

超高效液相色谱-串联质谱法同时测定小吃类食品和火锅底料中5种罂粟壳生物碱和6种工业染料

林中*, 陈忍, 陈璘霞, 方光伟, 何建仁, 程群, 童玉贵, 黄萍, 林碧芬

(莆田出入境检验检疫局综合技术服务中心, 莆田 351100)

摘要: **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)同时测定小吃类食品及火锅底料中5种罂粟壳生物碱和6种工业染料。**方法** 样品采用乙腈溶液提取, 乙腈层经无水硫酸镁脱水后于40℃下旋转蒸发浓缩至干, 用2.0 mL 乙腈+0.1%甲酸水(95:5, V/V)溶解残渣, 样液过膜后经C₁₈柱分离, 电喷雾正、负离子同时扫描模式下多反应监测方式检测, 外标法定量。**结果** 5种罂粟壳生物碱和6种工业染料在2.5~100 µg/L的浓度范围内, 具有良好的线性关系(相关系数均大于0.9980), 在3个添加水平下样品的平均回收率为72.2%~108%, 相对标准偏差2.5%~9.6%, 罂粟碱、那可丁、蒂巴因、玫瑰红B、酸性橙II、碱性嫩黄O、碱性黄1的检出限为1.0 µg/kg, 吗啡、可待因、碱性橙II、苏丹红IV的检出限为2.5 µg/kg。实际样品检测中, 检出酸性橙II阳性样品6个, 含量为0.00706~74.2 mg/kg。**结论** 该方法准确、灵敏、快速, 是同时检测小吃类食品和火锅底料中罂粟壳生物碱和工业染料的有效方法。

关键词: 小吃类食品; 火锅底料; 罂粟壳生物碱; 工业染料; 超高效液相色谱串联质谱法

Simultaneous determination of 5 kinds of pericarpium papaveris alkaloids and 6 kinds of industrial dyes in snack foods and hot pot seasoning by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LIN Zhong*, CHEN Ren, CHEN Lin-Xia, FANG Guang-Wei, HE Jian-Ren,
CHENG Qun, TONG Yu-Gui, HUANG Ping, LIN Bi-Fen

(Inspection & Quarantine Technique Centre of Putian Entry-Exit Inspection & Quarantine Bureau, Putian 351100, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for simultaneous determination of 5 kinds of pericarpium papaveris alkaloids and 6 kinds of industrial dyes in snack foods and hot pot seasoning by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted with acetonitrile, acetonitrile layer were condensed to dry at 40℃ after dehydration of anhydrous magnesium sulfate, then 2.0 mL solution containing acetonitrile and 0.1% formic acid (95:5, V/V) were added into the residue. After through

基金项目: 福建检验检疫局科技计划项目(FK2015-PT002)、莆田市科技计划项目(2016S3002)

Fund: Supported by Science and Technology Planning Project of Inspection and Quarantine Bureau of Fujian Province (FK2015-PT002) and Science and Technology Planning Project of Putian Municipal (2016S3002)

*通讯作者: 林中, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测技术的研究。E-mail: lz6868@sohu.com

*Corresponding author: LIN Zhong, Senior Engineer, Inspection and Quarantine Technique Centre of Putian Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, No. 429, Lichengnan Avenue, Chengxiang District, Putian 351100, China. E-mail: lz6868@sohu.com

the millipore membrane, the samples were separated on a C_{18} column, detected by UPLC-MS/MS, identified by electrospray ionization in positive and negative mode under multiple reaction monitoring mode, and quantified by the external standard method. **Results** The linear range of the method was 2.5~100 $\mu\text{g/L}$ with the linear correlation coefficients above 0.9980. The average recoveries were from 72.2% to 108% at the 3 spiked levels, and the relative standard deviations were between 2.5% and 9.6%. The limits of detection were 1.0 $\mu\text{g/kg}$ for papaverine, narcotine, thebaine, rhodamine B, orange II, auramine O, thioflavine T, and 2.5 $\mu\text{g/kg}$ for morphine, codeine, sudan IV. Six samples were detected of orange II from 0.00706 to 74.2 mg/kg in actual samples test. **Conclusion** This method is accurate and sensitive, which is an effective method for simultaneous determination of 5 kinds of alkaloids extracted from pericarpium papaveris and 6 kinds of industrial dyes in snack foods and hot pot seasoning.

KEY WORDS: snack foods; hot pot seasoning; alkaloids extracted from pericarpium papaveris; industrial dyes; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

1 引言

小吃类食品是一类具有显著地方特色的食品的总称,不仅仅是作为早点、夜宵,也可以是正餐或者宴席间的点缀,是相当一部分人生活中不可或缺的美食之一;而火锅则一直风靡全国,广受大众的喜爱。正由于此,部分食品加工者罔顾国家法律、法规和人民身体健康,恣意添加罂粟壳和工业染料以使食品“更好看、更好吃”,从而吸引回头客,增加销量,谋取私利,也使得火锅底料和小吃类食品成为这两类违法添加的重灾区。

罂粟壳含有吗啡、可待因、那可丁、罂粟碱等 30 多种生物碱,人们一次食用添加了罂粟壳的食品,就会在体内检出吗啡等毒物,造成征兵等体检不合格,长期食用将对神经系统、消化系统造成损害,并出现内分泌失调等症状,甚至上瘾。工业染料包括苏丹红、玫瑰红 B(罗丹明 B)、酸性橙 II 等,主要用在毛皮、锦纶、纸张等工业用品的染色上,大都具有致癌或致畸性。所以,我国于 2009 年发布了《食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单》^[1],明令禁止罂粟壳和苏丹红、王金黄(主要成分为碱性橙 II)、玫瑰红 B(即罗丹明 B)、碱性嫩黄、酸性橙 II、碱性黄等工业染料应用于食品加工,其中罂粟壳标注了可能添加的主要食品品种有火锅底料及小吃类,苏丹红等工业染料可能添加的主要食品品种有含辣椒类的食品、腐皮、调味品、腌卤肉制品等。

为防止及有效监控罂粟壳生物碱和工业染料在食品中的违法添加,必需建立快速准确的同时检测罂粟壳生物碱和工业染料的方法,以保障食品安全及消费者健康。罂粟壳生物碱的检测主要有薄层色谱法、示波极谱法、免疫层析法^[2]、液相色谱法^[3]、气相色谱法、液相色谱质谱联用法^[4-7];食品中工业染料的检测方法主要有液相色谱法^[8,9]、气相色谱-质谱法^[10]、液相色谱-串联质谱法^[11-15]。目前,同时检测食品中罂粟壳生物碱和工业染料的方法未

见文献报道。

本研究采用乙腈溶液提取目标物,超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)检测,建立了同时测定小吃类食品及火锅底料中 5 种罂粟壳生物碱和 6 种工业染料的分析方法。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Aglient 1290-AB SCIEX QTRAP 5500 超高效液相色谱-串联质谱仪(美国 AB Sciex 公司); 3-18KS 高速冷冻离心机(德国 Sigma 公司); MS 3B 涡旋振荡仪(德国 IKA 公司); DPE-2120 旋转蒸发仪(日本 Eyela 公司)。

罂粟碱、吗啡、可待因、那可丁、蒂巴因、苏丹红 IV、罗丹明 B、酸性橙 II、碱性橙 II、碱性黄 1(纯度均>95%,德国 Dr.E 公司); 碱性嫩黄 O(纯度为 81.0%, 美国 Achemtek 公司)。

甲醇、乙腈、甲酸(色谱纯,上海安普公司); 乙腈(分析纯,西陇科学公司); 无水乙酸钠(分析纯,国药集团); 无水硫酸镁(分析纯,上海安普公司); 水为超纯水。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液配制

分别称取适量标准物质,用乙腈或乙腈水(1:1, V:V)溶解并用乙腈定容(苏丹红 IV 用丙酮溶解,用乙腈定容),配制成 100 mg/L 的单标储备液,再将其配制成 10 mg/L 的混合标准溶液,使用前逐级稀释。

2.2.2 样品制备

取有代表性样品 200 g,粉碎均匀,装入洁净容器作为试样,密封,并标明标记。

2.2.3 样品前处理

称取均匀试样 2.00 g 置于 50 mL 离心管中,加入 3 mL

水、15 mL 乙腈混匀, 加入 1.5 g 无水乙酸钠, 涡旋振荡 2 min, 以 10000 r/min 离心 5 min, 取上清液过 6 g 无水硫酸镁, 滤液于 40 ℃下旋转蒸发浓缩至干, 加入 2.0 mL 乙腈+0.1%甲酸水(95:5, *V/V*)溶解残渣, 溶液全部转移到 10 mL 离心管中, 以 4000 r/min 离心 2 min, 过 0.22 μm 滤膜, 待测定。

2.2.4 仪器条件

(1)色谱条件

色谱柱: SB-C₁₈ RRHD (2.1 mm×50 mm, 1.8 μm); 柱温: 35 ℃; 进样量: 2 μL; 流动相: A 为甲醇, B 为 0.1%甲酸水; 梯度洗脱程序: 0~4 min, 5% A, 流速 0.2 mL/min; 4.5~7 min, 60%~95%A, 流速 0.3~0.4 mL/min; 7.1~11 min, 95% A, 流速 0.5 mL/min; 11.5~15 min, 5%A, 流速 0.2 mL/min。

(2)质谱条件

离子源: 电喷雾离子源(electrospray ionization, ESI), 酸性橙 II 采用负离子模式, 其余均采用正离子模式, 正负离子同时采集; 离子源温度 550 ℃; 气帘气 35 psi; 雾化气 55 psi; 加热辅助气 55 psi; 碰撞气: medium; 离子源喷雾电压 5500(–4500) V; 扫描方式: 多反应监测(multiple reaction monitoring mode, MRM)。具体质谱参数见表 1。

3 结果与分析

3.1 色谱柱及流动相优化

试验了 C₈、C₁₈、Hillic 等不同类型的色谱柱, 相同流动相条件下, Hillic 柱的峰形整体较差, 碱性橙 II、碱性黄 1、苏丹红 IV 严重拖尾; 而 C₈ 柱上碱性黄 1、苏丹红 IV 的峰形对称性不好, 信噪比比 C₁₈ 柱的要低 1/2 以上; C₁₈ 柱中以 SB-C₁₈ RRHD(2.1 mm×50 mm, 1.8 μm)为最佳, 对除吗啡外的所有目标物保留均较好, 分离效果也较好, 灵敏度最高, 正、负离子模式下的 MRM 色谱图见图 1、图 2, 各离子对丰度比见图 3, 空白样品添加标准物质的 MRM 色谱图见图 4。

流动相考察了甲醇与 0.1%甲酸水混合液和乙腈与 20 mmol/L 乙酸铵混合液(pH4.5)^[7]的梯度洗脱, 发现 2 种条件下峰形及分离效果相差无几, 但前者的灵敏度更高, 故选择甲醇:0.1%甲酸水作为流动相。由于苏丹红 IV 在 C₁₈ 柱上有较强的保留, 为让它更快洗脱下来, 在其他化合物流出后流速增加到 0.5 mL/min 并保持 4 min; 在洗脱苏丹红 IV 时间段, 比较了 100%甲醇和甲醇:0.1%甲酸水(95:5, *V/V*)2 种方式, 发现后者的灵敏度高出将近 1 倍, 故在苏丹红 IV 出峰时间内保留这样的比例。

表 1 5 种罂粟壳生物碱和 6 种工业染料质谱参数
Table 1 Mass parameters of 5 kinds of pericarpium papaveris alkaloids and 6 kinds of industrial dyes

化合物	离子模式	母离子	子离子	去簇电压(V)	碰撞能(V)
吗啡	ESI(+)	286.1	165.1*	109	47
			181.1		51
可待因	ESI(+)	300.1	215.1*	105	33
			165.1		54
蒂巴因	ESI(+)	312.1	58.1*	84	41
			281.0		17
那可丁	ESI(+)	414.1	220.1*	83	29
			353.2		31
罂粟碱	ESI(+)	340.1	202.1*	78	35
			324.2		40
碱性嫩黄 O	ESI(+)	268.2	147.1*	103	37
			252.2		42
罗丹明 B	ESI(+)	443.1	355.2*	45	78
			399.3		57
碱性黄 1	ESI(+)	283.1	267.1*	107	46
			253.1		46
碱性橙 II	ESI(+)	213.0	77.0*	95	25
			121.1		28
苏丹红 IV	ESI(+)	381.1	224.1*	94	28
			276.1		29
酸性橙 II	ESI(-)	326.9	155.9*	–45	–34
			170.9		–41

注: *表示定量离子

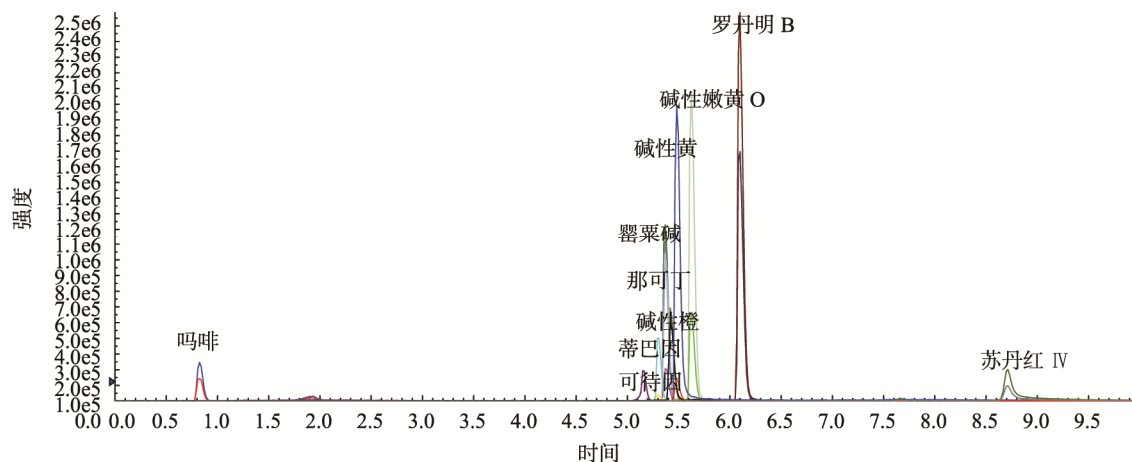


图1 正离子模式下的5种罂粟碱和5种工业染料 MRM 色谱图

Fig. 1 The MRM chromatogram of 5 kinds of pericarpium papaveris alkaloids and 5 kinds of industrial dyes in positive mode

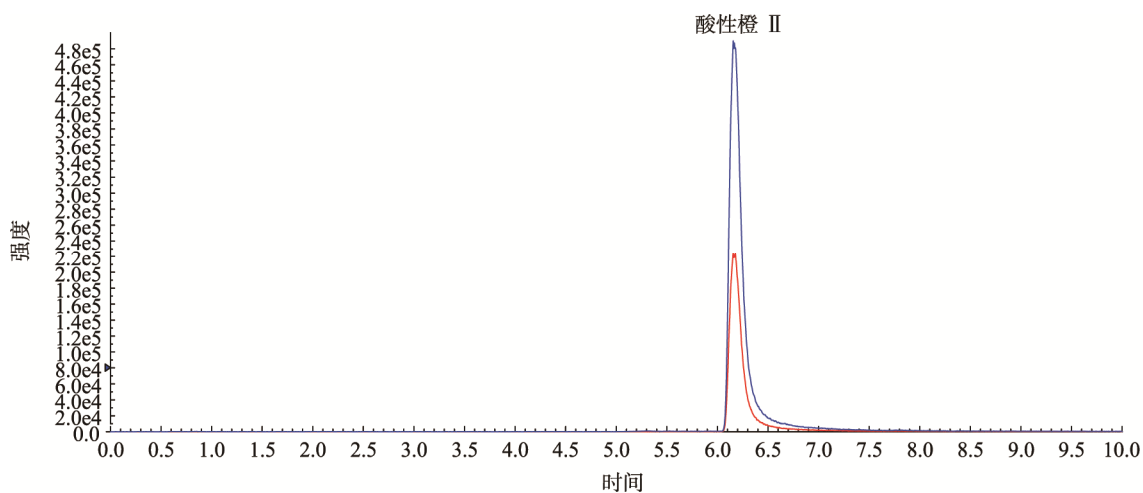


图2 负离子模式下的酸性橙 II MRM 色谱图

Fig. 2 MRM chromatogram of orange II in negative mode

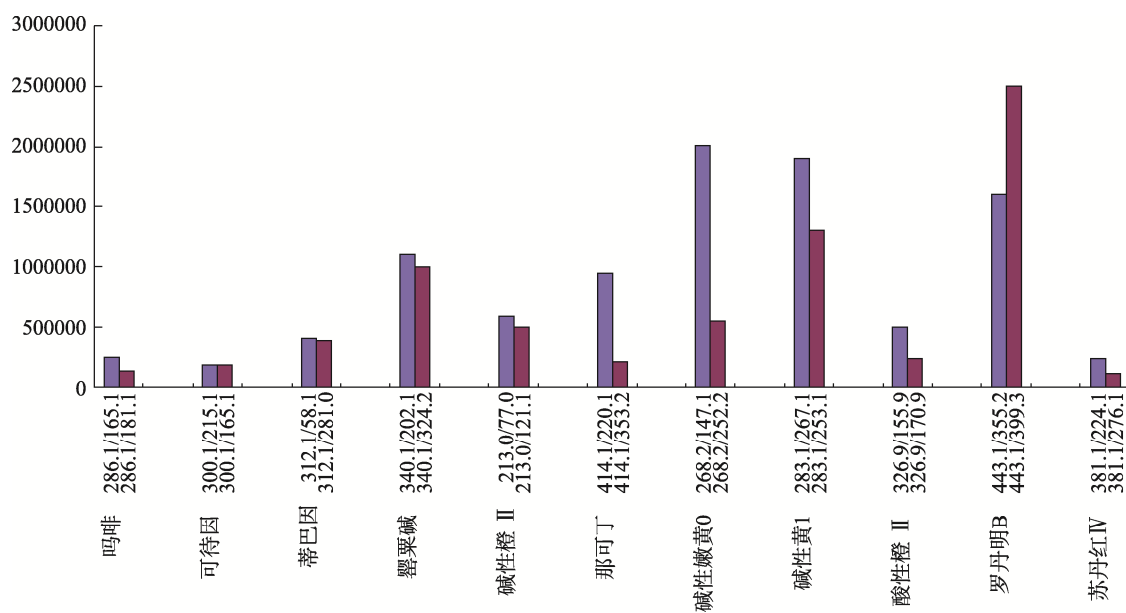


图3 5种罂粟壳生物碱和6种工业染料 MRM 各离子对丰度比

Fig. 3 MRM ion pairs abundance ratio of 5 kinds of pericarpium papaveris alkaloids and 6 kinds of industrial dyes

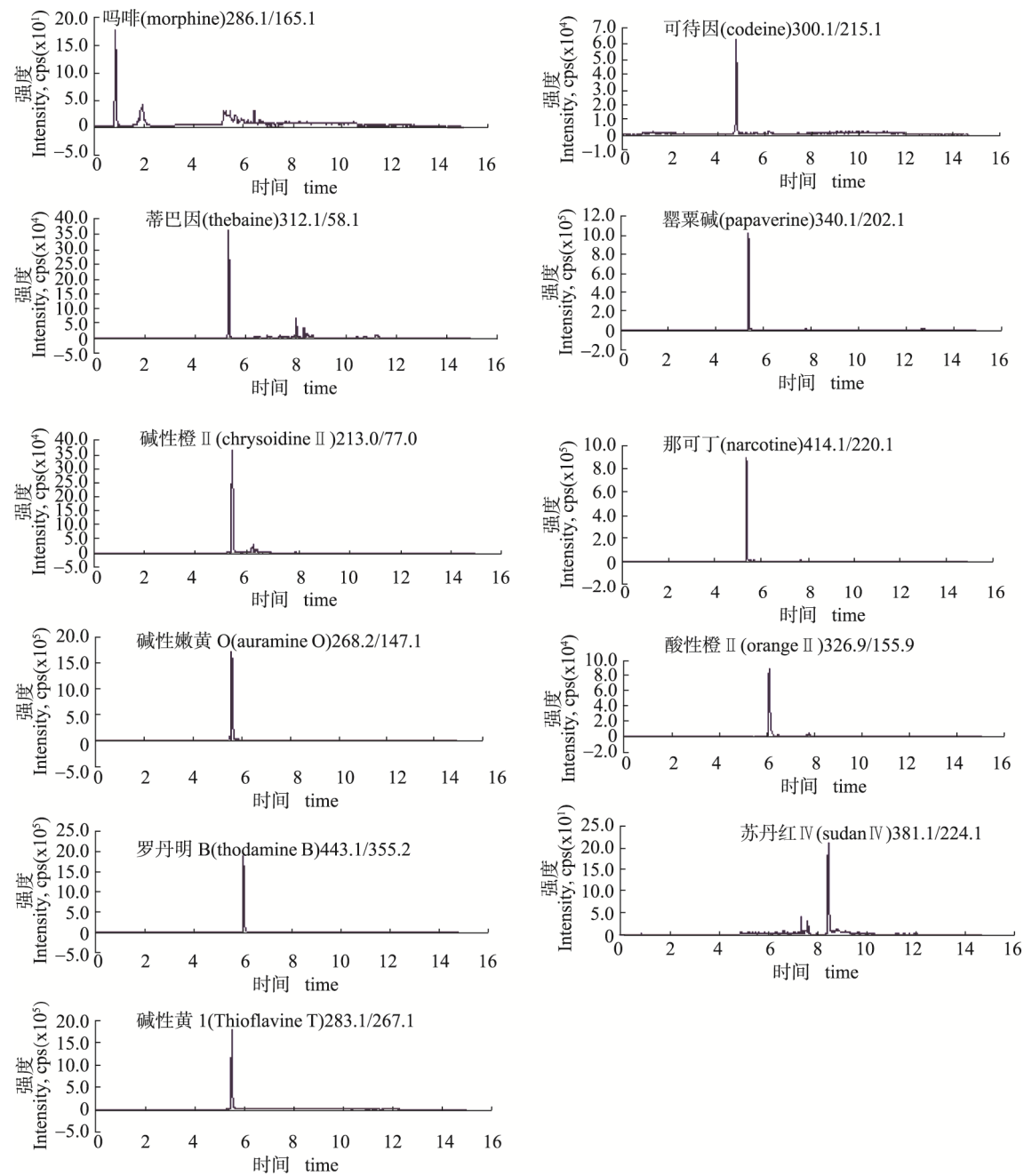


图 4 空白样品中添加 5 种罂粟壳生物碱和 6 种工业染料(添加浓度为 10 $\mu\text{g/kg}$)的 MRM 色谱图
Fig. 4 MRM chromatograms of adding 10 $\mu\text{g/kg}$ of 5 kinds of pericarpium papaveris alkaloids and 6 kinds of industrial dyes in blank sample

3.2 前处理条件优化

3.2.1 提取试剂选择

如果选择水性含量高的提取剂如 1%三氯乙酸(或 0.1 mol/L 盐酸):乙腈(8:2, *V/V*), 需采用正己烷脱脂, 而经试验, 采用正己烷脱脂会使苏丹红 IV 损失 80%以上, 因为苏丹红 IV 更易溶于正己烷中; 而选择乙腈含量高的溶液(乙腈占 80%以上), 则基本解决了油脂的困扰问题, 经离心后乙腈层与油层分离彻底, 提取效果也较好。

3.2.2 溶解残渣溶液选择

采用了乙腈、甲醇分别与水(或 0.1%甲酸水)不同比例的搭配作为溶解残渣的溶液, 结果以乙腈+0.1%甲酸水(95:5, *V/V*)的效果最佳。

3.2.3 净化条件选择

(1) C_{18} 、PSA 净化试验

用酸性橙 II 阳性样品作比较, 在相同提取条件下, 在最后的样液中采用 150 mg C_{18} 、60 mg PSA 进行净化和不净化各做 3 个样品的试验, 结果是净化组的峰面积比没有

净化的平均降低了 20%以上。

(2)固相萃取小柱净化试验

采用 PCX、HLB、MCX 等固相萃取(solid phase extraction, SPE)小柱进行净化试验, PCX 小柱对碱性嫩黄 O 有较强的保留, 没选择到合适试剂把它洗脱下来, 其回收率几乎为 0; 采用 HLB 小柱, 罗丹明 B、碱性橙 II 的回收率不足 30%; 采用 MCX 小柱, 酸性橙 II 的回收率不足 25%。

3.2.4 基质效应考察

分别用空白样品的样液和流动相作为稀释液, 配制

相同浓度的标准工作曲线进行测定, 考察了同浓度不同基体的化合物的离子响应值, 分析样液的基质效应(matrix effect, ME), 采用的公式为: $ME=B/A$, 其中 A 和 B 分别表示目标物在流动相和空白基质溶液中的峰面积, 若 $ME<1$, 说明基质会抑制目标物的响应; $ME>1$, 则说明基质对目标物的响应有增强作用; $ME=1$ 表示不存在基质效应^[16], 但一般认为 ME 值在 0.85~1.15 是不存在基质效应。测得的 5 种罂粟壳生物碱和 6 种工业染料在不同基体中的基质效应见表 2, 由于吗啡出峰较早, 基质抑制较为明显, 但总

表 2 不同浓度的 5 种罂粟壳生物碱和 6 种工业染料在不同空白样品基质中的基质效应
Table 2 Matrix effect factors of 5 kinds of pericarpium papaveris alkaloids and 6 kinds of industrial dyes in different concentration and different products

化合物	浓度(μg/L)	ME			
		火锅底料	火锅食品	糖醋荔枝肉	炆肉
吗啡	2.5	0.516	0.556	0.515	0.436
	25	0.398	0.439	0.486	0.458
	100	0.396	0.452	0.486	0.471
可待因	2.5	0.467	0.668	0.820	0.852
	25	0.559	0.729	0.890	0.949
	100	0.613	0.821	0.886	0.973
那可丁	1	0.842	0.823	0.932	0.971
	10	0.781	0.816	0.909	0.919
	50	0.728	0.891	0.857	0.941
蒂巴因	1	0.690	0.756	0.797	0.932
	10	0.674	0.712	0.862	0.918
	50	0.578	0.753	0.812	0.884
罂粟碱	1	0.803	0.833	0.825	1.07
	10	0.649	0.798	0.894	0.915
	50	0.552	0.767	0.833	0.940
碱性嫩黄 O	1	0.886	0.891	1.08	1.12
	10	0.815	0.835	0.860	0.978
	50	0.698	0.810	0.796	1.00
罗丹明 B	1	1.01	1.02	1.25	1.15
	10	1.03	1.09	1.13	1.12
	50	0.934	1.03	1.05	1.06
碱性黄 1	1	1.04	0.988	0.937	1.09
	10	0.967	0.965	0.979	1.01
	50	0.828	0.925	0.894	1.02
碱性橙 II	2.5	0.650	0.824	0.839	0.991
	25	0.461	0.801	0.673	0.735
	100	0.406	0.768	0.654	0.660
苏丹红 IV	2.5	0.725	0.965	1.05	1.16
	25	0.698	0.811	0.715	1.25
	100	0.658	0.842	0.741	1.20
酸性橙 II	1	1.29	0.936	1.05	0.854
	10	0.980	0.912	1.00	0.974
	50	0.908	0.963	0.958	1.05

体来说, 基质效应并不特别严重, 通过用空白基质配制标准工作曲线, 保持标液和样液具有相同的离子化条件, 可基本消除基质效应, 不影响分析结果的准确性、稳定性。说明本试验方法虽没有采取进一步净化的步骤, 也是可行的。

3.3 方法的线性范围及检出限

3.3.1 标准工作曲线及相关系数

混合火锅底料、火锅食品、糖醋荔枝肉、炆肉等 4 种不同的空白样品提取液作为标准物质的稀释溶液, 配制出系列质量浓度为 1.0、2.5、5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 μg/L 基质标准工作溶液, 按本研究方法测定, 绘制标准曲线。线性回归方程和相关系数见表 3。

3.3.2 检出限

在空白样品中添加标准物质进行测定, 选取信噪比为 3 的添加量作为为检出限, 罂粟碱、那可丁、蒂巴因、罗丹明 B、酸性橙 II、碱性嫩黄 O、碱性黄 1 的检出限为 1.0 μg/kg, 吗啡、可待因、碱性橙 II、苏丹红 IV 的检出限为 2.5 μg/kg。

3.4 回收率和精密度实验

在空白的火锅底料、火锅食品、糖醋荔枝肉、炆肉等样品中, 分别添加 3 个不同浓度水平的混合标准溶液, 每个添加水平重复测定 6 次, 以基质标准工作曲线定量, 计算平均回收率及精密度。测得平均回收率为 72.2%~108%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 2.5%~9.6%, 具体结果见表 4。

3.5 实际样品测定

采用以上试验方法, 检测了 62 份采购自莆田市区的

具有当地特色的炆肉、荔枝肉(糖醋、干炸)、炆粉、扁肉、糕点、蜜饯及火锅底料、火锅食品等样品, 共检出酸性橙 II 阳性样品 6 个, 含量为 0.00706~74.2 mg/kg, 其中糖醋荔枝肉 1 份, 含量为 74.2 mg/kg, 散装软糖 1 份, 含量为 0.0159 mg/kg, 其余均为散装蜜饯, 含量为 0.00706~0.337 mg/kg, 结果说明还有部分食品加工者为使食品“更好看、更好吃”而恣意添加了工业染料。

4 结 论

我国针对食品中罂粟壳生物碱和工业染料分别颁布了相关的检测标准, 但这些标准不够系统, 特别是工业染料的检测多为单一品种, 且有一些方法步骤较为复杂, 缺乏同时检测食品中罂粟壳生物碱和工业染料的方法。本研究采用乙腈溶液提取目标物, 超高效液相色谱串联质谱仪测定, 前处理不需采用 SPE 小柱净化, 简捷快速, 且灵敏度高、准确度和精密度好, 其中罂粟壳生物碱检出限优于 DB 31/2010-2012《火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因、蒂巴因的测定-液相色谱串联质谱法》^[5]中的检出限(其罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因、蒂巴因的检出限分别是 8、40、8、40、8 μg/kg), 碱性橙 II、碱性嫩黄 O 的检出限也优于 DBS22/006-2012《食品中酸性橙、碱性橙 II 和碱性嫩黄 O 的测定-液相色谱串联质谱法》^[13](其碱性橙 II 和碱性嫩黄 O 检出限均为 5.0 μg/kg), 是同时检测小吃类食品和火锅底料中的罂粟壳生物碱和工业染料的有效方法。

表 3 线性范围、线性回归方程、相关系数和检出限
Table 3 Linear ranges, linear equtions, correlation coefficients and limits of detection

化合物	保留时间(min)	线性范围(μg/L)	线性回归方程	相关系数	检出限(μg/kg)
吗啡	0.83	2.5~100	$Y=3.19 \times 10^3 X - 3.97 \times 10^3$	0.9986	2.5
可待因	5.15	2.5~100	$Y=1.58 \times 10^4 X + 4.14 \times 10^3$	1.0000	2.5
蒂巴因	5.29	1.0~100	$Y=5.07 \times 10^4 X + 1.31 \times 10^4$	0.9999	1.0
那可丁	5.37	1.0~100	$Y=1.19 \times 10^5 X + 5.31 \times 10^4$	0.9999	1.0
罂粟碱	5.36	1.0~100	$Y=1.43 \times 10^5 X + 4.34 \times 10^4$	0.9999	1.0
碱性嫩黄 O	5.62	1.0~100	$Y=2.8 \times 10^5 X + 4.09 \times 10^5$	0.9984	1.0
罗丹明 B	6.11	1.0~100	$Y=2.33 \times 10^5 X + 4.72 \times 10^5$	0.9988	1.0
碱性黄 1	5.48	1.0~100	$Y=2.78 \times 10^5 X + 3.92 \times 10^5$	0.9992	1.0
碱性橙 II	5.42	2.5~100	$Y=6.32 \times 10^4 X + 3.22 \times 10^3$	0.9996	2.5
苏丹红 IV	8.76	2.5~100	$Y=1.2 \times 10^4 X + 4.31 \times 10^4$	0.9980	2.5
酸性橙 II	6.08	1.0~100	$Y=1.73 \times 10^4 X + 1.59 \times 10^4$	0.9999	1.0

表 4 不同样品中添加回收率实验($n=6$)
Table 4 Recoveries of 11 kinds of in different samples ($n=6$)

化合物	添加浓度 μg/kg	火锅底料		火锅食品		糖醋荔枝肉		炆肉	
		回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
吗啡	2.5	77.2	9.3	81.4	7.5	85.6	6.3	87.2	6.2
	5.0	81.6	8.8	83.4	6.8	87.9	5.7	91.3	4.9
	25.0	83.8	7.2	86.2	6.9	92.0	6.5	91.7	5.3
可待因	2.5	83.2	6.3	89.5	6.6	81.2	5.9	83.3	4.7
	5.0	82.6	6.8	96.1	7.1	83.9	5.3	81.9	5.0
	25.0	89.4	5.7	103	4.9	88.6	6.1	94.8	4.3
蒂巴因	1.0	86.3	7.2	88.2	5.3	95.6	4.9	91.2	4.8
	2.0	92.0	4.2	83.6	5.1	103	5.7	93.6	4.5
	10.0	92.4	4.3	95.7	4.3	98.1	4.5	105	3.2
那可丁	1.0	82.2	5.6	85.2	5.6	93.1	6.8	88.2	4.6
	2.0	86.9	5.3	88.3	3.8	88.5	7.1	85.3	5.0
	10.0	99.2	5.0	99.5	4.2	96.4	4.3	92.4	4.7
罂粟碱	1.0	80.3	5.1	85.4	5.7	84.9	5.5	83.4	4.4
	2.0	80.9	5.3	89.8	5.9	81.2	5.3	87.5	5.9
	10.0	87.6	3.8	91.6	5.1	96.0	5.9	95.3	5.3
碱性嫩黄 o	1.0	86.2	6.3	89.0	3.9	90.2	4.9	90.2	4.6
	2.0	83.2	5.2	95.7	4.3	95.3	4.3	93.8	4.1
	10.0	91.6	4.7	101	3.6	103	3.8	95.9	3.1
罗丹明 B	1.0	87.2	6.9	95.0	4.8	86.1	3.2	92.3	3.6
	2.0	91.3	6.2	99.1	4.3	93.9	3.4	96.1	3.0
	10.0	91.8	5.4	104	4.1	99.4	3.6	99.8	2.5
碱性黄 1	1.0	86.5	4.6	99.1	4.3	95.6	4.0	91.0	3.9
	2.0	99.2	4.2	102	5.2	93.8	4.9	92.7	3.3
	10.0	98.6	6.4	108	3.3	97.5	3.7	94.4	3.0
碱性橙 II	2.5	72.2	7.9	78.8	6.9	80.2	7.8	83.6	7.1
	5.0	75.8	8.3	81.3	6.4	83.4	6.3	85.1	6.4
	25.0	77.4	6.6	80.4	6.5	88.2	6.5	88.3	5.6
苏丹红 IV	2.5	75.1	9.6	78.9	7.4	77.6	8.1	85.0	6.9
	5.0	76.9	8.3	77.3	8.1	81.9	8.0	88.7	5.5
	25.0	80.2	7.4	83.7	7.9	89.6	7.6	90.7	4.1
酸性橙 II	1.0	88.9	5.3	85.4	5.5	85.5	5.9	89.2	5.6
	2.0	93.2	6.0	89.7	5.3	89.8	5.6	92.1	5.1
	10.0	99.7	4.6	101	5.7	96.8	5.0	97.6	4.7

参考文献

- [1] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单(第1-5批汇总)[EB/OL]. [2011-04-19]. <http://www.nhfpc.gov.cn/sps/s7892/201406/38e5c8a53615486888d93ed05ac9731a.shtml>.
National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China. Food may be illegal and easy to add non food substances of abuse list of food additives [EB/OL]. [2011-04-19]. <http://www.nhfpc.gov.cn/sps/s7892/201406/38e5c8a53615486888d93ed05ac9731a.shtml>.
- [2] 方邢有,高志贤. 胶体金免疫层析法检测罂粟碱的研究[J]. 分析试验室, 2005, 24(12): 1-4.
Fang XY, Gao ZX. Colloidal gold immunochromatographic assay (GICA) for detection of papaverine [J]. Chin J Anal Lab, 2005, 24(12): 1-4.
- [3] 戴维杰,钮伟民. 高效液相色谱法检测掺罂粟壳食品中的罂粟碱[J]. 中国卫生检验杂志, 2003, 13(5): 607-608.
Dai WJ, Niu WM. Determination of narceine in foods with pericarpium papaveris by HPLC [J]. Chin J Health Lab Technol, 2003, 13(5): 607-608.
- [4] 曹鹏,乔旭光,娄喜山,等. 固相萃取结合超高效液相色谱-串联质谱法同时检测食品中的6种工业染料[J]. 分析化学研究报告, 2011, 39(11): 1670-1675.
Cao P, Qiao XG, Lou XS, *et al.* Simultaneous determination of 6 industrial dyes in foods by solid phase extraction- ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2011, 39(11): 1670-1675.
- [5] DB 31/2010-2012 火锅食品中罂粟碱、吗啡、那可丁、可待因和蒂巴因的测定 液相色谱-串联质谱法[S]
DB 31/2010-2012 Determination of narceine, morphine, narcotine, codeine and thebaine in hot pot food by LC-MS/MS [S].
- [6] 王力清,郇明浩,李锦清,等. 超高效液相色谱-串联质谱法高通量快速测定调料中罂粟壳生物碱含量[J]. 食品与发酵工业, 2012, 38(8): 168-171.
Wang LQ, Li MH, Li JQ, *et al.* High throughput determination of alkaloids papaveris in seasonings by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Ferment Ind, 2012, 38(8): 168-171.
- [7] 张林田,黄少玉,陆奕娜,等. 固相萃取/HPLC-MS/MS 检测食品中吗啡等五种罂粟壳生物碱残留[J]. 分析实验室, 2014, 33(6): 722-725.
Zhang LT, Huang SY, Lu YN, *et al.* Determination of morphine and other four pericarpium alkaloid residues in hot pot seasonings and snack foods by solid phase extraction and HPLC-MS/MS [J]. Chin J Anal Lab, 2014, 33(6): 722-725.
- [8] GB/T 19681-2005 食品中苏丹红染料的检测方法 高效液相色谱法[S].
GB/T 19681-2005 Determination of Sudan dyes in food-High performance liquid chromatography method [S].
- [9] GB/T 23496-2009 食品中禁用物质的检测 碱性橙染料 高效液相色谱法[S].
GB/T 23496-2009 Determination of forbidden materials in foods-Dyes of basic orange-High performance liquid chromatography method [S].
- [10] 吴惠勤,黄晓兰,黄芳,等. 食品中苏丹红1号的GC-MS/SIM快速分析方法研究[J]. 分析测试学报, 2005, 24(3): 1-5.
Wu HQ, Huang XL, Huang F, *et al.* Rapid determination of Sudan Red 1 in food by GC-MS/SIM [J]. J Instrum Anal, 2005, 24(3): 1-5.
- [11] 郑小严. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测食品中碱性橙、碱性嫩黄O和碱性桃红T[J]. 分析科学学报, 2009, 25(4): 409-413.
Zheng XY. Simultaneous determination of chrysoidine, auramine o and safranin t in foods by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Anal Sci, 2009, 25(4): 409-413.
- [12] DB31/T 441-2009 食品中苏丹红I、II、III、IV和对位红的测定 液相色谱-串联质谱法[S]
DB31/T 441-2009 Determination of Sudan I, II, III, IV and pigment red in food-Liquid chromatography-tandem mass spectrometry [S]
- [13] DBS22/006-2012 食品安全地方标准 食品中酸性橙、碱性橙2和碱性嫩黄的测定 液相色谱-串联质谱法[S]
DBS22/006-2012 Local standards for food safety-Determination of acid orange, chrysoidine II, auramine O in food-Liquid chromatography-tandem mass spectrometry [S]
- [14] 林黛琴,万承波,邱萍,等. 液相色谱-串联质谱法快速测定食品中4种黄色工业染料[J]. 质谱学报, 2013, 34(3): 170-178.
Lin DQ, Wan CB, Qiu P, *et al.* Rapid determination of four high yellow dyes in foods by HPLC-MS/MS[J]. J Chin Mass Spectr Soc, 2013, 34(3): 170-178.
- [15] 张燕,舒平,张妮妮,等. QuEChERS 前处理高效液相色谱-串联质谱法同时测定食品中6种工业染料[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(7): 2790-2797
Zhang Y, Shu P, Zhang NN, *et al.* Simultaneous determination of 6 kinds of industrial dyes in food using QuEChERS sample preparation and high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(7): 2790-2797
- [16] 许文娟,王振刚,丁葵英,等. QuEChERS/液相色谱-串联质谱法测定5种蔬菜中17种氨基甲酸酯类农药的基质效应研究[J]. 分析测试学报, 2017, 36(1): 54-60.
Xu WJ, Wang ZG, Ding KY, *et al.* Detection of matrix effects of 17 carbamate pesticides in 5 vegetables by QuEChERS/LC-MS/MS method [J]. J Instrum Anal, 2017, 36(1): 54-60.

(责任编辑:姜 珊)

作者简介



林中,高级工程师,主要研究方向为食品安全检测技术的研究。
E-mail: lz6868@sohu.com