

(DB 31/2010—2012) 火锅底料中罂粟碱类物质的残留量测

应用编号：CU1005

罂粟碱是罂粟壳的主要成分之一，罂粟碱对血管、心脏或其它平滑肌有直接的非特异性松弛作用，人体长期摄入可成瘾，大量摄入可导致严重心律失常。同时，罂粟壳中还含有吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因等相关违禁成分。近些年一些不法商贩在大众食品调料、汤料中掺入罂粟壳及其水浸物，企图使顾客产生依赖成瘾以达到拉“回头客”的目的。地方食品安全标准DB 31/2010—2012规定了火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因的液相色谱-串联质谱测定方法。适用于火锅酱料、汤料、调味油和固体类调味粉等火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因、蒂巴因的测定。

本方法样品用水或盐酸溶液分散均匀、乙腈提取后，经盐析分层，乙腈提取液用键合硅固相萃取吸附剂净化，离心，液相色谱-串联质谱仪检测，罂粟碱、那可丁和蒂巴因采用外标法定量，吗啡和可待因采用内标法定量。

1. 样品处理

称取2 g 试样（精确至0.01 g）于50 mL 聚四氟乙烯具塞离心管中，加入150 μ L 同位素内标工作液，加入5 mL 水，振荡使分散均匀（酱类样品必要时可加10 mL 水），加入15 mL 乙腈，涡旋振荡1 min，加入6 g 无水硫酸镁（3.7）和1.5 g 无水醋酸钠（3.8）的混合粉末（P/N: MS-MG5052），迅速振荡，涡旋振荡1 min，以4000 转/分钟离心5 min，取上清液待净化。

称取50 mg (± 5 mg) PSA (3.9)，100 mg (± 5 mg) 无水硫酸镁（3.7），100 mg (± 5 mg) C18 粉末置于2 mL 聚四氟乙烯具塞离心管中(P/N: MS-9PA0205)，移取1.5 mL 上清液至此离心管中，涡旋混合1 min，以10 000 转/分钟离心2 min，移取上清液，0.22 μ m 滤膜过滤，取滤液待测。

以上前处理方法主要针对火锅酱料、汤料、调味油。

2. 液相条件

色谱柱：Venusil[®] Hilic，2.1 \times 100 mm，3 μ m
(P/N: VH931002-0)；

进样量：10 μ L

流动相：A: 0.1%甲酸，10 mmol/L 乙酸铵 水溶液
B: 乙腈

梯度洗脱：

时间(min)	流速(μ L/min)	A(%)	B(%)
0.3	300	90	90
1	300	66.4	80
2.5	300	10	80
3	300	10	90
6	300	90	90

3. 质谱条件

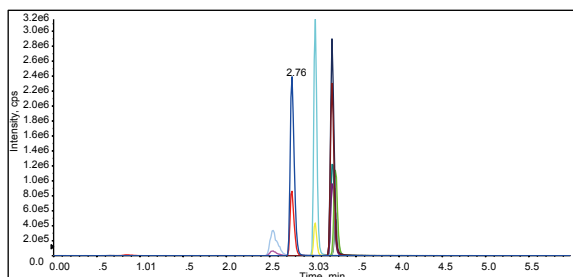
离子源：具备电喷雾接口的Turbo VTM离子源

极性：正离子模式，离子源相关参数如下：

CUR: 40.00; TEM: 600.00

GS1: 60.00; GS2: 60.00; IS: 5500.00

物质名称	Q1	Q3
罂粟碱	340.1	202.1
		171.1
吗啡	286.1	181.1
		165.1
那可丁	414.2	220.1
		353.2
可待因	300.1	215.1
		165.1
蒂巴因	312.2	58.1
		249.2
吗啡-D3	289.2	185.1
		165.1
可待因-D3	303.2	215.1
		165.1



5种罂粟碱类物质的总离子流色谱图

总结

该方法基于(DB 31/2010—2012), 使用LC-MS/MS法进行火锅调料中罂粟碱类的物质检测, 并且通过验证可用于各种火锅调料产品中罂粟碱类物质的定量、定性分析。经验证适用于SCIEX Triple Quad 4000系列、4500系列、API 5000、5500系列以及6500系列的LC/MS/MS系统。灵敏度高, 重现性好, 适用于各相关实验室进行该类物质的日常分析。