

# SCIEX液质联用系统对食品中95种那非类非法添加物快速检测方案

## SCIEX LC-MS/MS System provides a rapid detection solution for 95 types of illegal additives in food

谭建林<sup>1</sup>, 赵秀琳<sup>1</sup>, 程龙<sup>2</sup>, 杨总<sup>2</sup>, 刘冰洁<sup>2</sup>

Tan Jianlin<sup>1</sup>, Zhao Xiulin<sup>1</sup>, Cheng long<sup>2</sup>, Yang zong<sup>2</sup>, Liu bingjie<sup>2</sup>

<sup>1</sup> 云南省产品质量监督检验研究院; <sup>2</sup> SCIEX应用支持中心

<sup>1</sup> Yunnan Institute of Product Quality Supervision and Inspection; <sup>2</sup> SCIEX China

**关键词:** LC-MS/MS; 西地那非类似物; 非法添加

**Key words:** LC-MS/MS; Sildenafil analogs; illegal added

### 引言

近年来, 食品安全问题日益受到社会关注, 尤其是保健食品、功能性饮料等产品中非法添加那非类(PDE-5抑制剂, 如西地那非、他达拉非等)药物的情况屡见不鲜, 尤其在宣称具有“增强功能”的保健食品、酒类、咖啡等产品中频发。这类药物主要用于治疗男性勃起功能障碍, 但未经批准添加到食品中可能对消费者健康造成严重危害, 如低血压、心血管风险等。为加强监管, 国家市场监督管理总局批准并发布了《食品中西地那非、他达拉非等化合物的测定》(BJS 202405)号文件, 明确要求需建立针对食品中95种那非类化合物的筛查与确证方法, 覆盖常规品种及新型衍生物, 以应对非法添加物快速迭代的挑战。因此, 建立一种高效、准确、快速的检测方法, 对保障食品安全至关重要。

传统的检测方法(如HPLC-UV、ELISA等)存在灵敏度低、选择性差、假阳性率高等问题。而液质联用技术(LC-MS/MS)凭借其高灵敏度、高特异性和高通量能力, 已成为食品中非法添加物检测的首选方法。SCIEX液质联用系统结合先进的质谱技术和数据分析软件, 可实现对复杂基质中多种那非类化合物的快速筛查与确证。

本方案旨在利用SCIEX液质联用系统(LC-MS/MS)基于《BJS202405食品中西地那非、他达拉非等化合物的测定》标准,

建立一种快速、高灵敏度、高准确性的检测方法, 用于食品(如保健食品、饮料、固体粉末等)中95种那非类非法添加物的筛查与定量分析, 为消费者的健康安全提供强大的后盾和保障。

### 实验方法

#### 1. 色谱条件

a) 色谱柱: Phenomenex Luna Omega Polar C18 (100×2.1mm, 1.6 μm), 或性能相当者。

b) 流动相: A为0.1%甲酸水溶液, B为甲醇, 梯度洗脱程序见表1。

c) 流速: 400 μL/min。

d) 柱温: 40°C

表1. 梯度洗脱程序表

梯度时间/min	流动相A/%	流动相B/%
0	90	10
1	50	50
16	35	65
19	2	98
22	2	98
22.1	90	10
25	90	10

## 2. 质谱方法

离子源：ESI源，正/负离子模式

扫描模式：Scheduled MRMTM（离子对见附表1）

离子源参数：

电压 IS：5500 V (+) / 4500V (-)      源温度 TEM：550 °C

气帘气 CUR：30 psi      碰撞气CAD：Medium

雾化气 GS1：50 psi      辅助气GS2：55 psi

## 3. 快速样品前处理

参考《BJS202405食品中西地那非、他达拉非等化合物的测定》中的前处理方法进行样品制备，上机测试。

## 结果与讨论

### 1. 实验结果

#### 1. 提取离子流色谱图：

本文涉及到的西地那非等95种化合物按照方法条件均获得很好的峰型，所有化合物都有较好的保留（见图1）。

#### 2. 线性

将空白样品经过前处理提取，得到空白基质，应用空白基质

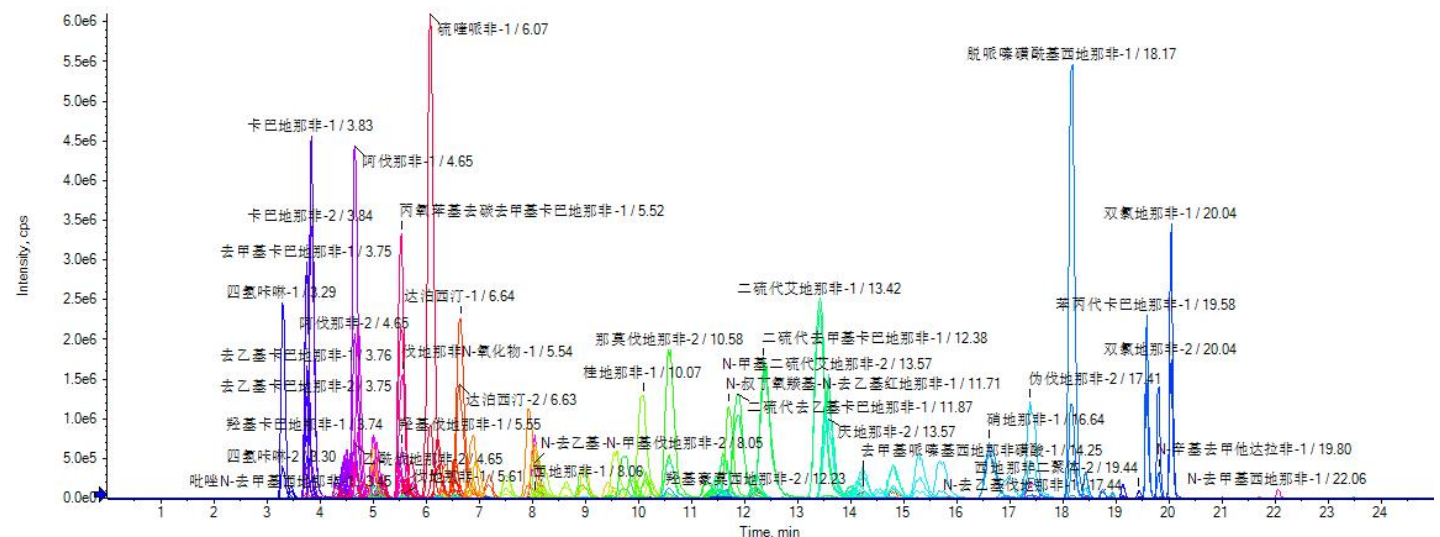


图1. sMRM扫描模式下的95种那非类化合物色谱图

配标。用空白基质配置各物质在1-100 ng/mL的标准曲线，结果表明，线性关系良好，r值均大于0.995，（见图2），且各浓度点准确度均在80-120%间，可保证不同浓度水平样品的准确定量。

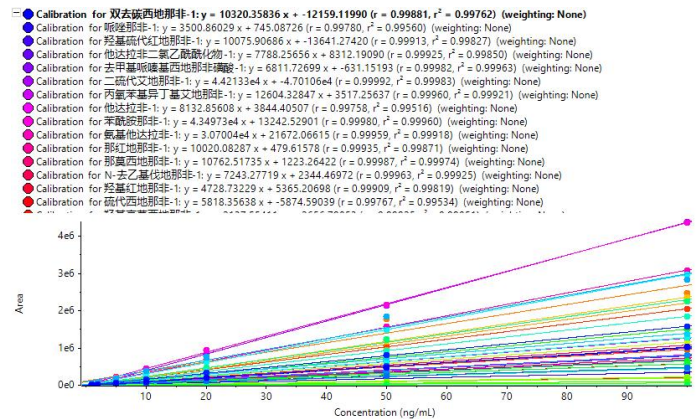


图2. 95种那非类化合物的线性关系

### 3. 重复性以及回收率

针对本文涉及到的95种那非类化合物，以食品为基质，在2 ng/mL、10 ng/mL、100 ng/mL三个浓度点下进行加标回收率实验，实际加标回收率在81.5%-114.5%范围内，符合方法学要求。同时，在三个浓度点下，连续进样（n=6）考察方法的重复性，所有化合物6次进样峰面积RSD%均在0.78%~2.86%范围内，展现了方法的可靠性以及仪器的耐受性。

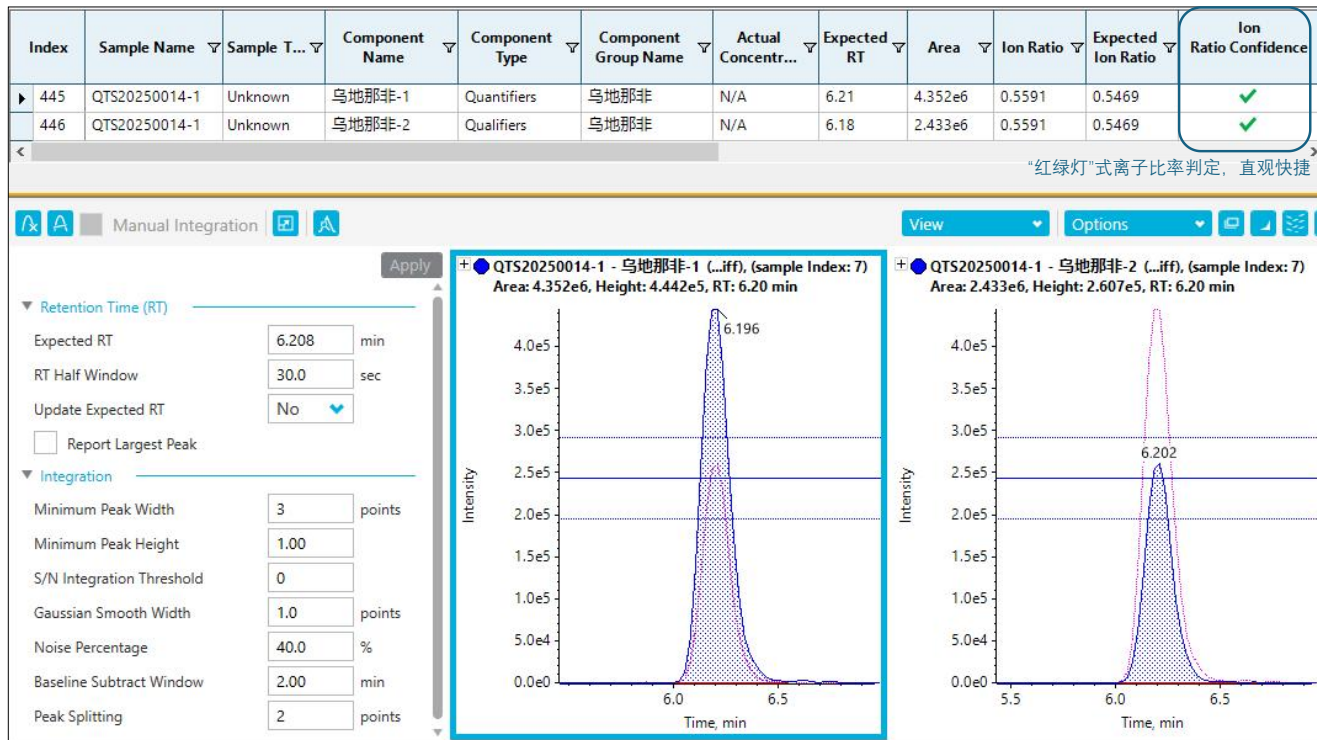


图3. SCIEX OS软件对实际样品进行处理界面展示：绿勾表示离子比率判定合格

#### 4. 样品测试

针对某区域采集的样品进行检测，通过SCIEX OS软件对数据进行批量处理，可直观的通过离子比率对化合物进行定性定量分析（如图3）。

#### 总结

本文基于SCIEX 质谱系统建立了食品中那非类非法添加的方法。一针进样，正负采集模式同时检测95种化合物，省时省力。该方法涉及的化合物种类全，灵敏度高，为食品非法添加监管提供一种有效的方法。

附表1: 95种那非类非法添加化合物的MRM参数

编号	化合物	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
1	吡唑N-去甲基西地那非	461.2	269	100	50	3.44
		461.2	100.1	100	34	3.44
2	四氢唑啉	351.3	264.1	125	30	3.29
		351.3	250.1	125	19	3.29
3	羟基卡巴地那非	469.2	339	165	36	3.7
		469.2	311	165	51	3.7
4	去甲基卡巴地那非	439.2	339.1	70	31	3.73
		439.2	311.1	70	44	3.73
5	去乙基卡巴地那非	425.2	339.1	90	31	3.75
		425.2	311.1	90	44	3.75
6	卡巴地那非	453.3	339.1	80	32	3.83
		453.3	311.1	80	43	3.83

附表1: 95种那非类非法添加化合物的MRM参数 (续)

编号	化合物	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
7	乙酰伐地那非	467.3	151	80	53	4.27
		467.3	111	80	38	4.27
8	羟基红地那非	483.3	143.1	100	40	4.4
		483.3	127.1	100	38	4.4
9	那红地那非	453.3	166	130	64	4.45
		453.3	97.1	130	37	4.45
10	N-去乙基红地那非	439.2	166	100	62	4.53
		439.2	99.1	100	37	4.53
11	双去碳西地那非	449.2	311.1	100	39	4.45
		449.2	283.1	100	48	4.45
12	阿伐那非	484.2	375.1	75	36	4.63
		484.2	155	75	56	4.63
13	去碳西地那非	463.2	311.1	90	41	4.48
		463.2	283.1	90	51	4.48
14	红地那非	467.3	127.1	100	39	5.46
		467.3	111.1	100	37	5.46
15	N-去乙基伐地那非	461.2	312.1	120	52	4.99
		461.2	151	120	45	4.99
16	羟基伐地那非	505.2	312.1	80	54	5.54
		505.2	151	80	50	5.54
17	N-去乙基-N-甲基伐地那非	475.2	312	100	52	4.99
		475.2	151	100	48	4.99
18	伐地那非	489.2	312.1	100	54	5.02
		489.2	151	100	50	5.02
19	苯噻啉红地那非	438.2	297.1	80	52	4.71
		438.2	98.1	80	39	4.71
20	西地那非	475.2	283.1	100	51	5.04
		475.2	100.1	100	34	5.04
21	羟基豪莫西地那非	505.2	129.1	120	38	5.1
		505.2	99.1	120	70	5.1
22	伐地那非N-氧化物	505.2	477.2	100	28	5.51
		505.2	151.1	100	78	5.51
23	N-去甲基西地那非	461.2	311.1	100	41	5.1
		461.2	283	100	50	5.1

编号	化合物	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
24	豪莫西地那非	489.2	113.1	100	37	5.59
		489.2	72.2	100	77	5.59
25	环戊那非	529.3	461.2	125	38	5.69
		529.3	98.1	125	68	5.69
26	二甲基红地那非	467.3	166	80	65	4.63
		467.3	127	80	39	4.63
27	丙氧苯基去碳去甲基卡巴地那非	441	354	130	41	5.48
		441	311.1	130	53	5.48
28	艾地那非	489.2	113	100	37	5.61
		489.2	99.1	100	65	5.61
29	去甲基哌嗪基西地那非磺酸	393.1	365.1	160	35	4.81
		393.1	256	160	49	4.81
30	西地那非N-氧化物	491.2	404.1	110	38	5.67
		491.2	99.1	110	60	5.67
31	硫喹那非	449.2	204	70	31	6.03
		449.2	186	70	48	6.03
32	哌唑那非	483.2	166	100	67	6.11
		483.2	436.2	100	40	6.11
33	乌地那非	517.3	283	100	58	6.21
		517.3	112.1	100	43	6.21
34	丙氧苯基西地那非	489.2	283.1	115	47	6.52
		489.2	166.2	115	71	6.52
35	异丁基西地那非	489.2	297.1	80	50	6.49
		489.2	100.1	80	37	6.49
36	丙氧苯基羟基豪莫西地那非	519.2	283	70	55	6.52
		519.2	99.1	70	68	6.52
37	O-去乙基西地那非	447.2	299.1	100	39	6.49
		447.2	283	100	37	6.49
38	达泊西汀	306.2	157	40	34	6.62
		306.2	127	40	65	6.62
39	丙氧苯基艾地那非	503.2	283	100	50	7.09
		503.2	113.2	100	37	7.09
40	乙酰胺基他达拉非	433.2	135	50	27	6.23
		433.2	204	90	84	6.23

附表1: 95种那非类非法添加化合物的MRM参数 (续)

编号	化合物	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
41	氨基他达拉非	391.1	269	70	16	6.31
		391.1	204	70	80	6.31
42	亚硝地那非	630.2	312.1	110	45	7.92
		630.2	141.9	110	30	7.92
43	苯酰胺那非	390.1	151.1	30	17	6.8
		390.1	107.2	30	71	6.8
44	去甲基他达拉非	376.1	254	70	17	6.86
		376.1	204	70	73	6.86
45	伐地那非哌嗪酮	475.2	312.1	110	47	8.02
		475.2	151.1	110	65	8.02
46	2-羟乙基去甲他达拉非	420.2	298.1	80	22	6.88
		420.2	169	80	50	6.88
47	羟基硫代伐地那非	521.2	167	125	70	9.39
		521.2	99	125	69	9.39
48	丙氧苯基异丁基艾地那非	517.3	297.3	100	52	8.98
		517.3	113	100	38	8.98
49	3-羟丙基去甲他达拉非	434.1	312.2	165	24	7.42
		434.1	135.1	165	32	7.42
50	苄西地那非	551.2	377.1	110	39	10.19
		551.2	134.1	110	65	10.19
51	米罗那非	532.3	296.1	125	49	9.52
		532.3	99.1	125	70	9.52
52	双酮红地那非	495.2	311.1	140	54	8.17
		495.2	127.1	140	44	8.17
53	2-羟丙基去甲他达拉非	434.2	312.1	85	23	7.48
		434.2	135	85	31	7.48
54	他达拉非	390.1	268	80	17	8.05
		390.1	135	80	28	8.05
55	桂地那非	555.3	117	80	55	10.04
		555.3	115.1	80	95	10.04
56	羟基硫代红地那非	499.2	127.1	100	37	9.86
		499.2	143.1	100	41	9.86
57	酮红地那非	481.3	297.1	90	59	10.14
		481.3	410.2	90	41	10.14

编号	化合物	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
58	氨基西地那非	406.2	364.1	100	33	8.93
		406.2	299.1	100	45	8.93
59	N-叔丁氧羰基-N-去乙基红地那非	539.3	439.2	40	29	11.64
		539.3	99.1	40	44	11.64
60	那莫伐地那非	357.2	329	90	35	10.53
		357.2	151	90	39	10.53
61	硫代西地那非	491.2	299	120	50	11.33
		491.2	100.1	120	36	11.33
62	去甲基硫代西地那非	477.2	327.1	80	40	11.23
		477.2	299.1	80	47	11.23
63	羟基硫代豪莫西地那非	521.2	129.1	100	38	11.28
		521.2	99.1	100	66	11.28
64	硫代豪莫西地那非	505.2	299	115	52	12.16
		505.2	113	115	37	12.16
65	N-乙基他达拉非	404.2	282.1	80	17	9.73
		404.2	135	80	33	9.73
66	二硫代去乙基卡巴地那非	457.2	371.1	80	32	11.82
		457.2	343	80	44	11.82
67	二硫代去甲基卡巴地那非	471.2	371.1	105	32	12.34
		471.2	343.1	105	47	12.34
68	硫代艾地那非	505.2	113.1	120	38	12.16
		505.2	99.1	120	62	12.16
69	N-甲基二硫代艾地那非	499.2	371.1	105	35	13.53
		499.2	343	105	50	13.53
70	二硫代艾地那非	485.2	371.1	100	34	13.35
		485.2	343	100	50	13.35
71	他达拉非甲基氯化物	427.1	274	70	45	11.43
		427.1	135	70	25	11.43
72	那非乙酰胺	357.2	329.1	110	35	11.59
		357.2	285.1	110	42	11.59
73	丙氧苯基硫代西地那非	505.2	313.1	120	45	14
		505.2	299	120	50	14
74	丙氧苯基硫代羟基豪莫西地那非	535.2	299.1	110	50	13.92
		535.2	99.1	110	66	13.92

附表1: 95种那非类非法添加化合物的MRM参数 (续)

编号	化合物	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
75	丙氧苯基 硫代豪莫西地那非	519.2	299	115	48	14.75
		519.2	113	115	37	14.75
76	丙氧苯基硫代艾地那非	519.2	299.1	70	50	14.72
		519.2	113.1	70	39	14.72
77	庆地那非	355.2	327.1	110	33	13.5
		355.2	285	110	40	13.5
78	羟基氯地那非	391.2	313.1	100	47	14.18
		391.2	285.1	100	42	14.18
79	他达拉非二氯 乙酰酰化物	461.1	204	80	84	14.46
		461.1	135	80	25	14.46
80	氯地那非	389.1	361.1	110	37	15.24
		389.1	285	110	45	15.24
81	N-丁基他达拉非	432.2	310.1	50	20	15.62
		432.2	135	50	31	15.62
82	伐地地那非	460.2	312.1	110	50	17.33
		460.2	151	110	48	17.33
83	N-苄基他达拉非	466.1	344.1	155	25	16.87
		466.1	135.1	155	51	16.87
84	罗地那非碳酸酯	518.4	230.2	100	38	18.91
		518.4	112.2	100	34	18.91
85	硝地那非	358.2	330.1	100	34	16.61
		358.2	284.1	100	43	16.61

编号	化合物	Q1	Q3	DP	CE	RT(min)
86	N-环己基去甲他达拉非	458.2	336.2	165	23	18.16
		458.2	308	165	42	18.16
87	那莫西地那非	460.2	299.1	50	50	18.39
		460.2	282.9	50	51	18.39
88	脱哌嗪磺酰基西地那非	313.2	285.1	100	34	18.13
		313.2	256	100	39	18.13
89	N-苯丙烯基他达拉非	505.2	383	100	25	18.73
		505.2	261.9	100	35	18.73
90	苯丙代卡巴地那非	515.2	311.1	175	51	19.56
		515.2	353	175	34	19.56
91	N-辛基去甲他达拉非	488.3	169	80	56	19.79
		488.3	366.2	80	23	19.79
92	双氯地那非	407.1	379	100	38	20.02
		407.1	350	100	42	20.02
93	脱哌嗪基硫代西地那非	407.1	378.2	-120	-34	11.48
		407.1	314	-120	-40	11.43
94	伐地那非二聚体	833.3	805.1	-130	-42	19.14
		833.3	282	-130	-66	19.14
95	西地那非二聚体	833.3	805.3	-130	-42	19.12
		833.3	282.2	-130	-66	19.12

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-35417-A



#### SCIEX中国

北京分公司  
北京市昌平区生命科学园科学园路  
18号院A座一层  
电话: 010-5808-1388  
传真: 010-5808-1390  
全国咨询电话: 800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心  
上海市长宁区福泉北路518号  
1座502室  
电话: 021-2419-7201  
传真: 021-2419-7333  
官网: [sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州办公室  
广州国际生物岛星岛环北路1号  
B2栋501、502单元  
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)