

doi: 10.12452/j.fxcxb.26010601

LC-MS及NMR技术结合Chemspider数据库检索 确证食品中伐地那非衍生物KD-027

夏金涛^{1,2*}, 朱松松^{1,2}, 吴婉琴^{1,2}, 黄秀秀³, 张妮^{1,2}, 范小龙^{1,2}

(1. 湖北省食品质量与安全监督检验研究院, 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), 湖北 武汉 430075; 2. 湖北时珍实验室, 湖北 武汉 430065; 3. 黄冈市中心医院, 湖北 黄冈 438000)

摘要: 采用高分辨质谱在3批食品中筛查出1种新型化合物, 质谱数据表明其为伐地那非衍生物。核磁共振波谱(NMR)表征表明可能存在顺反异构, 结构解析难度大。结合Chemspider数据库分子式检索, 从32种同分异构体中确定了3种伐地那非衍生物; 进一步将疑似物数据与商业化标准品比对, 确证其为伐地那非衍生物KD-027。超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MS/MS)定量分析结果表明, KD-027的峰响应与质量浓度在1.0~100 ng/mL范围内呈良好线性关系, 相关系数(r^2)为0.9996, 方法检出限和定量下限分别为20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。以配制酒、压片糖果及固体饮料为基质进行回收率实验, 在低、中、高浓度加标水平下的平均回收率为86.2%~115%, 相对标准偏差(RSD)为2.7%~7.3%。该方法用于真实样品检测, 在2批压片糖果和1批固体饮料中检出KD-027, 含量为482~2707 mg/kg。该方法可为食品中外源性非法添加物检测提供技术参考。

关键词: 伐地那非结构衍生物; 结构确证; 分子式检索; Chemspider数据库; 定量分析

中图分类号: O657.7; TS207.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2026)05-0001-08

Confirmation of Vardenafil Derivative KD-027 in Food by LC-MS and NMR Technology Combined with Chemspider Database Search

XIA Jin-tao^{1,2*}, ZHU Song-song^{1,2}, WU Wan-qin^{1,2}, HUANG Xiu-xiu³,
ZHANG Ni^{1,2}, FAN Xiao-long^{1,2}

(1. Key Laboratory of Detection Technology of Focus Chemical Hazards in Animal-derived Food, State Administration for Market Regulation, Hubei Provincial Institute for Food Supervision and Test, Wuhan 430075, China; 2. Hubei Shizhen Laboratory, Wuhan 430065, China; 3. Huanggang Central Hospital, Huanggang 438000, China)

Abstract: A novel compound was screened out in 3 batches of food products by high resolution mass spectrometry, and the mass spectrometry data of the compound showed that it was a vardenafil derivative. NMR spectroscopic characterization demonstrated the evidence of coexisting *cis-trans* tautomerism of the compound, which resulted in the molecular structure of the compound difficult to identify. Subsequently, according to combining with molecular formula search of Chemspider database, 3 vardenafil analogs were finally locked among 32 isomers. Further compared the data of the suspected compound with commercial standard, it was finally confirmed as vardenafil derivative KD-027. The results of quantitative analysis by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry revealed that KD-027 was well regressed with the mass concentration, and correlation coefficient (r^2) was 0.9996 in the range of 1.0~100 ng/mL. The limit of detection and limit of quantitation were 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$, respectively. An average recoveries of 86.2%~115% at low, medium and high spiked levels in the matrix of liquor, pressed candy and solid beverage were obtained, with relative standard deviations (RSDs) of 2.7%~7.3%. The method was used to detect actual samples, and KD-027 was detected in two batches of pressed candies and one batch of solid beverage, with content ranged of 482~2707 mg/kg. This method could provide a technical reference for the effi-

收稿日期: 2026-01-06; 修回日期: 2026-02-10

基金项目: 湖北省自然科学基金联合基金项目(2025AFD726); 湖北省市场监督管理局科技计划项目(Hbscjj-KJ2025003); 国家市场监督管理总局科技计划项目(2024MK085); 国家重点研发计划项目(2023YFF1104700)

* 通讯作者: 夏金涛, 博士, 工程师, 研究方向: 食品安全检测, E-mail: 2501820896@qq.com

cient detection of exogenous illegal additives in food.

Key words: vardenafil structural derivatives; structure identification; molecular formula search; Chemspider database; quantitative analysis

以西地那非、伐地那非及他达那非为代表的磷酸二酯酶-5型(PDE-5)抑制剂,是临床上治疗勃起功能障碍(ED)的首选药物。与西地那非相比,伐地那非具有剂量低、起效快、安全性高的优势。近年来,为牟取暴利和逃避监管,不法商家在食品中非法添加保留伐地那非功效基团的结构衍生物的现象频繁发生^[1-6],此类结构衍生物通过略微修饰功效母核结构和改造官能团而得,由于缺乏临床数据,不当服用可能引起严重不良反应,从而危害公众健康^[7]。

文献报道的伐地那非功效母核上 O-乙基变为 O-甲基^[1]/O-丙基^[4-6]以及哌嗪环上 N-乙基变为 N-羟乙基^[2]/氧原子^[3]等细微改变,可通过高分辨质谱提供精确质量和碎片信息,并借助核磁共振波谱解析原子连接和空间构型信息以相互确证。然而,新消费局面下食品非法添加监管的形势更为严峻^[8],对于复杂修饰的化合物,通过高分辨质谱的碎片特征^[9-12]可识别化合物类型,但分子结构常难以明确^[13];同时核磁共振波谱在无明显结构导向的情况下,数据解析将高度依赖研究人员的个人经验,且在缺乏标准样品及其他辅助技术确证时存在误判风险。为应对挑战,在天然产物解析方面,通过 DeepMass 技术结合分子网络、自建数据库及机器学习辅助等大数据模型,可加速新化合物的注释^[14-16]。然而,智能辅助分子结构确证尚处于研究初期,存在数据库质量与数量不完整、化学空间覆盖有限等局限。因此,可通过多技术联用、人机协同及标准样品比对提高分子结构确证的准确性和可解释性^[17]。

本研究利用高分辨质谱监测食品中潜在功效性成分时,在色谱图中发现异常峰,质谱分析确认其为新型伐地那非衍生物。核磁共振波谱分析显示该化合物可能存在顺反异构。通过质谱筛查得到分子式,结合 Chemspider 检索,最终在 32 种分子式相同的结构中筛选出 3 种伐地那非衍生物,经标准样品比对确认其为伐地那非衍生物 KD-027。回溯性分析表明,结构与谱图的对应关系证明了确证的合理性。为评估 KD-027 在食品中的添加水平,使用标准样品建立了超高效液相色谱-串联质谱定量分析方法,并在 3 批次食品中检出阳性结果。该方法利用 Chemspider 数据库分子式检索匹配结构式及标准样品比对策略精准解析了新型非法添加物 KD-027,可为新型非法添加物的高效检测提供参考。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Triple TOF 5600+超高效液相色谱-四极杆飞行时间质谱(UPLC-Q-TOF/MS)联用仪、Triple Quad 4500 超高效液相色谱-串联质谱仪(UPLC-MS/MS, 美国 SCIEX 公司); Bruker Avance III HD 600 MHz 超导核磁共振波谱仪(德国 Bruker 公司); Hei-VAP Core 台式旋转蒸发仪(德国 Heidolph 公司); 2045C-02 隔膜真空泵(德国 Welch 公司); ZF-7A 手提式紫外分析仪(巩义市予华仪器有限责任公司); MultiVortex 多样品涡旋混合器(广州得泰仪器科技有限公司); JM-30-45/80 液晶双频超声波清洗仪(广东洁盟超声实业有限公司); CLT55 低速常温离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司); ME2002E 电子天平(精度 1 mg, 瑞士 Mettler Toledo 公司); Milli-Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司)。

HPLC 级乙腈、甲醇(湖北弗顿科学技术有限公司); LC-MS 级甲酸(上海麦克林化学试剂有限公司); 分析级乙酸乙酯、石油醚(国药集团化学试剂有限公司); 氘代二甲亚砜(DMSO-D₆, D: 99%; Sigma-Aldrich 有限公司); 伐地那非衍生物 KD-027(HPLC 纯度 99.55%, 上海陶术生物科技股份有限公司); 伐地那非衍生物 SLX-2101(HPLC 纯度 99.5%, 天津阿尔塔科技有限公司); 柱层析硅胶(粒度: 300~400 目, 青岛海洋化工厂分厂); 薄层层析硅胶板(Silica gel 60 F₂₅₄, 上海西格玛奥德里奇贸易有限公司); 5 mm 核磁管(美国 Wilmad 公司); 配制酒、压片糖果及固体饮料等食品来自网络抽样。

1.2 样品前处理

1.2.1 质谱检测样品前处理 样品制备: 固体试样捣碎研磨后充分混匀; 液体试样, 充分混匀。

精密称取固体样品 1 g(精确至 0.001 g)或液体样品 2 mL 置于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 50% 甲醇水溶液, 在涡旋振荡器上振荡 15 min, 超声萃取 15 min 后, 在离心机上以 3 700 r/min 离心 5 min, 定容

至50 mL,混匀,取上清液过微孔滤膜,备用。若待测物含量过高,取续滤液,根据实际浓度用50%甲醇水溶液稀释至合适范围,待测定。

1.2.2 核磁检测样品前处理 称取阳性样品适量置于250 mL圆底烧瓶中,加入100 mL甲醇,涡旋混合15 min后超声振荡10 min,抽滤,减压蒸去甲醇,产物进行柱层析分离,以甲醇/乙酸乙酯/石油醚(体积比1:8:4)为洗脱剂,分离得到含分析物的溶液,经减压蒸馏和真空干燥得到白色固体样品。样品溶于DMSO- D_6 中,进行核磁共振波谱测试。

1.3 标准溶液配制

标准储备液:精密称取5.00 mg伐地那非衍生物KD-027于50 mL容量瓶中,用甲醇溶解并定容至50 mL,配制得到100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液,于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期3个月。

标准中间液:吸取标准储备液0.1 mL,按照标准储备液配制方法,得到质量浓度为0.1 $\mu\text{g/mL}$ 的标准中间液,于 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 保存,有效期3个月。

标准工作液:精密吸取0.1 $\mu\text{g/mL}$ 的标准中间液10、20、50、100、200、500 μL ,用50%甲醇水溶液稀释并定容至1 mL容量瓶中,摇匀,质量浓度依次为1、2、5、10、20、50 ng/mL ,以此系列及100 ng/mL 的溶液作为工作曲线溶液。

1.4 仪器条件

1.4.1 UPLC-Q-TOF/MS 条件 UPLC条件:WATERS ACQUITY UPLC[®] BEH C_{18} 色谱柱(2.1 mm \times 100 mm, 1.7 μm),流动相:0.1%甲酸水溶液(A)和甲醇(B),梯度洗脱程序:0~1.0 min, 95% A; 1.0~8.0 min, 95%~5% A; 8.0~12.0 min, 5% A; 12.0~12.1 min, 5%~95% A; 12.1~15.0 min, 95% A; 流量:0.3 mL/min,进样量:2 μL ,柱温:35 $^\circ\text{C}$ 。

Q-TOF/MS条件:采用电喷雾离子源(ESI源),正离子扫描模式采集数据;电喷雾电压(IS):5 500 V;气帘气压力(CUR):241 325 Pa;雾化气压力(GS1)和辅助加热气压力(GS2)均为344 750 Pa;离子源温度(TEM):450 $^\circ\text{C}$;全扫描一级质谱(MS)和二级质谱(MS/MS)采集范围均为50~1 100 Da,碰撞电压(CE)分别为10 V和(35 \pm 15) V;去簇电压(DP)均为60 V。

高分辨质谱数据通过Analyst TF 1.8.1软件采集,质谱数据匹配选用LibraryView中的自建数据库,靶向/非靶向定性筛查通过PeakView[®] 2.2软件执行。

1.4.2 傅里叶变换核磁共振波谱(FT-NMR)条件 ^1H NMR和 ^{13}C NMR脉冲序列(PULPROG)分别为zg30和zpgp30, ^1H 和 ^{13}C NMR的工作频率分别为600.13、150.95 MHz,实验温度为25 $^\circ\text{C}$,谱宽分别为7 200、27 171 Hz。异核单量子相关(HSQC)和异核多键相关(HMBC)实验分别采用HSQCEDETGPSISP2.3和HMBCGPLNDQF标准脉冲程序。核磁一维和二维数据在Mestrenova 14.0软件中分析。

1.4.3 UPLC-MS/MS 条件 色谱条件:色谱柱:ACQUITY@BEH C_{18} 色谱柱(2.1 mm \times 100 mm, 1.7 μm);柱温:35 $^\circ\text{C}$;流量:0.3 mL/min;进样体积:2 μL ;流动相A为0.1%甲酸水溶液,B为甲醇,梯度洗脱程序:0~1.0 min, 10% B; 1.0~2.5 min, 10%~95% B; 2.5~4.0 min, 95% B; 4.0~4.1 min, 95%~10% B; 4.1~5.0 min, 10% B。

质谱条件:采用ESI源、正离子扫描模式、多反应离子监测(MRM)通道进行数据采集;电喷雾电压(IS):5 500 V;气帘气压力(CUR):310 275 Pa;雾化气压力(GS1)和辅助加热气压力(GS2)均为379 225 Pa;离子源温度(TEM):500 $^\circ\text{C}$ 。通过MultiQuant 3.0.2软件进行定量数据分析。

2 结果与讨论

2.1 定性测定

2.1.1 高分辨质谱筛查 按照“1.2.1”的前处理条件和“1.4.1”的测试条件,对45批次暗示具有增强性功能的待检食品进行高通量靶向/非靶向筛查。在2批次压片糖果和1批次固体饮料中同时检测到保留时间7.846 min处出现明显的异常峰(图1A)。进一步通过准分子离子获得提取离子流图(图1B),同位素模式图(图1C)显示准分子离子峰为 m/z 562.246 9 [$\text{M}+\text{H}^+$]。通过PeakView[®] 2.2软件模拟并考量分子合理性,推测该化合物的分子式为 $\text{C}_{25}\text{H}_{35}\text{N}_7\text{O}_6\text{S}$ 。碎片离子图(图1D)中主要特征碎片离子为 m/z

大^[18]。NMR分析表明, KD-027的 *trans* : *cis* 比例约为 1.3 : 1(图3B), 且存在两个碳酰胺结构。最终, 通过¹H NMR谱、¹³C NMR谱、HSQC谱及HMBC谱归纳了KD-027的原子归属及对应关系(表1)。

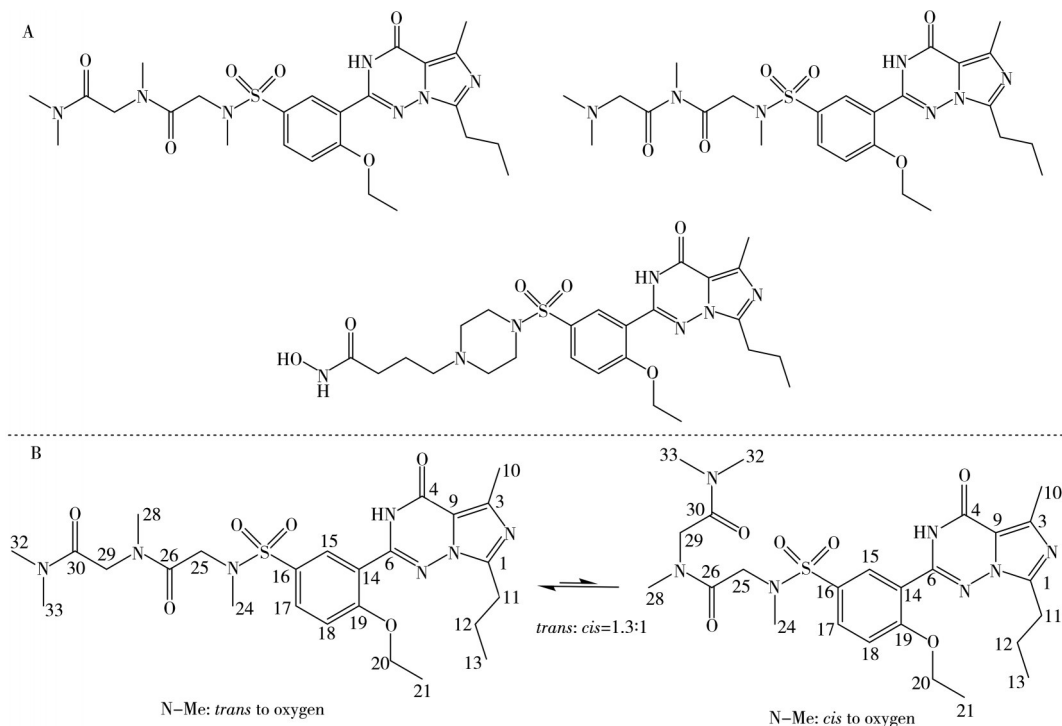


图3 3种伐地那非衍生物的结构式(A); KD-027的结构及其异构(B)

Fig. 3 The structure of 3 vardenafil derivatives(A); structure and its isomerism of KD-027(B)

表1 KD-027的核磁共振波谱数据及归属

Table 1 NMR data and assignment of KD-027

Carbon No.	KD-027(N-Me: <i>trans</i> to oxygen)		KD-027(N-Me: <i>cis</i> to oxygen)		HSQC	HMBC
	¹ H(δ_H /ppm)	¹³ C(δ_C /ppm)	¹ H(δ_H /ppm)	¹³ C(δ_C /ppm)		
1	/	144.36	/	144.36	/	H-11/H-12
3	/	137.58	/	137.58	/	H-10
4	/	155.03	/	155.03	/	H-10(weak)
5	11.67(1H, brs)	/	11.67(1H, brs)	/	/	/
6	/	146.16	/	146.16	/	H-5/H-15/H-18(weak)
9	/	113.07	/	113.04	/	H-10
10		2.48(3H, s)/14.25			H10-C10	/
11		2.83(2H, m, overlapping)/27.07			H-11/C-11	H-12/H-13
12		1.74(2H, sextet, $J=7.44$ Hz)/20.19			H-12/C-12	H-11/H-13
13		0.92(3H, t, $J=7.38$ Hz)/13.65			H-13/C-13	H-11/H-12
14	/	120.57	/	120.53	/	H-18
15	8.01-7.86(1H, m)	129.80	8.01-7.86(1H, m)	129.82	H-15/C-15	H-18
16	/	128.99	/	129.09	/	H-18/H-15(weak)/H-17(weak)
17	8.01-7.86(1H, m)	131.84	8.01-7.86(1H, m)	131.78	H-17/C-17	H-15
18		7.34(1H, d, $J=8.64$ Hz)/113.62			H-18/C-18	H-17(weak)
19	/	159.94	/	159.92	/	H-17/H-18(weak)/H-15/H-20
20		4.20(2H, q, $J=6.96$ Hz)/64.83			H-20/C-20	H-21
21		1.32(2H, t, $J=6.84$ Hz)/14.16			H-21/H-21	H-20
24	2.71(1.69H, s)	35.26	2.66(1.31H, s)	35.25	H-24/C-24	H-25
25	4.04(1.13H, s)	50.13	4.30(0.87H, s)	49.15	H-25/C-25	H-24
26	/	167.04	/	167.29	/	H-25/H-28/H-29
28	2.79(1.69H, s)	34.93	2.76(1.31H, s)	35.01	H-28/C-28	H-29
29	4.13(1.13H, s)	51.14	3.85(0.87H, s)	51.23	H-30/C-30	H-28
30	/	167.14	/	167.71	/	H-29/H-32/H-33
32	2.96(1.69H, s)	35.55	2.93(1.31H, s)	35.60	H-32/C-32	H-33
33	2.92(1.69H, s)	35.58	2.84(1.31H, m, overlapping)	35.23	H-33/C-33	H-33

*no atom (hydrogen or carbon) signal on the corresponding atom

2.1.4 KD-027的质谱裂解规律分析 KD-027的准分子离子 $[M+H]^+$ m/z 为562.244 2, 经碰撞诱导解离(CID)得到质谱裂解数据, 其裂解规律分析结果如图4。该离子通过3条路径裂解: 第1条路径发生极性C—C键断裂, 生成 m/z 129.065 9碎片离子; 第2条路径脱去二甲胺, 生成丰度较高的 m/z 517.186 4碎片离子; 第3条路径发生极性C—N键断裂, 生成 m/z 448.164 9碎片离子。 m/z 517.186 4进一步通过2条路径碎裂: 首先, 通过极性C—N键断裂得到 m/z 406.154 4, 但此方式可能性较小, 因此碎片丰度不高; 其次, 脱去CO得到 m/z 489.191 5, 随后发生N, N-二甲基甲酰胺(DMF)中性丢失得到 m/z 418.154 4, 进一步脱二甲胺得到 m/z 377.127 8, 继而脱去SO₂得到 m/z 312.158 1或自由基阳离子 m/z 311.150 3, 进一步发生乙氧基脱乙烯得到 m/z 283.119 0, 最终三嗪环开环得到 m/z 151.086 6。 m/z 448.164 9也可发生由 m/z 517.186 4得到 m/z 418.154 4后续的裂解方式生成对应的碎片离子。需强调, 更小碎片可能来源于更大碎片的直接解离, 如 m/z 151.086 6可能来源于除 m/z 129.065 9外的任何碎片离子。本研究的质谱裂解规律分析仅基于理论结合实际提供相对合理的解释。特征碎片离子 m/z 377.127 8、312.158 1、283.119 0和151.086 6为确定分析物骨架及分子式提供了基本信息, Chemspider分子式检索结构式进一步缩小了筛查范围, NMR表征结合标准品比对确保了分子结构解析和确证的准确性。

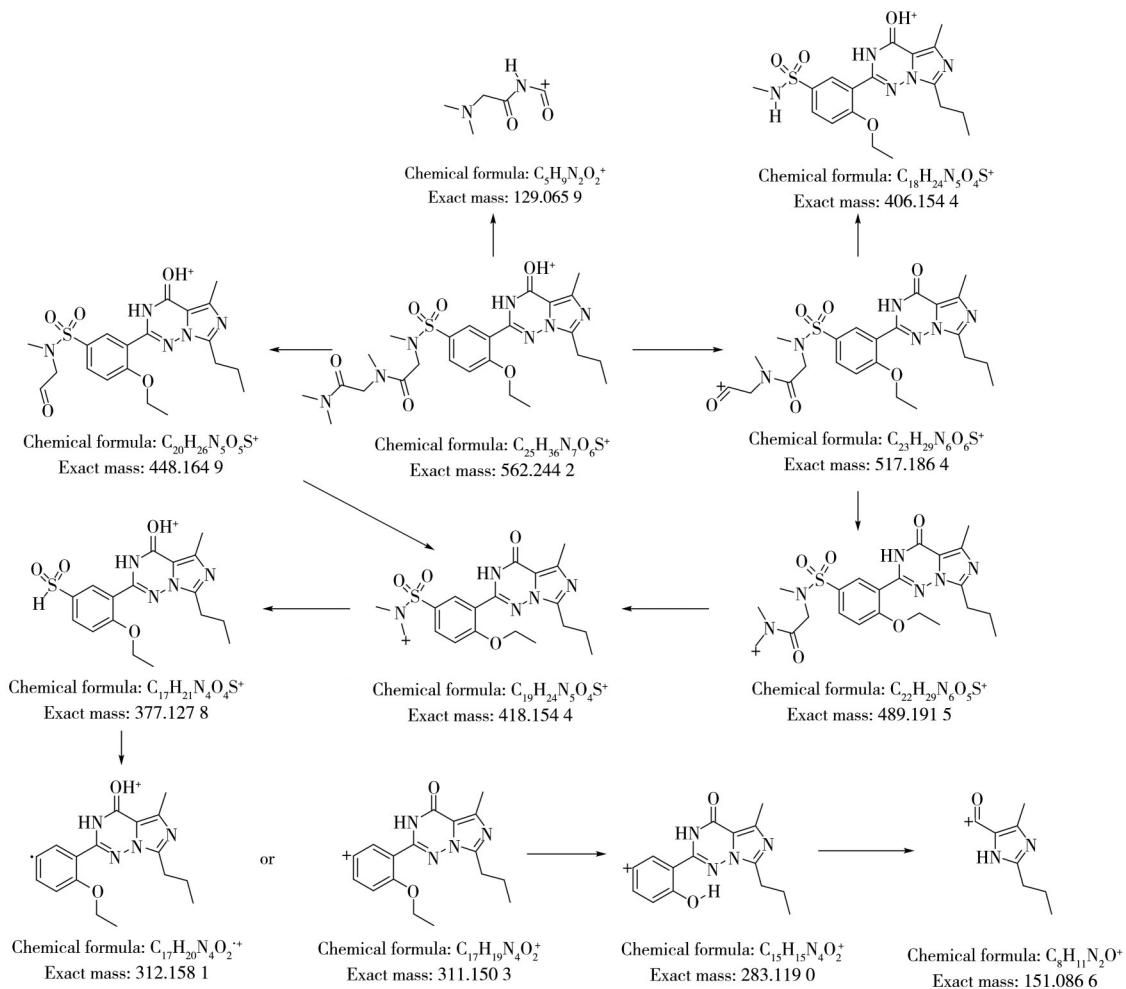


图4 KD-027的质谱裂解规律解析

Fig. 4 Analysis of mass spectrometry cleavage patterns of KD-027

2.2 定量测定

2.2.1 线性关系、检出限与定量下限 采用“1.2.1”、“1.3”和“1.4.3”的前处理和仪器测定方法, 以 m/z 562.2/311.2为定量离子对, m/z 562.2/283.2为定性离子对, 以目标物的质谱响应(y)对质量浓度(x)进行线性回归, 通过外标法对阳性样品进行定量。KD-027在1.0~100 ng/mL范围内具有良好线性关系, 回归方程为 $y=282\ 847x+36\ 919$, 相关系数(r^2)为0.999 6。以3倍($S/N \geq 3$)和10倍信噪比($S/N \geq$

10)对应的加标样品检出值分别作为方法的检出限(LOD)和定量下限(LOQ),得到KD-027的检出限和定量下限分别为20、50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.2.2 基质效应 采用空白基质加标方式,通过计算空白基质加标标准曲线与溶剂标准曲线的斜率比值评价基质效应。结果表明,配制酒和压片糖果的基质效应在 $\pm 10\%$ 以内,基质效应影响不大,可通过溶剂标准曲线进行定量分析;固体饮料的基质效应为18.2%,基质效应的影响在容许范围内,可通过溶剂标准曲线进行定量分析,另外可通过适当稀释空白基质降低基质效应,提高检测准确性。对于基质干扰严重的样品,可根据实际情况,采用基质标准曲线进行定量。

2.2.3 回收率与相对标准偏差 在配制酒、压片糖果和固体饮料3种空白基质中,添加3个不同浓度的KD-027标准溶液,分别制成0.05、0.15、0.5 mg/kg 的模拟真实样品,通过3水平6平行实验考察方法的准确度与精密度。结果表明:加标回收率为86.2%~115%,相对标准偏差(RSD)为2.7%~7.3%,满足分析测试要求。

2.3 实际样品测定

采用本方法对45批次网购样品进行测定,在2批次压片糖果(鹿鞭糖和参精多肽片)和1批次固体饮料(人参黄精多肽固体饮料)中检出KD-027(图5),含量分别为1 825、2 707、482 mg/kg 。

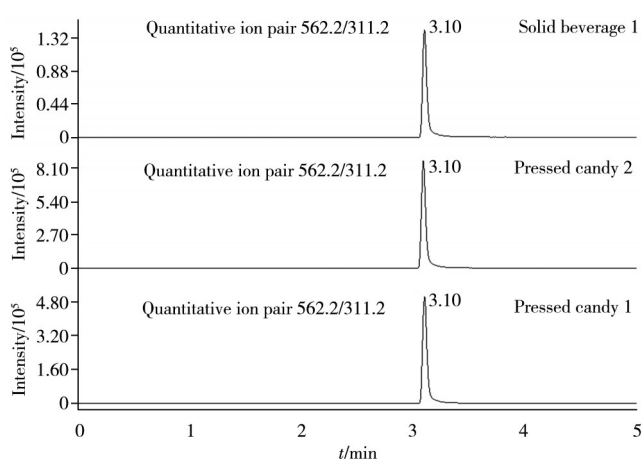


图5 3批次阳性样品中KD-027的UPLC-MS/MS检测结果
Fig. 5 UPLC-MS/MS test results of KD-027 in 3 batches of positive samples

3 结论

本研究建立了一种基于LC-MS及NMR表征结合Chempider数据库检索确证食品中新型非法添加伐地那非衍生物KD-027的方法。不同于以往结构经简单改造的新型化合物的确证思路,本研究融合LC-MS及NMR技术表征、Chempider数据库分子式匹配结构式及标准品比对,综合确证了结构经复杂改造的化合物。NMR表征中,两个酰胺氮原子上双取代导致的顺反异构现象增加了分析和确证难度,未来研究需关注。本研究在2批次压片糖果和1批次固体饮料中检出KD-027,含量为482~2 707 mg/kg 。KD-027等新型非法添加物给市售产品检测带来挑战,亟需开发新技术、新方法、新策略为打击食品非法添加提供技术支撑。

参考文献:

- [1] Liu X R, Yang C H, Liu J P, Li G S, Liu H D, Wang L, Liu Y, Fang J, Liu J H, Wang M L. *J. Food Saf. Qual.* (刘向荣, 杨春华, 刘建平, 李光胜, 刘卉丹, 王林, 刘洋, 方静, 刘江花, 王美玲. 食品安全质量检测学报), **2025**, 16(21): 334-339.
- [2] Xia J T, Zhang L, Wu W Q, Zhu X L, Jiang Y, Jiang F. *J. Food Saf. Qual.* (夏金涛, 张莉, 吴婉琴, 朱晓玲, 蒋颖, 江丰. 食品安全质量检测学报), **2024**, 15(21): 13-21.
- [3] Xia J T, Wu W Q, Jiang F, Zhu S S. *Chin. J. Anal. Lab.* (夏金涛, 吴婉琴, 江丰, 朱松松. 分析实验室), **2024**, 43(7): 1004-1010.
- [4] Liu Y T, Guo Y X, Liu Z Q, Liu J P, Wang H, Liu Y, Dai J Y, Wang M L. *J. Instrum. Anal.* (刘雅婷, 郭予昕, 刘振强, 刘建平, 王欢, 刘洋, 戴洁芸, 王美玲. 分析测试学报), **2023**, 42(11): 1488-1494.
- [5] Sun J, Yu H, Zhang J X, Ran Y Y, Zhao Y S, Ji S, Hu Q. *Heliyon*, **2023**, 9(6): e17253.
- [6] Xia J T, Wu W Q, Jiang F, Zhu S S. *Heliyon*, **2023**, 9(9): e19456.
- [7] Kee C L, Ge X W, Gilard V, Malet-Martino M, Low M Y. *J. Pharm. Biomed. Anal.*, **2018**, 147: 250-277.
- [8] Yu X Q, Liu M, Li S C, Wen Q, Zhou J, Du G. *Chin. J. Food Hyg.* (余晓琴, 刘美, 李澍才, 温泉, 周佳, 杜钢. 中国食品卫生杂志), **2023**, 35(9): 1357-1363.
- [9] Feng F, Chang Q Z, Sun X, Du R Z, Zhang F. *Food Sci.* (冯峰, 常启智, 孙晓, 杜容竹, 张峰. 食品科学), **2025**, 46(10): 290-298.

- [10] Ning X, Jin S M, Li Z Y, Yang C J, Mao D, Cao J. *Chin. J. Chromatogr.* (宁霄, 金绍明, 李志远, 杨崇俊, 貌达, 曹进. 色谱), **2023**, 41(11): 960–975.
- [11] Yu H, Hu Q, Sun J, Feng R, Zhang S, Zhang J X, Mao X H, Ji S. *Chin. J. Chromatogr.* (于泓, 胡青, 孙健, 冯睿, 张甦, 张静娴, 毛秀红, 季申. 色谱), **2018**, 36(10): 1005–1017.
- [12] BJS 202405. Determination of Sildenafil and Tadalafil in Foods. China Food and Drug Administration, Additional Testing Methods (食品中西地那非、他达那非等化合物的测定. 国家食品药品监督管理总局食品补充检验方法).
- [13] Xia J T, Wu W Q, Zhu S S, Jiang F, Fan Z Y, Wang H X, Peng Q Z, Yang Z. *J. Instrum. Anal.* (夏金涛, 吴婉琴, 朱松松, 江丰, 范志勇, 王会霞, 彭青枝, 杨总. 分析测试学报), **2022**, 41(5): 754–760.
- [14] Hu G L, Qiu M H. *Nat. Prod. Rep.*, **2023**, 40(11): 1735–1753.
- [15] Xin B S, Hu F X, Wang Q, Lin B, Huang X X, Song S J. *J. Agric. Food Chem.*, **2025**, 73(48): 30738–30748.
- [16] Dong S H, Duan Z K, Lian M Y, Bai M, Huang X X, Song S J. *J. Org. Chem.*, **2025**, 90(42): 15046–15057.
- [17] Emmal S, Junho J, Rebekka G, Kathrin F, Matthias R, Heinz P S, Juliane H. *Environ. Sci. Technol.*, **2014**, 48(4): 2097–2098.
- [18] Wu H, Liu Z, Bai D C. *Univ. Chem.* (吴昊, 刘珍, 白大昌. 大学化学), **2024**, 39(3): 231–238.

(责任编辑: 丁 岩)