

UPLC-MS/MS 快速测定压片糖果中 81 种 减肥类非法添加物

李红丽 苏 敏 吴彦蕾 张 勉 王宇琪 周纯洁 陶 娟

(重庆市食品药品检验检测研究院国家市场监管重点实验室(调味品监管技术), 重庆 401121)

摘要: [目的] 通过超高效液相色谱—串联质谱法建立一种压片糖果中 81 种减肥类非法添加药物的快速检测方法。[方法] 样品经 80% 甲醇水(含 0.1% 甲酸)超声提取, Waters ACQUITY UPLC HSS T3 色谱柱分离, 采用甲醇—0.1% 甲酸水溶液梯度洗脱, 多反应监测(MRM)模式监测, 电喷雾正负离子同时扫描, 外标法定量。[结果] 81 种待测药物在相应质量浓度范围内呈良好线性关系, 相关系数 $>0.990\ 0$; 定量限为 $0.01\sim0.40\text{ mg/kg}$; 平均回收率为 $71.0\%\sim119.5\%$; 方法精密度和重复性的相对标准偏差均 $<13.5\%$ ($n=6$)。[结论] 该方法简单快速、重复性好、准确度高, 适用于压片糖果中减肥类非法添加药物的检测。

关键词: 超高效液相色谱—质谱法(UPLC-MS/MS); 压片糖果; 减肥类非法添加物; 快速检测

Rapid determination of 81 illegal weight loss additives in tablet candy by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

Li Hongli Su Min Wu Yanlei Zhang Mian Wang Yuqi Zhou Chunjie Tao Juan

(Key Laboratory of Condiment Supervision Technology, State Administration for Market Regulation,
Chongqing Institute for Food and Drug Control, Chongqing 401121, China)

Abstract: [Objective] To establish a rapid detection method for 81 illegal weight loss additives in tablet candy using ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). [Methods] Samples were ultrasonically extracted with 80% methanol-water (containing 0.1% formic acid), separated on a Waters ACQUITY UPLC HSS T3 column, and eluted with a gradient of methanol and 0.1% formic acid water solution. Detection was performed using multiple reaction monitoring (MRM) with simultaneous scanning in positive and negative electrospray ionization modes, and quantification was carried out using the external standard method. [Results] The 81 target analytes showed good linear relationships within their respective mass concentration ranges, with correlation coefficients greater than 0.990 0. The limits of quantification ranged from 0.01 to 0.40 mg/kg. The average recoveries ranged from 71.0% to 119.5%. The relative standard deviations for method precision and repeatability were all less than 13.5% ($n=6$). [Conclusion] The method is simple, rapid, highly accurate, and shows good repeatability, and is suitable for the detection of illegal weight loss additives in tablet candy.

Keywords: ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; tablet candy; illegal weight loss additives; rapid detection

肥胖已成为威胁人类健康的公共卫生问题^[1]。因此, 在不知情的情况下服用将会对健康和生命安全造成严重的威胁。2016 年, 南方日报报道互联网商家售卖含奥利司他的减肥产品导致消费者肝脏受损^[2]; 2021 年, 美国一

基金项目: 重庆市市场监督管理局科研计划项目(编号: CQSJKJDW2024037, CQSJKJDW2024035)

通信作者: 李红丽(1987—), 女, 重庆市食品药品检验检测研究院工程师, 硕士。E-mail: lihongli@cqifdc.org.cn

收稿日期: 2025-08-31 **改回日期:** 2026-03-09

引用格式: 李红丽, 苏敏, 吴彦蕾, 等. UPLC-MS/MS 快速测定压片糖果中 81 种减肥类非法添加物[J]. 食品与机械, 2026, 42(8): 61-69.

Citation: Li Hongli, Su Min, Wu Yanlei, et al. Rapid determination of 81 illegal weight loss additives in tablet candy by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2026, 42(8): 61-69.

患者因服用减肥草本补充剂引发了西布曲明急性中毒死亡^[3];2025年,北京市海淀区市场监管局披露多名网红主播销售的“减肥神药”中检出了利尿剂成分“布噻嗪”^[4]。中国已将西布曲明、麻黄碱等列入《保健食品中可能非法添加的物资名单(第一批)》中。常见的减肥类非法添加包括食欲抑制剂类、能量消耗增强剂类、降糖药类、脂肪酶抑制剂类、利尿剂类、轻泄类、降脂类和 β -受体兴奋剂类,因其添加药物剂量不明确、配伍关系不确切、所添加药物来源不明、所含药物杂质不清晰等特点,亟需建立一种全面、快速的筛查技术以应对监管需求。

目前,食品中非法添加检测方法主要有薄层色谱法^[5]、气相色谱—质谱法^[6-7]、液相色谱法^[8]及液相色谱—串联质谱法^[9-10]等。其中液相色谱—串联质谱法因其专属性强、灵敏度高、准确度好被用于对复杂样本进行准确定性和定量分析。胡紫艳等^[11]建立了一种超高效液相色谱—串联质谱同时测定减肥类食品中55种非法添加物的分析方法,平均回收率为75.2%~121.6%,各化学药物检测限为0.02~1.25 $\mu\text{g/g}$;李晓芹等^[12]利用UPLC-Q-TOF-MS发现了一种未知酚丁类化合物,确证为氟代双醋酚丁。然而,现有补充检验方法及文献报道方法所覆盖的化合物数量有限,难以全面应对当前非法添加物种类增多、隐匿性强的发展趋势。

试验拟从八大类常见减肥非法添加物中系统筛选出81种高频出现、风险突出的化合物作为检测对象,采用超高效液相色谱—串联质谱法,以压片糖果为样本,通过对前处理方法、仪器条件进行优化,建立一种可同时快速筛查81种非法添加物的高通量分析方法,旨在为减肥食品中多类别非法添加物的监控提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

81种减肥类非法添加标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$,北京曼哈格生物科技有限公司;

聚四氟乙烯(PTFE)滤膜:0.22 μm ,华谱生物科技(重庆)有限公司;

甲醇、乙腈、甲酸:色谱纯,德国Merck公司;

压片糖果:市售或客户委托送样。

1.1.2 主要仪器设备

液相色谱仪:1290 Infinity型,美国安捷伦公司;

三重四极杆串联质谱仪:AB SCIEX 5500型,美国AB SCIEX公司;

色谱柱:Waters ACQUITY UPLC HSS T3(50 mm $\times$ 2.1 mm,1.8 μm),美国Waters公司;

涡旋振荡仪:VORTEX GENIUS3型,德国IKA公司;

超纯水机:UPH-I-20TN型,四川优普超纯科技有限公司;

电子天平:ME204T/02型,梅特勒—托利多科技(中国)有限公司;

超声波清洗器:XJ-700KT型,方需科技(上海)有限公司。

1.2 方法

1.2.1 标准品配制

(1)标准储备液:分别准确移取81种减肥类标准溶液适量,用甲醇定容,配制成质量浓度为10 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液,-18 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存。

(2)混合标准溶液:移取1.00 mL 81种标准储备液,用甲醇定容,配制成质量浓度为1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准溶液,-18 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存。

(3)标准工作液:根据试验需要移取适量混合标准溶液,用甲醇稀释成所需浓度,临配现用。

1.2.2 样品处理 精确称取压片糖果粉末1.000 0 g于具塞离心管中,加入80%甲醇水(含0.1%甲酸)20 mL,涡旋1 min,使其混匀,超声提取15 min。冷却,8 000 r/min离心5 min,上清液转移至50 mL比色管中,重复提取1次,合并两次提取液,用80%甲醇水(含0.1%甲酸)定容。过0.22 μm 微孔滤膜后上机测定。必要时用80%甲醇水(含0.1%甲酸)稀释至合适浓度。

1.2.3 液相色谱—串联质谱条件

(1)色谱条件:Waters ACQUITY UPLC HSS T3色谱柱(50 mm $\times$ 2.1 mm,1.8 μm);柱温40 $^{\circ}\text{C}$;流速0.3 mL/min;进样体积2.0 μL ;流动相A为0.1%甲酸水溶液,流动相B为甲醇,梯度洗脱:0~0.5 min,95% A;0.5~1.5 min,95%~50% A;1.5~4.0 min,50%~5% A;4.0~6.0 min,5% A;6.0~6.1 min,5%~95% A;6.1~8.0 min,95% A。

(2)质谱条件:电喷雾(ESI)离子源,正/负离子同时扫描;多反应监测(MRM)模式;离子源电压:正离子模式5 500 V,负离子模式-4 500 V;离子源温度550 $^{\circ}\text{C}$;气帘气0.24 MPa;雾化器(GAS1)0.38 MPa;辅助气(GAS2)0.38 MPa;81种非法添加化合物信息及质谱参数见表1。

1.2.4 基质效应评价 参照李红丽等^[13]的方法对81种药物的基质效应(ME)进行评价,按式(1)计算基质效应。

$$I_s = \left(\frac{K_2}{K_1} - 1 \right) \times 100\%, \quad (1)$$

式中:

I_s ——离子抑制率,%;

K_1 ——溶剂标曲斜率;

K_2 ——基质匹配标曲斜率。

1.2.5 方法学验证 在空白压片糖果基质中添加低浓度混合标准溶液,以10倍信噪比($S/N=10$)计算方法定量限。前处理时加入1,2,10倍定量限3个加标水平进行加标回收试验和精密度试验,每个水平测定6次,计算平均

回收率和相对标准偏差。

1.2.6 数据处理 采用质谱仪配置工作站 Analyst Software 和 Multi Quant 系统进行数据采集和分析,利用 Excel 软件进行数据统计分析。

2 结果与分析

2.1 质谱条件优化

取 0.5 μg/mL 的 81 种非法添加药物混合标准中间液,

分别在正、负离子模式下进行全扫描,确定 81 种化合物的母离子,再对相应的准分子离子进行二级质谱扫描,选取丰度较高的 2 个子离子分别作为定量和定性离子,以 MRM 模式优化去簇电压、碰撞能等质谱参数,质谱参数优化结果见表 1。

2.2 81 种减肥类非法添加标准色谱图

81 种非法添加标准溶液的总离子流如图 1 所示。

表 1 81 种减肥类化合物的质谱参数[†]

Table 1 Mass spectral parameters of 81 weight-loss compounds

化合物	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	去簇电压/V	碰撞能/V	电离模式
西布曲明	280.2	139.0 [*] , 164.0	80	22, 24	ESI+
<i>N</i> -单去甲基西布曲明	303.1	164.0 [*] , 139.0	70	24, 15	ESI+
<i>N,N</i> -双去甲基西布曲明	252.2	139.0 [*] , 139.0	70	15, 23	ESI+
豪莫西布曲明	294.2	139.0 [*] , 187.0	80	23, 16	ESI+
芬氟拉明	232.1	187.0 [*] , 134.1	80	16, 12	ESI+
苯丙醇胺	152.1	134.1 [*] , 91.1	30	12, 20	ESI+
分特拉明	150.1	91.1 [*] , 129.1	30	20, 38	ESI+
氯卡色林	196.1	129.1 [*] , 184.1	130	38, 17	ESI+
安非他酮	240.1	184.1 [*] , 91.0	50	17, 21	ESI+
安非他明	136.1	91.0 [*] , 91.1	60	21, 52	ESI+
苄基西布曲明	314.2	91.1 [*] , 159.2	60	52, 30	ESI+
氯西布曲明	314.1	159.2 [*] , 363.0	70	30, 39	ESI+
利莫那班	463.1	363.0 [*] , 109.1	130	39, 40	ESI+
西酞普兰	325.2	109.1 [*] , 264.1	80	40, 14	ESI+
托吡酯	340.2	264.1 [*] , 275.2	30	14, 17	ESI+
舍曲林	306.3	275.2 [*] , 148.1	50	17, 18	ESI+
氯苯那敏	328.0	159.0 [*] , 122.9	60	20, 25	ESI+
麻黄碱	166.1	148.1 [*] , 148.1	80	18, 23	ESI+
伪麻黄碱	166.1	148.1 [*] , 138.1	80	23, 25	ESI+
咖啡因	195.1	138.1 [*] , 162.1	80	25, 16	ESI+
甲基麻黄碱	180.1	162.1 [*] , 124.2	40	16, 27	ESI+
茶碱	181.3	124.2 [*] , 369.1	80	27, 20	ESI+
格列本脲	494.2	369.1 [*] , 169.1	100	20, 35	ESI+
格列波脲	367.2	170.2 [*] , 152.1	123	16, 24	ESI+
格列齐特	324.1	127.1 [*] , 110.1	142	20, 30	ESI+
格列美脲	491.2	352.1 [*] , 126.1	150	12, 36	ESI+
格列吡嗪	446.2	321.1 [*] , 347.0	95	16, 12	ESI+
格列喹酮	528.2	403.1 [*] , 386.1	119	24, 12	ESI+
苯乙双胍	206.1	60.0 [*] , 105.1	111	20, 32	ESI+
吡格列酮	357.1	134.1 [*] , 119.0	123	36, 64	ESI+
瑞格列奈	453.3	86.0 [*] , 162.0	111	28, 20	ESI+
罗格列酮	358.1	135.1 [*] , 107.0	146	28, 44	ESI+
甲苯磺丁脲	271.1	155.0 [*] , 74.0	91	16, 12	ESI+
奥利司他	496.4	319.3 [*] , 160.1	100	16, 30	ESI+
美托拉宗	366.1	259.0 [*] , 150.8	80	20, 26	ESI+
吲达帕胺	366.1	132.1 [*] , 240.0	40	18, 30	ESI+
布美他尼	365.1	240.0 [*] , 107.1	70	30, 42	ESI+

续表 1

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压/V	碰撞能/V	电离模式
螺内酯	341.3	107.1 [*] , 264.0	60	42, 27	ESI+
托拉塞米	349.0	264.0 [*] , 163.0	70	27, 25	ESI+
依普利酮	415.0	163.0 [*] , 107.0	100	25, 38	ESI+
坎利酮	341.0	107.0 [*] , 171.1	135	38, 25	ESI+
阿米洛利	229.9	171.1 [*] , 237.1	60	25, 36	ESI+
氨苯喋啶	254.1	237.1 [*] , 225.1	115	36, 25	ESI+
酚酞	319.1	225.1 [*] , 141.1	80	25, 40	ESI+
比沙可啶	362.1	184.1 [*] , 184.1	80	30, 30	ESI+
双环丙酸酯比沙可啶	414.2	184.1 [*] , 240.1	80	30, 35	ESI+
双丙酚丁	430.2	224.1 [*] , 240.1	80	28, 30	ESI+
双酚沙丁	334.1	240.1 [*] , 256.2	80	30, 28	ESI+
酚丁双环丙甲酸酯	454.2	162.0 [*] , 258.0	80	35, 20	ESI+
4-氯酚丁	352.1	258.0 [*] , 258.0	80	20, 35	ESI+
4-氯双异丁酚丁	492.2	258.0 [*] , 184.2	80	35, 26	ESI+
去乙酰基比沙可啶	278.1	184.2 [*] , 44.1	70	26, 45	ESI+
氟西汀	310.1	44.1 [*] , 192.2	35	45, 28	ESI+
帕罗西汀	330.1	192.2 [*] , 275.2	90	28, 41	ESI+
奈法唑酮	471.3	275.2 [*] , 199.1	120	41, 35	ESI+
洛伐他汀	405.3	199.1 [*] , 199.1	85	35, 33	ESI+
辛伐他汀	419.3	199.1 [*] , 139.1	90	33, 30	ESI+
苯扎贝特	362.2	139.1 [*] , 233.1	90	30, 22	ESI+
非诺贝特	361.1	233.1 [*] , 138.1	80	22, 15	ESI+
苯佐卡因	166.1	138.1 [*] , 259.1	80	15, 15	ESI+
克伦特罗	277.1	259.1 [*] , 163.9	80	15, 23	ESI+
莱克多巴胺	302.2	163.9 [*] , 166.0	80	23, 18	ESI+
沙丁胺醇	240.2	166.0 [*] , 152.0	78	18, 22	ESI+
特布他林	226.2	152.0 [*] , 324.2	70	22, 29	ESI+
纳曲酮	342.3	324.2 [*] , 119.0	80	29, -22	ESI-
唑尼沙胺	210.8	119.0 [*] , 285.0	-60	-22, -25	ESI-
呋塞米	329.0	285.0 [*] , 242.9	-80	-25, -15	ESI-
利尿酸	300.9	242.9 [*] , 83.0	-70	-15, -22	ESI-
乙酰唑胺	221.0	83.0 [*] , 205.0	-50	-22, -28	ESI-
精磺胺	284.0	205.0 [*] , 214.0	-100	-28, -45	ESI-
氯噻嗪	294.0	214.0 [*] , 269.0	-100	-45, -27	ESI-
氢氯噻嗪	296.0	269.0 [*] , 146.0	-100	-27, -27	ESI-
氯噻酮	337.0	146.0 [*] , 258.0	-100	-27, -25	ESI-
甲氯噻嗪	358.0	258.0 [*] , 300.0	-80	-25, -29	ESI-
依匹噻嗪	424.0	300.0 [*] , 308.0	-120	-29, -34	ESI-
苄噻嗪	430.0	308.0 [*] , 322.0	-130	-34, -34	ESI-
环噻嗪	388.0	322.0 [*] , 418.0	-110	-34, -19	ESI-
苄氟噻嗪	420.0	289.0 [*] , 205.0	-150	-34, -39	ESI-
环戊噻嗪	378.0	205.0 [*] , 240.0	-160	-39, -22	ESI-
丙磺舒	284.0	240.0 [*] , 225.1	-80	-22, -35	ESI-
大黄素	269.0	225.1 [*] , 182.0	-70	-35, -41	ESI-

† *为定量离子。

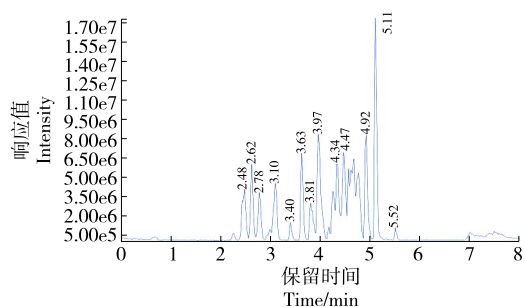


图1 标准物质总离子流图

Figure 1 Total ion flow diagram of the standard substance

2.3 前处理条件优化

待测化合物的物化性质会直接影响提取溶剂的选

择^[14]。BJS 201701、BJS 201710采用甲醇作为提取溶剂；BJS 202209、康绍英等^[15]采用50%甲醇溶液(含0.1%甲酸)作为提取溶剂；BJS 202409采用50%甲醇溶液作为提取溶剂；张秋炎等^[16]采用80%甲醇(含0.1%甲酸)提取食品及保健食品中非法添加酚汀等23种致泻性成分，回收率良好。试验考察了甲醇、50%甲醇水、50%甲醇水(含0.1%甲酸)、50%乙腈水、80%甲醇(含0.1%甲酸)的提取效果，结果见表2，当以80%甲醇(含0.1%甲酸)为提取溶剂时，回收率在80%~110%的化合物数量最多，可能是少量的甲酸可以促进大多化合物在正离子模式下电离，大多数减肥类非法添加易溶于有机溶剂^[17]，压片糖果主要原料为食用葡萄糖和麦芽糊精，易溶于水，因此，选择80%甲醇水(含0.1%甲酸)作为提取溶剂。

表2 81种化合物在不同提取溶剂中和不同标曲定量的回收率范围

Table 2 Recovery ranges of 81 compounds with different extraction solvents and calibration curves

回收率范围/%	甲醇	50%甲醇水	50%甲醇水 (含0.1%甲酸)	50%乙腈水	80%甲醇 (含0.1%甲酸)	溶剂标曲 定量	基质标曲 定量
<60	0	10	3	2	0	4	0
60~80	3	16	20	10	3	7	3
80~110	41	25	27	31	50	29	50
110~120	37	25	24	29	28	32	28
≥120	0	5	7	9	0	9	0

2.4 基质效应评价及补偿

食品基质复杂，质谱分析时基质效应不可忽略^[13]。利用式(1)评价基质效应， $I_s > 0$ 为基质增强； $I_s < 0$ 为基质抑制。 $|I_s| < 20\%$ 为弱基质效应； $20\% < |I_s| < 50\%$ 为中等基质效应； $|I_s| > 50\%$ 为强基质效应。考察了81种待测物在压片糖果中的基质效应，结果见表3。由表3可知，压片糖果中 I_s 值为 $-49.2\% \sim 37.9\%$ ，属于中等和弱基质效应，需校正或补偿基质效应，采用配制基质标曲补偿基质效应。由表2可知，经基质标曲校正后，回收率在80%~110%的化合物数量明显增多，因此，采用基质匹配标曲进行定量能有效补偿基质效应带来的影响。

2.5 基质标曲的线性范围、检出限与定量限

用空白基质提取液将81种非法添加稀释成系列混合标准溶液，按1.2.3仪器条件进行测定，以定量离子对的峰面积对其质量浓度进行线性回归，获得线性回归方程和相关系数(见表3)。由表3可知，在各自的质量浓度范围内，81种非法添加的线性关系良好，相关系数为0.990 0~0.999 9。方法的检出限为0.005~0.200 mg/kg，定量限为0.01~0.40 mg/kg。

2.6 回收率和精密度

由表3可知，压片糖果中减肥类非法添加的平均回收率为71.0%~119.5%，相对标准偏差为1.1%~3.5%。随

着加标量的增大，低回收率(60%~80%)化合物数量由3种增加到17种，高回收率(110%~120%)化合物数量由28种降低到12种，可能的原因有：① 基质效应的影响。加标量为低浓度时，基质干扰物相对过量，可能引起离子增强(导致回收率 $> 110\%$)，加标量为高浓度时，目标物与基质干扰物在离子化过程中竞争加剧，导致抑制效应主导，从而使回收率降至80%甚至更低。② 非线性效应。质谱在高浓度下可能响应饱和，导致测得的信号值低于理论值，计算出的回收率偏低。③ 提取效率限制。在高浓度时样品前处理方法的提取率可能达到饱和，无法按比例提取更多目标物。校正建议：① 尽量选择配料表接近的阴性样品作为基质配制基质标曲；② 扩展标准曲线范围或分段定量；③ 加标浓度或阳性样浓度过高时，前处理完后应稀释至合适浓度或降低样品称样量。

2.7 实际样品分析

采用试验方法对50批压片糖果(其中草本类压片糖果20批，白芸豆压片糖果10批，益生菌压片糖果10批，咖啡豆压片糖果5批，其他5批)进行测试，发现11批次压片糖果(草本类压片糖果6批，白芸豆压片糖果3批，益生菌压片糖果1批，咖啡豆压片糖果1批)检出非法添加，检出率为22%，其他均未检出。检出组分为西布曲明、茶碱、

表 3 81 种非法添加的线性范围、相关系数、检出限、定量限、平均回收率、相对标准偏差及基质效应
Table 3 Linear ranges, correlation coefficients, limits of detection, limits of quantification, mean recoveries, relative standard deviations, and matrix effects for 81 illegal additives ($n = 6$)

化合物	线性范围/ ($\text{ng}\cdot\text{mL}^{-1}$)	相关系数	检出限/ ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	定量限/ ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	回收率/%			离子抑制 率/%
					1 倍	2 倍	10 倍	
西布曲明	0.2~10	0.999 7	0.005	0.01	115.9	104.7	109.0	-15.3
<i>N</i> -单去甲基西布曲明	2~100	0.997 6	0.050	0.10	91.7	104.3	73.6	7.2
<i>N,N</i> -双去甲基西布曲明	0.2~10	0.998 3	0.005	0.01	118.1	99.4	107.2	-19.2
豪莫西布曲明	0.2~10	0.999 3	0.005	0.01	116.0	110.1	93.0	-11.2
芬氟拉明	0.2~10	0.999 9	0.005	0.01	91.0	91.1	85.3	-18.7
苯丙醇胺	0.4~20	0.999 4	0.010	0.02	89.8	96.9	97.4	-10.4
分特拉明	0.4~20	0.999 1	0.010	0.02	86.3	80.2	98.6	-11.4
氯卡色林	0.2~10	0.999 6	0.005	0.01	88.8	86.8	88.5	-17.7
安非他酮	0.4~20	0.998 2	0.010	0.02	108.4	98.6	87.5	-20.3
安非他明	2~100	0.995 7	0.050	0.10	83.6	74.0	103.5	-24.5
苄基西布曲明	2~100	0.998 8	0.050	0.10	113.2	112.6	88.8	-18.3
氯西布曲明	0.4~20	0.999 6	0.010	0.02	108.3	112.3	93.0	-18.9
利莫那班	0.2~10	0.998 7	0.005	0.01	114.4	110.5	79.1	-26.8
西酞普兰	0.2~10	0.995 0	0.005	0.01	105.9	89.3	76.1	-11.5
托吡酯	2~100	0.999 5	0.050	0.10	114.2	110.8	113.0	2.3
舍曲林	0.4~20	0.994 4	0.010	0.02	112.9	102.8	86.4	-24.7
氯苯那敏	0.4~20	0.998 0	0.010	0.02	105.5	88.0	87.6	-30.6
麻黄碱	0.2~10	0.997 7	0.005	0.01	100.2	97.8	112.6	-5.0
伪麻黄碱	0.2~10	0.998 2	0.005	0.01	108.6	100.7	91.4	-19.7
咖啡因	0.4~20	0.997 4	0.010	0.02	82.0	75.6	97.4	-31.6
甲基麻黄碱	0.2~10	0.997 9	0.005	0.01	102.4	93.8	82.2	-23.8
茶碱	0.4~20	0.997 9	0.010	0.02	81.1	83.8	89.4	-46.1
格列本脲	0.4~20	0.999 2	0.010	0.02	117.6	95.3	101.2	-17.5
格列波脲	2~100	0.995 1	0.050	0.10	107.9	93.2	110.5	-23.8
格列齐特	0.2~10	0.992 6	0.005	0.01	85.4	79.0	73.5	-46.2
格列美脲	0.2~10	0.994 7	0.005	0.01	118.6	101.6	112.8	-7.7
格列吡嗪	0.2~10	0.992 0	0.005	0.01	117.8	98.1	85.0	-11.7
格列喆酮	0.4~20	0.998 6	0.010	0.02	116.0	114.5	107.4	-18.6
苯乙双胍	0.4~20	0.998 3	0.010	0.02	104.9	82.6	80.2	-0.9
吡格列酮	0.4~20	0.999 9	0.010	0.02	92.2	108.4	97.7	-25.4
瑞格列奈	0.2~10	0.998 7	0.005	0.01	78.7	87.9	115.2	-13.9
罗格列酮	0.2~10	0.998 8	0.005	0.01	84.8	78.5	113.8	-16.4
甲苯磺丁脲	2~100	0.997 3	0.050	0.10	111.0	110.2	88.2	-6.9
奥利司他	8~400	0.993 6	0.200	0.40	114.4	117.0	79.4	34.4
美托拉宗	0.2~10	0.999 8	0.005	0.01	91.4	97.5	71.0	-18.1
吲达帕胺	0.2~10	0.999 4	0.005	0.01	105.4	104.0	78.9	-10.5
布美他尼	2~100	0.994 1	0.050	0.10	80.6	79.9	82.6	-8.1
螺内酯	0.4~20	0.995 1	0.010	0.02	99.9	96.6	100.4	-35.3
托拉塞米	0.2~10	0.999 5	0.005	0.01	103.5	118.8	103.3	-4.0
依普利酮	2~100	0.999 2	0.050	0.10	104.4	101.6	78.9	-20.5

续表3

化合物	线性范围/ (ng·mL ⁻¹)	相关系数	检出限/ (mg·kg ⁻¹)	定量限/ (mg·kg ⁻¹)	回收率/%			离子抑制 率/%
					1倍	2倍	10倍	
坎利酮	0.4~20	0.998 6	0.010	0.02	105.3	106.8	97.9	-28.5
阿米洛利	0.2~10	0.999 8	0.005	0.01	100.1	95.9	80.0	-7.1
氨苯喋啶	0.2~10	0.998 9	0.005	0.01	95.0	85.9	85.4	-24.3
酚酞	0.2~10	0.999 8	0.005	0.01	114.8	106.4	79.7	37.9
比沙可啶	0.4~20	0.998 6	0.010	0.02	112.8	108.8	78.8	-31.9
双环丙酸酯比沙可啶	0.4~20	0.994 5	0.010	0.02	91.2	82.1	75.2	-6.2
双丙酚丁	0.4~20	0.999 6	0.010	0.02	76.6	76.5	91.7	-28.8
双酚沙丁	0.4~20	0.997 5	0.010	0.02	105.2	112.0	77.6	-16.5
酚丁双环丙甲酸酯	0.4~20	0.999 5	0.010	0.02	96.8	86.8	119.3	-20.3
4-氯酚丁	0.4~20	0.997 6	0.010	0.02	113.6	111.0	88.2	-29.0
4-氯双异丁酚丁	2~100	0.992 4	0.050	0.10	101.0	112.8	87.4	-33.2
去乙酰基比沙可啶	0.2~10	0.993 2	0.005	0.01	77.9	87.1	107.2	11.4
氟西汀	0.4~20	0.999 1	0.010	0.02	109.5	107.4	106.9	-21.9
帕罗西汀	0.4~20	0.999 0	0.010	0.02	105.4	103.5	97.5	7.1
奈法唑酮	2~100	0.997 8	0.050	0.10	115.3	104.4	116.4	-22.9
洛伐他汀	2~100	0.999 0	0.050	0.10	112.0	111.6	114.9	11.2
辛伐他汀	2~100	0.996 3	0.050	0.10	113.5	99.3	104.4	-38.6
苯扎贝特	2~100	0.999 5	0.050	0.10	111.7	119.5	74.7	-20.8
非诺贝特	0.2~10	0.998 7	0.005	0.01	111.8	107.2	106.4	-22.9
苯佐卡因	0.2~10	0.999 9	0.005	0.01	96.0	89.5	109.6	2.7
克伦特罗	2~100	0.999 3	0.050	0.10	107.0	104.1	90.2	0.0
莱克多巴胺	0.2~10	0.999 7	0.005	0.01	109.7	106.5	112.2	-5.3
沙丁胺醇	0.2~10	0.993 9	0.005	0.01	111.2	114.1	104.6	12.6
特布他林	0.2~10	0.998 8	0.005	0.01	105.8	115.6	101.1	-6.8
纳曲酮	0.4~20	0.992 3	0.010	0.02	100.2	109.4	103.6	-20.7
唑尼沙胺	8~400	0.996 9	0.200	0.40	110.4	118.2	84.1	-49.2
呋塞米	2~100	0.991 9	0.050	0.10	91.7	110.7	79.8	-43.8
利尿酸	8~400	0.990 2	0.200	0.40	102.1	104.3	80.3	-36.0
乙酰唑胺	8~400	0.999 4	0.200	0.40	109.7	75.3	78.9	-7.7
精磺胺	8~400	0.991 0	0.200	0.40	106.8	81.3	85.3	-4.4
氯噻嗪	8~400	0.998 5	0.200	0.40	104.0	100.6	83.1	-6.4
氢氯噻嗪	8~400	0.995 9	0.200	0.40	100.7	89.2	85.5	-27.5
氯噻酮	8~400	0.993 4	0.200	0.40	106.4	106.4	82.1	-3.8
甲氯噻嗪	8~400	0.990 0	0.200	0.40	107.9	109.3	88.8	-19.6
依匹噻嗪	8~400	0.990 2	0.200	0.40	117.6	98.0	86.9	0.0
苄噻嗪	8~400	0.996 7	0.200	0.40	108.7	116.8	110.9	5.2
环噻嗪	8~400	0.990 4	0.200	0.40	105.6	107.7	81.2	29.6
苄氟噻嗪	8~400	0.999 3	0.200	0.40	115.1	107.7	71.6	-24.0
环戊噻嗪	8~400	0.991 4	0.200	0.40	118.4	102.9	80.7	-21.0
丙磺舒	8~400	0.999 5	0.200	0.40	112.6	100.1	76.6	-12.4
大黄素	8~400	0.999 1	0.200	0.40	112.5	112.4	114.1	-15.8

精磺胺、氢氯噻嗪、环噻嗪以及大黄素,含量为 0.142~625 mg/kg;与 BJS 201710、BJS202209、BJS 202409 方法比对结果吻合。典型阳性样品的测定结果见表 4,其中检出频率最高的成分为西布曲明和精磺胺。图 2 为检出西布

曲明的阳性样 A2025022 与标准品的色谱峰和质谱峰对比图。上述组分在食品中均属于非法添加物,原则上不得检出,说明在压片糖果中存在非法添加的风险,相关部门应加强监管。

表 4 典型阳性样品的测定结果
Table 4 Measurement results for typical positive samples

样品编号	样品名称	检测含量/(mg·kg ⁻¹)					
		西布曲明	茶碱	精磺胺	氢氯噻嗪	环噻嗪	大黄素
A2025015	草本果蔬压片糖果			112	0.887		
A2025016	草本果蔬压片糖果			52.6	1.19		
A2025017	草本纤维压片糖果			132	2.13		
A2025020	草本果蔬压片糖果	0.789		104			
A2025021	草本果蔬压片糖果	0.370		130			
A2025022	白芸豆压片糖果	2.18					
A2025023	不老莓植物纤维压片糖果	0.276					
A2025024	白芸豆植物果蔬片	0.142					
A2025052	CARB ARMOUR 白芸豆咀嚼片		2.93				
A2025054	益生菌酵素片					625	
A2025104	咖啡豆压片糖果		1.11				0.580

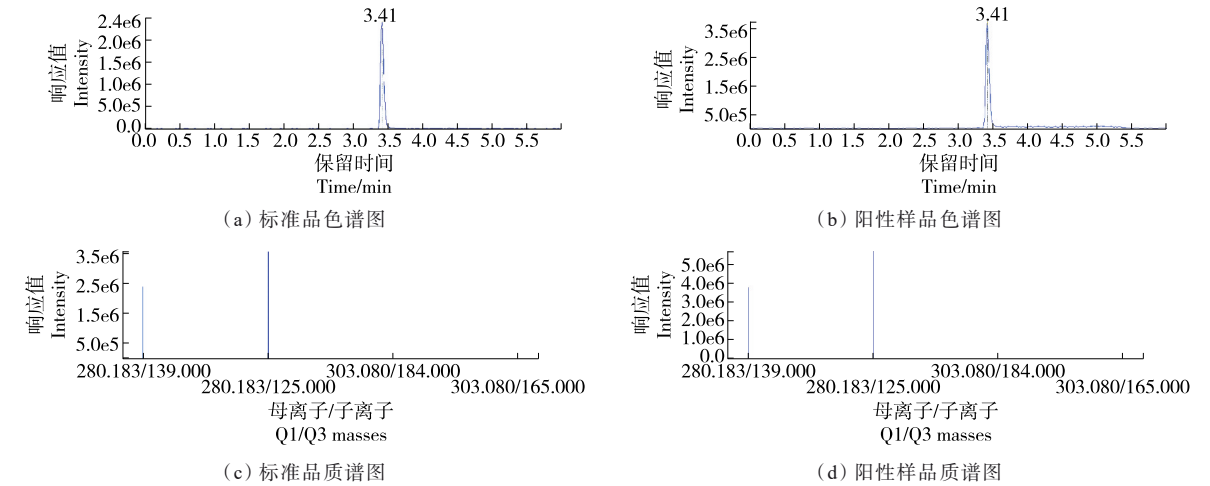


图 2 西布曲明阳性样品与标准品对比图

Figure 2 Comparison of sibutramine-positive sample and standard

3 结论

通过优化前处理和仪器条件,建立了一种快速测定压片糖果中西布曲明等 81 种减肥类非法添加的超高效液相色谱—串联质谱法。结果表明,81 种待测药物在相应质量浓度范围内呈良好线性关系,相关系数>0.990 0;定量限为 0.01~0.40 mg/kg;平均回收率为 71.0%~119.5%,方法精密度和重复性的相对标准偏差均<13.5%(n=6)。该方法简单快速、重复性好、准确度高,适用于压片糖果中减肥类非法添加药物的检测。但该方法仅局限于已知

非法添加的筛查,无法监测新型的未知药物,后续将利用 HPLC-Q-Orbitrap,运用质量亏损机理,研究其质谱裂解规律,寻找非靶向全息式特征碎裂片段,构建未知减肥功能药物的非靶向筛查及确证技术。

参考文献

[1] 李晓杨. 框架理论视域下《中国青年报》减肥报道文本研究 (2011 年—2021 年)[D]. 石家庄: 河北经贸大学, 2022: 1-2.
Li X Y. Research on the weight loss report text of China youth daily from the perspective of frame theory (2011—2021)[D].

- Shijiazhuang: Hebei University of Economics and Business, 2022: 1-2.
- [2] 南方日报. 减肥产品非法添加违禁成分网购时须擦亮双眼[EB/OL]. (2016-11-02) [2025-02-15]. <http://gd.sina.com.cn/zj/2016-11-02/city-zj-ixxmyuk5559168.shtml>.
- Southern Daily. Illegal additives in weight-loss products: be vigilant when shopping online[EB/OL]. (2016-11-02) [2025-02-15]. <http://gd.sina.com.cn/zj/2016-11-02/city-zj-ixxmyuk5559168.shtml>.
- [3] Rodriguez-Guerra M, Yadav M, Bhandari M, et al. Sibutramine as a cause of sudden cardiac death[J]. *Case Reports in Cardiology*, 2021, 2 021(1): 8896932.
- [4] 李翔. 网销“减肥神药”竟是“毒”药? [N]. 中国市场监管报, 2025-02-27(3).
- Li X. Is the "miracle weight-loss drug" promoted by an online influencer actually a "toxic" drug?[N]. *China Market Regulation News*, 2025-02-27(3).
- [5] Ariburnu E, Uludag M F, Yalcinkaya H, et al. Comparative determination of sibutramine as an adulterant in natural slimming products by HPLC and HPTLC densitometry[J]. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 2012, 64/65: 77-81.
- [6] Kisher H, Gould O, Honeychurch K C. Applications of gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry for the determination of illegal drugs used in drink spiking[J]. *Chemosensors*, 2025, 13(6): 205.
- [7] Alhazmi H A, Ahsan W, Al Bratty M, et al. Chemo-profiling of illicit amphetamine tablets seized from jazan, Saudi Arabia, using gas chromatography-mass spectrometry and chemometric techniques[J]. *Journal of Chemistry*, 2021, 2 021: 1517785.
- [8] 陈同强, 曾湘媚, 李灿, 等. 高效液相色谱法检测白酒中非法添加头痛粉[J]. *中国酿造*, 2019, 38(12): 179-182.
- Chen T Q, Zeng X M, Li C, et al. Determination of headache powder illegally added into Baijiu by high performance liquid chromatography[J]. *China Brewing*, 2019, 38(12): 179-182.
- [9] Fu Y Q, Zhou Z H, Kong H W, et al. Nontargeted screening method for illegal additives based on ultrahigh-performance liquid chromatography-high-resolution mass spectrometry[J]. *Analytical Chemistry*, 2016, 88(17): 8 870-8 877.
- [10] Mans D J, Gucinski A C, Dunn J D, et al. Rapid screening and structural elucidation of a novel sibutramine analogue in a weight loss supplement: 11-desisobutyl-11-benzylsibutramine [J]. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 2013, 83: 122-128.
- [11] 胡紫艳, 金鑫, 张玲. UPLC-MS/MS法同时测定减肥食品中55种非法添加物[J]. *中国食品卫生杂志*, 2023, 35(1): 38-48.
- Hu Z Y, Jin X, Zhang L. Simultaneous determination of 55 kinds of chemicals illegally added into diet foods by UPLC-MS/MS[J]. *Chinese Journal of Food Hygiene*, 2023, 35(1): 38-48.
- [12] 李晓芹, 王伟, 张玲, 等. 减肥食品中酚丁类化合物筛查与质谱裂解规律[J]. *食品与机械*, 2026, 42(1): 43-49.
- Li X Q, Wang W, Zhang L, et al. Screening and fragmentation pattern analysis of oxyphenisatine and its derivatives in dietetic foods[J]. *Food & Machinery*, 2026, 42(1): 43-49.
- [13] 李红丽, 吴晓琴, 赵博, 等. QuEChERS-UPLC-MS/MS同时测定动物性食品中24种残留兽药的基质效应[J]. *食品与发酵工业*, 2021, 47(20): 253-259.
- Li H L, Wu X Q, Zhao B, et al. Matrix effect in analysis of 24 veterinary drug residues in animal-derived foods by QuEChERS-UPLC-MS/MS[J]. *Food and Fermentation Industries*, 2021, 47(20): 253-259.
- [14] 李红丽, 贺超, 苏敏, 等. QuEChERS-超高效液相色谱—串联三重四极杆质谱法同时测定猪肉中24种兽药残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2025, 16(4): 86-96.
- Li H L, He C, Su M, et al. Simultaneous determination of 24 kinds of veterinary drug residues in pork by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry[J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2025, 16(4): 86-96.
- [15] 康绍英, 李灿, 赵红清, 等. 高效液相色谱—三重四极杆质谱法测定酒类产品中59种非法添加药物[J]. *食品与机械*, 2025, 41(1): 86-96.
- Kang S Y, Li C, Zhao H Q, et al. Determination of 59 illegal drugs in alcoholic products by high performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry[J]. *Food & Machinery*, 2025, 41(1): 86-96.
- [16] 张秋炎, 罗辉泰, 廖均涛, 等. UPLC-MS/MS测定食品及保健食品中酚汀等23种致泻性成分[J]. *分析测试学报*, 2025, 44(2): 211-220.
- Zhang Q Y, Luo H T, Liao J T, et al. Determination of 23 laxative ingredients including oxyphenisatine in food and health-care food by UPLC-MS/MS[J]. *Journal of Instrumental Analysis*, 2025, 44(2): 211-220.
- [17] Jairoun A A, Al-Hemyari S S, Shahwan M, et al. Adulteration of weight loss supplements by the illegal addition of synthetic pharmaceuticals[J]. *Molecules*, 2021, 26(22): 6 903.