

应用LC-MS/MS快速分析化妆品中7种局部麻醉剂

Simultaneous Determination of 7 Kinds of Local Anesthetics in Cosmetics by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 刘冰洁, 李立军, 郭立海

Li Guangning, Liu Bingjie, Li Lijun, Guo Lihai

SCIEX China

Keywords: SCIEX Triple Quad; Local Anesthetics; Cosmetics

引言

常用局麻药按化学结构不同可分为酯类和酰胺类两大类，酯类如普鲁卡因、氯普鲁卡因和丁卡因等，酰胺类有利多卡因、布比卡因、左旋布比卡因和罗哌卡因等。其作用机理是能在用药局部暂时地、完全和可逆性地阻断神经的冲动和传导，在意识清醒的条件下，使局部的痛觉和感觉消失。某些不法厂家在化妆品中添加上述物质，以达到快速止痛止痒的目的。消费者在不知情的情况下大量涂抹到皮肤上，可能产生较高的血药浓度，导致心跳不规则、癫痫发作及昏迷。鉴于局部麻醉剂的副作用明显，在我国，《化妆品安全技术规范》（2015年版）将普鲁卡因类局麻药列为禁用物质。

由于化妆品成分复杂，基质干扰严重，使用常规液相色谱法进行局部麻醉药检测时，不可避免存在色谱峰共流出，导致结果误判。因此我们在液相色谱质谱系统上开发了常见的7种普鲁卡因类局部麻醉剂的方法，该方法具有以下特点：

1. 本方法覆盖目前化妆品中常见局部麻醉剂的检测。
2. 抗基质干扰，特异性强，解决了色谱法无法避免的假阳性问题，保证结果可靠性。
3. 10 min内完成7种局部麻醉剂的检测，快速方便。
4. 灵敏度高，远低于《化妆品安全技术规范》中的限量要求。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



ExionLC™ AD系统+SCIEX Triple Quad™ LC-MS/MS系统

样品处理：

同《化妆品安全技术规范》，2015年版。

色谱方法：

色谱柱：CAPCELL PAK C18 3 μm, 3.0 × 150mm；

流动相：A：水，含0.1% 甲酸

B：甲醇，含0.1% 甲酸

梯度洗脱：

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.4000	40
2.00	0.4000	50
4.50	0.4000	85
6.50	0.4000	85
6.60	0.4000	40

流速：0.4 mL/min；

柱温：40℃；

进样量：2 μL

质谱方法：

扫描方式：正模式

离子源：ESI

离子对列表见附表

实验结果

化合物提取离子流色谱图

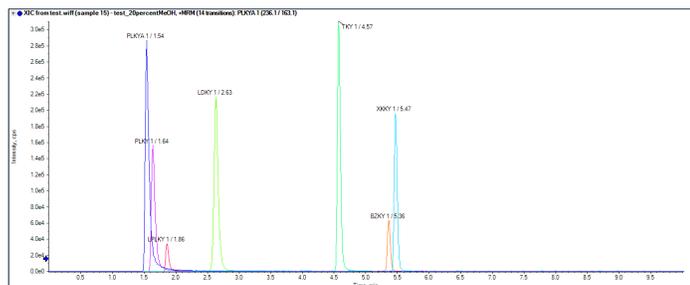


图1. 7种局部麻醉剂的提取离子流色谱图

1. 线性范围，回归方程及回归系数

7种局部麻醉剂均为极性化合物，在使用液质分析时，利多卡因，普鲁卡因有较强的溶剂效应，浓度较大时可使用20%甲醇稀释再进行分析。大部分化合物在0.2~100 ng/mL均具有良好的线性，其回归系数 $r > 0.998$ ，详见表1。

表1. 7种局部麻醉剂的线性范围，回归曲线及回归系数

化合物名称	线性范围 (ng/mL)	回归方程	回归系数r
普鲁卡因胺	0.4-100	$y = 7.86442e4X - 4561.59819$	0.99933
普鲁卡因	0.2-50	$y = 3.93518e4X - 1322.45542$	0.99917
氯普鲁卡因	0.4-100	$y = 7803.27857X - 594.16878$	0.99881
苯佐卡因	0.4-100	$y = 11678.82961X + 3423.32568$	0.99819
利多卡因	0.2-100	$y = 6.01241e4X - 1694.94702$	0.99943
丁卡因	0.2-100	$y = 5.93758e4X - 4288.04827$	0.99930
辛可卡因	0.2-100	$y = 3.98947e4X - 2080.74271$	0.99927

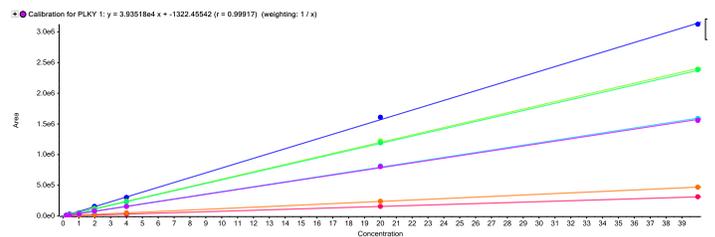


图2. 7种局部麻醉剂的校准曲线

2. 使用空白基质考察实验的重现性，添加浓度为2 ng/mL，连续进样6针，所有化合物RSD值均小于3%。

化合物名称	RSD% (n=6)	化合物名称	RSD% (n=6)
普鲁卡因胺	1.65	利多卡因	1.74
普鲁卡因	2.86	丁卡因	2.03
氯普鲁卡因	2.91	辛可卡因	2.78
苯佐卡因	2.95	-	-

3. 按照采样0.5 g经预处理后计算检出浓度，本方法检出低限远低于《化妆品安全技术规范》规定，可直接用于化妆品中局部麻醉剂的测量或复检。

化合物名称	化妆品规范测定低限 (ng)	本方法测定低限 (ng)
普鲁卡因胺	10	0.008
普鲁卡因	8	0.004
氯普鲁卡因	10	0.008
苯佐卡因	8	0.008
利多卡因	10	0.004
丁卡因	10	0.004
辛可卡因	8	0.004

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上，建立了7种普鲁卡因胺类局麻剂的LC-MS/MS方法，该方法完全能达到《化妆品安全技术规范》中相关局部麻醉剂的检测要求。方法具有快速简便且通量高的优点。检出限量远低于现行法规的要求，连续基质加标进样6针重现性好，具有较好的可靠性和适用性。

参考文献：

1. 化妆品安全技术规范，2015年版

附录：

7种局部麻醉剂的质谱离子对参数

中文名称	英文名称	Q1	Q3	DP(V)	CE(v)
普鲁卡因胺	Procainamide	236.1	163.1	55	24
			120.1	55	42
普鲁卡因	Procaine	237	100.2	50	22
			120.1	50	37
氯普鲁卡因	Chloroprocaine	271	100.2	55	21
			154.1	55	38
苯佐卡因	Benzocaine	166.1	138.1	53	15
			94.1	53	25
利多卡因	Lidocaine	235.1	86.1	65	23
			58.1	65	50
丁卡因	Tetracaine	265.1	176.2	55	20
			72.2	55	38
辛可卡因	Cinchocaine	344.2	271.2	90	29
			116.1	90	70

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。© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

RUO-MKT-02-12219-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：021-2419-7200
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州分公司
广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话：020-8510-0200
传真：020-3876-0835
官方微信：[ABSciex-China](https://www.absciex.com.cn)