

LC-MS/MS快速检测化妆品中五种咪唑啉类非法添加

Determination of 5 kinds of Imidazolines in Cosmetics by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海
Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

Key words: SCIEX Triple Quad; Imidazolines; Cosmetics

咪唑啉类药物是一种拟交感神经药, 有血管收缩作用, 可作用于鼻黏膜血管上的肾上腺素 α 受体, 收缩鼻粘膜血管, 增加鼻腔畅通度, 改善过敏性鼻炎的鼻塞症状。部分不法企业利用此类药物可收缩血管这一性质, 在美白类化妆品中进行非法添加, 从而对消费者身体健康带来危害。我国2015年版《化妆品安全技术规范》将萘甲唑啉及其盐类列入禁用原料列表, 明确禁止其在化妆品中使用, 但并未提供对应的检测方法。基于此, 2022年12月, 国家药监局发布第117号公告, 明确规定了化妆品中四氢咪唑啉、萘甲唑啉、羟甲唑啉、安他唑啉、赛洛唑啉等非法添加药物的测定方法。

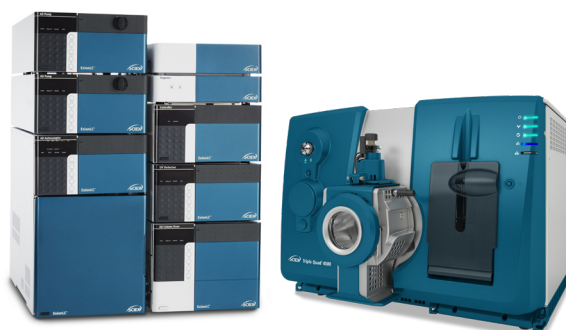
根据最新发布的第117号公告, 我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了四氢咪唑啉类等5种非法添加药物的检测方法, 方法具有良好灵敏度及重现性, 可用于化妆品中咪唑啉类药物非法添加的检测:

该方法具有以下特点:

1. 分析时间短, 10分钟即可完成化妆品5种咪唑啉类药物的检测。
2. 灵敏度高: 方法具有良好的检出下限及稳定性, 充分满足国家相关标准要求。
3. 拿来即用: 检测质谱条件遵循相关法规, 可快速帮助客户在SCIEX仪器上完成相关项目分析, 无需进行方法偏离等验证工作。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理:

样品处理参考国家药监局2022年第117号公告, 《化妆品中四氢咪唑啉等5种组分的测定》进行处理。

色谱方法:

色谱柱: C18, 1.9 μm , 2.1 mm X 100 mm

流动相: A: 水 (含0.1%甲酸)

B: 乙腈

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	15
0.50	0.3000	15
6.00	0.3000	60
6.50	0.3000	95
8.00	0.3000	95
8.10	0.3000	15

流速: 0.3 mL/min;

柱温：40℃；

质谱方法：

扫描方式：正模式 MRM

离子源：ESI

离子源参数：

IS电压：5500 V

气帘气 CUR: 35 psi

雾化气 GAS1: 45 psi

辅助加热器 GAS2: 50 psi

源温度 TEM: 500℃

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表见附表

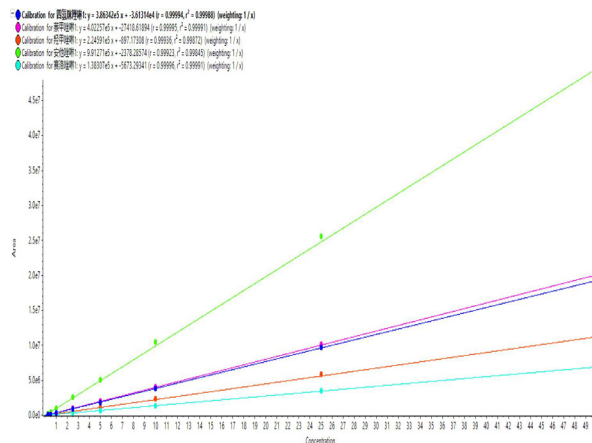


图2. 5种咪唑啉类药物的校准曲线

实验结果

化合物提取离子流色谱图

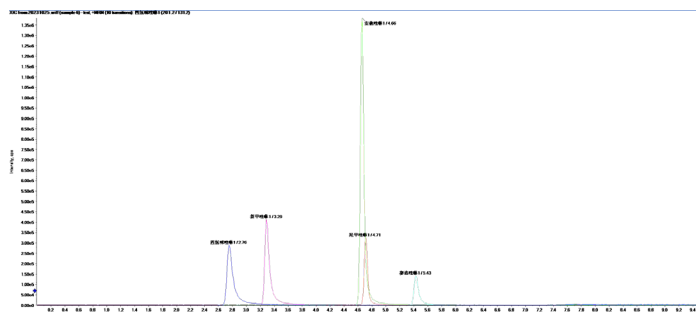


图1. 5种咪唑啉类药物的提取离子流色谱图

1. 线性，回归方程及回归系数

使用空白基质配置0.25~50 ng/mL标准测试液，相关曲线见图2，回归系数 $r > 0.998$ ，方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

2. 灵敏度考察，使用化妆品空白基质考察灵敏度，本方法灵敏度可充分满足国家药监局第117号公告《化妆品中四氢咪唑啉等5种组分的测定》的监测需求。

表1. 5种咪唑啉类药物的检出限值

化合物	实验检出限值 (mg/kg)	117号公告 要求检出下限 (mg/kg)
四氢咪唑啉	0.0025	0.08
萘甲咪唑啉	0.0025	0.08
羟甲咪唑啉	0.0025	0.08
安他咪唑啉	0.001	0.08
赛洛咪唑啉	0.004	0.08

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™系统上，建立了膏霜乳类、液体制剂、凝胶类、蜡基类化妆品中四氢咪唑啉等5种咪唑啉类药物的LC-MS/MS方法，方法快速简便，灵敏度结果显示其检出限值低于相关标准规定，可满足化妆品中咪唑啉类药物非法添加的检测需求。

参考文献

1. 国家药监局关于《化妆品中四氢咪唑啉等5种组分的测定》化妆品补充检验方法的公告

附录： 5种咪唑啉类药物的质谱离子对参数

化合物	Q1	Q3	DP	CE
四氢咪唑啉	201.2	131.2	130	39
		91.2		50
萘甲唑啉	211.1	141.2	125	44
		115.1		61
羟甲唑啉	261.2	205.2	140	35
		135.1		46
安他唑啉	266.3	91.1	90	38
		196.1		25
赛洛唑啉	245.2	229.1	140	45
		145.1		58

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。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15845-ZH-A


SCIEX中国

北京分公司
 北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
 1号楼5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

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](#)