

力基因群,应该同时做好蜡样芽胞杆菌引起临床感染的监测工作;13个单态群中最常见的为ST138和ST156,而来自食物中毒的3株菌株构成两个单态群ST145和ST177,说明这些ST型引起的食源性疾病事件更应该加强关注。

本试验表明温州地区蜡样芽胞杆菌毒力基因携带率较高,同时遗传关系具有多样性,说明应该深入开展对食品和食源性疾病中分离到的蜡样芽胞杆菌毒力基因携带情况以及基因分型特征等的研究。

参考文献

- [1] JAY J M, LOESSNER M J, GOLDEN D A. 现代食品微生物学[M]. 何国庆, 丁立孝, 宫春波, 译. 7版. 北京: 中国农业大学出版社, 2008: 486-488.
- [2] 周幅萍, 袁志明. 蜡状芽胞杆菌(*Bacillus cereus*)污染及其对食品安全的影响[J]. 食品科学, 2007, 28(3): 357-360.
- [3] 陈慧燕, 马雪莲. 蜡样芽胞杆菌及毒素引起食源性疾病的实验室检测[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(8): 1964-1965.
- [4] 徐建国, 阚飙, 张建中, 等. 现场细菌学[M]. 北京: 科学出版社, 2011: 7-12.
- [5] CARDAZZO B, NEGRISOLO E, CARRARO L, et al. Multiple-locus sequence typing and analysis of toxin genes in *Bacillus cereus* food-borne isolates[J]. Appl Environ Microbiol, 2008, 74(3): 850-860.
- [6] HOFFMASTER A R, NOVAK R T, MARSTON C K, et al. Genetic diversity of clinical isolates of *Bacillus cereus* using multilocus sequence typing [J]. BMC Microbiology, 2008, 8(1): 191.
- [7] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家

标准 食品微生物学检验 蜡样芽胞杆菌检验: GB 4789.14—2014 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.

- [8] 李毅, 章乐怡, 吴可可, 等. 温州地区食源性蜡样芽胞杆菌生化分型、毒素和耐药性分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2014, 24(20): 3010-3012.
- [9] HELGASON E, TOURASSE N J, MEISAL R, et al. Multilocus sequence typing scheme for bacteria of the *Bacillus cereus* group [J]. Appl Environ Microbiol, 2004, 70(1): 191-201.
- [10] JOLLEY K A, MAIDEN M C. BIGSdb: scalable analysis of bacterial genome variation at the population level [J]. BMC Bioinformatics, 2010, 11(1): 595.
- [11] 王红戟, 陈娅. 豆浆引起学生食源性疾病的实验室分析[J]. 现代预防医学, 2007, 34(18): 3505-3506.
- [12] 李建科, 戎江瑞, 冯祥. 连续两起蜡样芽胞杆菌食源性疾病调查引起的思考[J]. 中国预防医学杂志, 2007, 8(3): 232-233.
- [13] 李春, 撒楠, 胡万富, 等. 食品中蜡样芽胞杆菌的分离鉴定与分型[J]. 中国卫生检验杂志, 2015, 25(14): 2313-2314.
- [14] 秦丽云, 吕国平, 蔡箴, 等. 石家庄市131株食源性蜡样芽胞杆菌毒力基因的分布[J]. 中国食品卫生杂志, 2015, 27(4): 358-362.
- [15] KIM J B, PARK J S, KIM M S, et al. Genetic diversity of emetic toxin producing *Bacillus cereus* Korean strains [J]. Int J Food Microbiol, 2011, 150(1): 66-72.
- [16] BATCHOUN R, AI-SHA'ER A I, KHABOUR O F. Molecular characterization of *Bacillus cereus* toxigenic strains isolated from different food matrices in Jordan [J]. Foodborne Pathogens and Disease, 2011, 8(11): 1153-1158.
- [17] LEE N, SUN J M, KWON K Y, et al. Genetic diversity, antimicrobial resistance, and toxigenic profiles of *Bacillus cereus* strains isolated from Sunsik [J]. Journal of Food Protection, 2012, 75(2): 225-230.

实验技术与方法

超高效液相色谱-串联质谱法测定禽蛋中2种色素残留

杨梅, 张姮婕, 陈红

(成都市食品药品检验研究院, 四川 成都 610045)

摘要:目的 建立测定禽蛋中斑螫黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯残留的定性和定量方法。方法 采用固相萃取技术处理样品,通过超高效液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)对禽蛋中的斑螫黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯进行分离和检测,通过考察方法的检测限、精密度、回收率等指标对方法学进行验证。结果 斑螫黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯的检测限分别为1、10 $\mu\text{g}/\text{kg}$,回收率在72.2%~91.9%之间,RSD在4.6%~7.1%($n=5$)之间。结论 本法准确、快速、灵敏度高,可对禽蛋中斑螫黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯残留进行快速分析。

关键词:超高效液相色谱-串联质谱法; 色素; 饲料添加剂; 斑螫黄; β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯; 禽蛋; 残留; 检测

中图分类号: R155 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2017)02-0176-05

DOI: 10.13590/j.cjfh.2017.02.013

Testing 2 pigments residues in eggs by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

YANG Mei, ZHANG Heng-jie, CHEN Hong

(Chengdu Institute of Food and Drug Control, Sichuan Chengdu 610045, China)

Abstract: Objective To establish a method for qualitative and quantitative determination of canthaxanthine and β -Apo-8'-carotenoic ethyl ester in eggs. **Methods** The analytes were extracted from the samples with acetonitrile. After cleaned up with silica SPE column, samples were analyzed by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) with an electrospray interface in positive ionisation mode. The validation of the method consisted of limit of determination (LOD), limit of quantitation (LOQ), precision and recovery. **Results** The LODs for canthaxanthine and β -Apo-8'-carotenoic ethyl ester were 1 and 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$, and the average recoveries were in the range of 72.2% -91.9% with the relative standard deviations (RSD) of 4.6% -7.1% ($n=5$). **Conclusion** The results indicated that this method was simple, rapid, sensitive and suitable for the determination of canthaxanthine and β -Apo-8'-carotenoic ethyl ester in eggs.

Key words: Ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; pigments; feed additives; canthaxanthine; β -Apo-8'-carotenoic ethyl ester; egg; residues; test

蛋黄的颜色是禽类日常摄入的类胡萝卜素和叶黄素等脂溶性色素在卵形成期间沉积到蛋黄中形成的,禽类自身没有合成这些色素的能力。正常情况下,禽蛋的蛋黄会显示出从黄色到橙色甚至红色的色泽。随着饲养管理技术的提高,动物生长速度快,饲养周期短,导致动物产品中色素的自然沉积降低,达不到健康和自然生长条件下的色泽^[1]。而消费者选购禽蛋时,常常认为蛋黄金黄色或红棕色就是“土鸡蛋”、“土鸭蛋”,营养价值会更好;因此,为了改善动物产品的色泽,饲料着色剂加丽素红、加丽素黄被广泛应用在我国蛋禽饲料和其他家禽饲料中。不法商贩将着色剂超量饲喂家禽,生产蛋黄颜色鲜艳的“红心蛋”事件时有发生。

加丽素红、加丽素黄分别为 10% β , β -胡萝卜素-4,4-二酮(又称斑蝥黄、角黄素)和 10% β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯的粉剂。农业部 2045 号公告《饲料添加剂品种目录》^[2]规定,斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯允许添加在家禽饲料中。联合国粮农组织/世卫组织的食品添加剂联合专家委员会(JECFA)制定的斑蝥黄可接受每日摄入量最大允许值为 0.03 mg/kg BW^[3]。日本“肯定列表制度”规定^[4]:禽蛋和猪、牛、水产品等动物源性食品中斑蝥黄最大残留限量为 0.1 mg/kg。我国对动物源性食品中斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯最大残留限量并无规定。

饲料添加剂及饲料中斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯检测方法主要有紫外-可见分光光度法^[5-6]、高效液相色谱法^[7]等。禽蛋中斑蝥黄残留检测方法多为高效液相色谱法^[8-11]和液相色谱-质谱法^[12-14],动物源食品中 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙

酯残留检测鲜见报道。本试验在总结文献基础上,建立超高效液相色谱-串联质谱法测定禽蛋中的斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯,该方法简便、灵敏、快速,结果稳定可靠,适合于食品风险监测和了解加丽素红、加丽素黄在禽蛋中的残留情况,为消费者健康食用禽蛋提供一定的科学依据,对保护消费者权益具有现实意义。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 样品来源

从农贸市场和大型超市采集的鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋样品共 30 份。

1.1.2 主要仪器与试剂

Waters ACQUITY UPLC 超高效液相色谱仪、Waters Xevo TQ MS 串联质谱仪、Sep-Pak Silica 固相萃取柱(200 mg, 3 ml)均购自美国 Waters, Milli-Q 超纯水器,均质器,涡旋混合器,超声波清洗器,高速冷冻离心机,旋转蒸发器,MTN-2800W 多位氮气浓缩仪(天津奥特赛恩斯仪器有限公司)。

斑蝥黄(CAS: 514-78-3, 纯度 98.3%, 德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH),加丽素红(10% β , β -胡萝卜素-4,4-二酮)、加丽素黄(10% β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯)均购自法国 DSM Nutritional Products France SAS,丙酮、乙腈、正己烷、三氯甲烷、甲酸均为色谱纯,无水硫酸钠、2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)均为分析纯,试验用水为超纯水。

1.2 方法

1.2.1 加丽素红、加丽素黄含量测定

按照 GB/T 18970—2003《饲料添加剂 10%

β 、 β -胡萝卜素-4,4-二酮(10%斑蝥黄)》^[5]及 GB/T 21516—2008《饲料添加剂 10% β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯(粉剂)》^[6]方法,测定购买的加丽素红、加丽素黄中斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯的含量。

1.2.2 对照溶液的配制

斑蝥黄对照储备液配制:精密称取斑蝥黄对照品 0.01 g,加入 0.1 g BHT,用甲醇-三氯甲烷(9:1, V/V)溶解并定容至 100 ml,浓度为 100 μ g/ml, -20 $^{\circ}$ C 保存。

斑蝥黄对照系列溶液配制:临用时,取配制的斑蝥黄对照储备液,用含 0.1% 甲酸的乙腈稀释制成 5、20、50、100、200、1 000 ng/ml 的系列溶液。

混合工作对照储备液配制:临用新制。精密称取加丽素红、加丽素黄各 0.01 g 置 25 ml 容量瓶中,加入 0.1 g BHT,加 1 ml 60 $^{\circ}$ C 水,超声 5 min 后,加 15 ml 甲醇与 2 ml 三氯甲烷,继续超声 5 min,用甲醇稀释至刻度,摇匀,过 0.22 μ m 尼龙微孔滤膜,取续滤液即得。斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯的浓度均为 40 μ g/ml。

混合系列工作对照溶液配制:临用时,取配制的混合工作对照储备液,用含 0.1% 甲酸的乙腈稀释制成含斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯分别为 5、20、50、100、200、1 000 ng/ml 的系列溶液。

1.2.3 样品前处理

禽蛋去壳后均质,取 1.0 g 样品于 50 ml 离心管中,加入 0.1 g BHT 和 1 ml 丙酮,涡旋 30 s,加入 20 ml 乙腈,涡旋 1 min,超声(250 W, 53 kHz) 30 min, 10 000 r/min 离心 5 min,取上清液,加 10 ml 乙腈饱和的正己烷涡旋 1 min,静置分层后弃去上层正己烷层,下层溶液用 5 g 无水硫酸钠脱水后于 40 $^{\circ}$ C 减压蒸干。取 Silica 固相萃取柱(200 mg, 3 ml),用 3 ml 正己烷-丙酮(9:1, V/V)活化,残渣加 2 ml 正己烷使溶解后将其转至 Silica 固相萃取柱顶部,收集流出液,用 6 ml 正己烷-丙酮(9:1, V/V)洗脱,合并流出液,于 40 $^{\circ}$ C 下氮气吹至近干。用 1 ml 含 0.1% 甲酸的乙腈溶解残渣,过 0.22 μ m 尼龙微孔滤膜,滤液待分析。如样品溶液中目标物含量过高(超出标准曲线范围),应酌情稀释。

1.2.4 仪器条件

色谱条件:色谱柱:Waters ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm \times 50 mm, 1.7 μ m);柱温 40 $^{\circ}$ C;进样量 1 μ l;流速 0.3 ml/min;流动相 A 为 0.1% 甲酸,流动相 B 为含 0.1% 甲酸的乙腈,梯度洗脱条件见表 1。在上述色谱条件下,斑蝥黄反式、顺式异构体保留时间分别为 1.52、1.72 min, β -阿朴-8'-胡

萝卜素酸乙酯保留时间为 2.28 min。斑蝥黄的量以顺、反式异构体总量计。

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	5	95
1.5	0	100
2.0	0	100
2.1	5	95
3.0	5	95

质谱条件:离子源及扫描方式:电喷雾离子源(ESI),正离子模式,多反应监测(MRM);电离电压 3.5 kV;离子源温度 150 $^{\circ}$ C;脱溶剂气温度 500 $^{\circ}$ C;脱溶剂气流量 550 L/h(氮气);锥孔反吹气流量 50 L/h(氮气);碰撞室压力 4.01×10^{-3} mbar(碰撞气为氩气);离子条件见表 2。

表 2 斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯的 MRM 条件

分析物	母离子 /(m/z)	子离子 /(m/z)	锥孔电 压/V	碰撞能 量/V
斑蝥黄	565.4	133.2	18	34
		203.1	18	20
β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯	461.2	119.2	18	34
		213.1	18	16

1.2.5 定性和定量测定方法

如果样品溶液与标准曲线溶液检出的色谱峰保留时间一致,并在扣除背景后的样品色谱图中,各定性离子的相对丰度与浓度接近的同样条件下得到的标准溶液谱图相比,其相对偏差在以下范围内可以定性确认为与标准物质一致(相对丰度 > 50% 时,相对偏差 \leq 20%;相对丰度为 20% ~ 50% 时,相对偏差 \leq 25%;相对丰度为 10% ~ 20% 时,相对偏差 \leq 30%;相对丰度 < 10% 时,相对偏差 \leq 50%)。用混合系列工作对照溶液进行定量。

2 结果与分析

2.1 试验中涉及的工作对照品

本试验在国内外对照品供应商处均未能购买到 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯(CAS:1109-11-1)对照品,只能采用加丽素黄(按 1.2.1 折算含量后)作为 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯工作对照品。

采用加丽素红(折算含量后)作为斑蝥黄工作对照品(标准曲线斜率 391.567),与直接采用斑蝥黄对照品(标准曲线斜率 409.862)测定结果基本一致(斜率之比 > 95%)。

2.2 前处理方法的优化

现有的行业标准和相关文献中,禽蛋中斑蝥黄

残留检测前处理一般采用两种方式,一是煮熟禽蛋后提取^[10,14],二是生蛋黄冷冻干燥后提取^[8]。这两种方式都有不足,前者加热过程会引起类胡萝卜素的降低^[11],后者方法比较繁琐,增加了前处理时间可能引起目标物的降解;因此,本试验采取禽蛋去壳后均质直接使用。

禽蛋中含丰富的蛋白质、脂肪、维生素及矿物质,选用丙酮作为蛋白变性剂,BHT作为抗氧化剂,采用乙腈提取,可以排除蛋白质及矿物质干扰。禽蛋中的脂肪主要是胆固醇与磷脂,正己烷脱脂和 Silica 固相萃取柱的两步净化可以较好的除去脂类干扰,利于目标物的分离与离子化。

2.3 液相条件与质谱条件优化

根据化合物性质及文献^[12-14]报道,分别在正、负离子模式下考察目标物响应。结果表明,斑蝥黄在正离子模式下 $[M+H]^+$ 响应非常强, β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯在正、负离子模式下响应都较弱。

分析原因,可能是斑蝥黄含有两个羰基,易在正离子模式下电离,而 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯为中性分子,不易电离;因此本试验在流动相中加入适量甲酸,并增加 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯驻留时间来提高其在正离子模式下的响应。

2.4 方法学验证

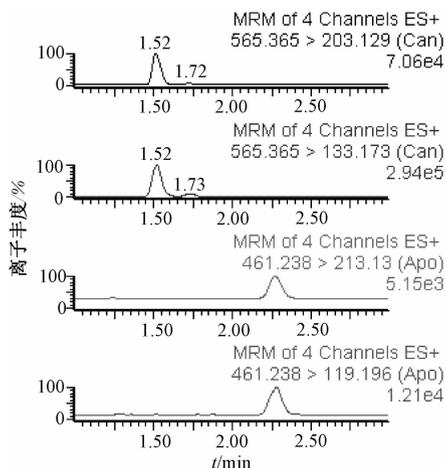
2.4.1 检测限、定量限及线性范围

取阴性样品 1.0 g,分别加入不同体积的 20 ng/ml 混合工作对照溶液制备成浓度为 1、2、10、20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的加标样品,涡旋混匀,避光静置 30 min 使其接触充分,按 1.2.3 样品前处理法制备。以信噪比(S/N) ≥ 3 时的检出浓度作为检测限(LOD),以 $S/N \geq 10$ 时的检出浓度作为定量限(LOQ)。结果表明,斑蝥黄 LOQ 远小于日本肯定列表 0.1 mg/kg 的限度要求。斑蝥黄、 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯在线性范围内,峰面积与检测浓度之间的线性关系良好,见表 3。2 种分析物的 MRM 图见图 1。

表 3 斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯的 LOD、LOQ 及线性

Table 3 LOD, LOQ and linear of canthaxanthine and β -Apo-8'-carotenoic ethyl estsr

分析物	LOD /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	LOQ /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	线性范围 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	线性方程	相关系数
斑蝥黄	1	2	5 ~ 1 000	$y = 391.567x - 165.41$	0.999 6
β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯	10	20	20 ~ 1 000	$y = 11.8775x + 37.2738$	0.991 6



注:前 2 个图为斑蝥黄,后 2 个图为 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯。

图 1 2 种分析物(浓度为 50 ng/ml)的 MRM 图

Figure 1 MRM chromatograms of canthaxanthine and β -Apo-8'-carotenoic ethyl estsr

2.4.2 精密度与回收率

称取同一来源的阴性样品 15 份,每份 1.0 g,分

别添加混合工作对照溶液,制成低、中、高 3 种浓度水平的加标样品各 5 份,按 1.2.3 样品前处理法制备后带入标准曲线计算。结果表明本方法重复性与回收率均较好,结果见表 4。

表 4 斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯的精密度及回收率($n=5$)

Table 4 Precisions and recoveries of canthaxanthine and β -Apo-8'-carotenoic ethyl estsr

分析物	添加浓度 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 / %	均值 / %	RSD / %
斑蝥黄	10	73.8 ~ 83.2	79.3	5.3
	200	72.9 ~ 86.3	77.6	7.1
	1 000	70.0 ~ 77.6	72.2	4.6
β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯	50	72.2 ~ 85.9	79.9	6.2
	200	84.0 ~ 101.5	91.9	6.8
	1 000	76.5 ~ 89.8	81.5	6.2

2.5 实际样品测定

按照本试验方法对 30 份禽蛋样品进行 2 种饲料着色剂残留测定,结果见表 5。结果表明本方法

表 5 实际样品中斑蝥黄和 β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯的测定结果

Table 5 Results of canthaxanthine and β -Apo-8'-carotenoic ethyl estsr determination

样品	总样品份数	斑蝥黄			β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯		
		检出数 /份	检出率 / %	最高值 /(mg/kg)	检出数 /份	检出率 / %	最高值 /(mg/kg)
鸡蛋	22	18	81.8	3.29	7	31.8	0.89
鸭蛋	5	4	80.0	3.37	0	0.0	0.00
鹌鹑蛋	3	3	100.0	0.14	0	0.0	0.00

适用于禽蛋中饲料着色剂残留的检测。

3 小结

本试验采用超高效液相色谱-串联质谱法建立了禽蛋中2种饲料着色剂检测方法,样品前处理采用乙腈提取,正己烷脱脂和固相萃取两步净化,方法专属性好、检测限低、回收率高,满足国内外对禽蛋中饲料着色剂最大残留限量要求。

参考文献

- [1] 李建军,文杰,陈继兰. 禽肉风味的影响因素[J]. 国外畜牧科技,2002,29(1):26-29.
- [2] 中华人民共和国农业部. 中华人民共和国农业部公告第2045号[A/OL]. (2013-12-30)[2016-06-23]. http://www.moa.gov.cn/govpublic/XMYS/201401/t20140103_3730193.htm.
- [3] Evaluations of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA) [S/OL]. [2016-06-23]. <http://apps.who.int/food-additives-contaminants-jecfa-database/chemical.aspx?chemID=1268>.
- [4] 食品伙伴网. 角黄素的基本信息[EB/OL]. [2016-06-23]. http://db.foodmate.net/pesticide/show_3239.html.
- [5] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 饲料添加剂10% β,β -胡萝卜素-4,4-二酮(10%斑蝥黄):GB/T 18970—2003 [S]. 北京:中国标准出版社,2003.
- [6] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 饲料添加剂10% β -阿朴-8'-胡萝卜素酸乙酯(粉剂):GB/T 21516—2008 [S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [7] 河北省质量技术监督局. 饲料中加丽素黄的测定:DB13/T 1384.11—2011 [S/OL]. (2013-05-14)[2016-06-23]. <http://www.doc88.com/p-5397303178666.html>
- [8] 何康昊,邹晓莉,刘祥,等. 反相高效液相色谱-二极管阵列检测蛋黄中的角黄素和虾青素[J]. 四川大学学报(医学版),2012,43(1):113-117.
- [9] 余孔捷,钱疆,杨方,等. 高效液相色谱法测定动物源性食品中角黄素、虾青素的研究[J]. 食品与发酵工业,2008,34(3):145-148.
- [10] 罗瑜,田洋,肖蓉,等. 加丽素红在市售鸡蛋中残留情况的研究[J]. 中国食物与营养,2013,19(8):16-19.
- [11] 甄莉,陈勇,计红. HPLC法测定烹饪对鸡蛋、鸭蛋和鹌鹑蛋蛋黄中类胡萝卜素的影响[J]. 黑龙江八一农垦大学学报,2012,24(1):44-47.
- [12] 薄海波,星玉秀,雒丽丽,等. 河豚鱼、鳗鱼和烤鳗中角黄素残留的超高效液相色谱法测定和超高效液相色谱-串联质谱法确证[J]. 分析试验室,2009,28(11):48-52.
- [13] JAP-074 角黄素检测方法[S/OL]. (2007-11-19)[2016-06-23]. <http://down.foodmate.net/standard/sort/13/10535.html>
- [14] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 进出口动物源性食品中角黄素、虾青素的检测方法:SN/T 2327—2009 [S]. 北京:中国标准出版社,2009.

· 公告 ·

关于发布《食品安全国家标准 食品中铅的测定》(GB 5009.12—2017)等9项食品安全国家标准的公告

2017年第5号

根据《中华人民共和国食品安全法》和《食品安全国家标准管理办法》规定,经食品安全国家标准审评委员会审查通过,现发布《食品安全国家标准 食品中铅的测定》(GB 5009.12—2017)等9项食品安全国家标准。其编号和名称如下:

- GB 5009.12—2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定
 - GB 5009.13—2017 食品安全国家标准 食品中铜的测定
 - GB 5009.14—2017 食品安全国家标准 食品中锌的测定
 - GB 5009.91—2017 食品安全国家标准 食品中钾、钠的测定
 - GB 5009.93—2017 食品安全国家标准 食品中硒的测定
 - GB 5009.138—2017 食品安全国家标准 食品中镍的测定
 - GB 5009.182—2017 食品安全国家标准 食品中铝的测定
 - GB 5009.241—2017 食品安全国家标准 食品中镁的测定
 - GB 5009.242—2017 食品安全国家标准 食品中锰的测定
- 特此公告。

国家卫生计生委 食品药品监管总局

二〇一七年四月六日

(相关链接:<http://www.nhfpc.gov.cn/sps/s7891/201704/7433dbb455e84f2eb9ae40971938ebab.shtml>)