液相色谱–串联质谱法同时测定减重功能性食品中多种非法添加物

胡晓莉[1]，赵非[1]，祝泽龙[1]，蒋沁婷[1,2]，倪艺超[1]，叶芮辰[1]，钱艳[1]，史颖珠[1]，侯建波[1,2*]

（1. 浙江省检验检疫科学技术研究院，浙江杭州 310016）（2. 杭州海关技术中心，浙江杭州 310016）

摘要：具有减重功能的食品中如含有非法添加药物，会影响消费者的健康，甚至造成死亡的严重后果。为了对该情况提供技术支持，该研究建立了应用液相色谱－串联质谱仪（LC-MS/MS）同时测定减重功能性食品中 42 种非法添加物的方法。样品（片剂、硬胶囊、软胶囊、口服液和半固体）经过甲醇超声提取（15 min，功率 37 kHz），用 30% 甲醇溶液进行稀释和定容。以甲醇 -0.15% 甲酸溶液作为流动相进行梯度洗脱，经 ZORBAX Eclipse XDB-C_{18}（4.6 mm × 150 mm，5 μm）色谱柱分离，采用液相色谱－串联质谱法进行检测（电喷雾离子源，正负离子同时分析，多反应监测模式），外标法进行定量。结果显示：标准溶液线性工作曲线以峰面积与质量浓度计算呈现良好的线性关系（相关系数大于 0.995），在空白样品中进行添加回收测试，方法定量限（以 S/N 大于 10 计）为 0.5~2.0 mg·kg^{-1}，平均回收率 70.1%~117.8%，相对标准偏差小于 15.0%。该方法简便、快捷，可为减重功能性食品中非法添加物残留量的测定提供技术支撑。

关键词：减重功能性食品；非法添加物；液相色谱－串联质谱法

文章编号：1673-9078(2026)10-352-363 DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2026.10.0988

Simultaneous Determination of Multiple Illegal Additives in Weight-loss-promoting Foods by Liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry

HU Xiaoli[1], ZHAO Fei[1], ZHU Zelong[1], JIANG Qinting[1,2], NI Yichao[1], YE Ruichen[1], QIAN Yan[1], SHI Yingzhu[1], HOU Jianbo[1,2*]

(1. Zhejiang Academy of Science and Technology for Inspection and Quarantine, Hangzhou 310016, China)

(2. Hangzhou Customs Technology Center, Hangzhou 310016, China)

Abstract: The presence of illegal additives in weight-loss-promoting foods presents severe risks to consumer health and can even lead to fatal outcomes. To provide robust technical support for addressing this issue, a liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) method was developed for the simultaneous determination of 42 illegal additives in weight-loss-promoting foods. Samples (including tablets, hard capsules, soft capsules, oral liquids and semi-solid preparations) were extracted with methanol via ultrasonication (15 min, 37 kHz), before being diluted with a 30% methanol solution. Each sample was separated by gradient elution on a ZORBAX Eclipse XDB-C_{18} column (4.6 mm×150 mm, 5 μm) using 0.15% formic acid in methanol as the mobile phase. Detection was performed via LC-MS/MS using an electrospray ionization source, simultaneous positive and negative ion modes, and multiple reaction monitoring mode, with quantification using the external standard method. The results showed that there were good linear relationships (correlation coefficients>0.995). The limits of quantification (based on a signal-to-noise ratio>10) ranged from 0.5 to 2.0 mg·kg^{-1}, with average recoveries of 70.1% to 117.8% and relative standard deviations<15.0%. Overall, this method is simple and rapid, serving as a reliable analytical tool for the determination of residual illegal additives in weight-loss-promoting foods.

Key words: weight-loss-promoting foods; illegal additives; liquid chromatography-tandem mass spectrometry

收稿日期：2025-07-17；修回日期：2025-09-10；接受日期：2025-09-17

基金项目：浙江省“领雁”研发攻关计划项目（2023C02037）

作者简介：胡晓莉（1991-），女，学士，工程师，研究方向：食品中药物残留检测技术研究，E-mail：hxl@zaiq.org.cn

通讯作者：侯建波（1983-），男，博士，正高级工程师，研究方向：食品中药物残留和产地溯源研究，E-mail：houjb@zaiq.org.cn

引文格式：
胡晓莉,赵非,祝泽龙,等.液相色谱-串联质谱法同时测定减重功能性食品中多种非法添加物[J].现代食品科技,2026,42(10):352-363.
HU Xiaoli, ZHAO Fei, ZHU Zelong, et al. Simultaneous determination of multiple illegal additives in weight-loss-promoting foods by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Food Science and Technology, 2026, 42(10): 352-363.

保健食品是指声称并具有特定保健功能或者以补充维生素、矿物质为目的的食品。即适用于特定人群食用，具有调节机体功能，不以治疗疾病为目的，并且对人体不产生任何急性、亚急性或慢性危害的食品[1]。为了规范保健食品市场，我国出台了《允许保健食品声称的保健功能目录非营养素补充剂（2023 年版）》，并规定了具体的保健功能名称，其中包含有助于控制体内脂肪、有助于消化、有助于润肠通便等功能。近些年，人民生活水平提高的同时，肥胖现象日益凸显，并引发出心血管疾病等健康问题，且向低龄化趋势发展，2025 年全国两会期间，“体重管理”成为热议话题。

消费者为了能快速达到减重效果，具有减重功能的食品成为减重消费者关注的热门产品。一些不法商贩，抓住消费者急于求成的心理，夸大产品功效，在产品中非法添加具有减重功能的药物，消费者在不知情的情况下，食用该产品会产生呕吐、腹泻、甚至死亡的情况。为了严格管理非法添加的情况，我国在 2012 年即已发布《保健食品中可能非法添加的物质名单（第一批）》，明确可能非法添加的物质，并根据实际情况陆续发布《食品中非法添加酚汀（酚丁）、酚酞及其酯类衍生物或类似物违法行为》等通知。

研究表明，食欲抑制剂类、能量消耗类、利尿剂类、吸收抑制剂类、缓泻剂类等药物在减重方面具有良好的药效，随着减肥功效性非法添加物质名单的不断完善，针对该类化合物检测的方法也不断被建立，部分已经形成检测标准方法[2-7]。目前检测方法主要有液相色谱法[8-10]、液相色谱－串联质谱法[11-15]、液相色谱－高分辨质谱法[16-20]、气相色谱－质谱法[21]、离子迁移谱法[22,23]，离子色谱法[24]、毛细管电泳法[25,26]、以及快检方法（如拉曼光谱法[27]、显微红外光谱法[28]、电化学检测分析法[29,30]等），开展减重功能性药物分类检测和多类同时测定。

本文综合主要的减重功能性药物，通过液相色谱－串联质谱法，建立了减重类功效性食品中食欲抑制剂类、能量消耗类、利尿剂类、吸收抑制剂类、缓泻剂类总计五大类 42 种减重功能化合物（如表 1 所示）同时测定的方法。与现有的减重功能性化合物检测标准方法（如：BJS 202209、BJS 202213、BJS 202409）相比，具有更高的通量。经过方法学考察，满足定量的要求，应用所建立的方法，对市场销售的各类减重功效性产品开展检测分析，检测出番泻苷 A、番泻苷 B、大黄素、洛伐他汀、辛伐他汀和咖啡因，可为打击减重功能性食品中非法添加药物提供有力的技术支持。

1 材料与方法

1.1 主要耗材和试剂

标准物质：西布曲明、N- 单去甲基西布曲明、N,N- 双去甲基西布曲明、酚酞、麻黄碱、辛伐他汀、安非他酮、伪麻黄碱、呋塞米、苯扎贝特、非诺贝特，中国食品药品检定研究院；匹克硫酸钠、双环丙酚汀、番泻苷 A、番泻苷 B、大黄素，上海安谱实验科技股份有限公司；洛伐他汀、布美他尼、去甲伪麻黄碱、双丙酚汀、4-氯双醋酚汀、酚汀，阿尔塔科技有限公司；氯卡色林、吲达帕胺、利莫那班、双醋酚汀、氯噻嗪、普伐他汀，加拿大 Toronto Research Chemicals 公司；氯代西布曲明、苄基西布曲明、豪莫西布曲明，加拿大 TLC Pharmaceutical Standards 公司；氟西汀、比沙可啶、氢氯噻嗪，德国 Dr. Ehrenstorfer 公司；安非他明、甲基安非他明、苯丙醇胺、甲基麻黄碱，美国 Cerilliant 公司；芬氟拉明，北京曼哈格生物科技有限公司；托拉塞米，广州佳途科技股份有限公司；咖啡因，坛墨质检科技股份有限公司；分特拉明（纯度均大于 95%，取各标准物质 10 mg，用甲醇溶解并稀释至 10 mL，配制成质量浓度为 1 mg·mL^{-1} 的标准储备溶液，根据实验情况进行逐级稀释），英国 LGC 有限公司产品。水为 GB/T 6682 规定的一级水。甲醇（色谱纯），西班牙 Scharlau 公司；甲酸（质谱纯），西班牙 Scharlau 公司。样品为市场和网络平台采购的样品 102 个。

1.2 主要仪器设备

LC-30A 型液相色谱仪，日本岛津公司；4500 QTrap 型质谱分析系统，美国 AB Sciex 公司；ST 16R 型高速离心机，美国赛默飞世尔公司；CPA225D 型分析天平（精确至 0.01 mg），赛多利斯科学仪器（北京）有限公司；P300H 型超声波清洗机，德国 ELMA 公司。

表 1 减重功能性化合物及质谱参数

Table 1 The weight-reducing functional compounds and the parameters of MS/MS

序号	化合物	离子对/(*m/z*)	去簇电压(DP)/V	碰撞能量(CE)/eV	碰撞室出口电压(CXP)/V	保留时间/min	序号	化合物	离子对/(*m/z*)	去簇电压(DP)/V	碰撞能量(CE)/eV	碰撞室出口电压(CXP)/V	保留时间/min
1	西布曲明	280.0/125.0*	60	40	15	18.8	22	非诺贝特	361.1/233.0*	20	23	10	25.3
		280.0/139.0	60	20					361.1/139.0	20	40		
2	N-单去甲基西布曲明	266.0/125.0*	65	30	15	19.4	23	氯卡色林	196.1/129.1*	30	40	10	10.4
		266.0/139.0	65	20					196.1/144.1	30	30		
3	N,N-双去甲基西布曲明	252.0/125.0*	30	35	15	19.8	24	吲达帕胺	366.1/132.1*	60	18	10	15.2
		252.0/139.0	30	15					366.1/117.1	60	60		
4	芬氟拉明	232.0/159.0*	70	30	15	11.4	25	分特拉明	150.0/91.1*	40	25	10	7.2
		232.0/187.0	70	20					150.0/133.2	40	13		
5	酚酞	319.0/225.0*	100	30	15	16.3	26	比沙可啶	362.1/184.1*	80	34	12	18.0
		319.0/197.0	100	43					362.1/226.2	80	25		
6	麻黄碱	166.0/148.0*	50	17	10	4.7	27	去甲伪麻黄碱	152.1/117.0*	30	23	13	4.5
		166.0/133.0	50	27					152.1/134.0	30	15		
7	咖啡因	195.1/138.0*	90	25	15	6.7	28	利莫那班	463.1/363.0*	70	35	10	25.6
		195.1/110.0	90	30					463.1/337.0	70	35		
8	辛伐他汀	419.3/199.0*	100	17	15	25.5	29	匹克硫酸钠	438.2/184.1*	100	43	10	3.1
		419.3/285.0	100	17					438.2/358.1	100	23		
9	洛伐他汀	405.3/199.0*	95	17	15	25.1	30	托拉塞米	349.1/264.1*	50	25	12	13.8
		405.3/285.0	95	17					349.1/183.1	50	25		
10	安非他酮	240.1/184.1*	40	17	12	10.6	31	双醋酚汀	402.1/224.1*	90	28	12	21.2
		240.1/131.1	40	36					402.1/196.1	90	63		
11	氟西汀	310.1//44.1*	58	44	12	18.9	32	双丙酚汀	430.3/224.2*	120	27	12	23.1
		310.1/148.2	58	11					430.3/280.4	120	16		
12	布美他尼	365.1/240.1*	90	24	13	20.6	33	4-氯双醋酚汀	436.1/258.1*	105	24	12	22.5
		365.1/184.1	90	30					436.1/300.0	105	16		
13	安非他明	136.1/91.0*	20	25	11	5.7	34	酚汀	318.2/224.0*	90	19	12	16.1
		136.1/119.1	20	12					318.2/196.1	90	45		
14	甲基安非他明	150.1/91.0*	20	25	11	5.7	35	双环丙酚汀	454.1/224.1*	120	30	12	23.4
		150.1/119.1	20	14					454.1/292.1	120	19		
15	苯丙醇胺	152.1/134.1*	20	13	11	4.5	36	氯噻嗪	280.0/125.0*	−105	−40	−10	4.3
		152.1/117.1	20	24					280.0/139.0	−105	−60		
16	甲基麻黄碱	180.1/161.9*	20	20	10	4.7	37	氢氯噻嗪	293.9/214.0*	−100	−27	−12	4.4
		180.1/147.1	20	28					293.9/178.7	−100	−33		
17	伪麻黄碱	166.1/148.1*	20	17	10	4.7	38	普伐他汀	423.2/303.1*	−100	−25	−10	20.1
		166.1/177.0	20	27					423.2/321.1	−100	−22		
18	氯代西布曲明	314.2/158.9*	30	38	11	20.0	39	呋塞米	329.0/285.0*	−75	−20	−15	14.1
		314.2/173.0	30	23					329.0/205.0	−75	−30		
19	苄基西布曲明	314.2/91.1*	20	50	10	19.2	40	番泻苷 A	861.4/386.2*	−140	−56	−10	13.1
		314.2/125.0	20	25					861.4/699.2	−140	−38		
20	豪莫西布曲明	294.2/125.0*	20	45	10	19.0	41	番泻苷 B	861.2/385.9*	−140	−51	−10	11.2
		294.2/139.0	20	22					861.2/699.5	−140	−37		
21	苯扎贝特	362.1/138.9*	20	33	10	21.6	42	大黄素	269.0/225.0*	−180	−35	−10	25.4
		362.1/316.0	20	20					269.0/241.0	−180	−38		

注: * 为定量离子对。

1.3 仪器工作条件

液相色谱参数：色谱柱 ZORBAX Eclipse XDB-C_{18}（4.6 mm×150 mm，5 μm）；流动相 A（甲醇），流动相 B（0.15% 甲酸溶液，体积分数），梯度洗脱程序：0~10 min 流动相 A 体积分数由 30% 线性增加至 55%，13~22 min 流动相 A 体积分数线性增加至 95%，22~31 min 流动相 A 体积分数 95% 保持不变，31~33 min 流动相 A 体积分数线性下降至 30%，并平衡色谱体系 5 min；流量 0.6 mL·min^{-1}；柱温 20 ℃；进样量 10 μL。

质谱仪参数：电喷雾离子源（ESI），喷雾电压正离子（4 500 V），负离子（−4 500 V）；雾化气压力（GS1）289.6 kPa，气帘气压力（CUR）172.4 kPa，辅助气压力（GS2）310.3 kPa；离子源温度（TEM）540 ℃；入口电压（EP），正离子（10 V），负离子（−10 V）；定性离子对、定量离子对、去簇电压（DP）、碰撞能量（CE）及碰撞室出口电压（CXP）参见表 1。

1.4 试验方法

称取样品 1 g（精确至 0.01 g，片剂：用研磨仪充分研磨成粉末混匀，硬胶囊或软胶囊：取内容物充分混匀，口服液：直接混匀，半固体：用研磨仪或均质器充分粉碎、混匀），至 50 mL 容量瓶中，用加入 40 mL 甲醇，混匀，超声提取（37 kHz，15 min，温度不超过 40 ℃），定容至 50 mL，转移至具塞离心管，8 000 r·min^{-1} 下离心 5 min，取 0.5 mL 上清液至 10 mL 容量瓶中，加入 30% 甲醇溶液进行稀释并定容，过 0.22 μm 有机滤膜，供液相色谱－质谱/质谱仪分析。

1.5 数据分析

数据分析采用 4500 QTrap 型质谱分析软件 Analyst 1.6.2 版。

2 结果与讨论

2.1 提取条件的选择

药物残留检测提取试剂的选择直接影响着检测结果的准确性，实验选择甲醇、乙腈为提取的有机试剂，并对比不同体积分数下（30%、50%、70%、100%）的提取情况。在样品中添加标准溶液，并充分吸附 24 h，分别采用 50 mL 的 30%、50% 和 70% 甲醇溶液，甲醇，30%、50%、70% 乙腈溶液，乙腈超声提取，并用 30% 甲醇溶液稀释至质量浓度 2 ng·mL^{-1}，实验结果如图 1 所示，甲醇为提取的有机溶剂时，回收率略高于乙腈，不同比例的甲醇或乙腈溶液提取效果差异不大（小于 10%），试验最终采用甲醇为初级提取溶液，为了在测试环节各化合物具有较好的色谱峰形，采用 30% 甲醇溶液为次级的稀释溶液。

试验对比甲醇为提取的有机溶剂时，超声和振荡两种提取方式的提取效率（在样品中添加标准溶液，充分吸附 24 h，提取时间分别为 15、30、45 和 60 min，用 30% 甲醇溶液稀释至质量浓度 2 ng·mL^{-1}），结果显示两种方式和不同的提取时间，对目标化合物的提取效率无明显差异（小于 10%），最终采用超声提取 15 min 开展试验。考虑到化合物的稳定性，将超声温度控制在 40 ℃以下。

在液相色谱－串联质谱法进行测定时，定容溶液的选择对化合物的色谱峰形具有一定影响，试验根据液相色谱分离参数对比不同体积分数为 30%、50% 和 70% 甲醇溶液，甲醇，30%、50% 和 70% 甲醇溶液（含 0.15% 甲酸）定容后的色谱分析情况。结果表明，当甲醇为定容溶剂时氯噻嗪和氢氯噻嗪会出现比较明显的“伸舌峰”，30%、50%、70% 甲醇溶液（无论是否含 0.15% 甲酸）定容时各化合物的峰形差异不大。试验最终选择 30% 甲醇溶液进行稀释定容。

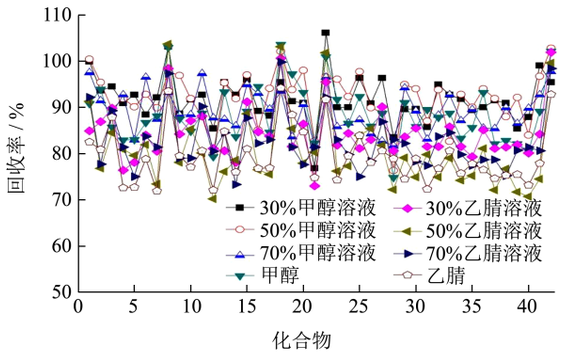


图 1 不同提取溶剂的提取结果

Fig.1 The extraction results with different solutions

注：各编号对应的化合物见表 1。

2.2 色谱条件的选择

试验参照文献方法[9,17]，选择 ZORBAX Eclipse XDB-C_{18} 和 Atlantis T_3 为分离色谱柱（均为 4.6 mm×150 mm，5 μm），以甲醇－水、乙腈－水、甲醇-0.15% 甲酸溶液和乙腈-0.15% 甲酸溶液为分离体系，相同步骤的梯度洗脱程序下，开展各化合物分离情况的研究。结果表明 ZORBAX Eclipse XDB-C_{18} 为分析柱时，其分离效果略好于 T_3 色谱柱。当流动相中含有 0.15% 甲酸时化合物的峰形较好，如图 2 所示，甲基安非他明在流动相不含 0.15% 甲酸时，存在一定的拖尾现象，当乙腈为流动相时，试验分离条件下西布曲明存在“分叉峰”的情况。试验最终选择甲醇-0.15% 甲酸溶液为分离体系，进行分析测试，该条

件下在空白片剂基质中添加 0.5 mg·kg^{-1}（N-单去甲基西布曲明、安非他酮、布美他尼、甲基安非他明、氯卡色林、氯噻嗪和大黄素），1.0 mg·kg^{-1}（西布曲明、N,N-双去甲基西布曲明、芬氟拉明、酚酞、麻黄碱、氟西汀、甲基麻黄碱、伪麻黄碱、氯代西布曲明、苄基西布曲明、豪莫西布曲明、双环丙酚汀、氢氯噻嗪和呋塞米），2.0 mg·kg^{-1}（咖啡因、辛伐他汀、洛伐他汀、安非他明、苯丙醇胺、苯扎贝特、非诺贝特、吲达帕胺、分特拉明、比沙可啶、去甲伪麻黄碱、利莫那班、匹克硫酸钠、托拉塞米、双醋酚汀、双丙酚汀、4-氯双醋酚汀、酚汀、普伐他汀、番泻苷 A 和番泻苷 B），经过提取试验后的分离情况如图 3 所示。

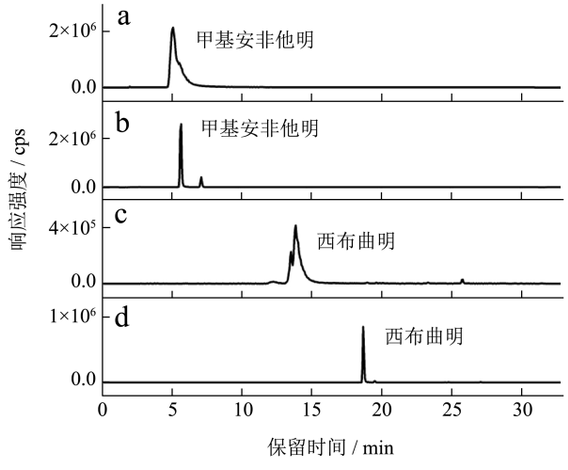


图 2 不同流动相的色谱图

Fig.2 The chromatograms of different mobile phases

注：a. 甲基安非他明：甲醇和水为流动相；b. 甲基安非他明：甲醇和 0.15% 甲酸溶液为流动相；c. 西布曲明：乙腈和水为流动相；d. 西布曲明：甲醇和 0.15% 甲酸溶液为流动相。

2.3 质谱条件的选择

本试验采用直接进样的方式在正离子或负离子模式下对质量浓度 1.0 μg·mL^{-1} 待测化合物的标准溶液进行母离子全扫描，确定分子离子峰，再以分子离子为母离子，对其子离子进行全扫描。按照欧盟 EC/808 指令，液相色谱－质谱 / 质谱法定量确证必须满足 5 个识别点的要求（色谱分离 1 点，母离子 1 点，特征子离子 1.5 点 / 个），试验选择两个特征子离子进行测试，其中以信噪比高、峰形好、干扰小的离子对作为定量离子对。以多反应监测模式优化各种质谱参数，获得的最佳质谱条件参见表 1。为了提高分析效率，试验采用正 / 负离子多反应监测同时采集模式开展检测。

2.4 基质效应

基质效应是影响液相色谱－质谱 / 质谱法定量分析准确度的重要因素。本试验通过对比相同质量浓度下（2 ng·mL^{-1}）的溶剂溶液和空白基质加标溶液中各化合物的信号响应强度，计算离子抑制率[31,32]［离子抑制率（%）=（溶剂溶液中响应强度－空白基质加标溶液响应强度）×100%/ 溶剂溶液中响应强度］考察基质效应情况。如表 2 所示，试验条件下，各化合物定量离子对的离子抑制率均小于 20%，在试验条件下获得的基质溶液无明显的基质效应，试验最终采用溶剂配制标准工作溶液进行定量计算。

2.5 标准曲线和定量限

该方法定量限（LOQ，以 S/N 大于 10 计）为 0.5 mg·kg^{-1}（N-单去甲基西布曲明、安非他酮、布美他尼、甲基安非他明、氯卡色林、氯噻嗪和大黄素），1.0 mg·kg^{-1}（西布曲明、N,N-双去甲基西布曲明、芬氟拉明、酚酞、麻黄碱、氟西汀、甲基麻黄碱、伪麻黄碱、氯代西布曲明、苄基西布曲明、豪莫西布曲明、双环丙酚汀、氢氯噻嗪和呋塞米），2.0 mg·kg^{-1}（咖啡因、辛伐他汀、洛伐他汀、安非他明、苯丙醇胺、苯扎贝特、非诺贝特、吲达帕胺、分特拉明、比沙可啶、去甲伪麻黄碱、利莫那班、匹克硫酸钠、托拉塞米、双醋酚汀、双丙酚汀、4-氯双醋酚汀、酚汀、普伐他汀、番泻苷 A 和番泻苷 B）。

在确定实验条件下测试的结果中测定其峰面积，以各化合物谱峰面积为纵坐标 Y，以待测物质量浓度 X（mg·kg^{-1}）为横坐标，绘制各化合物标准溶液工作曲线（工作曲线溶液质量浓度：定量限为 0.5 mg·kg^{-1} 的化合物对应 0、0.5、1.0、2.0 和 5.0 mg·kg^{-1}，定量限为 1.0 mg·kg^{-1} 的化合物对应 0、1.0、2.0、4.0 和 10.0 mg·kg^{-1}，定量限为 2.0 mg·kg^{-1} 的化合物对应 0、2.0、4.0、8.0 和 20.0 mg·kg^{-1}），各化合物线性方程相关系数 r^2 均大于 0.995。在空白片剂粉末样品中添加定量限浓度，获得定量离子对的提取离子流图参见图 3。

2.6 精密度和回收试验

在不含各目标化合物的样品中进行 3 个质量浓度水平 LOQ，2 倍 LOQ 和 4 倍 LOQ 的添加回收实验（各类样品的主要成分：片剂（碳酸钙、氧化镁、富马酸亚铁、氧化锌、烟酰胺等），软胶囊（非转基因大豆、卵磷脂、辅酶 Q10 提取物），硬胶囊（预胶化淀粉、硬脂酸镁），口服液（酵素液：凤梨、木瓜、蓝莓、奇异果、火龙果等），半固体（酵素：饮用水、果葡糖浆、枇杷汁、梨汁、魔芋粉等）），每个质量浓度水平取 6 个平行样。结果如表 3 所示，方法总体平均回收率 70.1%~117.8%，相对标准偏差 2.1%~14.9%。

表 2 片剂、软胶囊、硬胶囊、口服液、半固体（酵素）样品的离子抑制率

Table 2 The ion suppression ration of tablet, soft capsule, hard capsule, oral liquid, and semi-solid (enzyme)

序号	化合物	溶剂工作液中响应强度	片剂		硬胶囊		软胶囊		口服液		半固体（酵素）	
			基质加标溶液响应强度	离子抑制率 /%	基质加标溶液响应强度	离子抑制率/%	基质加标溶液响应强度	离子抑制率/%	基质加标溶液响应强度	离子抑制率/%	基质加标溶液响应强度	离子抑制率/%
1	西布曲明	9.92×10^{6}	9.53×10^{6}	3.93	9.86×10^{6}	0.60	1.04×10^{7}	−4.84	1.09×10^{7}	−9.88	1.06×10^{7}	−6.85
2	N-单去甲基西布曲明	1.25×10^{7}	1.09×10^{7}	12.80	1.24×10^{7}	0.80	1.18×10^{7}	5.60	1.19×10^{7}	4.80	1.22×10^{7}	2.40
3	N,N-双去甲基西布曲明	3.51×10^{6}	3.34×10^{6}	4.84	3.63×10^{6}	−3.42	3.51×10^{6}	0.00	3.58×10^{6}	−1.99	3.43×10^{6}	2.28
4	芬氟拉明	1.56×10^{7}	1.43×10^{7}	8.33	1.56×10^{7}	0.00	1.57×10^{7}	−0.64	1.54×10^{7}	1.28	1.56×10^{7}	0.00
5	酚酞	2.67×10^{6}	2.51×10^{6}	5.99	2.59×10^{6}	3.00	2.71×10^{6}	−1.50	2.63×10^{6}	1.50	2.68×10^{6}	−0.37
6	麻黄碱	1.74×10^{7}	1.66×10^{7}	4.60	1.81×10^{7}	−4.02	1.72×10^{7}	1.15	1.69×10^{7}	2.87	1.74×10^{7}	0.00
7	咖啡因	8.48×10^{5}	7.73×10^{5}	8.84	9.89×10^{5}	−16.63	8.15×10^{5}	3.89	7.84×10^{5}	7.55	9.04×10^{5}	−6.60
8	辛伐他汀	6.31×10^{4}	6.69×10^{4}	−6.02	6.84×10^{4}	−8.40	5.86×10^{4}	7.13	6.60×10^{4}	−4.60	6.09×10^{4}	3.49
9	洛伐他汀	1.17×10^{5}	1.20×10^{5}	−2.56	1.16×10^{5}	0.85	1.15×10^{5}	1.71	1.18×10^{5}	−0.85	1.05×10^{5}	10.26
10	安非他酮	7.16×10^{6}	6.19×10^{6}	13.55	6.51×10^{6}	9.08	6.65×10^{6}	7.12	6.86×10^{6}	4.19	6.79×10^{6}	5.17
11	氟西汀	9.39×10^{6}	7.99×10^{6}	14.91	9.09×10^{6}	3.19	9.44×10^{6}	−0.53	9.03×10^{6}	3.83	9.44×10^{6}	−0.53
12	布美他尼	1.38×10^{6}	1.29×10^{6}	6.52	1.35×10^{6}	2.17	1.37×10^{6}	0.72	1.35×10^{6}	2.17	1.42×10^{6}	−2.90
13	安非他明	4.99×10^{6}	4.44×10^{6}	11.02	4.79×10^{6}	4.01	4.81×10^{6}	3.61	4.72×10^{6}	5.41	4.78×10^{6}	4.21
14	甲基安非他明	2.32×10^{7}	2.2×10^{7}	5.17	2.31×10^{7}	0.43	2.32×10^{7}	0.00	2.16×10^{7}	6.90	2.38×10^{7}	−2.59
15	苯丙醇胺	3.19×10^{6}	2.83×10^{6}	11.29	3.28×10^{6}	−2.82	3.08×10^{6}	3.45	3.14×10^{6}	1.57	3.24×10^{6}	−1.57
16	甲基麻黄碱	4.36×10^{6}	4.20×10^{6}	3.67	4.06×10^{6}	6.88	4.10×10^{6}	5.96	4.33×10^{6}	0.69	4.55×10^{6}	−4.36
17	伪麻黄碱	2.18×10^{7}	2.07×10^{7}	5.05	2.3×10^{7}	−5.50	2.14×10^{7}	1.83	2.07×10^{7}	5.05	2.09×10^{7}	4.13
18	氯代西布曲明	4.87×10^{6}	4.24×10^{6}	12.94	4.99×10^{6}	−2.46	5.02×10^{6}	−3.08	5.12×10^{6}	−5.13	4.89×10^{6}	−0.41
19	苄基西布曲明	8.29×10^{6}	7.24×10^{6}	12.67	7.73×10^{6}	6.76	7.66×10^{6}	7.60	7.95×10^{6}	4.10	7.89×10^{6}	4.83
20	豪莫西布曲明	6.65×10^{6}	5.9×10^{6}	11.28	6.76×10^{6}	−1.65	6.65×10^{6}	0.00	7.16×10^{6}	−7.67	6.58×10^{6}	1.05
21	苯扎贝特	4.99×10^{5}	4.38×10^{5}	12.22	4.91×10^{5}	1.60	4.85×10^{5}	2.81	4.72×10^{5}	5.41	4.8×10^{5}	3.81
22	非诺贝特	2.41×10^{6}	2.14×10^{6}	11.20	2.07×10^{6}	14.11	2.13×10^{6}	11.62	2.31×10^{6}	4.15	2.13×10^{6}	11.62
23	氯卡色林	1.08×10^{6}	9.62×10^{5}	10.93	1.02×10^{5}	5.56	1.08×10^{6}	0.00	1.03×10^{6}	4.63	1.03×10^{6}	4.63
24	吲达帕胺	1.23×10^{6}	1.16×10^{6}	5.69	1.25×10^{6}	−3.25	1.25×10^{6}	−1.63	1.22×10^{6}	0.81	1.31×10^{6}	−6.50
25	分特拉明	3.41×10^{6}	3.31×10^{6}	2.93	3.24×10^{6}	4.99	3.24×10^{6}	4.99	3.36×10^{6}	1.47	3.55×10^{6}	−4.11
26	比沙可啶	1.42×10^{7}	1.39×10^{7}	2.11	1.58×10^{7}	−11.27	1.49×10^{7}	−4.93	1.57×10^{7}	−10.56	1.56×10^{7}	−9.86
27	去甲伪麻黄碱	1.08×10^{6}	1.08×10^{6}	0.00	1.02×10^{6}	5.56	1.02×10^{6}	5.56	1.13×10^{6}	−4.63	1.1×10^{6}	−1.85
28	利莫那班	2.20×10^{6}	2.34×10^{6}	−6.36	2.04×10^{6}	7.27	2.04×10^{6}	7.27	2.22×10^{6}	−0.91	2.12×10^{6}	3.64
29	匹克硫酸钠	6.47×10^{4}	5.9×10^{4}	8.81	7.42×10^{4}	−14.68	5.77×10^{4}	10.82	7.16×10^{4}	−10.66	5.99×10^{4}	7.42
30	托拉塞米	8.79×10^{6}	8.44×10^{6}	3.98	8.65×10^{6}	1.59	8.66×10^{6}	1.48	8.67×10^{6}	1.37	9.14×10^{6}	−3.98
31	双醋酚汀	4.18×10^{5}	4.32×10^{5}	−3.35	4.53×10^{5}	−8.37	4.06×10^{5}	2.87	4.72×10^{5}	−12.92	4.37×10^{5}	−4.55
32	双丙酚汀	9.08×10^{5}	9.43×10^{5}	−3.85	9.94×10^{5}	−9.47	8.97×10^{5}	1.21	9.85×10^{5}	−8.48	1.01×10^{6}	−11.23
33	4-氯双醋酚汀	3.88×10^{5}	4.25×10^{5}	−9.54	3.97×10^{5}	−2.32	4.20×10^{5}	−8.25	4.33×10^{5}	−11.60	4.07×10^{5}	−4.90
34	酚汀	1.39×10^{6}	1.37×10^{6}	1.44	1.41×10^{6}	−1.44	1.35×10^{6}	2.88	1.37×10^{6}	1.44	1.39×10^{6}	0.00
35	双环丙酚汀	4.36×10^{5}	4.07×10^{6}	6.65	4.53×10^{5}	−3.90	3.93×10^{6}	9.86	4.39×10^{6}	−0.69	4.77×10^{5}	−9.40
36	氯噻嗪	1.99×10^{6}	2.01×10^{5}	−1.01	2.03×10^{6}	−2.01	2.00×10^{5}	−0.50	2.13×10^{5}	−7.04	2.25×10^{6}	−13.07
37	氢氯噻嗪	2.30×10^{5}	2.34×10^{6}	−1.74	2.56×10^{5}	−11.30	2.38×10^{6}	−3.48	2.52×10^{6}	−9.57	2.50×10^{5}	−8.70
38	普伐他汀	2.76×10^{5}	2.7×10^{5}	2.17	3.08×10^{5}	−11.59	3.07×10^{5}	−11.23	2.78×10^{5}	−0.72	2.65×10^{5}	3.99
39	呋塞米	7.19×10^{5}	7.01×10^{5}	2.50	7.6×10^{5}	−5.70	7.44×10^{5}	−3.48	7.78×10^{5}	−8.21	7.82×10^{5}	−8.76
40	番泻苷 A	5.99×10^{4}	5.6×10^{5}	6.51	6.35×10^{4}	−6.01	6.09×10^{5}	−1.67	6.35×10^{5}	−6.01	6.47×10^{4}	−8.01
41	番泻苷 B	6.65×10^{4}	6.82×10^{4}	−2.56	6.78×10^{4}	−1.95	6.59×10^{4}	0.90	7.03×10^{4}	−5.71	7.01×10^{4}	−5.41
42	大黄素	6.28×10^{6}	6.15×10^{4}	2.07	6.23×10^{6}	0.80	6.55×10^{4}	−4.30	5.75×10^{4}	8.44	6.22×10^{6}	0.96

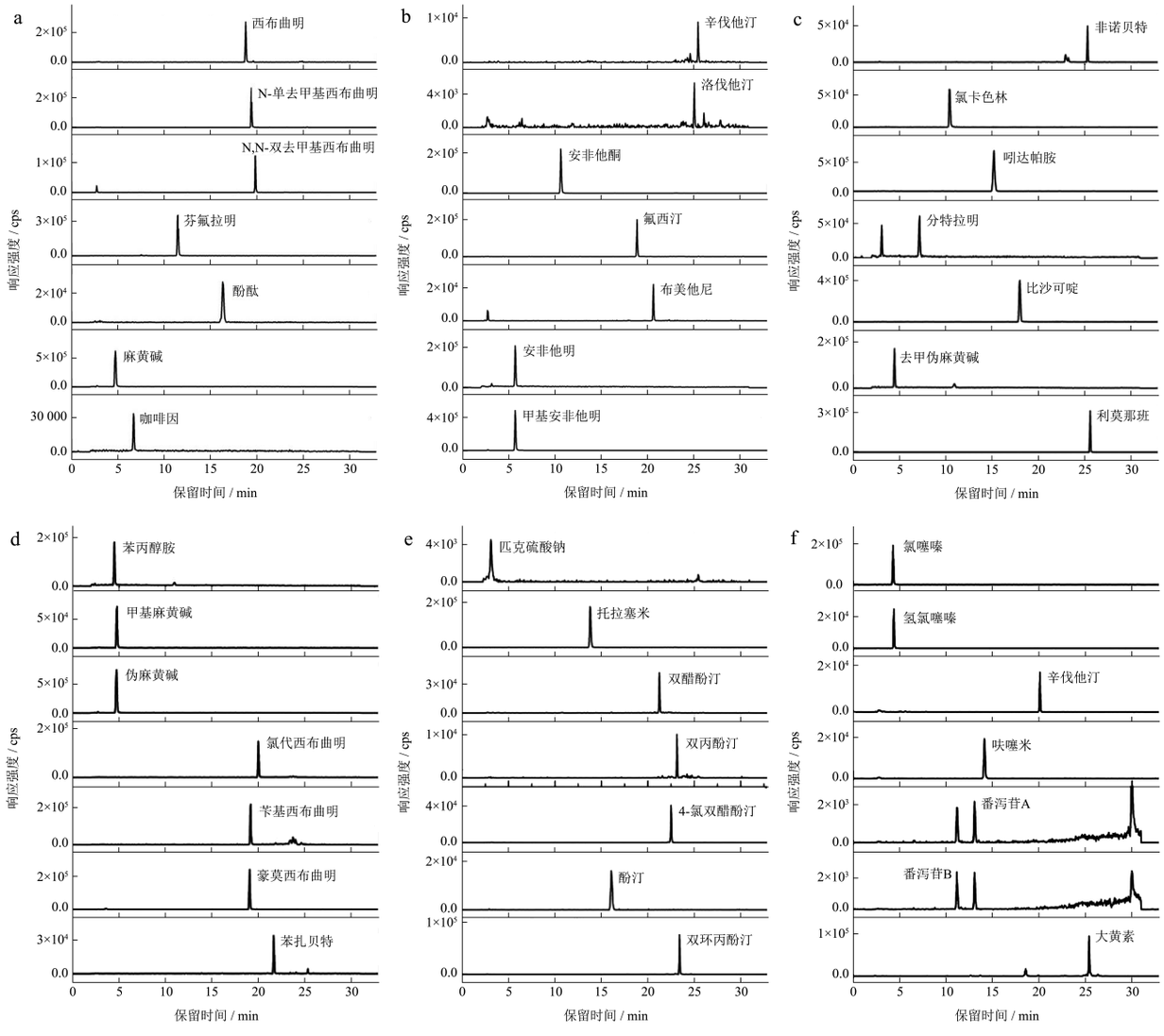


图 3 空白片剂基质加标溶液的液相色谱 – 串联质谱法分离结果（添加质量浓度 LOQ）

Fig.3 The separation result of LC-MS/MS (Spiked level: LOQ)

2.7 样品分析

应用本实验方法对市场采购的 102 批具有减重功能的食品进行检测（包括片剂、硬胶囊、软胶囊、口服液和半固体）。结果表明，有 6 批样品检出番泻苷 A（150~206 mg·kg^{-1}）和番泻苷 B（208~303 mg·kg^{-1}），有 9 批样品检出大黄素（7.38~166 mg·kg^{-1}），有 2 批样品检出洛伐他汀（567~729 mg·kg^{-1}），1 批样品检出辛伐他汀（3.51 mg·kg^{-1}），21 批样品检出咖啡因（55~9 650 mg·kg^{-1}）（部分阳性样品的谱图参见图 4）。对产品配料成分进行分析其中番泻苷 A、番泻苷 B、咖啡因和洛伐他汀可能存在原料带入的情况。

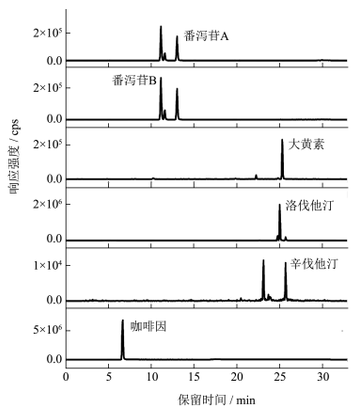


图 4 阳性样品检测结果谱图

Fig.4 The chromatograms of positive samples

表 3 片剂、软胶囊、硬胶囊、口服液、半固体（酵素）样品的添加回收精密度和回收率

Table 3 The precision and recovery of spiked tablet, soft capsule, hard capsule, oral liquid, and semi-solid (enzyme)

化合物	线性方程	相关系数（r^2）	添加水平/（mg·kg^{-1}）	平均回收率 a/%	相对标准偏差 a/%	平均回收率 b/%	相对标准偏差 b/%	平均回收率 c/%	相对标准偏差 c/%	平均回收率 d/%	相对标准偏差 d/%	平均回收率 e/%	相对标准偏差 e/%
西布曲明	$y=1.52\times10^{6}x+7.58\times10^{3}$	0.998 1	1	100.8	5.9	96.9	5.4	92.3	2.6	93.6	5.9	95.4	4.5
			2	106.8	2.6	99.9	4.4	89.0	3.4	95.5	3.3	87.5	7.1
			4	98.0	3.0	98.9	4.0	91.3	3.1	93.4	2.2	87.7	8.1
N-单去甲基西布曲明	$y=1.44\times10^{6}x+7.12\times10^{3}$	0.998 5	0.5	98.7	2.1	100.4	2.4	93.4	2.8	92.9	8.0	96.3	2.6
			1	103.7	2.4	100.2	2.7	90.9	2.9	95.4	4.0	88.4	8.8
			2	95.1	2.9	100.6	2.3	89.8	2.3	92.4	2.2	83.9	8.0
N,N-双去甲基西布曲明	$y=7.25\times10^{5}x+1.78\times10^{3}$	0.999 1	1	93.7	2.7	97.5	3.1	95.6	2.3	95.9	2.9	92.7	2.7
			2	100.8	3.4	99.2	3.4	91.7	2.4	94.2	3.9	88.4	7.7
			4	93.5	2.3	97.2	3.3	88.9	4.7	90.2	2.2	86.3	5.1
芬氟拉明	$y=3.14\times10^{6}x+3.16\times10^{3}$	0.999 1	1	96.8	2.3	83.3	2.3	95.3	5.6	91.3	10.1	91.2	3.3
			2	102.4	2.5	84.6	2.4	91.3	8.9	92.7	3.2	88.2	3.9
			4	94.0	2.8	81.4	2.9	91.8	2.6	90.0	2.2	87.2	4.1
酚酞	$y=2.09\times10^{5}x+1.36\times10^{4}$	0.998 5	1	100.3	3.6	98.6	2.4	97.6	4.2	93.6	3.7	90.3	2.2
			2	102.1	3.8	98.2	3.6	93.1	2.1	94.8	10.7	91.6	5.7
			4	93.7	3.4	100.4	2.6	93.9	2.1	89.4	2.6	89.9	2.4
麻黄碱	$y=4.5\times10^{6}x+3.25\times10^{3}$	0.998 7	1	98.2	3.2	97.9	5.2	99.3	10.0	97.3	8.1	99.5	2.2
			2	103.4	3.5	99.6	3.4	92.1	8.8	98.0	8.8	94.1	3.1
			4	93.0	3.8	94.0	4.2	90.3	8.0	93.4	10.9	88.8	2.4
咖啡因	$y=1.64\times10^{5}x+8.34\times10^{4}$	0.999 2	2	93.0	6.3	94.2	4.2	107.8	6.4	92.1	3.7	90.8	2.6
			4	101.9	6.6	94.6	3.8	112.5	7.1	91.1	3.4	88.7	4.1
			8	92.4	5.3	94.8	3.6	110.5	7.9	90.4	12.0	89.6	5.2
辛伐他汀	$y=3.16\times10^{4}x+0.054\ 2$	0.995 6	2	109.9	11.4	104.6	12.5	88.9	5.7	102.6	9.1	99.8	9.8
			4	109.3	6.3	106.2	7.8	86.4	4.8	101.3	6.6	102.5	6.6
			8	106.6	10.9	97.8	8.3	93.6	6.1	99.5	5.0	104.6	8.2
洛伐他汀	$y=3.05\times10^{4}x+2.24\times10^{3}$	0.996 1	2	110.7	5.7	87.7	10.1	102.8	3.3	100.4	10.1	95.0	8.6
			4	112.6	6.4	88.0	5.7	93.1	6.4	95.2	7.7	100.5	9.1
			8	109.7	6.2	89.0	13.6	102.8	8.4	92.2	6.2	95.7	5.0
安非他酮	$y=1.72\times10^{6}x+1.49\times10^{3}$	0.998 5	0.5	96.0	2.4	93.6	4.9	85.4	5.3	95.0	3.4	93.8	10.6
			1	99.5	2.9	95.0	2.3	81.0	5.0	94.2	2.3	92.1	3.0
			2	90.8	5.1	94.8	3.8	78.5	6.0	93.3	11.8	89.1	3.9

续表3

化合物	线性方程	相关系数（r^2）	添加水平/（mg·kg^{-1}）	平均回收率 a/%	相对标准偏差 a/%	平均回收率 b/%	相对标准偏差 b/%	平均回收率 c/%	相对标准偏差 c/%	平均回收率 d/%	相对标准偏差 d/%	平均回收率 e/%	相对标准偏差 e/%
氟西汀	$y=9.1\times10^5x+920$	0.998 5	1	99.4	3.9	101.4	4.0	95.2	2.3	94.0	2.4	96.9	3.3
			2	104.2	2.9	104.7	3.5	90.3	7.5	97.7	11.8	81.7	5.7
			4	94.5	3.5	101.2	2.5	86.6	2.1	92.6	11.9	78.2	8.8
布美他尼	$y=1.54\times10^5x+1.38\times10^3$	0.998 7	0.5	95.4	3.9	99.8	3.6	92.9	4.2	95.4	3.3	92.1	3.3
			1	101.1	4.1	98.5	3.3	90.5	2.5	91.6	3.3	92.8	10.5
			2	93.7	4.3	97.2	3.1	90.2	3.3	91.1	2.5	90.0	3.7
安非他明	$y=1.15\times10^6x+1.52\times10^4$	0.998 6	2	97.5	4.9	99.1	2.9	96.9	5.9	98.0	2.5	99.7	3.3
			4	102.5	7.8	98.8	2.8	91.5	2.3	98.1	2.5	94.7	4.3
			8	92.4	6.1	95.8	3.3	89.9	7.7	93.4	2.6	92.3	3.2
甲基安非他明	$y=5.47\times10^6x+1.78\times10^4$	0.996 4	0.5	104.5	3.8	102.2	5.8	98.3	10.3	96.6	2.3	97.1	10.4
			1	107.7	4.8	101.8	4.4	93.8	10.8	97.4	10.9	94.9	4.0
			2	94.7	4.7	97.2	3.0	93.0	7.6	94.6	3.0	92.4	4.5
苯丙醇胺	$y=8.34\times10^5x+2.71\times10^4$	0.998 9	2	90.7	7.4	94.2	3.0	88.1	3.2	94.2	3.9	99.0	7.8
			4	97.8	6.0	94.4	6.3	84.7	2.4	95.7	3.3	94.7	4.0
			8	90.2	5.9	93.0	4.3	84.3	2.9	91.7	7.8	90.9	4.2
甲基麻黄碱	$y=1.61\times10^6x+1.74$	0.999	1	98.1	2.5	100.3	3.0	98.6	4.5	96.9	4.0	98.5	2.7
			2	101.6	4.8	99.9	2.7	95.1	3.1	97.0	3.4	95.6	3.9
			4	94.9	3.5	96.9	4.8	94.2	6.9	93.1	2.4	91.8	5.8
伪麻黄碱	$y=4.78\times10^6x+2.7\times10^4$	0.998 7	1	98.5	3.3	98.6	3.1	99.9	5.8	99.0	2.3	102.8	12.1
			2	104.2	3.3	98.9	3.4	95.3	2.2	98.3	3.2	98.4	3.6
			4	91.8	4.2	94.5	4.5	90.1	10.8	94.0	10.7	91.6	5.6
氯代西布曲明	$y=7.71\times10^5x+2.21\times10^3$	0.997 6	1	103.2	2.4	102.6	3.5	85.8	6.8	97.1	2.9	98.2	13.3
			2	108.7	4.2	101.6	4.0	85.8	7.4	97.9	3.3	89.2	13.2
			4	101.5	4.0	102.7	2.9	85.7	2.3	93.6	8.8	83.1	10.5
苄基西布曲明	$y=1.24\times10^6x+6.14\times10^3$	0.998 3	1	101.3	3.5	100.0	2.3	91.2	12.0	96.9	4.3	96.5	11.2
			2	109.7	3.5	99.8	5.4	90.7	3.0	96.2	2.2	89.2	9.4
			4	100.9	7.0	101.4	2.6	89.6	10.9	92.0	10.4	83.2	14.4
豪莫西布曲明	$y=1.26\times10^6x+1.95\times10^3$	0.999 1	1	99.0	2.4	96.9	2.3	89.0	2.9	95.2	2.2	97.1	10.2
			2	107.7	12.7	98.6	3.8	87.8	2.4	96.3	6.8	89.8	7.4
			4	100.3	4.3	98.8	3.5	88.8	2.3	92.8	3.5	86.8	12.3
苯扎贝特	$y=1.12\times10^5x+1.35\times10^3$	0.998 7	2	93.7	7.4	95.8	5.8	101.4	4.5	94.3	5.9	102.6	3.7
			4	102.5	2.6	96.5	4.6	93.3	2.4	94.0	10.7	94.8	5.2
			8	96.4	3.4	94.3	2.7	96.2	3.0	90.1	4.1	93.5	4.0

续表3

化合物	线性方程	相关系数（r^2）	添加水平/（mg·kg^{-1}）	平均回收率 a/%	相对标准偏差 a/%	平均回收率 b/%	相对标准偏差 b/%	平均回收率 c/%	相对标准偏差 c/%	平均回收率 d/%	相对标准偏差 d/%	平均回收率 e/%	相对标准偏差 e/%
非诺贝特	$y=5.68\times10^5x+1.17\times10^4$	0.998 4	2	97.0	2.8	70.8	7.6	99.8	10.4	93.4	3.1	79.0	2.9
			4	102.8	4.3	72.5	4.3	96.7	3.0	91.1	3.4	87.0	8.2
			8	96.4	4.6	77.5	4.0	104.8	8.9	88.5	12.6	85.6	14.4
氯卡色林	$y=4.6\times10^5x+1.21\times10^3$	0.998 7	0.5	96.9	3.1	83.3	2.7	91.2	3.4	96.0	2.4	99.2	2.2
			1	104.8	4.6	85.5	3.5	88.3	10.8	97.2	8.1	91.8	6.0
			2	94.1	5.8	84.4	3.6	88.8	2.3	93.4	10.2	89.5	8.3
吲达帕胺	$y=1.96\times10^5x+861$	0.997 1	2	101.3	2.5	98.1	3.2	94.2	4.5	92.8	7.1	88.6	4.7
			4	106.2	4.2	97.3	2.2	92.1	6.8	90.8	3.2	89.6	2.5
			8	101.0	3.3	97.4	4.7	91.2	7.8	90.2	2.2	86.4	3.2
分特拉明	$y=7.78\times10^5x+5.88\times10^4$	0.999	2	94.0	5.2	97.1	3.3	97.0	3.4	96.6	10.7	99.3	3.1
			4	102.1	4.2	96.9	3.7	93.7	2.9	98.2	7.7	96.2	3.4
			8	96.5	5.9	95.6	3.0	92.3	5.4	94.5	6.3	93.3	4.2
比沙可啶	$y=2.11\times10^6x+1.9\times10^3$	0.997 2	2	105.2	10.4	106.0	5.4	84.1	4.0	106.3	6.1	105.8	3.9
			4	116.7	5.2	107.0	5.6	76.7	6.7	109.0	6.4	94.8	11.4
			8	113.8	6.4	104.1	3.7	74.0	6.2	103.1	5.7	90.6	13.8
去甲伪麻黄碱	$y=2.96\times10^5x+3.36\times10^3$	0.999	2	93.5	4.4	94.0	5.1	89.1	3.5	92.8	2.4	97.9	3.5
			4	97.4	3.9	96.4	4.3	84.6	2.5	96.2	2.1	94.4	3.6
			8	91.3	6.4	92.1	3.4	84.6	2.7	93.4	10.9	92.0	2.6
利莫那班	$y=1.74\times10^6x+5.4$	0.995 6	2	97.8	7.6	76.4	4.7	97.0	7.6	92.5	2.4	93.7	3.2
			4	101.8	5.4	76.1	2.9	88.1	2.2	93.4	11.2	87.9	7.2
			8	93.5	6.3	71.6	3.1	80.3	10.4	89.9	7.2	83.7	11.2
匹克硫酸钠	$y=2.41\times10^4x+517$	0.997 4	2	108.7	6.4	103.6	6.2	107.0	4.9	108.4	5.8	110.8	9.8
			4	107.3	4.1	113.4	11.6	107.7	11.3	106.3	8.4	109.0	12.8
			8	94.1	5.5	103.3	6.8	113.0	2.2	102.7	4.0	106.7	4.6
托拉塞米	$y=1.02\times10^6x+460$	0.998 8	2	98.0	3.0	95.5	2.4	100.3	2.9	94.0	3.8	95.7	2.6
			4	105.2	4.9	96.4	2.3	94.7	2.2	94.9	2.1	93.7	4.7
			8	97.7	3.5	95.3	2.7	95.5	2.3	91.4	10.4	81.2	3.3
双醋酚汀	$y=1.07\times10^5x+1.15\times10^3$	0.997 3	2	116.8	4.3	109.2	3.2	85.2	4.8	102.0	7.2	111.0	4.5
			4	117.8	6.1	110.8	3.0	75.6	6.6	107.9	5.3	102.5	3.7
			8	114.2	2.8	110.2	3.1	76.0	6.3	106.1	6.1	104.5	5.4
双丙酚汀	$y=2.34\times10^5x+1.17\times10^4$	0.998 5	2	113.3	2.7	105.0	6.8	89.2	5.9	104.6	6.8	106.6	7.4
			4	115.0	4.8	105.6	7.3	81.1	6.3	103.9	7.0	103.1	6.1
			8	114.3	3.1	105.8	8.7	83.7	6.0	99.5	3.8	102	7.5

续表3

化合物	线性方程	相关系数（r^2）	添加水平/（mg·kg^{-1}）	平均回收率 a/%	相对标准偏差 a/%	平均回收率 b/%	相对标准偏差 b/%	平均回收率 c/%	相对标准偏差 c/%	平均回收率 d/%	相对标准偏差 d/%	平均回收率 e/%	相对标准偏差 e/%
4- 氯双醋酚汀	$y=1.04\times10^5x+1.45\times10^4$	0.998 9	2	115.5	5.9	110.3	6.9	81.7	4.7	104.5	5.3	108.5	7.4
			4	117.0	6.6	109.0	7.2	74.2	6.5	109.7	9.1	105.2	4.7
			8	115.8	2.6	107.5	4.5	74.3	6.1	105.2	8.1	102.5	5.9
酚汀	$y=1.26\times10^5x+1.03\times10^3$	0.999 3	2	90.9	7.2	92.7	3.8	100.4	3.2	90.6	2.7	90.3	6.7
			4	92.8	6.5	92.9	5.1	98.9	4.2	92.2	3.8	92.6	2.7
			8	85.7	6.1	95.1	4.7	98.7	2.1	88.2	3.1	89.8	2.5
双环丙酚汀	$y=2.55\times10^5x+5.17\times10^3$	0.999 9	1	101.7	5.2	95.7	4.0	102.4	4.0	94.2	3.7	93.8	2.1
			2	106.2	4.8	95.0	2.4	100.1	3.4	93.1	3.2	99.0	4.1
			4	102.0	7.8	91.4	3.7	107.5	10.4	91.0	10.3	98.7	10.2
氯噻嗪	$y=6.1\times10^5x+126$		0.5	115.7	6.8	112.2	3.9	98.5	12.0	99.3	2.9	102.2	3.1
			1	112.8	2.7	112.3	4.5	94.2	5.9	98.6	4.0	95.1	8.8
			2	113.0	2.3	115.0	3.9	89.4	8.9	94.3	4.0	88.6	11.0
氢氯噻嗪	$y=8.66\times10^4x+0.020\ 9$	0.999 7	1	115.7	5.4	115.0	4.2	111.8	3.2	101.8	4.2	110.0	3.8
			2	113.5	3.9	112.3	4.4	115.2	3.4	103.5	4.1	98.1	12.8
			4	112.7	4.6	111.8	3.9	112.8	3.0	99.2	4.2	91.3	14.9
普伐他汀	$y=6.47\times10^4x+86.1$	0.999 9	2	104.7	2.9	98.2	3.8	97.7	5.4	95.8	4.0	97.5	4.2
			4	113.7	2.2	96.6	5.5	92.0	10.0	97.9	3.5	97.6	3.4
			8	112.2	3.9	95.9	3.7	90.9	3.0	93.7	2.5	98.0	3.6
呋塞米	$y=1.71\times10^5x+7.83\times10^3$		1	107.3	3.2	96.8	4.2	98.1	2.7	93.1	9.5	95.3	10.2
			2	114.0	5.0	96.9	2.2	92.9	7.4	95.2	10.2	99.1	3.2
			4	111.5	3.3	95.8	6.9	94.5	10.6	92.2	7.9	97.3	4.4
番泻苷 A	$y=1.08\times10^4x+299$	0.999 5	2	102.9	5.5	98.3	5.2	107.3	2.9	92.6	8.1	99.1	7.7
			4	113.0	3.8	94.1	3.7	99.9	2.5	97.9	8.0	102.3	4.8
			8	110.0	3.3	94.7	5.6	95.6	3.5	90.8	3.8	88.3	6.2
番泻苷 B	$y=1.1\times10^4x+982$	0.999 8	2	112.0	5.1	91.6	5.9	95.3	9.1	96.6	8.2	96.5	6.9
			4	112.8	4.4	98.2	6.2	90.1	4.7	99.0	4.9	103.7	7.9
			8	108.7	3.0	93.1	2.6	84.2	7.3	95.6	4.2	106.5	7.8
大黄素	$y=1.08\times10^6x+1.2\times10^5$	0.996 2	0.5	114.0	2.3	81.7	12.2	107.8	3.4	106.0	2.1	106.5	3.5
			1	115.3	3.7	76.6	7.9	92.9	10.2	110.7	3.9	112.0	3.9
			2	111.0	2.3	70.1	8.2	113.0	5.1	101.8	2.2	99.3	8.3

注：a：片剂；b：硬胶囊；c：软胶囊；d：口服液；e：半固体（酵素）。

3 结论

本实验通过甲醇超声提取，30% 甲醇溶液稀释定容，采用 C_{18} 色谱柱分离，液相色谱－串联质谱仪分析（电喷雾离子源，正负离子同时分析方式，多反应监测模式），外标法进行定量，实现了减重功能性食品中 42 种非法添加物的同时测定。方法前处理简便、快捷，定量准确，对市场采购的样品进行分析，检出番泻苷 A、番泻苷 B、大黄素、洛伐他汀、辛伐他汀和咖啡因，可为发现相应的非法添加物以及后续对其来源进行深入研究提供技术支持。

参考文献

[1] GB 16740-2014,食品安全国家标准 保健食品[S].

[2] BJS 201701,食品中西布曲明等化合物的测定[S].

[3] BJS 201710,保健食品中75种非法添加化学药物的检测[S].

[4] BJS 201917,食品中番泻苷A、番泻苷B和大黄素甲醚的测定[S].

[5] BJS 202209,食品中双醋酚丁等19种化合物的测定[S].

[6] BJS 202213,食品中匹可硫酸钠的测定[S].

[7] BJS 202409,食品中托拉塞米等19种利尿剂的测定[S].

[8] CARINE V, GABRIELA M Z, LARISSA S M, et al. Liquid chromatographic determination of caffeine and adrenergic stimulants in food supplements sold in Brazilian e-commerce for weight loss and physical fitness [J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2016, 33(1): 1-9.

[9] 张晓丹,傅小英,陈静,等.HPLC-DAD数据库快速筛查减肥类中药制剂及保健食品中的10种非法添加化学药物[J].中国新药杂志,2012,21(2):195-201.

[10] JUNG Y K, HYOUNG J P, JI W K, et al. Development and validation of UPLC and LC-MS/MS methods for the simultaneous determination of anti-obesity drugs in foods and dietary supplements [J]. Archives of Pharmacal Research, 2016, 9: 103-114.

[11] CARINE V, GABRIELA M Z, THAÍS R D M, et al. Detection and determination of undeclared synthetic caffeine in weight loss formulations using HPLC-DAD and UHPLC-MS/MS [J]. Journal of Pharmaceutical Analysis, 2018, 8: 366-372.

[12] MÜLLER L S, LANCANOVA M A P, MURATT D T, et al. An ultra-high performance liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometric method for screening and simultaneous determination of anorexic, anxiolytic, antidepressant, diuretic, laxative and stimulant drugs in dietary supplements marketed for weight loss [J]. Journal of Chromatographic Science, 2019, 57(6): 528-540.

[13] 刘子雄,黄景辉,谭贵良,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定保健食品中78种非法添加化学药物[J].现代食品科技,2020,36(12):283-292.

[14] HIEY T Q, VI P P H, PHUONG P K, et al. Validation of the method for determination of phenolphthalein and sibutramine in weight-loss functional foods from Viet Nam by UPLC-MS/MS[J]. Vietnam Journal of Chemistry, 2021, 59(4): 467-474.

[15] 张莎莎,戴伟婷,刘俊,等.高效液相色谱-三重四极杆串联质谱测定咖啡固体饮料中17种减肥和抗疲劳类药物[J].分析科学学报,2025,41(1):59-64.

[16] XIA J T, WU W Q, HUANG X X, et al. Isolation, characterization, identification and quantification of 6-F oxyphenisatin dipropionate, a novel illegal additive, from a fruit-flavored jelly [J]. Heliyon, 2024, 10, e29902: 1-10.

[17] 黄姗,周楠,陈卓,等.高分辨质谱法快速筛查保健食品中的24种减肥通便类化合物[J].中国卫生检验杂志,2022,32(16):1926-1932.

[18] LEE J H, KIM S J, SEO M K, et al. Application of liquid chromatography-high resolution mass spectrometry and liquid chromatography-tandem mass spectrometry methods to 45 weight loss compounds in health functional food, food, and illegal drug [J]. Journal of Separation Science, 2022, 45: 2795-2803.

[19] 张虹艳,谢瑜杰,常巧英,等.超高效液相色谱-四极杆/静电场轨道阱质谱法快速筛查减肥食品中非法添加物[J].质谱学报, 2024, 45(5):712-722.

[20] 赵琪,张珊珊,张超,等.超高效液相色谱串联四级杆飞行时间质谱法测定食品中的酚丁、酚酞及其衍生物[J].食品科技, 2024, 49(11):320-326.

[21] KHAZAN M, HEDAYATI M, KOBARFARD F, et al. Identification and determination of synthetic pharmaceuticals as adulterants in eight common herbal weight loss supplements [J]. Iranian Red Crescent Medical Journal, 2014, 16(3): e15344.

[22] 张鑫鑫,李霖,郜雅楠,等.离子迁移谱法同时测定减肥类保健品中5种非法添加物的含量[J].理化检验-化学分册,2018, 54(12): 1419-1424.

[23] 孙晶,柳雨影,曹玲,等.电喷雾离子迁移谱快速检测减肥类保健食品中非法添加的22种化学药物[J].食品工业科技,2020, 41(14):228-233.

[24] MÜLLER L S, MOLIN T R D, MURATT D T, et al. Determination of stimulants and diuretics in dietary supplements for weight loss and physical fitness by ion-pair chromatography and pulsed amperometric detection (PAD) [J]. Current Analytical Chemistry, 2018(14): 562-570.

[25] MOREIRA A P L, MOTTA M J M, MOLIN T R D, et al. Determination of diuretics and laxatives as adulterants in herbal formulations for weight loss [J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2013, 30(7): 1230-1237.

[26] AKAMATSU S, MITSUHASHI T. Simultaneous determination of pharmaceutical components in dietary supplements for weight loss by capillary electrophoresis tandem mass spectrometry[J]. Drug Testing and Analysis, 2014, 6(5): 426-433.

[27] 吴海芳,许琨琨,卢文斌,等.表面增强拉曼光谱在保健食品常见非法添加药物成分测定中的应用[J].食品安全导刊,2023,33: 158-160.

[28] 王冰洁,周刚,张彦斌,等.近红外法快速检测保健食品中非法添加酚酞[J].食品安全导刊,2022,6:46-49.

[29] FREITAS J M, SILVA P R, MUNOZ R A A, et al. Fast and portable voltammetric method for the determination of the amphetamine adulterant ephedrine in natural over-the-counter weight-loss products [J]. Microchemical Journal, 2021, 160(Part B): 105757.

[30] MELARÉ A G, BARRETO F C, SILVA M K L, et al. Determination of fluoxetine in weight loss herbal medicine using an electrochemical sensor based on rGO-CuNPs [J]. Molecules, 2023, 28, 6361: 1-15.

[31] STAHNKE H, KITTLAUS S, KEMPE G N, et al. Reduction of matrix effects in liquid chromatography-electrospray ionization-mass spectrometry by dilution of the sample extracts: how much dilution is needed? [J]. Analytical Chemistry, 2012, 84(3): 1474-1482.

[32] FERRER C, LOZANO A, AGUREA A, et al. Overcoming matrix effects using the dilution approach in multiresidue methods for fruits and vegetables [J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1218(42): 7634-7639.