH 约为4.6,亚硝基衍生物分离效果最佳,保留时间最为适宜,且与亚硝基衍生物反应的溶液 pH 一致,确保了衍生后物质的稳定,因此本研究选择内乙酸铵缓冲液含0.1%乙酸作为流动相。

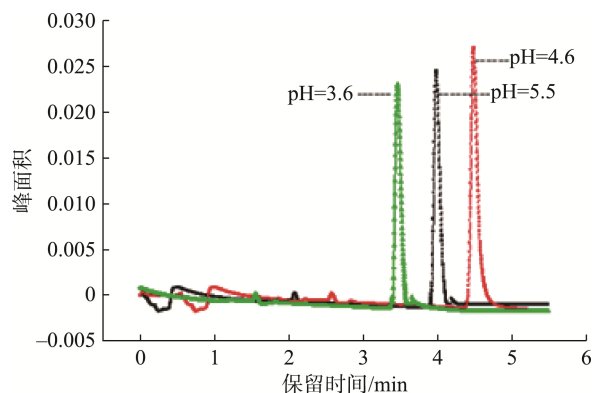


图2 pH对色谱峰分离影响的色谱图

Fig.2 Effects of pH on the analyte separation

综上所述,通过实验优化得到了最佳的色谱条件: ACQUITY UPLC BEH Shield RP18 色谱柱(150 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 流动相: 甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵缓冲液(内含0.1%乙酸)=20:80; 流速0.30 mL/min; 柱温35 °C; 检测波长345 nm; 进样体积10 μL。在最佳色谱条件下,得到的标准溶液色谱图,如图3所示。

2.4 方法学评价

2.4.1 重复性实验及加标回收率

以不含待测成分的酱腌菜作为空白基质,按照1.3.3前处理方法,通过3个浓度水平的加标回收实验,评价方

法的准确度和精密度, 根据测定的线性范围设加标浓度为 5、10、20 mg/kg, 每个加标水平 6 次平行, 结果见表 1, 回收率为 88%~96%, 平均回收率为 93%。该方法相对标准偏差为 2.0%~4.5%, 相对标准偏差均低于 5%, 表明该方法精密度良好, 能够满足对酱腌菜中亚硝酸盐的检测需求。

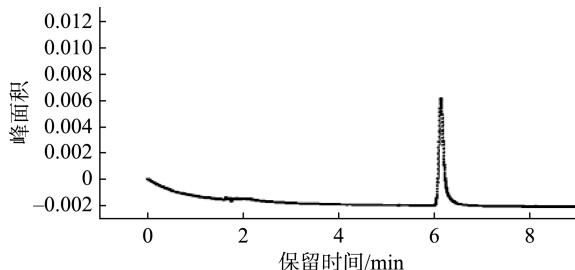


图 3 最佳色谱条件下标准溶液的色谱图

Fig.3 Chromatogram of standard solution under optimal chromatographic conditions

表 1 亚硝酸盐的平均回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 1 Average recovery rate and relative standard deviation of nitrite ($n=6$)

加标量 /(mg/kg)	测定值 /(mg/kg)	相对标准偏差 / %	平均回收率 / %
5.0	4.4	4.5	88
10.0	9.0	3.7	95
20.0	18.5	2.0	96

2.4.2 线性范围、检出限与定量限

分别配制质量浓度为 0.05、0.10、0.50、1.00、2.00、5.00 mg/L 的标准溶液, 在波长 345 nm 下进行高效液相色谱分析, 以质量浓度为横坐标(X , mg/L), 峰面积为纵坐标(Y), 得出线性回归方程为 $Y=2.28014 \times 10^4 X - 7.34976$, $r=0.9992$, 在 0.05~5.00 mg/L 质量浓度范围内与峰面积呈现良好的线性关系。以信噪比($S/N \geq 3$)计算方法得出检出限, 检出限为 0.01 mg/L, 结果满足检测的要求。

2.5 干扰实验

安替比林在紫外 233 nm 处有较强的吸收, 而在 345 nm 几乎无吸收, 其他阴离子及有机化合物对测定的影响在本色谱条件下, 由于溶液常见的无机阴离子如氯离子、磷酸根离子、硫酸根离子、碳酸根离子等离子无紫外吸收。即使样品可能存在有机化合物的干扰, 经 BEH Shield RP18 色谱柱分离, 虽在色谱图中有杂峰, 但不会造成色谱分离的干扰, 仍可以得到清晰的谱图。

2.6 实际样品测定

采集 8 份市售酱腌菜, 按 1.3.3 样品前处理方法, 对酱腌菜中亚硝酸盐进行测定, 经检测 7 份样品结果含量均小于 2 mg/kg, 其中, 一份黄瓜类酱腌菜样品检测值为 26 mg/kg, 高于 GB 2762—2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》对蔬菜及其制品(腌渍蔬菜)的亚硝酸盐限量为 20 mg/kg。图 4 为酱腌菜中亚硝酸盐含量测定的样品色谱图。

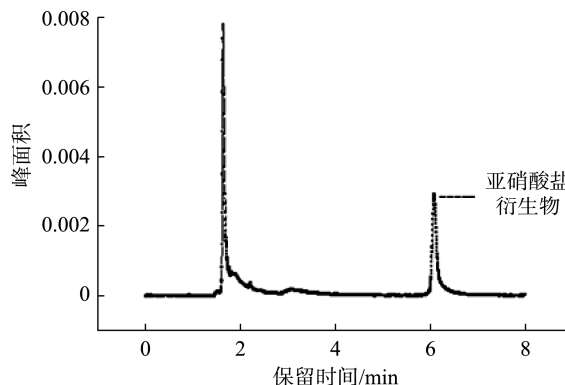


图 4 样品色谱图

Fig.4 Chromatogram of pickle sample

3 结论

亚硝酸盐是一种极性很强的化合物, 亚硝酸盐在 C_{18} 柱上基本无保留, 对亚硝酸盐进行衍生, 通过优化亚硝化衍生条件和色谱条件, 具有较合适的保留和分离作用, 将亚硝化衍生的高效液相色谱技术成功应用于酱腌菜中亚硝酸盐含量的检测, 该方法简便、灵敏、特异性强, 且不必考虑酱腌菜本底色素对检测的干扰。

参考文献

- 林仁权, 胡文兰, 陈国亮. 安替比林与亚硝酸根相互作用分光光度法测定亚硝酸根[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(5): 575-575, 626.
LIN RQ, HU WL, CHEN GL. Determination of nitrite with phenazone-nitrite reaction by spectrophotometry [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2005, 15(5): 575-575, 626.
- 孙小龙, 樊惠华, 米林锋, 等. 改进分光光度法快速测定羊杂碎中亚硝酸盐含量[J]. 现代食品, 2023, 29(21): 169-172.
SUN XL, FAN HH, MI LF, et al. Determination of nitrite in haggis by improved ultraviolet spectrophotometry [J]. Modern Food, 2023, 29(21): 169-172.
- 王盼雪, 孙妍, 单锦瑞, 等. 一步分光光度法检测肉制品中亚硝酸盐的含量[J]. 陕西科技大学学报, 2021, 39(1): 58-62.
WANG PX, SUN Y, SHAN JR, et al. Detection of nitrite in meat products using one-step spectrophotometry [J]. Journal of Shaanxi University of Science & Technology, 2021, 39(1): 58-62.
- 卫世乾, 何琴, 韩宇. 催化动力学光度法测定痕量亚硝酸根[J]. 许昌学院学报, 2024, 43(2): 66-69.
WEI SQ, HE Q, HAN Y. Catalytic kinetic spectrophotometric determination of trace nitrite [J]. Journal of Xuchang University, 2024, 43(2): 66-69.
- 宋少飞, 周福林, 孙述文, 等. 抑制动力学荧光法测定泡菜中的亚硝酸根[J]. 太原师范学院学报(自然科学版), 2022, 21(1): 82-85.
SONG SF, ZHOU FL, SUN SW, et al. Inhibitory kinetic spectrofluorimetric for detection of NO_2^- in pickles [J]. Journal of Taiyuan Normal University: Natural Science Edition, 2022, 21(1): 82-85.
- 许卉. 催化动力学光度法测定新鲜果蔬中痕量亚硝酸根[J]. 理化检验(化学分册), 2002, 38(9): 454-455.
XV H. Catalytic kinetic photometric determination of trace amounts of nitrite in fresh fruits and vegetables [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2002, 38(9): 454-455.
- 李艳霞, 王运生. 催化动力学极谱法测定痕量亚硝酸根[J]. 化学世界, 2007, 48(12): 716-719, 723.

- LI YX, WANG YS. Catalytic polarographic determination of trace amounts of nitrite [J]. *Chemical World*, 2007, 48(12): 716–719, 723.
- [8] 李琼, 奚旦立, 陆光汉, 等. 单扫描示波极谱法测定香肠中的亚硝酸盐[J]. *食品研究与开发*, 2006, 27(2): 106–108.
- LI Q, XI DL, LU GH, *et al.* Determination of nitrite in sausage by single-sweep polarography [J]. *Food Research and Development*, 2006, 27(2): 106–108.
- [9] 范超, 赵涛, 贺思璐, 等. 荧光光度法测定婴幼儿米粉中的亚硝酸盐[J]. *现代食品*, 2024, 30(5): 183–187, 204.
- FAN C, ZHAO T, HE SL, *et al.* Determination of nitrite in infant rice flour by fluorescence spectrophotometry [J]. *Modern Food*, 2024, 30(5): 183–187, 204.
- [10] 周运友, 余世科, 卢琴, 等. N-(1-萘基)-乙二胺荧光光度法测定痕量亚硝酸根[J]. *光谱学与光谱分析*, 2005, 25(8): 1318–1321.
- ZHOU YY, SHE SK, LU Q, *et al.* Highly sensitive spectrofluorimetric determination of trace amounts of nitrite with N-(1-naphthyl) ethylenediamine [J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2005, 25(8): 1318–1321.
- [11] 董存智, 高孝俊. 吡啶橙催化荧光光度法测定痕量亚硝酸根[J]. *理化检验(化学分册)*, 2006, 42(12): 1019–1020.
- DONG CZ, GAO XJ. Fluorophotometric determination of traces of NO₂⁻ ion by the catalytic quenching of fluorescence of acridine orange [J]. *Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis)*, 2006, 42(12): 1019–1020.
- [12] 黄克靖, 孙俊永, 吴莹莹. 荧光光度法结合固相萃取测定亚硝酸盐[J]. *信阳师范学院学报(自然科学版)*, 2012, 25(1): 99–102.
- HUANG KJ, SUN JY, WU YY. Determination of nitrite by spectrofluorimetry with solid-phase extraction [J]. *Journal of Xinyang Normal University (Natural Science Edition)*, 2012, 25(1): 99–102.
- [13] 冷桃花, 万丽佳, 施依文, 等. 乙腈沉淀-离子色谱法测定婴幼儿米粉中硝酸盐和亚硝酸盐[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(10): 4095–4099.
- LENG TH, WAN LJ, SHI YW, *et al.* Determination of nitrate and nitrite in infant rice flour by acetonitrile precipitation-ion chromatography [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2021, 12(10): 4095–4099.
- [14] 印杰, 郑国建, 叶寅颖. 离子色谱法测定乳制品中的亚硝酸盐和硝酸盐[J]. *乳业科学与技术*, 2024, 47(1): 14–18.
- YIN J, ZHENG GJ, YE YY. Determination of nitrite and nitrate in milk products by ion chromatography [J]. *Journal of Dairy Science and Technology*, 2024, 47(1): 14–18.
- [15] 邹沫君. 离子色谱法测定牛奶及奶制品中硝酸盐和亚硝酸盐[J]. *食品工业*, 2023, 44(7): 304–308.
- ZOU MJ. Determination of nitrate and nitrite in milk and dairy products by ion chromatography [J]. *The Food Industry*, 2023, 44(7): 304–308.
- [16] 何浩, 陈幸莺, 孙映球, 等. 顶空-气相色谱法测定食品中亚硝酸盐[J]. *食品与机械*, 2017, 33(1): 55–58.
- HE H, CHEN XY, SUN YQ, *et al.* Determination of nitrite in food by using headspace-gas chromatography [J]. *Food and Machinery*, 2017, 33(1): 55–58.
- [17] 张蓓, 何浩, 吴海智, 等. 顶空-气相色谱法测定婴幼儿配方食品和辅助食品中亚硝酸盐[J]. *中国乳品工业*, 2022, 50(2): 54–58.
- ZHANG B, HE H, WU HZ, *et al.* Determination of nitrite in infant formula food and supplementary food for infants and children by headspace gas chromatography [J]. *China Dairy Industry*, 2022, 50(2): 54–58.
- [18] 温伊蕾, 刘国平, 丁丽燕. 衍生-气相色谱法测定食品中亚硝酸盐[J]. *广州化工*, 2022, 50(9): 93–95.
- WEN YL, LIU GP, DING LY. Determination of nitrite in food by derivatization gas chromatography [J]. *Guangzhou Chemical Industry*, 2022, 50(9): 93–95.
- [19] 姜宏, 于维森. 气相色谱质谱联用仪(GC-MS)测定奶粉中的亚硝酸盐[J]. *中国公共卫生*, 2001, 17(3): 286.
- JIANG H, YU WS. Determination of nitrite in milk powder by gas chromatography mass spectrometry [J]. *Chinese Journal of Public Health*, 2001, 17(3): 286.
- [20] 许汉英, 赵志明, 梁春, 等. 流动注射光度法测定肉制品中的亚硝酸盐[J]. *应用化学*, 1997, 14(5): 110–111.
- XU HY, ZHAO ZM, LIANG C. Determination of nitrite in meat products by flow injection spectrophotometry [J]. *Chinese Journal of Applied Chemistry*, 1997, 14(5): 110–111.
- [21] 任乃林, 李红. 流动注射法测定蔬菜中的硝酸盐和亚硝酸盐含量[J]. *食品科学*, 2009, 30(16): 272–274.
- REN NL, LI HONG. Flow injection analysis of nitrate and nitrite in vegetables [J]. *Food Science*, 2009, 30(16): 272–274.
- [22] 朱敬萍, 于丁一, 胡红美, 等. 连续流动注射法测定水产品中的亚硝酸盐含量[J]. *浙江海洋大学学报(自然科学版)*, 2018, 37(3): 265–269.
- ZHU JP, YU DY, HU HM, *et al.* Determination of nitrite in aquatic products by continuous flow injection analysis [J]. *Journal of Zhejiang Ocean University: Natural Science*, 2018, 37(3): 265–269.
- [23] 马勇军, 陈德兰. 高效液相色谱-荧光检测法测定饮用水中的亚硝酸盐[J]. *实验室检测*, 2024, 2(6): 13–16.
- MA YJ, CHEN DL. Determination of nitrite in drinking water by high-performance liquid chromatography fluorescence detection method [J]. *Laboratory Testing*, 2024, 2(6): 13–16.
- [24] 李明辉, 殷振杰, 马亚杰, 等. 反相液相色谱-间接紫外检测法分析硝酸根和亚硝酸根[J]. *哈尔滨师范大学自然科学学报*, 2023, 4: 80–84.
- LI MH, YIN ZJ, MA YJ, *et al.* Determination of nitrate and nitrite by reversed phase liquid chromatography with indirect UV detection [J]. *Natural Science Journal of Harbin Normal University*, 2023, 4: 80–84.
- [25] 王小芳, 王姝婷, 边天斌. 高效液相色谱-荧光检测法测定饮用水中的亚硝酸盐[J]. *中国卫生检验杂志*, 2021, 31(7): 808–810, 816.
- WANG XF, WANG ST, BIAN TB. Rapid determination of nitrite in drinking water by high performance liquid chromatography with fluorescence detection [J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2021, 31(7): 808–810, 816.
- [26] 盖成, 郝丽娟, 闫凯, 等. 高效液相色谱法测定羟丙甲纤维素中亚硝酸盐含量[J]. *中国药业*, 2023, 32(6): 85–88.
- GAI C, HAO LJ, YAN K, *et al.* Content determination of nitrite in hypromellose by HPLC [J]. *China Pharmaceuticals*, 2023, 32(6): 85–88.
- [27] 袁圆, 崔晓娇, 周金沙, 等. 柱前衍生-高效液相色谱法测定食品中的亚硝酸盐[J]. *食品安全导刊*, 2022, 12: 85–88, 93.
- YUAN Y, CUI XJ, ZHOU JS, *et al.* Determination of nitrite in food by pre-column derivatization-high performance liquid chromatography [J]. *China Food Safety Magazine*, 2022, 12: 85–88, 93.
- [28] IVANOV VM. The 125th anniversary of the griess reagent [J]. *Journal of Analytical Chemistry*, 2004, 59(10): 1002–1005.
- [29] MISKO TP, SCHILLING RJ, SALVEMINI D, *et al.* A fluorometric assay for the measurement of nitrite in biological sample [J]. *Analytical Biochemistry*, 1993(214): 11–16.
- [30] 陈文生, 张明时, 杨琼, 等. 液相色谱法测定蔬菜中的硝酸盐、亚硝酸盐[J]. *食品科学*, 2008, 29(7): 352–355.
- CHEN WS, ZHANG MS, YANG Q, *et al.* Determination of nitrite and nitrate in vegetable by HPLC [J]. *Food Science*, 2008, 29(7): 352–355.
- [31] 沈奕鸣, 庞贝妮, 陆志芸, 等. 高效液相色谱柱前衍生法测定乳制品中亚硝酸盐的含量[J]. *包装与食品机械*, 2019, 37(6): 63–67, 72.
- SHEN YM, PANG BN, LU ZY, *et al.* Determination of nitrite in dairy products by HPLC with pre-column derivatization [J]. *Packaging and Food Machinery*, 2019, 37(6): 63–67, 72.

(责任编辑: 蔡世佳 安香玉)