

二氧化硫

1、概述

在食品的生产加工过程中,为使食品保持其特有的色泽,常加入漂白剂,依靠其所具有的氧化或还原能力来抑制、破坏食品的变色因子,使食品退色或免于发生褐变。目前,在我国食品行业中,使用较多的是二氧化硫和亚硫酸盐,有一定的腐蚀作用,过量使用对人体健康有一定影响。

2、检测依据

食品中亚硫酸盐的测定 GB/T 5009.34-2003

3、试剂组成

① A 溶液、B 溶液、C 溶液、D 溶液、E 溶液、F 溶液

② D 溶液:将一管 D 试剂转移到 D 溶液试剂瓶中,加 F 溶液 0.8mL,再加 19.2mL 蒸馏水溶解。

E 溶液产生沉淀后可滤纸过滤后使用,或可超声溶解,混匀后使用,或直接取上清液,空白管与样品管取得一致。

4、检测流程

4.1 样品处理

① 水溶性固体样品如白砂糖等:称取 1.25g 于 25mL 比色管或 50mL 离心管中,加入 C 溶液 0.5mL,加蒸馏水至 25mL 刻度线,摇匀备用。

② 固体样品腐竹、粉丝等:称取剪碎或粉碎的样品 1.25g 至 25mL 比色管或 50mL 离心管中,加入 C 溶液 0.5mL,加蒸馏水约 20mL,超声浸提 15min,若上层溶液不澄清,加入 A 溶液和 B 溶液各 0.5mL,然后加蒸馏水至 25mL 刻度线,摇匀,静置 5min,过滤,滤液(即样品液)备用。

4.2 操作方法

① 蜜饯凉果/干制蔬菜/腐竹类样品管:取一支 10mL 比色管,加入 1mL 样品液,加入 C 溶液 80 μ L,加蒸馏水至 10mL 刻度线,加入 D 溶液 0.5mL,盖塞混匀,加入 F 溶液 0.5mL,迅速盖塞颠倒两次,迅速加入 E 溶液 1mL,盖塞混匀,静置 10min。

其它类型样品管:取一支 10mL 比色管,加入 5mL 样品

液，加蒸馏水至 10mL 刻度线，加入 D 溶液 0.5mL，盖塞混匀，加入 F 溶液 0.5mL，迅速盖塞颠倒两次，迅速加入 E 溶液 1mL，盖塞混匀，静置 10min。

② 空白管：空白管内加入蒸馏水替代样品液，其余步骤与样品管相同。

③ 将装有空白管溶液的比色皿放入检测仪器相应的检测通道，点击“测空白”或“对照/校零”。

④ 当空白测量完成后，将装有样品管溶液的比色皿放入检测仪器相应的检测通道，点击“检测”或“样品/测量”，当显示检测结果时，检测完成，可进行下一个样品的检测。

5、参考限量

各食品中二氧化硫限量标准及依据

样品名称	限量标准	限量标准依据
水果干类	≤100mg/Kg	GB 2760-2014
蜜饯凉果	≤350mg/Kg	
干制蔬菜	≤200mg/Kg	
腐竹类(包括腐竹、油皮等)	≤200mg/Kg	
食用淀粉	≤30mg/Kg	
腌制的蔬菜	≤100mg/Kg	
食糖	≤100mg/Kg	
坚果与籽类罐头	≤50mg/Kg	
坚果-绿色食品	≤50mg/Kg	NY/T 1042-2014
水果、蔬菜罐头-绿色食品	≤10mg/Kg	NY/T 1047-2014
枸杞干果、原粉-绿色食品	≤50mg/Kg	NY/T 1051-2014

6、试剂保存方法

A 溶液、B 溶液、E 溶液、F 溶液：室温避光保存

C 溶液、D 溶液：0~4℃ 保存

亚硝酸盐

1、概述

亚硝酸盐主要指亚硝酸钠，亚硝酸钠为白色至淡黄色粉末或颗粒状，味微咸，易溶于水。外观及滋味都与食盐相似，是食品加工中常用的发色剂和防腐剂。在食品加工过程中，添加适量可使制品具有良好的感官质量，但过量使用会对人体产生毒害作用，食品中的亚硝酸盐在一定条件下能形成亚硝胺，而亚硝胺是早已确认的致癌物质。

2、检测依据

食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定 GB/T 5009.33-2010

3、试剂组成

A 溶液、B 溶液

4、检测流程

4.1 样品前处理

① 蔬菜果品及腌制类蔬菜

称取剪碎的样品 2.5g 于三角瓶或 50mL 离心管中，加蒸馏水至 50mL，摇匀，沸水浴 15min，过滤，滤液（即样品液）备用。

② 食盐

准确称取 2.5g 食盐于 25mL 比色管或 50mL 离心管中，加蒸馏水至 25mL 刻度线，摇匀，备用。

③ 肉制品

称取剪碎的样品 2.5g 于 25mL 比色管或 50mL 离心管中，加蒸馏水至 25mL 刻度线，摇匀，沸水浴 15min，过滤，滤液（即样品液）备用，或静置，将上清液取出备用。

4.2 操作方法

① 样品管：

A、蔬菜果品及腌制类蔬菜样品管：取 4mL 样品液于 10mL 比色管中，加入 A 溶液 0.4mL，摇匀，加入 B 溶液 0.4mL，加蒸馏水至 10mL 刻线，盖塞混匀，静置 15min。

B、食盐样品管：取 8mL 样品液于 10mL 比色管中，加入 A 溶液 0.4mL，摇匀，加入 B 溶液 0.4mL，加蒸馏水至 10mL 刻线，

盖塞混匀，静置15min。

C、肉制品类样品管：取2mL样品液于10mL比色管中，加入A溶液0.4mL，摇匀，加入B溶液0.4mL，加蒸馏水至10mL刻线，盖塞混匀，静置15min。

② 空白管：

A、蔬果类及腌制类蔬菜空白管：取4mL样品液于10mL比色管中，加入A溶液0.4mL，摇匀，加蒸馏水至10mL刻线中，盖塞混匀。

B、食盐空白管：取8mL样品液于10mL比色管中，加入A溶液0.4mL，摇匀，加蒸馏水至10mL刻线，盖塞混匀。

C、肉制品类空白管：取2mL样品液于10mL比色管中，加入A溶液0.4mL，摇匀，加蒸馏水至10mL刻线，盖塞混匀。

③ 将装有空白管溶液的比色皿放入检测仪器相应的检测通道，点击“测空白”或“对照/校零”。

④ 当空白测量完成后，将装有样品管溶液的比色皿放入检测仪器相应的检测通道，点击“检测”或“样品/测量”，当显示检测结果时，检测完成，可进行下一个样品的检测。

5、参考限量

各食品中亚硝酸盐（以亚硝酸钠计）限量标准及依据

样品名称	限量标准	限量标准依据
酱腌菜	$\leq 20\text{mg/kg}$	GB 2762-2012
牛乳粉	$\leq 2\text{mg/kg}$	GB 2762-2012
腌腊肉制品	$\leq 30\text{ mg/kg}$	GB 2760-2014
酱卤肉制品	$\leq 30\text{ mg/kg}$	
熏、烧、烤肉类	$\leq 30\text{ mg/kg}$	
油炸肉类	$\leq 30\text{ mg/kg}$	
西式火腿类	$\leq 70\text{ mg/kg}$	
肉灌肠类	$\leq 30\text{ mg/kg}$	
发酵肉制品类	$\leq 30\text{ mg/kg}$	

肉罐头类	≤ 50 mg/kg	
------	-----------------	--

6、试剂保存方法

试剂常温避光保存

农药残留

1、 概述

目前，在我国农业上广泛使用的杀虫剂，即有机磷类、氨基甲酸酯类和拟除虫菊酯类农药。其中菊酯类农药对人畜的毒性较低，相对比较安全；而有机磷类和氨基甲酸酯类农药对高等动物（包括人）的毒性高，易引起人畜急性中毒事故，所以人们普遍关注的也主要是这两类农药的残毒问题。

2、 检测依据

蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量快速检测

GB/T 5009.199—2003

3、 试剂组成

试剂盒在冰箱中冷藏保质期为1年，常温保质期3个月。

① 缓冲液：将缓冲液试剂袋中的试剂倒入试剂瓶中，加入蒸馏水至500mL刻度线中处，溶解，混匀即可，室温保存。

② 显色剂：向标有“显色剂”的滴瓶中添加15mL缓冲液，旋紧瓶盖，充分摇动使固体完全溶解。在冰箱中冷藏（0~8℃），切勿冷冻结冰。

③ 底物：向标有“底物”的滴瓶中添加15mL蒸馏水，旋紧瓶盖，充分摇动使固体完全溶解。在冰箱中冷藏（0~8℃），切勿冷冻结冰。

④ 酶：将酶液倒入酶试剂专用瓶中。在冰箱中冷藏（0~8℃），切勿冷冻结冰。

4、 检测流程

4.1 样品前处理

擦去果蔬样品表面泥土，称取 2g 果蔬样品（叶菜剪成宽度 1cm 左右的菜样，块根菜取横截面样品）放入烧杯或提取瓶中，加入 8mL 缓冲溶液，摇动 1~2min，倒出提取液于试管或离心管中，静置 3min 或以上，获得样品液。

姜、蒜、葱、辣椒、蒜苔、韭菜等样品提取液进一步消除辛辣物质干扰操作：将提取液（颜色比较深或者浑浊）过

滤后取滤液或直接取上清液（颜色比较浅且比较澄清）3mL于10mL塑料离心管中，放入沸水浴中加热5min.，取出用自来水冷却3分钟，备用。

说明：葱、蒜、茄子、辣椒、萝卜、韭菜、芹菜、香菜、茭白、蘑菇及番茄汁液中，含有对酶有影响的植物次生物质，容易产生假阳性。处理这类样品时，可采取整株（体）蔬菜浸提。对一些含叶绿素较高的蔬菜，也可采取整株（体）蔬菜浸提的方法，减少色素的干扰。

4.2 操作方法

A、对照液、样品液同时测定：

根据需要取一定数量离心管，其中一个为对照液管，其余为样品液管。每管中各加入50 μ L酶；用移液枪于对照液管中加入3mL缓冲液，其余样品液管中加入3mL样品液；然后每管中各加入50 μ L显色剂，摇匀，静置10min；每管用移液枪各加入50 μ L底物，摇匀后立即转移到比色皿中，放入仪器相应检测通道，对照液管只能放入通道1，样品管放入其他农药残留检测通道，放好后立即点击“对照”键进行检测，3min后显示检测结果。

B、样品液测定：

完成对照液、样品液同时测定后，再检测样品液时1~2小时内可以不再做对照液管。取一定数量离心管，用移液枪依次各加入50 μ L酶、各加入3mL样品液（取上层清液）、各加入50 μ L显色剂，摇匀，静置10min。然后用移液枪各加入50 μ L底物，摇匀后转移到比色皿中，放入仪器中任意农药残留检测通道，点击“样品/测量”键进行检测，3min后显示检测结果。

注意：为减少误差，每管加入底物尽量要快，缩短第一管与最后一管加入底物时间差距，从第一管加入底物到仪器检测最好控制在2min以内。

5、结果判定

- ① 结果以酶被抑制的程度，即抑制率表示。
- ② 当果蔬样品提取液对酶的抑制率为40~50%时，则表明被测样品为可疑农残超标样品；当抑制率 \geq 50%时，表示蔬

菜中有高剂量有机磷或氨基甲酸酯类农药存在，样品为阳性结果。均需要重复 3 次测量，取平均值。

③ 对阳性结果的样品，可用其它方法进一步确定具体农药品种和含量。

6、其它注意事项

① 使用前请摇晃试剂瓶 10 次，并充分搅拌缓冲液，使试剂混合均匀，保证检测结果的有效性和重复性。

② 使用时，避免一次配制多余的试剂，用完再取用新的。要防止其他物质的污染，遵循试剂“只出不进”的原则：每次测试时，从试剂瓶取出的试剂无论是否使用，只要已经吸取出来，就绝对不要再打回原试剂瓶中，否则可能污染整瓶试剂造成更大损失，影响以后的所有测试，甚至产生错误数据。