DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20250618002
引用格式: 高芳, 朱松松, 柳迪, 等. 高效液相色谱法检测食品中新型非法添加物双环己甲酰酚汀含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(7): 31–37.
GAO F, ZHU SS, LIU D, *et al*. Determination of the content of novel illegal additive dicyclohexylformylphentine in food by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(7): 31–37. (in Chinese with English abstract).

高效液相色谱法检测食品中新型非法添加物双环己甲酰酚汀含量

高 芳[1,2,3], 朱松松[1,2,3], 柳 迪[1,2,3], 夏金涛[1,2,3], 吴婉琴[1,2,3], 江 丰[1,2,3*], 王会霞[1,2,3]

[1. 湖北省食品质量安全监督检验研究院, 武汉 430075; 2. 国家市场监督管理总局重点实验室(动物源性食品中重点化学危害物检测技术), 武汉 430075; 3. 湖北时珍实验室, 武汉 430065]

摘 要: 目的 建立高效液相色谱法检测食品中新型非法添加物双环己甲酰酚汀的方法。**方法** 采用乙腈作为提取溶剂, 提取液经色谱柱 Waters Xbridge C_{18} (250 mm×4.6 mm, 5 μm)分离, 以乙腈+水为流动相进行等度洗脱, 外标法定量, 流速为 1.0 mL/min, 检测波长为 230 nm。**结果** 双环己甲酰酚汀在 0.5~50.0 μg/mL 质量浓度范围内的线性关系良好(r^2>0.9999), 检出限、定量限分别为 1 mg/kg、5 mg/kg; 在梅子、固体饮料和压片糖果 3 种不同基质和 1、2、10 倍定量限的 3 个质控水平下的回收率在 85.6%~99.2%, 相对标准偏差小于等于 3.54%。将该方法用于评估某批次网抽阳性样品违法添加含量, 与超高效液相色谱-质谱法测定结果高度一致。**结论** 该方法简便、高效、准确, 适用于食品中违法添加双环己甲酰酚汀的快速检验。

关键词: 高效液相色谱法; 双环己甲酰酚汀; 违法添加

Determination of the content of novel illegal additive dicyclohexylformylphentine in food by high performance liquid chromatography

GAO Fang[1,2,3], ZHU Song-Song[1,2,3], LIU Di[1,2,3], XIA Jin-Tao[1,2,3], WU Wan-Qin[1,2,3], JIANG Feng[1,2,3*], WANG Hui-Xia[1,2,3]

(1. *Hubei Provincial Institute for Food Supervision and Test*, *Wuhan* 430075, *China*; 2. *Key Laboratory of Detection Technology of Focus Chemical Hazards in Animal-derived Food*, *State Administration for Market Regulation*, *Wuhan* 430075, *China*; 3. *Hubei Shizhen Laboratory*, *Wuhan* 430065, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of the content of novel illegal additive dicyclohexylformylphentine in food by high performance liquid chromatography. **Methods** Acetonitrile was used as the extraction solvent, and the extraction solution was separated with a Waters Xbridge C_{18} (250 mm×4.6 mm, 5 μm) chromatographic column. Isocratic elution was carried out with acetonitrile+water as the mobile phase, and

收稿日期: 2025-06-18
基金项目: 国家市场监督管理总局科技计划项目(2024MK085); 国家市场监督管理总局科技创新人才计划(青年拔尖人才)项目(QNBJ202330); 湖北省自然科学基金联合基金项目(2025AFD726)
第一作者: 高芳(1991—), 女, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测与分析。E-mail: 1019457235@qq.com
***通信作者:** 江丰(1985—), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品检测技术与食品安全。E-mail: 1327192177@qq.com

quantified by the external standard method. The flow rate was 1.0 mL/min and the detection wavelength was 230 nm. **Results** The dicyclohexylformylphentine had a good linear relationship within the mass concentration range of 0.5–50.0 μg/mL (r^2>0.9999). The limit of detection and limit of quantitation were 1 mg/kg and 5 mg/kg, respectively. At 3 quality control levels of 1 times, 2 times and 10 times the limit of quantitation in 3 kinds of different matrices (plums, solid beverages and pressed candies), the recoveries ranged from 85.6% to 99.2%, with relative standard deviations less than or equal to 3.54%. This method was used to evaluate the illegal addition content of a batch of positive samples collected from online platforms, and the results were highly consistent with those determined by high performance liquid chromatography-mass spectrometry. **Conclusion** This method is simple, efficient and accurate, and is suitable for the rapid inspection of illegal additions of dicyclohexylformylphentine in food.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography; dicyclohexylformylphentine; illegal addition

0 引 言

酚酞(CAS: 77-09-8), 是一种常见的化学物质和药物成分, 曾作为刺激性泻药使用, 结构式如图 1 所示, 后因其可能具有致癌性被许多国家限制或禁止使用。酚汀类物质通常由酚酞的酚羟基酯化衍生所得, 保留了酚酞或酚汀的母核结构。

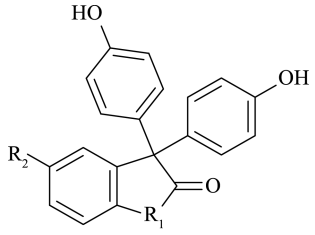


图 1 酚酞、酚汀的结构式

Fig.1 Structural formulas of phenolphthalein and phentine

近年来, 由于人们生活、物质水平的不断提高和饮食习惯的重大改变, 越来越多的人开始面对肥胖、高尿酸、高血脂或一些其他心脑血管疾病[1–3], 这严重影响我国人民群众尤其是青少年的身心健康。2024 年 6 月, 国家卫生健康委[4]联合多部门发布《关于印发“体重管理年”活动实施方案的通知》, 意在倡导和推进文明健康生活方式, 提升全民体重管理意识和技能, 预防和控制超重肥胖, 改善多数人群体重异常状况。然而由于部分消费者工作压力巨大或惰于健康锻炼, 寄希望于节食或服用减肥药以达到减重塑身的目的[5]。许多不法商家为攫取利润在食品如西梅、咖啡、压片糖果中加入一些酚汀/酚酞类物质, 并非法宣称或暗示该类商品具有减肥减脂效果进行违规售卖[6–7]。有些商家甚至不断更新酚汀取代基团化学结构, 合成添加新型致泻性化学物质以逃避监管[8–11]。酚汀类药物的危害可能源于其对肠道的强刺激性和潜在致癌性, 其通过刺激肠道黏膜神经末梢, 促进肠道蠕动和分泌, 但频繁刺激可能导致肠道黏膜炎症、出血, 甚至肠壁损伤[12–14]。由于食品标签中往往未标明此类非法添加药物的种类与剂量, 长期大量服用将严重威胁消费者健康。2023 年, 王晗等[15]建立了一种基于 QuEChERS 前处理与液相色谱-串联质谱(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)联用的检测方法, 样品经乙腈提取、净化吸附后分析, 在多反应监测模式下检测, 用于测定保健食品中双醋酚丁、托拉塞米和脱乙酰比沙可定的含量。黄康惠等[16]在 2023 年报道了一种高效液相色谱-串联质谱法测定食品中双丙酚丁、双醋酚丁、双酚沙丁、双酚沙丁醋酸酯、比沙可啶、脱乙酰比沙可啶的分析方法。2025 年, WU 等[17]采用超高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱法对多批次网购样品进行非靶向筛查, 首次发现了一种二环己基甲酯取代的双环己甲酰酚汀非法添加, 并使用核磁共振光谱对其分子结构进行了分析和鉴定。查阅国内外数据库和类似物检验标准, 发现该化合物未被报道, 并且仍尚未注册 CAS 登记号, 是一种新型双环己甲酰酚汀非法添加。然而, 截止目前, 大多已报道的该类物质检测方法主要集中在 LC-MS/MS、气相色谱-串联质谱法[18–24]、表面增强拉曼光谱法[25–26]等, 高效液相色谱法[27]较为少见。而质谱法或拉曼光谱法对设备要求较高, 仪器较昂贵, 且由于此类非法添加水平较高, 极容易造成仪器内部残留污染。高效液相色谱仪因为具有较好的仪器稳定性和抗污染能力, 被广泛运用在一些高含量违法添加的检测中, 例如现行标准中药品检验补充检验方法和检验项目批准件 2009030《补肾壮阳类中成药中 PDE 型抑制剂的快速检测方法》。鉴于此, 本研究基于高效液相色谱法建立了一种食品中新型酚丁类违法添加物质的快速测定方法, 为食品安全监管部门提供方法参考。

1 材料与方法

1.1 仪器、试剂与材料

Waters e2695 高效液相色谱仪(配备 Waters 2998 光电

二极管阵列检测器)、Waters Xbridge C_{18} 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm)(美国 Waters 公司); Allegra X-15R 型离心机(美国 Beckman 公司); Milli-Q 型超纯水机(法国 Millipore 公司); ME204/02 电子天平(感量 0.0001 g, 上海梅特勒-托利多仪器有限公司)。

乙腈、甲醇(色谱纯, 武汉弗顿控股有限公司); 乙酸铵(色谱纯, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 双环己甲酰酚汀标准品(分子式: $C_{34}H_{35}NO_5$, InChIKey: OKQSVXDYEXCFDK-UHFFFAOYSA-N, Reaxys ID: 62806047, 纯度≥98%, 中国标准药物集团有限公司, 由于此化合物为新型物质, 尚未注册 CAS 登记号, 故以 InChIKey 码及 Reaxys ID 表示, 以防混淆; 其中 InChIKey 是由国际纯粹与应用化学联合会支持开发的化学标识符, 用于在互联网及数据库中化合物的高效检索)。

酵素梅、固体饮料和压片糖果待测样品共 10 批次购自于国内某大型电商平台。

1.2　实验条件

1.2.1　标准溶液的配制

标准储备液: 精密称取双环己甲酰酚汀标准品 10.0 mg, 置于 20 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀, 配制成质量浓度为 500 μg/mL 的标准溶液储备液, –18 ℃避光保存。

标准工作溶液: 准确移取 1.0 mL 标准储备液, 置于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈稀释定容至刻度, 摇匀, 配制成质量浓度为 50 μg/mL 的标准中间液, 4 ℃冷藏避光保存。根据实验需要用空白基质溶液逐级稀释成标准系列工作液, 现用现配。

1.2.2　样品前处理

称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g), 置于 15 mL 离心管中, 准确加入 10 mL 乙腈, 涡旋 1 min 混匀后, 超声提取 15 min, 转移至离心机以 3800 r/min 离心 5 min, 取上清液经 0.22 μm 有机滤膜过滤后, 丢弃前两滴滤液, 取续滤液(依测定情况用乙腈稀释相应倍数)供高效液相色谱仪测定。

1.2.3　色谱条件

色谱柱: Waters Xbridge C_{18} 色谱柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm); 流动相 A: 乙腈; 流动相 B: 水, A:B=85:15 (*V*:*V*)等度洗脱; 柱温: 30 ℃; 进样量: 10 μL; 流速 1.0 mL/min; 检测波长: 230 nm。

1.3　数据处理

采用 Waters Empower 3 色谱数据处理软件对样品中所含目标化合物进行定性定量分析。

2　结果与分析

2.1　流动相的选择

本研究比较了不同比例的甲醇-纯水、甲醇-10 mmol/L 乙酸铵水溶液、乙腈-纯水和乙腈-10 mmol/L 乙酸铵水溶液 4 种流动相体系分离效果。参考其他酚汀类衍生物的色谱条件, 当流动相采用乙腈-10 mmol/L 乙酸铵水溶液(65:35, *V*:*V*)、甲醇-10 mmol/L 乙酸铵水溶液(65:35, *V*:*V*)时, 在 30 min 的观测窗口区间内未发现目标化合物(图 2a), 推测可能是由于流动相有机相比例较小, 洗脱能力不足; 当流动相采用乙腈-水=90:10 (*V*:*V*)时, 目标化合物的保留时间为 6.80 min(图 2b); 降低有机相比例至乙腈-水=80:20 (*V*:*V*)时, 目标化合物的保留时间约为 27.31 min(图 2c); 为减小目标化合物的保留时间, 进一步将有机相比例微调至乙腈-水=85:15 (*V*:*V*)时, 保留时间前移至 9.68 min(图 2d), 且无须向水相中添加乙酸铵, 峰型较好; 当采用甲醇-水(85:15, *V*:*V*)时, 保留时间较小, 约为 3.76 min(图 2d)。因此选择乙腈-水(85:15, *V*:*V*)为流动相。

2.2　吸收波长的选择

参考双环己甲酰酚汀的紫外吸收光谱图信息(图 3), 该化合物在 215~230 nm 之间有局部最大吸收波长。比较 210 nm 和 230 nm 两种吸收波长对分析的影响, 结果表明, 在较小吸收波长(210 nm)下的目标化合物峰积分面积要显著大于 230 nm 吸收波长下的峰面积, 但是也会造成峰型变宽、变矮, 导致分辨率显著降低。因此本方法最终采用更为准确可靠的 230 nm 吸收波长进行定量计算。

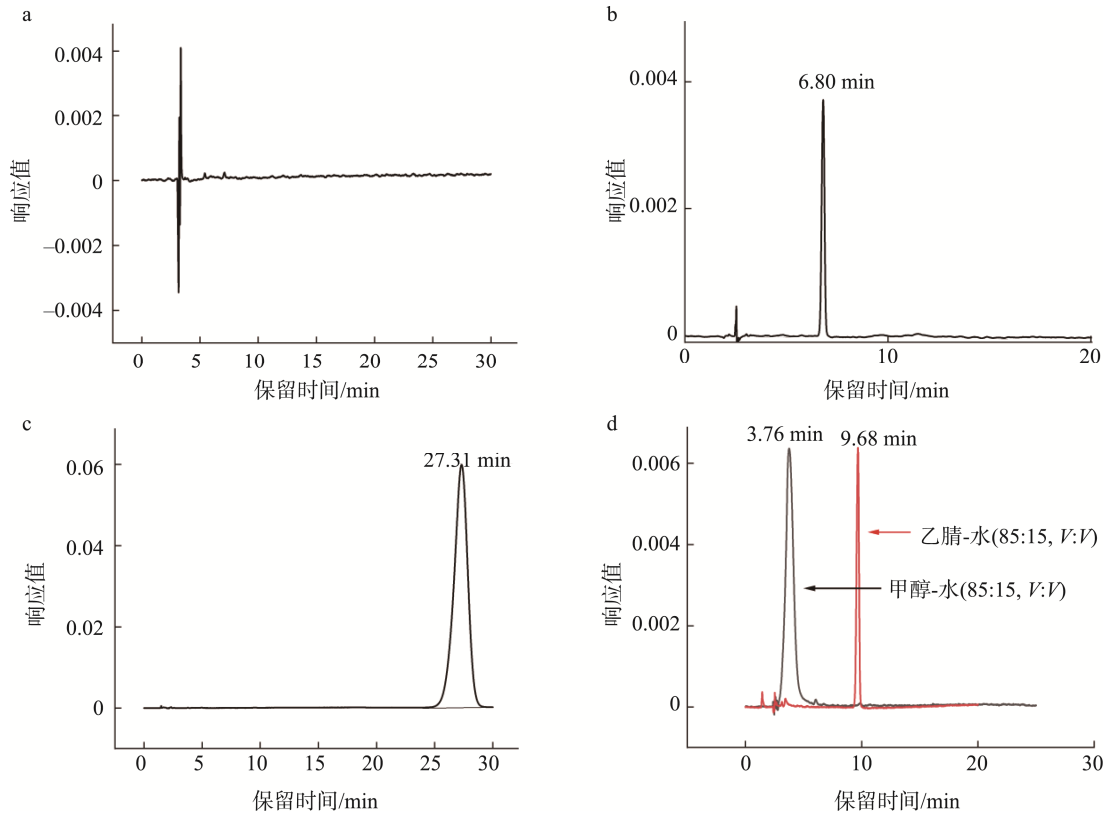
2.3　方法验证

2.3.1　特异性考察

对建立方法开展特异性考察实验以评估与其他共存组分抗干扰能力。实验室采用分析一定数量的试剂空白、样品空白样品和(氯代)双醋酚汀标品, 观察在目标分析物保留时间区域是否存在干扰, 结果显示, 目标化合物在保留时间范围内和(氯代)双醋酚汀能有效区分, 空白基质在保留时间范围内未发现明显色谱吸收峰, 均不存在干扰。

2.3.2　基质影响

在 LC-MS/MS 中, 不同的标准曲线定量方式(如基质标准曲线、空白试剂标准曲线)会直接影响最终的定量结果[28]。尤其是在农药残留、兽药残留的 LC-MS/MS 检测中, 基质标准曲线和空白试剂标准曲线两种方法的定量结果差异更为显著[29–30], 但这种基质差异的影响在液相色谱法检测中鲜有报道。本研究方法学考察实验中, 发现回收率测试结果较真实值出现反常正偏差, 在排除人为因素造成的误差后, 考虑该现象可能是由于双环己甲酰酚丁在该流动相体系中存在基质效应。配制基质标准曲线对上述同一批次样品进行定量分析, 结果均回归至合理区间。



注: a. 乙腈-10 mmol/L 乙酸铵水溶液(65:35, *V*:*V*); b. 乙腈-水(90:10, *V*:*V*); c. 乙腈-水(80:20, *V*:*V*); d. 选用 85%甲醇水和 85%乙腈水作为洗脱剂时目标化合物保留时间的差异对比图。

图 2 不同流动相体系下的双环己甲酰酚汀高效液相色谱图

Fig.2 High performance liquid chromatograms of dicyclohexylformylphentine under different mobile phase systems

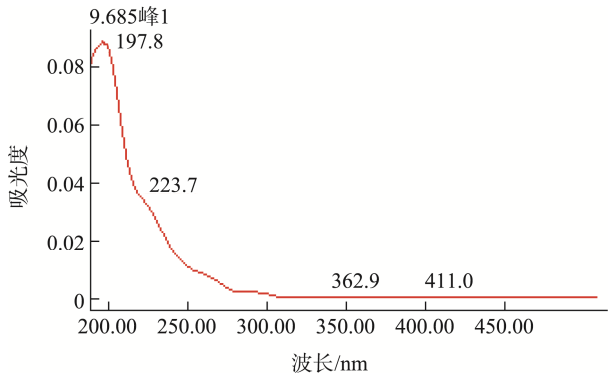


图 3 双环己甲酰酚汀的紫外吸收光谱图

Fig.3 Ultraviolet absorption spectrum of dicyclohexylformylphentine

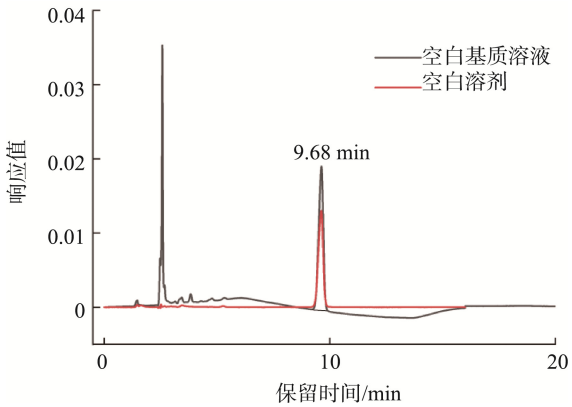


图 4 相同浓度的双环己甲酰酚汀液相色谱图对比

Fig.4 Comparison of liquid chromatograms of dicyclohexylformylphentine at the same concentration

由图 4 可以看出, 采用空白溶剂和空白基质溶液配制同一浓度下的双环己甲酰酚汀在同一吸收波长下的液相色谱响应值出现明显偏离。同时发现, 区别于常见的基质抑制效果, 在本研究中双环己甲酰酚汀的吸收出现了较为显著的基质增强效应, 推测可能是目标化合物(图 5)与基质组分的紫外吸收光谱部分重叠, 导致检测波长下的吸光度叠加, 增强了双环己甲酰酚汀的检测信号, 因此由空白溶剂标曲定量时检测结果偏高。

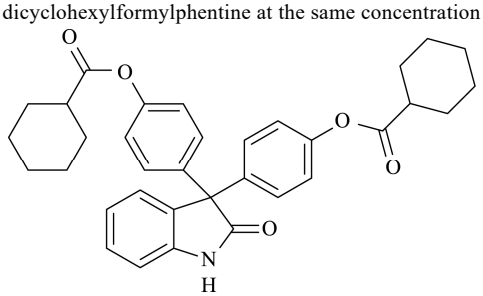


图 5 双环己甲酰酚汀结构式

Fig.5 Structural formula of dicyclohexylformylphentine

2.3.3　标准曲线、线性范围与检出限、定量限

以双环己甲酰酚汀峰面积比为纵坐标(Y), 对应质量浓度为横坐标(X, μg/mL), 绘制标准曲线, 得到双环己甲酰酚汀线性回归方程为 $Y=2.74\times10^4X+2.18\times10^2$, 相关系数 $r^2=0.99991$(其中定容体积为 10 mL, 称样量为 1.00 g)。双环己甲酰酚汀在 0.5~50.0 μg/mL 质量浓度范围内线性关系良好。采用空白样品加标实验确定检出限和定量限, 得出双环己甲酰酚汀的高效液相色谱检测检出限为 1 mg/kg, 定量限为 5 mg/kg, 结果信噪比(S/N)分别为 4.7、35.6, 符合检出限≥3S/N, 定量限≥10S/N 的检测技术要求。

2.3.4　回收率和精密度

在上述条件下, 分别取梅子、固体饮料和压片糖果 3 种不同空白基质, 于 1 倍、2 倍、10 倍 3 个水平进行加标回收试验, 每个添加水平重复 6 次, 测定加标回收率和精密度, 结果见表 1。双环己甲酰酚汀在梅子、固体饮料和压片糖果 3 种不同空白基质中 3 个加标水平的平均回收率为 85.6%~99.2%, 相对标准偏差为 1.77%~3.54%, 表明此方法准确性和重复性良好, 可满足食品中双环己甲酰酚汀的检测分析要求。对比基质标准曲线和空白溶剂标准曲线分析结果, 在线性低点时, 方法的基质增强效果较为显著, 基质效应因子为 2.35, 当浓度逐渐增大至线性高点时, 回收率出现降低的趋势, 基质效应因子为 1.60。使用空白溶剂配制标准曲线溶液得到的测定结果远远高于真实样品中的待测物含量, 因此, 在含量测定中, 建议选择基质标准曲线作为定量依据。

2.4　实际样品分析

使用上述方法对网购的 10 批次酵素梅等样品进行分析, 发现其中一批次某品牌西梅中的双环己甲酰酚汀添加量达到 610 mg/kg, 与超高效液相色谱-串联质谱法(母离子 m/z 538.2, 定量子离子 1 m/z 224.1, 子离子 2 m/z 334.1, 多反应监测模式扫描, 正离子模式)测定结果一致(见表 2)。

表 1　双环己甲酰酚汀的加标回收率(n=6)

Table 1　Recovery rates of spiked dicyclohexylformylphentine (n=6)

添加水平/(mg/kg)	压片糖果				梅子		固体饮料	
	回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%(空白溶剂标曲)	相对标准偏差/%(空白溶剂标曲)	回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%
5	95.7	1.77	224.9	2.72	85.6	3.54	89.1	2.74
10	94.2	2.86	182.0	2.27	87.4	2.68	95.6	1.86
50	99.1	1.77	159.0	1.67	92.8	2.28	99.2	1.91

表 2　实际样品检测结果(mg/kg)

Table 2　Detection results of actual samples (mg/kg)

检测样品	高效液相色谱法测定结果	超高效液相色谱-串联质谱法测定结果
酵素梅 1a	610	614.7
酵素梅 1b	606	614.2
酵素梅 2	ND	ND
酵素梅 3	ND	ND
酵素梅 4	ND	ND
酵素梅 5	ND	ND
固体饮料 1	ND	ND
固体饮料 2	ND	ND
压片糖果 1	ND	ND
压片糖果 2	ND	ND

注: ND 为未检出。

3　结　论

本研究通过建立基质标准曲线, 建立了一种高效、快速、准确检测食品中双环己甲酰酚汀非法添加含量的高效液相测定方法, 解决了基质增强效应带来的回收率过高的困扰。经方法学验证, 方法的线性关系良好, 准确性和精密度可靠, 检测通用性强,为食品中的酚汀类违法添加含量检测提供了一种新的思路, 为食品安全监管提供了有力的技术支撑。然而, 检测方法中关于基质增强效应的具体机制尚不明确, 下一步将针对此方面开展详细探究。

参考文献

[1] 沈益妹, 章奇, 俞梅华, 等. 肥胖和中心性肥胖高血压控制不良患者合并血脂异常、糖尿病和高尿酸血症的分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2023, 33(3): 327–331.
SHEN YM, ZHANG Q, YU MH, *et al*. Analysis of dyslipidemia, diabetes and hyperuricemia in obesity and central obesity patients with poorly controlled hypertension [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2023, 33(3): 327–331.

[2] 王阳, 刘玲馨, 朱毅. 萝卜硫素对肥胖的干预作用研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(8): 33–40.
WANG Y, LIU LX, ZHU Y. Research progress on the interventional effects of sulforaphane on obesity [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(8): 33–40.

[3] 汪菲, 孙亚丽, 戴建业, 等. 非酒精性脂肪肝及肥胖与代谢综合征的相关性[J]. 现代仪器与医疗, 2018, 24(2): 22–23, 41.

WANG F, SUN YL, DAI JY, *et al*. Correlation of non-alcoholic fatty liver disease and obesity with metabolic syndrome [J]. Modern Instruments & Medical Treatment, 2018, 24(2): 22–23, 41.

[4] 国家卫生健康委. 关于印发“体重管理年”活动实施方案的通知 [EB/OL]. (2024-06-06) [2025-05-30]. https://www.gov.cn/zhengce/zhengceku/202406/content_6959543.htm
National Health Commission of the People’s Republic of China. Notice on carrying out the “weight management year” campaign [EB/OL]. (2024-06-06) [2025-05-30]. https://www.gov.cn/zhengce/zhengceku/202406/content_6959543.htm

[5] ANGEL JA, ALAN JR, MACRO AR, *et al*. Self-treatment with herbal products for weight-loss among overweight and obese subjects from central Mexico [J]. Ethnopharmacol, 2019, 234: 21–26.

[6] NUR C, MUSTAFA TY, OSMAN S. A rapid ATR-FTIR spectroscopic method for detection of sibutramine adulteration in tea and coffee based on hierarchical cluster and principal component analyses [J]. Food Chemistry, 2017, 229: 517–526.

[7] LIU ZW, HE ZX, WU JX, *et al*. Facile immunochromatographic assay based on metal-organic framework-decorated polydopamine for the determination of hydrochlorothiazide adulteration in functional foods [J]. Food Chemistry, 2023, 406: 135100.

[8] 夏金涛, 吴婉琴, 朱松松, 等. 保健食品中新型双醋酚汀衍生物的发现、合成与鉴定[J]. 食品与机械, 2023, 40(2): 21–27.
XIA JT, WU WQ, ZHU SS, *et al*. Discovery, preparation and identification of a new type of oxyphenisatine di (acetate) analogue in dietary supplement [J]. Food & Machinery, 2023, 40(2): 21–27.

[9] 李建辉, 张朝晖, 王琳, 等. 减肥保健食品中非法添加物检测方法研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(5) : 1585–1595.
LI JH, ZHANG ZH, WANG L, *et al*. Research progress of analysis of illegal additives in weight- reducing dietary supplements [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2017, 8(5): 1585–1595.

[10] 徐晓楠, 叶刚, 张楠, 等. 液相色谱-串联质谱法测定减肥降脂通便类保健食品中 38 种非法添加药物[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(17): 6075–6085.
XU XN, YE G, ZHANG N, *et al*. Determination of 38 kinds of illegally added drugs in health food for reducingweight, reducing blood fat and relaxing the bowels by liquidchromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2020, 11(17): 6075–6085.

[11] 芦童, 忻璐琰, 徐婷婷, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速测定酵素果冻中非法添加双丙酚丁等新型高风险减肥药物[J]. 中国食品添加剂, 2025, 36(1): 33–39.
LU T, XIN LY, XU TT , *et al*. Rapid determination of illegal addition of new high-risk weight loss drugs such as oxyphenisatin dipropionate in enzyme jelly by UPLC-MS/MS [J]. China Food Additives, 2025, 36(1): 33–39.

[12] 刘素丽. 食品中非法添加物质情况及其检测方法研究概述[J]. 中国食品药品监管, 2022(8): 90–95.
LIU SL. Overview of research on the situation of illegal additives in food and their detection methods [J]. China Food & Drug Administration Magazine, 2022(8): 90–95.

[13] 余翠琴, 张凡. 慎用泻药[J]. 中国临床药学杂志, 2002(5): 307–308.
YU CQ, ZHANG F. Use laxatives with caution [J]. Chinese Journal of Clinical Pharmacy, 2002(5): 307–308.

[14] 王龙健, 陈学国, 杜政达, 等. 减肥类食品和保健品中非法添加成分的研究进展[J]. 中国食品添加剂, 2025, 36(5): 195–202.
WANG LJ, CHEN XG, DU ZD, *et al*. Research progress on illegal additives in weight loss foods and dietary supplements [J]. China Food Additives, 2025, 36(5): 195–202.

[15] 王晗, 杨青, 万莹, 等. QuEChERS 与液相色谱-串联质谱联用检测保健食品中的双醋酚丁、托拉塞米和脱乙酰比沙可定[J]. 中国口岸科学技术, 2023, 5(7): 47–55.
WANG H, YANG Q, WAN Y, *et al*. Determination of diaotyldiphenolisatinum, torasemide and deacetylbisacodyl in health foods by QuEChERS combined with liquid chromatography-mass spectrometry/mass spectrometry [J]. China Port Science and Technology, 2023, 5(7): 47–55.

[16] 黄康惠, 卢鑫, 周璇, 等. 高效液相色谱串联质谱法测定食品中双丙酚丁等致泻药物[J]. 食品科技, 2023, 48(6): 301–307.
HUANG KH, LU X, ZHOU X, *et al*. Determination of oxyphenisatin dipropionate and other cathartic drugs in food by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Science and Technology, 2023, 48(6): 301–307.

[17] WU WQ, ZHU SS, XIA JT, *et al*. Separation, identification, and quantification of dicyclohexylformyl oxyphenisatin, an illegal additive, from a fruit and vegetable plum [J]. Journal of Chromatography Open, 2025, 7: 100214.

[18] 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(26): 211–220.
ZHANG QY, LUO HT, LIAO JT, *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(26): 211–220.

[19] 郭跃平, 叶欣彤, 陈丽娥, 等. UPLC-MS/MS 法测定减肥类压片糖果中非法添加双丙酚丁[J]. 食品工业, 2024, 45(7): 306–309.
GUO YP, YE XT, CHEN LE, *et al*. Determination of oxyphenisatin dipropionate in weight loss compression candies by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. The Food Industry, 2024, 45(7): 306–309.

[20] 赵琪, 张珊珊, 张超, 等. 超高效液相色谱串联四极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.
ZHAO Q, ZHANG SS, ZHANG C, *et al*. Determination of oxyphenisatine, phenolpthalein and their derivatives in food by UPLC-DAD-Q-TOF-MS/MS [J]. Food Science and Technology, 2024, 49(11): 320–326.

[21] 李灿, 陈同强, 汪辉, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定酵素源食品中 9 种酚汀和酚酞及其衍生物[J]. 分析测试学报, 2025, 44(3): 500–505.
LI C, CHEN TQ, WANG H, *et al*. Determination of nine oxyphenisatin, phenolphthalein and their derivants in enzyme food by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2025, 44(3): 500–505.

[22] 胡凤杨. 气相色谱串联质谱法测定食品中非法添加双丙酚丁[J]. 现代食品, 2024, 30(24): 184–188.

HU FY. Determination of oxyphenisatin dipropionate in foods by gas chromatography tandem mass spectrometry [J]. The Food Industry, 2024, 30(24): 184–188.

[23] 谭会洁, 郭常川, 邢晟, 等. Orbitrap 高分辨质谱用于保健食品中 15 种非法添加减肥类药物的筛查鉴定[J]. 色谱, 2019, 37(9): 969–976.
TAN HJ, GUO CC, XING S, *et al*. Application of orbitrap high resolution mass spectrometry for the screening and identification of 15 adulterated weight loss compounds in dietary supplements [J]. Chinese Journal of Chromatography, 2019, 37(9): 969–976.

[24] 王岩松. QuEChERS-液相色谱-串联质谱法快速测定保健食品中违禁添加药物托拉塞米和双醋酚丁含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(19): 7675–7680.
WANG YS. Rapid determination of illegal additives torasemide and diaotyldiphenolisatinum in health food by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(19): 7675–7680.

[25] 杨帆, 黄建辉, 刘广鹏, 等. 表面增强拉曼光谱法结合固相萃取技术快速检测减肥类保健食品中非法添加的双醋酚丁[J]. 中外食品工业, 2024(7): 80–82.
YANG F, HUANG JH, LIU GP, *et al*. Rapid detection of illegally added dioxyanthranol in weight-loss health foods by surface-enhanced raman spectroscopy combined with solid-phase extraction technology [J]. Journal Food Industry, 2024(7): 80–82.

[26] 金靖雯, 郑峰, 郭志勇, 等. 表面增强拉曼光谱法在食品安全检测中的应用研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(12): 113–123.
JIN JW, ZHENG F, GUO ZY, *et al*. Research progress in the application of surface-enhanced Raman spectroscopy method in food safety detection [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(12): 113–123.

[27] 李静, 李倚云, 闻琍毓. HPLC 法检测减肥类保健食品中非法添加的酚酞和盐酸西布曲明[J]. 天津药学, 2015, 27(2): 17–18.
LI J, LI YY, WEN LY. Determination of illegally added phenolphthalein and sibutramine hydrochloride in weight-loss health foods by HPLC method [J]. Tianjin Pharm, 2015, 27(2): 17–18.

[28] 林晓明, 许琨琨, 蔡振世, 等. 探讨基质效应,标曲定量方式对餐饮食品中 5 种生物碱定量结果的影响[J]. 食品安全导刊, 2023(15): 119–124.
LIN XM, XU KK, CAI ZS, *et al*. Explore the influences of matrix effects and standard curve quantitative method on the quantitative results of five alkaloids in catering foods [J]. China Food Safety Magazine, 2023(15): 119–124.

[29] 尤明慧, 杨宁霞, 张长秋, 等. 食用菌中农药残留检测的基质效应及其补偿策略[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(16): 156–167.
YOU MH, YANG NX, ZHANG CQ, *et al*. Matrix effects and its compensation strategy of pesticide residue detection in edible fungi [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(16): 156–167.

[30] 何春慧, 邱小元, 钟雪娥, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法评价果蔬中 77 种农药的基质效应[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(23): 182–191.
HE CH, QIU XY, ZHONG XE, *et al*. Evaluation of matrix effects of 77 kinds of pesticides in fruits and vegetables by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(23): 182–191.

(责任编辑: 韩晓红　安香玉)