

# 高效液相色谱法检测食品中多种香料共存时的罂粟壳

董 南, 王海燕

(贵州大学化学系, 贵州 贵阳 550025)

摘要: 采用高效液相色谱法检测食品中多种香料共存时的罂粟壳。样品经碱化后采用氯仿-乙醇(体积比为 9:1) 提取, 在苯基柱上以乙腈-甲醇-水为流动相进行分离, 外标法定量。罂粟碱, 吗啡, 可待因在 1.2 mg/L~100 mg/L 范围内线性关系良好, 平均回收率为 79.3%~86.1%。该方法的专属性和准确度较高。

关键词: 高效液相色谱法, 食品, 罂粟壳

中图分类号: O658 文献标识码: A 文章编号: 1000-871X(2000)06-0554-02

## 1 引言

火锅、麻辣烫和牛肉粉等是大众喜爱的食品, 一些不法餐饮业主为增加其汤料的鲜美, 常加入罂粟壳等违禁药品。由于此类食品中香料众多, 干扰严重, 要检测出添加的罂粟壳中的微量吗啡, 技术难度较大。目前报道的检测方法多为薄层色谱法<sup>[1-3]</sup>, 但均存在一定程度的不足。本文采用高效液相色谱法, 选用合适的色谱条件对这类食品进行了定性及定量检测, 取得了较满意的结果。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器和试剂

日本岛津 LC-6A 高效液相色谱仪, SPD-6AV 检测器, C-R3A 数据处理机。

盐酸罂粟碱标准品(99%), 盐酸吗啡标准品(99%), 盐酸可待因标准品(99%) 均购自公安部第二研究所; 水为二次重蒸水; 甲醇、乙腈及其他试剂均为分析纯。

### 2.2 色谱条件

色谱柱: YWG C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>(10 μm, 2.0 mm i. d. × 250 mm) 柱及苯基预处理柱(4.0 mm i. d. × 20 mm)(大连依利特公司); 流动相: 乙腈-甲醇-水(体积比为 20:40:40); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 254 nm。

### 2.3 样品预处理

避开油层取汤汁 50 mL, 加体积比为 1:1 的盐酸溶液 4 mL, 加热至近沸后冷却, 用体积比为 1:1 的氨水调 pH 为 9。分别用三氯甲烷-乙醇(体积比为 9:1) 溶剂 30 mL, 30 mL, 20 mL 萃取 3 次, 合并萃取液, 在 3 000 r/min 条件下离心 3 min, 弃去水层, 有机相在 65 °C 水浴旋转蒸发浓缩至 2 mL, 移至 5

mL 具塞试管中蒸干, 用 50 μL 流动相溶解, 进样 20 μL 进行测定。标准品混合物和样品提取液色谱图见图 1。

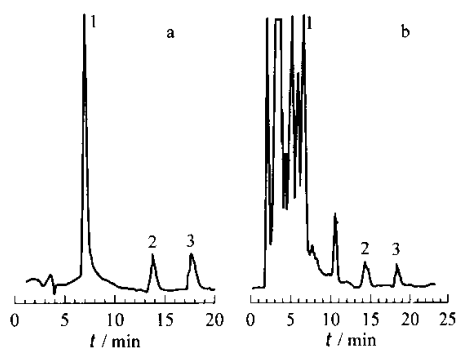


图 1 标准品混合物(a)和样品提取液(b)的色谱图  
Fig. 1 Chromatograms of standard compounds(a) and the extract of sample(b)

1. 罂粟碱(papaverine); 2. 吗啡(morphine); 3. 可待因(codeine)

## 3 结果与讨论

### 3.1 色谱条件的选择和优化

流动相中乙腈的体积分数对分离结果有显著影响。当其低于 20% 时, 吗啡和可待因的色谱峰重叠; 高于 30% 时, 罂粟碱的色谱峰和吗啡的色谱峰重叠。经实验确定乙腈的体积分数的合适范围为 20%~30%, 我们选用乙腈-甲醇-水的体积比为 20:40:40 时为最佳流动相比。

### 3.2 校正曲线和检测限

表 1 为校正曲线方程和以 3 倍基线噪声确定的检测限。3 种标准品在 1.2 mg/L~100 mg/L 时有良好的线性关系。

表1 校正曲线的回归分析

Table 1 Regression analysis for calibration curves

对照品 Standard	校正曲线方程 <sup>1)</sup> Regression equation <sup>1)</sup> ( $n = 6$ )	$r$	线性范围 Linear range (mg/L)	检测限 Detection limit(mg/L)
罂粟碱 Papaverine	$H = 1.1 \times 10^3 C + 330$	0.999 9	1.2~100	0.5
吗啡 Morphine	$H = 1.4 \times 10^4 C + 11$	0.999 3	1.2~100	1.5
可待因 Codeine	$H = 1.5 \times 10^4 C + 140$	0.999 4	1.2~100	1.2

1)  $H$ : peak height;  $C$ : mass concentration(mg/L).

### 3.3 回收率及精密度

取八角、草果、茴香、甘草、陈皮、花椒、辣椒、胡椒、味精等多种香料熬汤。取汤汁 50 mL 加入适量的标准品,按“2.3”项方法处理,进样 20  $\mu$ L,计算回收率和精密度,结果如表 2。

表2 回收率及精密度  
Table 2 Recovery and precision

对照品 Standard	加入量 Added ( $\mu$ g)	回收率 Recovery (%)	RSIX( $n = 3$ ) (%)
罂粟碱 Papaverine	28	83.4	7.82
	35	84.2	8.01
	70	86.1	8.73
吗啡 Morphine	28	81.6	9.33
	35	81.9	8.47
	70	82.1	9.01
可待因 Codeine	28	79.3	10.1
	35	80.5	9.78
	70	80.9	9.88

### 3.4 检测方法专属性的评价

样品提取色谱图显示,罂粟碱色谱峰易与其他

杂质峰重叠,不易判断,但吗啡和可待因色谱峰峰形对称、分离完全,无其他杂质峰的干扰,并且它们是罂粟壳的主要代表成分,因此该法可作为判断食品中是否添加罂粟壳的依据。运用此法,随机就地取样 10 份,检测出 3 份样品中添加有罂粟壳。

### 参考文献:

- [1] WANG He-chuan(王河川). Collection of papers on modern testing of food hygien(食品卫生现代检验论文集). Beijing: Peking University Press(北京:北京大学出版社),1991. 55-66
- [2] The Pharmacopoeia Commission of Ministry of Public Health, the People's Republic of China(卫生部药典委员会). Pharmacopoeia of People's Republic of China, Part 1(中华人民共和国药典(一部)). Beijing: People's Health Press(北京:人民卫生出版社), 1990. 330-331
- [3] RAO De-rong, SHAN Hou-an, LIN Chang-xiang, et al (饶德荣, 单厚安, 林昌祥, 等). Food Scienc(食品科学), 1993, 15(1): 58-60

## Determination of *Pericarpium Papaveris* in Foods Accompanied with Some Fragrant Substances by High Performance Liquid Chromatography

DONG Nan, WANG Hai-yan

(Department of Chemistry, Guizhou University, Guiyang 550025, China)

**Abstract:** An HPLC method for the determination of *Pericarpium papaveris* in foods accompanied with some fragrant substances is described. The *Pericarpium papaveris* in food was extracted in alkaline condition with  $\text{CHCl}_3\text{-C}_2\text{H}_5\text{OH}$  (9:1, V/V) and analyzed by reversed-phase HPLC by using a YWG  $\text{C}_6\text{H}_5$  column and acetonitrile-methanol-water as mobile phase. The calibration curves of papaverine, morphine and codeine were linear in the range of 1.2 mg/L-100 mg/L and the mean recoveries were from 79.3% to 86.1%. The method has a good specificity and accuracy.

**Key words:** high performance liquid chromatography; food; *Pericarpium papaveris*