

调味品中吗啡快检质控样品的制备方法及其应用

雷会宁, 吕 卓, 王 松, 李 涛*, 史朝烨, 贺 茜, 张 乾, 王一欣, 樊少娟, 马 月

(陕西省食品药品监督检验研究院, 西安 710065)

摘 要: **目的** 建立和评估一种调味品中吗啡快检质控样品的制备方法及其应用分析。**方法** 称取适量基质材料, 按照 1:5(g/mL)比例加入乙醇(含吗啡标准物质), 经均质、浸泡、挥干、过筛、混匀、包装等步骤制得质控样品, 运用快速检测方法 & 常规检测方法对质控样品均匀性与稳定性进行检测研究。**结果** 研制的吗啡快检质控样品, 均匀性良好, 在室温条件下储存 360 d, 稳定性良好。经验证, 快速检测方法 & 常规检测方法结果一致, 未出现假阳性或假阴性, 满足检测要求。**结论** 通过该方法制得的质控样品可适用于食品快速检测领域的过程质量控制、快检产品评价、盲样考核、能力验证等领域, 并为进一步研制罂粟壳中生物碱类化合物标准物质提供技术支持。

关键词: 调味品; 吗啡; 质控样品; 快速检测

Preparation method and application of morphine rapid detection quality control samples in condiment

LEI Hui-Ning, LV Zhuo, WANG Song, LI Tao*, SHI Zhao-Ye, HE Qian, ZHANG Qian,
WANG Yi-Xin, FAN Shao-Juan, MA Yue

(Shaanxi Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710065, China)

ABSTRACT: Objective To establish and evaluate the preparation method and application analysis of morphine rapid detection quality control samples in condiment. **Methods** A proper amount of matrix material was weighed and ethanol (standard substance containing morphine) was added at a ratio of 1:5 (g/mL). After homogenization, soaking, drying, sieving, blending, packaging and other steps, quality control samples were prepared. The homogeneity and stability of the quality control samples were studied using the rapid test method and the conventional test method. **Results** The homogeneity of morphine rapid detection quality control samples was excellent, with good stability within 360 days at room temperature. After verification, the results of the rapid detection method and the conventional detection method were consistent, and no false positives or false negatives had occurred, which met the testing requirements. **Conclusion** The quality control samples obtained by this method can be applied to the process quality control, product evaluation, blind sample assessment, ability verification and other fields in the field of rapid food detection, and provide technical support for the further development of the standard

基金项目: 2019 年陕西省重点产业链(群)项目(2019ZDLSF07-08)、2019 年陕西省重点研发计划项目(2019SF-265)、食品安全检测质控样品制备关键技术研究与应用项目(2020SF-372)

Fund: Supported by Shaanxi Provincial Key Industrial Chain (Group) Projects in 2019 (2019ZDLSF07-08), Shaanxi Provincial Key Research and Development Projects in 2019(2019SF-265), and Research and Application of Key Techniques for Sample Preparation of Food Safety Testing Quality Control(2020SF-372)

***通讯作者:** 李涛, 主任药师, 主要研究方向为食品及保健食品检验、食品安全快速检测技术研究。E-mail: westyx@126.com

***Corresponding author:** LI Tao, Chief Pharmacist, Shaanxi Institute for Food and Drug Control, No.21, Kejiwu Road, Gaoxin District, Xi'an 710065, China. E-mail: westyx@126.com

substance of alkaloids in poppy shell.

KEY WORDS: condiment; morphine; quality control samples; rapid detection

1 引言

我国是调味品的生产和使用大国,调味品的种类和特色是世界上其他国家和地区无法比拟的,随着调味品种类的增加和生产工艺的发展,存在调味品安全隐患的可能也越大^[1],有些不法分子为了谋取利益,增加回头客,将罂粟壳成分或其浸提物添加到香辛料、调味料、火锅料、辣椒油、酱类等食品中增加香味和鲜味^[2]。2016 年国家食品药品监督管理总局在组织开展打击食品违法添加执法行动中,发现 35 家餐饮服务单位经营的食物中含有罂粟碱、吗啡、可待因、那可丁、蒂巴因等罂粟壳成分,存在涉嫌违法添加行为(2016 年第 10 号)^[3]。2019 年深广电第一现场报道了一砂锅粥店花生酱里检出吗啡等有毒有害物质案件,同时提到麻辣烫店中搜出了罂粟壳粉末,腌制卤肉的调料中找到罂粟果等案件^[4]。根据历年食品抽检监测结果,火锅底料、辣椒油、汤汁类(餐饮)等食品中罂粟壳等非食用物质均有检出^[5]。

罂粟壳为罂粟科植物采完鸦片后的干燥成熟果壳,含有 30 多种生物碱,其中以罂粟碱、吗啡、可待因、蒂巴因、那可丁等为主要成分^[6,7],其中一些成分(吗啡)具有药理和毒理活性^[8]。长期食用含罂粟壳的火锅,会产生一定的依赖性,出现发冷、面黄肌瘦等症状,严重时可能对神经系统、消化系统造成损害,肝脏、心脏也会受到一定伤害^[2,9]。罂粟壳被列入第一批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品种名单^[10]。为此能否快速准确测定食品中罂粟壳类生物碱成分残留的含量至关重要。目前,主要检测标准为 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》^[11],快检方法为 KJ201707《食品中吗啡、可待因的快速检测 胶体金免疫层析法》^[12],基体的干扰使得在分析检测时不能单纯的采用传统的纯化学物质标准品来检测校准或质量控制,需要一定带基体的质控样来协助检测才能保证结果的准确性^[13-15]。鉴于此,本研究以调味品为基质,选取有代表性的非食用物质品种吗啡为目标物,运用有机溶剂浸泡法制得吗啡快检质控样品,工艺简便、易操作、重现性好,保证了该质控样品的均匀性和稳定性,在常温贮存下具有较长的保质期,且便于运输,可适用于食品快速检测领域的过程质量控制、快检产品评价、盲样考核、能力验证等领域,并为进一步研制罂粟壳中生物碱类化合物基质标准物质提供技

术支持,填补该方面的空缺。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

小茴香、孜然、桂皮、花椒、八角购自西安市某超市。

甲醇、乙腈(色谱纯,美国 SIGMA-ALDRICH 公司);甲酸(色谱纯,上海阿拉丁生化科技股份有限公司);甲酸铵(色谱纯,美国 Honeywell 公司);盐酸、氢氧化钠、无水硫酸镁、无水醋酸钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)填料(粒度 40 ~ 70 μm)、 C_{18} 填料(粒度 40 ~ 50 μm)(天津博纳艾杰尔科技有限公司)。

标准品:吗啡(morphine, 99.5%, 1.000 mg/mL, 中国食品药品检定研究院);内标物质:吗啡-D3(morphine-D3, 100 $\mu\text{g/mL}$, 美国 SIGMA-ALDRICH 公司)。

2.2 仪器与设备

AB Qtrap 5500 型液相色谱-质谱联用仪(配有电喷雾离子源及数据处理系统,美国 SCIEX 公司);XPE105 型电子天平、ME203 型电子天平(感量为 0.00001 g 和 0.001 g,瑞士 METTLER TOLEDO 公司);Lynx 4000 Label 2 型冷冻离心机(美国 Thermo Fisher Scientific 公司);KQ-500DE 型数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);MS 3D S25 型涡旋混合器(德国 IKA 公司);DHG-9245A 型电热鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司);XL-20B 型粉碎机(广州市旭朗机械设备有限公司);B30 型搅拌机(广东力丰机械制造有限公司);T25DS25 型均质器(德国 IKA 公司);DGYF-500A 型电磁感应封口机(浙江鼎业包装机械有限公司);RS-6B 型真空包装机(安华机械公司);标准试验筛(50 目,新乡市千振机械有限公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 调味品中吗啡快检质控样品基质材料的制备

参照市售香辛调味料及黄启强^[16]的配方制备基质材料,选取新鲜干燥、无虫、无霉变、无杂质、具有特有香味、滋味的香辛料调味品进行干燥,干燥温度 60 $^{\circ}\text{C}$ 、时间 4 h。将干燥好的香辛料粉碎成 50 目左右,并按一定比例混合均匀(见表 1),即得基质材料。按照 GB 5009.3-2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》^[17]、DB 31/2010-2012^[11]分别检测基质材料水分及吗啡含量,确保基质材料不含吗啡物质,并使其水分含量(质量分数)控制在 5%以下。

表 1 基质材料用量及其配比
Table 1 Amounts and proportions of different kinds of materials

名称	称样量/kg	占比/%
小茴香	0.703	28
八角	0.305	12
桂皮	0.453	18
花椒	0.465	18
孜然	0.605	24
总计	2.531	100

2.3.2 调味品中吗啡快检质控样品制备工艺

称取适量基质材料, 按照 1 : 5 比例(g/mL)加乙醇(精密吸取适量吗啡标准工作溶液于乙醇中)混合、12000 r/min 均质 2 h 形成匀浆后, 浸泡 4 h, 转移到不锈钢盘中, 并放置于通风橱内待溶剂挥干, 过 50 目筛, 混匀, 包装, 即得, 其制备工艺流程见图 1。

2.3.3 质控样品中吗啡物质的检测

(1)快速检测方法

参考快检方法(KJ201707)^[12]分析, 采用市售罂粟壳快速检测盒(胶体金)验证, 结果按照如下方法判定(图 2)。

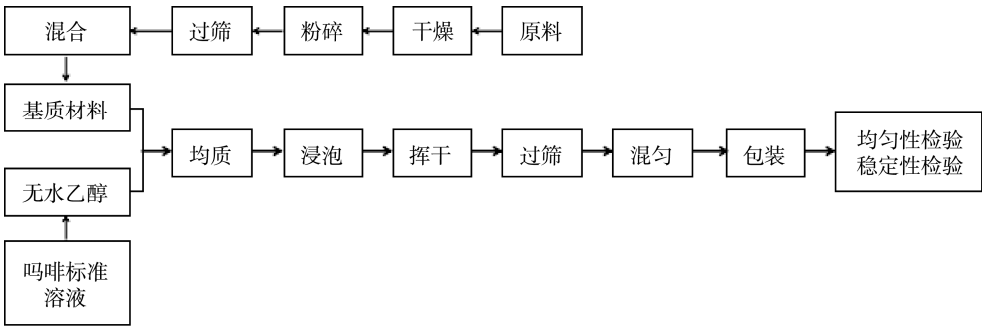


图 1 调味品中吗啡快检质控样品制备工艺
Fig.1 Preparation process for morphine rapid detection quality control samples in condiment

①无效: 若控制线(C 线)不显色, 无论检测线(T 线)是否显色, 表示操作不正确或检测卡已失效。

②阴性(-): 若 T 线显色比 C 线深或一样深, 均表示样品中不含吗啡或含量低于方法检测限, 判为阴性。

③阳性(+): 若 T 线显色比 C 线浅或 T 线不显色, 均表示样品中吗啡含量高于方法检测限, 判为阳性。

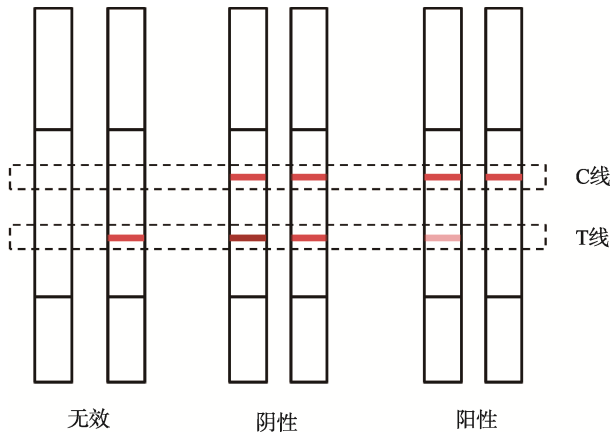


图 2 目视判定示意图(比色法)
Fig.2 Diagram of visual judgment (colorimetric method)

(2)常规检测方法

按照 DB 31/2010-2012^[11]检测质控样品中吗啡含量。

①样品前处理

称取 1 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(5.0 μ g/mL), 再加入 5 mL 盐酸溶液(0.1 mol/L), 超声处理 30 min, 用氢氧化钠溶液(1.0 mol/L)调节 pH 值呈中性, 加入 15 mL 乙腈, 涡旋振荡 1 min, 加入 6 g 无水硫酸镁和 1.5 g 无水醋酸钠的混合粉末(或以相当的市售商品代替), 迅速振摇, 涡旋振荡 1 min, 以 4000 r/min 离心 5 min, 取上清液待净化。

称取 50 mg($\pm$ 5 mg)PSA, 100 mg($\pm$ 5 mg)无水硫酸镁, 100 mg($\pm$ 5 mg) C_{18} 粉末置于 2 mL 聚四氟乙烯具塞离心管中(或以相当的市售商品代替), 移取 1.5 mL 上清液至此离心管中, 涡旋混合 1 min, 以 10000 r/min 离心 2 min, 移取上清液, 0.22 μ m 滤膜过滤, 取滤液待测。

②液相色谱条件

色谱柱: XBridge® BEH HILIC(2.1 mm $\times$ 100 mm, 2.5 μ m); 进样量: 5 μ L; 柱温: 35 $^{\circ}$ C; 流速: 0.3 mL/min; 流动相 A 为 0.1%甲酸的乙腈, B 相为 0.1%甲酸的 10 mmol/L 甲酸铵溶液, 按表 2 进行梯度洗脱。

③质谱条件

离子化方式: 电喷雾电离; 扫描方式: 正离子扫描; 检测方式: 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM); 毛细管电压: 5500 V; 脱溶剂气温度: 550 ℃; 喷雾器流速: 55 PSI。吗啡及内标化合物的定性离子对、定量离子对、去簇电压(declustering potential, DP)及碰撞气能量(collision energy, CE)见表 3。

表 2 梯度洗脱程序
Table 2 Program of gradient elution

时间/min	A 相/%	B 相/%
0.00	90	10
0.30	90	10
1.00	80	20
2.50	80	20
3.00	90	10
6.00	90	10

表 3 2 种化合物的质谱分析参数
Table 3 Mass spectrometry parameters for the analysis of 2 compounds

组分名称	定性离子对(<i>m/z</i>)	定量离子对(<i>m/z</i>)	去簇电压/V	碰撞气能量/eV
吗啡	286.1/181.2	286.1/181.2	90.0	45.0
	286.1/165.1		90.0	50.0
吗啡-D3	289.0/201.0	289.0/184.9	90.0	34.8
	289.0/184.9		90.0	40.0

2.3.4 调味品中吗啡快检质控样品均匀性检验

依据 GB/T 15000.3-2008 《标准样品工作导则(3) 标准样品定值的一般原则和统计方法》^[18]、JJF 1343-2012《标准物质定值的通用原则及统计学原理》^[19]、CNAS-GL003: 2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》^[20]、标准物质定值原则和统计学原理^[21]要求, 按取样规则随机抽取分装好的吗啡快检质控样品 15 份, 重复测试 2 次。样品分

析按 2.3.3 (2)方法, 用“单因子方差分析”统计法开展均匀性评估。

2.3.5 调味品中吗啡快检质控样品稳定性检验

样品的稳定性主要考察长期稳定性(常温下保存)与短期稳定性(极限条件与运输条件)^[22]。长期稳定性主要考察了 0、30、120、360 d 吗啡快检质控样品稳定性, 每个时间点随机抽取 3 个样品, 重复测试 2 次, 以 3 个样品的总平均值为该时间点稳定性检验结果, 0 天检验结果使用均匀性检验结果的总平均值。样品分析按 2.3.3 (2)方法, 数据统计方法采用 GB/T 15000.3-2008 中线性拟合方程模型开展稳定性评估^[18,23,24]。短期稳定性的考察分为 3 组: ①随机抽取 3 个样品于 4 ℃条件下放置 7 d 后测定样品中目标物的含量; ②随机抽取 3 个样品于 45 ℃条件下放置 7 d 后测定样品中目标物的含量; ③随机抽取 6 个样品, 通过快递的方式由西安寄送至武汉与广州(每个地点 3 个样品), 后又寄回至西安, 总共为 7 d 时间。不同时间点的检测结果均与 0 d(均匀性检测)的结果进行比较, 采用 *t* 检验法对数据进行统计分析, 确定样品的稳定性。

3 结果与分析

3.1 调味品中吗啡快检质控样品的验证

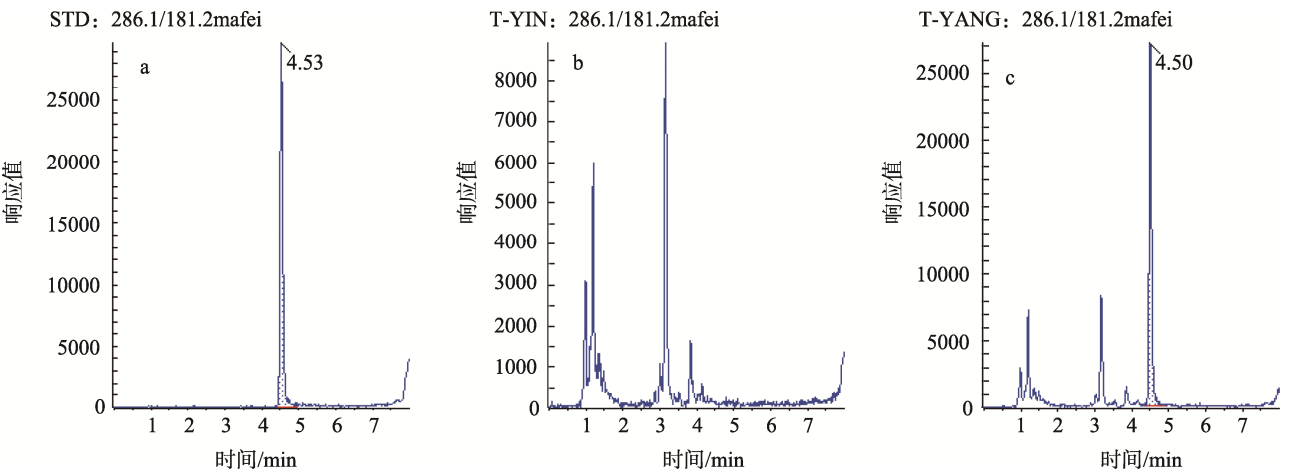
运用 2.3.3 (1)快速检测方法及 2.3.3 (2)常规检测方法对吗啡阴性快检质控样品(基质材料)、吗啡阳性快检质控样品(2.3.2)进行测试, 质控试验测定结果与质控样品标示的阴、阳性一致, 即阴性质控样品的测定结果为阴性, 阳性质控样品的测定结果为阳性。结果见图 3 和图 4。



注: a: 质控样品; b: 阴性; c: 阳性。

图 3 吗啡快检质控样品及快速检测实验结果

Fig.3 Morphine rapid detection quality control samples and rapid detection results



注: a: 标准物质; b: 阴性; c: 阳性。
图 4 吗啡标准物质及质控样品常规检测实验结果
Fig.4 Routine test results of morphine reference materials and quality control samples

3.2 调味品中吗啡快检质控样品均匀性研究

将结果进行 F 检验, 进行数据统计, 确定吗啡均匀性, 结果见表 4 和表 5。

表 4 均匀性检验数据(μg/kg) Table 4 Results of homogeneity test (μg/kg)				
样品序号	1	2	平均值	总平均值
1	252.9	251.2	252.1	
2	257.0	260.2	258.6	
3	253.6	261.3	257.5	
4	248.6	261.6	255.1	
5	248.9	245.8	247.4	
6	256.6	255.4	256.0	
7	263.5	256.7	260.1	
8	251.8	258.7	255.3	257.4
9	255.8	263.7	259.7	
10	256.8	250.1	253.5	
11	264.9	258.7	261.8	
12	262.9	253.5	258.2	
13	267.3	263.9	265.6	
14	257.1	259.0	258.0	
15	261.9	262.6	262.2	

表 5 方差分析数据 Table 5 Results of variance analysis				
方差来源	自由度(f)	平方和(SS)	均方(MS)	F
样品间	14	563.6	40.26	2.03
样品内	15	298.2	19.88	
总和	29	861.8		

瓶间方差计算公式:

$$s_A^2 = \frac{MS_{\text{组间}} - MS_{\text{组内}}}{n_0} = \frac{40.26 - 19.88}{2} = 10.19;$$

瓶间标准偏差是该方差的平方根:

$$s_{bb} = \sqrt{s_A^2} = \sqrt{10.19} = 3.19;$$

重复性标准偏差可由 $MS_{\text{组内}}$ 计算:

$$s_r = \sqrt{MS_{\text{组内}}} = \sqrt{19.88} = 4.46;$$

F 值的计算公式:

$$F = \frac{MS_{\text{组间}}}{MS_{\text{组内}}} = \frac{40.26}{19.88} = 2.03。$$

以组间自由度 $f_1=14$ 及组内自由度 $f_2=15$ 为变量查询 F 临界值表, 可知临界值 $F_{0.05}(14,15)=2.42$, 由于 $F < F_{0.05}(14,15)$, 因此本批调味品中吗啡快检质控样品均匀性良好。

3.3 调味品中吗啡快检质控样品稳定性研究

3.3.1 长期稳定性
采用 t 检验法对稳定性检测结果统计分析, 直线模型

观察直线斜率值变化趋势进行预测, 分析结果见表 6。将表 6 中的数据, 以 X 代表时间, 以 Y 代表质控样的特性值(吗啡含量), 拟合成一条直线, 斜率计算公式如下:

$$b_1 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})(Y_i - \bar{Y})}{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} = \frac{804}{79875} = 0.01007;$$

式中: $\bar{Y} = 252.50$; $\bar{X} = 127.5$ 。

截距计算公式如下:

$$b_0 = \bar{Y} - b_1 \bar{X} = 252.50 - 0.01007 \times 127.5 = 251.22;$$

直线模型的标准偏差计算公式如下:

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - b_0 - b_1 X_i)^2}{n - 2} = 58.88;$$

取其平方根 $s = 7.674 \mu\text{g/kg}$, 与斜率相关的不确定度为:

$$s(b_1) = \frac{s}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}} = \frac{7.673}{\sqrt{79875}} = 0.02715。$$

查表得自由度为 $n-2$ 和 95%置信水平($p=0.95$)分布的 t 因子为 4.303。由于斜率变化的绝对值 $|b_1| < t_{0.95, n-2} \times s(b_1) = 4.303 \times 0.02715 = 0.1168$, 即 $|b_1| < 0.1168$ 。故斜率是不显著的, 即调味品中吗啡快检质控样品在 360 d 内稳定性良好。有效期 $t = 360 \text{ d}$ 的长期稳定性的不确定度贡献即成为 $s_t = s(b_1) \times t = 0.02715 \times 360 = 9.774 \mu\text{g/kg}$, 可以根据 s_t 的大小通过有效期来进行调整。

3.3.2 短期稳定性

短期稳定性检测结果见表 7 和表 8。由结果可以看出, 统计量 t 值均小于 t 临界值, 表明样品在 4 °C 与 45 °C 条件下放置 7 d 稳定性均良好, 经 7 d 的运输样品也能保持良好的稳定性, 因此标准物质在不超过 45 °C 的条件下保存与极端条件下短暂运输对样品稳定性均无影响。

表 6 样品长期稳定性测试结果

Table 6 Detection results of long term stability for samples

时间/d	吗啡含量/(μg/kg)	b_1	b_0	$s(b_1)$	$t_{0.95, 2}$	$t_{0.95, 2} \times s(b_1)$
0	257.4	0.01007	251.22	0.02715	4.303	0.1168
30	250.9					
120	244.0					
360	257.7					
平均值	252.5					

表 7 样品短期稳定性测试结果

Table 7 Detection results of short term stability for samples

温度/°C	时间/d	检测结果/(μg/kg)	平均值/(μg/kg)	t 值	$t_{0.05}(34)$
4	7	262.1、259.6、253.3、250.6、257.7、250.9	255.7	0.8383	2.032
45	7	253.3、249.6、255.6、247.1、263.8、251.7	253.5	1.870	2.032

表 8 样品运输条件稳定性测试结果

Table 8 Detection results of transport condition stability for samples

地点	时间/d	检测结果/(μg/kg)	平均值/(μg/kg)	t 值	$t_{0.05}(34)$
西安 武汉	7	248.2、253.3、261.8、259.3、259.6、250.9	255.5	0.9062	2.032
西安 广州	7	268.2、263.4、264.8、259.3、258.9、250.3	260.8	1.598	2.032

3.4 包装方式对调味品中吗啡快检质控样品的影响

通过上述验证实验、均匀性及稳定性研究, 本质控样品性能符合检测要求, 可适用于食品快速检测领域的过程质量控制、快检产品评价、盲样考核、能力验证等领域, 并为进一步研制罂粟壳中生物碱类化合物标准物质提供技术支持。根据不同的市场需求, 可采用多种包装方式, 主要有 PP 塑料瓶、铝箔袋(真空包装)、西林瓶, 见图 5。针对不同包装方式, 随机抽取样品进行含量测定, 检测结果见表 9, 由表 9 可知, 不同包装方式吗啡快检质控样品的含量

没有显著性差异($P > 0.05$), 今后可根据运输条件、贮藏方式及用途按需定制。

4 结论与讨论

根据近年来食品安全抽检信息可知, 调味品、餐饮食品两大类食品中检出吗啡等非食用物质批次较高, 具体主要体现在火锅调味料(底料、蘸料)(自制)、香料、其他固体调味料、油辣椒、汤汁类(餐饮)等食品, 2019 年四川省市场监督管理局先后两次(2019 年第 26 号、2019 年第 46 号)发

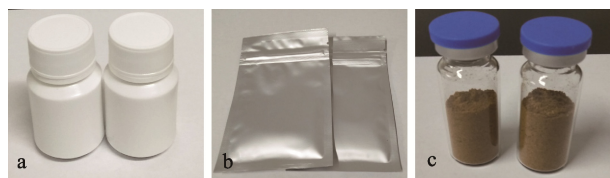
布了火锅底料中检出吗啡等非食用物质, 其中吗啡含量分别为 839、311 $\mu\text{g/kg}$ ^[25,26], 食品整治办[2008] 3 号规定其吗啡不得检出。因此, 随着调味品行业、餐饮行业市场规模的不断扩大以及电商平台的发展, 一些不良商家为了增加利润及回头客, 吗啡等非食用物质潜在隐患可能也会上升, 为此能否快速准确测定食品中罂粟壳类生物碱成分残留的含量至关重要。基体的干扰使得在分析检测时不能单纯的采用传统的纯化学物质标准品来检测校准或质量控制, 需要一定带基体的质控样来协助检测才能保证结果的准确性。目前,

针对吗啡等非食用物质现场快速检测, 缺少配套使用的快检质控样品, 实验室也主要采用纯化学物质标准品进行定量检测。张信仁等^[9]以辣椒调味油为基质, 采用罂粟碱标准物质加入到基质中的方式发明了一种火锅食品基质罂粟碱标准物质的制备方法, 基质简单, 适用范围较窄。袁磊等^[15]采用基质材料与罂粟壳物理混合的方式建立了一种固体复合香辛料中罂粟壳质控样制备方法, 罂粟壳含有多种生物碱, 所得质控样品含有吗啡、可待因、蒂巴因、罂粟碱、那可丁等多种非食用物质, 不适宜作为单一基体标准物质。

表 9 不同包装方式对调味品中吗啡快检质控样品的影响($\alpha=0.05$)

Table 9 Effects of different packaging methods on morphine rapid detection quality control samples in condiment ($\alpha=0.05$)

观测指标	包装方式	平均值($\bar{X} \pm SD$)	样本量	F	P
吗啡含量/($\mu\text{g/kg}$)	塑料瓶	256.6 ^a ±3.1	3	1.094	0.393
	铝箔袋	244.0 ^a ±14.4	3		
	西林瓶	247.9 ^a ±11.2	3		



注: a: 塑料瓶; b: 铝箔袋; c: 西林瓶。
图 5 调味品中吗啡快检质控样品
Fig.5 Morphine rapid detection quality control samples in condiment

本研究建立了一种调味品中吗啡快检质控样品的制备方法, 以调味品为基质, 选取有代表性的非食用物质品种吗啡为目标物, 运用有机溶剂浸泡法制得吗啡快检质控样品, 该样品均匀性良好, 在室温条件下储存 360 d, 稳定性良好。同时经过验证, 快速检测方法 & 常规检测方法结果一致, 未出现假阳性或假阴性, 满足检测要求。可适用于食品快速检测领域的过程质量控制、快检产品评价、盲样考核、能力验证等领域。研制单位将继续跟踪监测该质控样品的稳定性, 同时进行多家实验室协作定值, 进行不确定度评估, 为调味品基质吗啡标准物质研制提供技术依据。

参考文献

[1] 赵大伟, 曲凯欣. 哈尔滨市消费者调味品健康素养调查研究[J]. 中国调味品, 2017, 42(11): 166-169.
Zhao DW, Qu KX. Investigation of the condiment health literacy of Harbin consumers [J]. China Cond, 2017, 42(11): 166-169.
[2] 张林田, 史佳虹, 杨晔, 等. 火锅底料及小吃类食品中非法添加罂粟壳的危害及检测技术研究进展[J]. 福建分析测试, 2014, 23(3): 9-13.
Zhang LT, Shi JH, Yang X, et al. The harm of pericarpium papaveris as

illegally added in hot pot seasonings and snack foods and the research progress of detection technology [J]. Fujian Anal Test, 2014, 23(3): 9-13.
[3] 国家食品药品监督管理总局. 关于 35 家餐饮服务单位经营的食物中检出罂粟壳成分的通告(2016 年第 10 号)[EB/OL]. [2016-01-20]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1397/142502.html>.
China Food and Drug Administration. Announcement on the detection of poppy shell ingredients in foods operated by 35 catering service units (No. 10 of 2016) [EB/OL]. [2016-01-20]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1397/142502.html>.
[4] 深广电第一现场. 必须曝光! 深圳这家砂锅粥里竟加罂粟籽, 店主被刑拘! [EB/OL]. [2019-11-23]. https://mp.weixin.qq.com/s/ajf1_7qCMN2Qk4mHUE6dmw.
Shenzhen Radio & TV First Scene. Must be exposed! Poppy seeds were added to this casserole porridge in Shenzhen, and the owner was detained! [EB/OL]. [2019-11-23]. https://mp.weixin.qq.com/s/ajf1_7qCMN2Qk4mHUE6dmw.
[5] 张炯, 许欣, 易祖平, 等. 2015-2017 年德阳市调味品质量及安全评估研究[J]. 现代预防医学, 2018, 45(10): 1887-1889.
Zhang X, Xu X, Yi ZP, et al. Research on seasoning quality and safety evaluation of Deyang in 2015-2017 [J]. Mod Prev Med, 2018, 45(10): 1887-1889.
[6] Pandey SS, Singh S, Babu CSV, et al. Endophytes of opium poppy differentially modulate host plant productivity and genes for the biosynthetic pathway of benzyloisoquinoline alkaloids [J]. Planta, 2016, 243(5): 1097-1114.
[7] Celik I, Camci H, Kose A, et al. Molecular genetic diversity and association mapping of morphine content and agronomic traits in Turkish opium poppy (Papaver somniferum) germplasm [J]. Molecul Breed, 2016, 36(4): 46.
[8] Zhang C, Han Y, Lin L, et al. Development of quantum dots-labeled antibody fluorescence immunoassays for the detection of morphine [J]. J Agric Food Chem, 2017, 65(6): 1290-1295.
[9] 张信仁, 张云, 程立军, 等. 一种火锅食品基质罂粟碱标准物质的制备

- 方法及应用: 中国, 108627373 A [P]. 2018-10-09.
- Zhang XR, Zhang Y, Cheng LJ, *et al.* Preparation method and application of hot pot food matrix papaverine standard substance. China, 108627373 A [P]. 2018-10-09.
- [10] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 关于印发《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(第一批)》的通知. 食品整治办 [3] 号 [EB/OL]. [2008-12-12]. http://www.gov.cn/gzdt/2008-12/15/content_1178408.htm. National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China. Notice on printing and distributing *The list of non-edible substances and food additives easily abusively added in foods (first batch)*. Food and rectification office No.3 [EB/OL]. [2008-12-12]. http://www.gov.cn/gzdt/2008-12/15/content_1178408.htm.
- [11] 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 papaverine, morphine, noscapine, codeine and thebaine in hot pot foods-Liquid chromatography-tandem mass spectrometry [S].
- [12] KJ 201707 食品中吗啡、可待因的快速检测 胶体金免疫层析法[S]. KJ 201707 Rapid detection of morphine and codeine in food-Colloidal gold immunochromatography [S].
- [13] Chen W, Li X N, Wu Q, *et al.* Rapid and easy determination of morphine in chafing dish condiments with colloidal gold labeling based lateral flow strips [J]. Food Sci Human Well, 2019, 8(1): 40-45.
- [14] 龚明炳. 环境监测中质控样品存在的问题及对策[J]. 北方环境, 2013, (7): 140-141. Gong MB. Discuss the problems and countermeasures in the environmental monitoring quality control sample [J]. Northern Environ, 2013, (7): 140-141.
- [15] 袁磊, 李涛, 林芳, 等. 固体复合香辛料中罂粟壳质控样的制备[J]. 食品科学技术学报, 2019, 37(1): 90-97. Yuan L, Li T, Lin F, *et al.* Preparation of quality control sample for poppy shell in solid compound spice [J]. J Food Sci Technol, 2019, 37(1): 90-97.
- [16] 黄启强. 复合香辛调味料及其生产方法与工艺: 中国, 101507486[P]. 2009-08-19. Huang QQ. Compound spice seasoning and its production method and technology: China, 101507486 [P]. 2009-08-19.
- [17] GB 5009.3-2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定[S]. GB 5009.3-2016 National food safety standard-Determination of moisture in foods [S].
- [18] GB/T 15000.3-2008 标准样品工作导则(3) 标准样品定值的一般原则和统计方法[S]. GB/T 15000.3-2008 Directives for the work of reference materials (3)-Reference materials-General and statistical principles for certification [S].
- [19] JJF 1343-2012 标准物质定值的通用原则及统计学原理[S]. JJF 1343-2012 General and statistical principles for characterization of reference materials [S].
- [20] CNAS-GL003:2018 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南[S]. CNAS-GL003:2018 Guidance on evaluating the homogeneity and stability of samples used for proficiency testing [S].
- [21] 韩永志. 标准物质定值原则和统计学原理[M]. 北京: 中国质检出版社, 2011. Han YZ. Principles of reference materials and statistics [M]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2011.
- [22] 袁磊, 林芳, 王松, 等. 乳粉中三聚氰胺标准物质的制备[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(11): 3482-3489. Yuan L, Lin F, Wang S, *et al.* Preparation of melamine reference material in milk power [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(11): 3482-3489.
- [23] 耿岩玲, 林云良, 崔莉, 等. 厚朴中和厚朴酚标准样品的研制[J]. 现代食品科技, 2018, 34(5): 215-221. Geng YL, Lin YL, Cui L, *et al.* Preparation of certified reference materials of honokiol from *mofficinalis* [J]. Mod Food Sci Technol, 2018, 34(5): 215-221.
- [24] 张磊, 李筱翠, 纪洁, 等. 纯度标准物质定量分装冻干制备技术评估研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, (15): 3922-3926. Zhang L, Li XC, Ji J, *et al.* Research and evaluation of quantitative packaging lyophilization preparation technique for purity reference materials [J]. J Food Saf Qual, 2018, (15): 3922-3926.
- [25] 四川省市场监督管理局. 关于 12 批次食品不合格情况的公告(2019 年第 26 号) [EB/OL]. [2019-06-25]. <http://scjgj.sc.gov.cn/scjgj/c104536/2019/6/25/ad01d90b093341308edc2b1ffaf75f77.shtml>. Administration for Market Regulation of Sichuan Province. Announcement on the unqualified situation of 12 batches of food (No. 26 of 2019) [EB/OL]. [2019-06-25]. <http://scjgj.sc.gov.cn/scjgj/c104536/2019/6/25/ad01d90b093341308edc2b1ffaf75f77.shtml>.
- [26] 四川省市场监督管理局. 关于 18 批次食品不合格情况的公告(2019 年第 46 号) [EB/OL]. [2019-10-18]. <http://scjgj.sc.gov.cn/scjgj/c104536/2019/10/18/fec7b1cdb6d14b008725687c193ba682.shtml>. Administration for Market Regulation of Sichuan Province. Announcement on the unqualified situation of 18 batches of food (No. 46 of 2019) [EB/OL]. [2019-10-18]. <http://scjgj.sc.gov.cn/scjgj/c104536/2019/10/18/fec7b1cdb6d14b008725687c193ba682.shtml>.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



雷会宁, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品、保健食品检验检测技术研究。
E-mail: 1021173441@qq.com



李涛, 主任药师, 主要研究方向为食品及保健食品检验、食品安全快速检测技术研究。
E-mail: westyx@126.com