

LC-MS/MS快速检测化妆品中16 α -羟基泼尼松龙

Determination of 16 α -Hydroxy Prednisolone 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; Cosmetics; 16 α -Hydroxy Prednisolone

16 α -羟基泼尼松龙, 与泼尼松龙结构类似, 是合成糖皮质激素类药物包括曲安奈德、布地奈德、环索奈德和地索奈德等的重要中间体。长期或大量外用糖皮质激素, 可能诱发或加重局部感染, 导致皮肤萎缩、毛细血管扩张、激素依赖等不良损害。

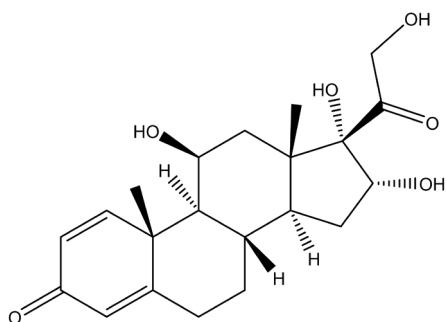


图1. 16 α -羟基泼尼松龙结构式

2022年11月, 国家药监局发布107号公告《化妆品中16 α -羟基泼尼松龙的测定》化妆品补充检验方法, 该公告提供了16 α -羟基泼尼松龙在膏霜乳类、液体(水)类化妆品中非法添加的官方检测方法, 为监管化妆品中16 α -羟基泼尼松龙的非法添加提供了重要的技术支撑。根据相关公告, 我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了化妆品中16 α -羟基泼尼松龙的检测方法, 可帮助用户快速完成膏霜乳类、液体(水)类化妆品中16 α -羟基泼尼松龙非法添加的筛查及定量工作。

本方法具有如下特点:

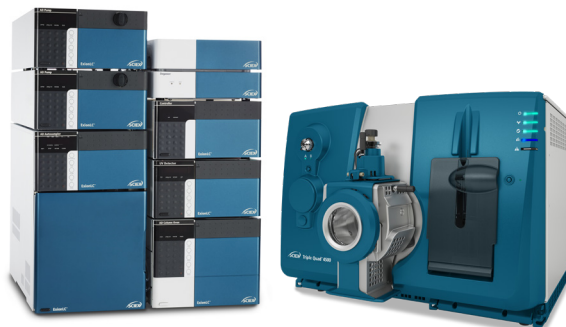
1. 检测质谱条件遵循相关法规, 拿来即用, 可快速帮助客户在

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。

2. 检测方法灵敏度高: 化妆品复杂基质中16 α -羟基泼尼松龙的检出下限低于国家相关法规。

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107号公告, 《化妆品中16 α -羟基泼尼松龙的测定》进行处理。

色谱方法:

色谱柱: C18, 1.8 μ m, 2.1 mm \times 100 mm

流动相: A: 水

B: 乙腈

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	40
1.00	0.3000	40
4.50	0.3000	98
7.50	0.3000	98
7.60	0.3000	40

流速：0.3 mL/min；

柱温：40°C；

质谱方法：

扫描方式：负模式 MRM

离子源：ESI

离子源参数：

IS电压：-4500V

气帘气 CUR: 35 psi

雾化气 GAS1: 35 psi

辅助加热器 GAS2: 40 psi

源温度 TEM: 550°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表

化合物	Q1	Q3	DP	CE
16 α-羟基泼尼松龙	375.4	327.1	-112	-24
		283.2		-32

实验结果

化合物提取离子流色谱图

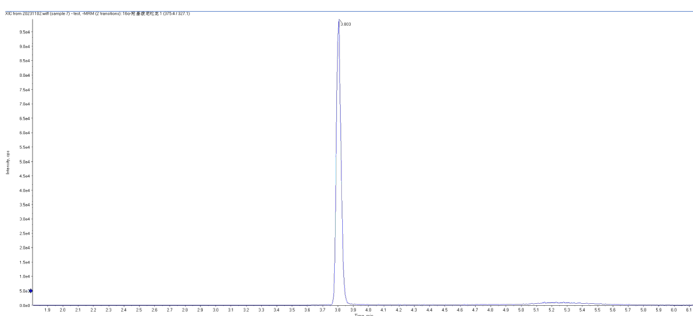


图2. 16 α-羟基泼尼松龙的提取离子流色谱图

1. 线性，回归方程及回归系数

使用空白基质配制0.1~10 ng/mL标准测试液，相关曲线见图3，回归系数 $r > 0.999$ ，方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

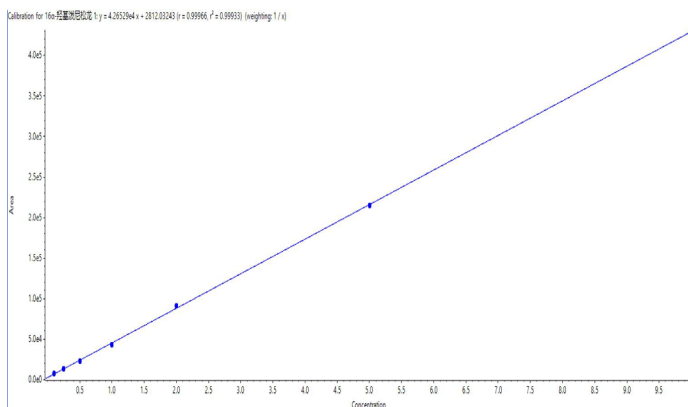


图3. 16 α-羟基泼尼松龙的校准曲线

2. 灵敏度及重现性考察，根据国家药监局2022年第107号公告，按取样量0.2g计，经处理后化妆品中16 α-羟基泼尼松龙的检测下限需低于0.2 ng/mL，本方法中空白基质添加浓度为0.02 ng/mL的16 α-羟基泼尼松龙供试液依然具有很好的灵敏度（见图4），充分满足相关通告的要求。

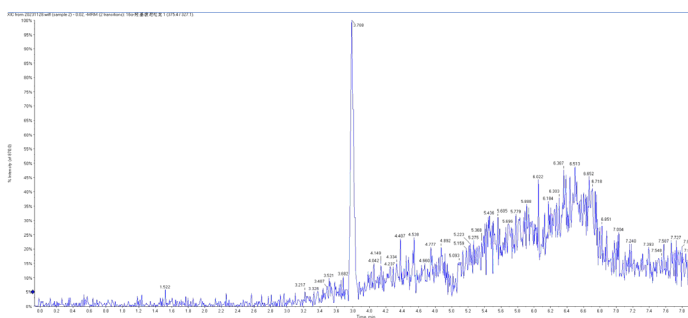


图4. 0.02 ng/mL 16 α-羟基泼尼松龙基质添加溶液的色谱图

使用16 α-羟基泼尼松龙浓度为0.1 ng/mL、1 ng/mL的基质标准溶液，连续进样6针，所有化合物RSD值均小于2%，表明方法具有良好的重现性。

表1. 16 α -羟基泼尼松龙的重现性

化合物名称	0.1 ng/mL RSD%(n=6)	1 ng/mL RSD%(n=6)
16 α -羟基泼尼松龙	1.53	1.96

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上，建立了化妆品中16 α -羟基泼尼松龙非法添加药物的LC-MS/MS检验方法，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，可满足膏霜乳类化妆品中16 α -羟基泼尼松龙的相关检测需求。

参考文献

1. 国家药监局2022年第107号公告，《化妆品中16 α -羟基泼尼松龙的测定》

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-02-15841-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](#)