

## LC-MS/MS快速检测化妆品中非那雄胺等10种组分

# Determination of Finasteride and other 9 kinds of components 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

**Keywords:** SCIEX Triple Quad; Finasteride; Cosmetics

脱发是一种常见的临床疾病, 对患者的心理健康有不可忽视的影响。目前治疗脱发的药物主要有甾体类及非甾体类雄激素阻断剂、生物学反应调节抑制剂等, 其中常见的临床用药非那雄胺类药物是典型的甾体类化合物, 它是细胞内酶 II 型 $5\alpha$ 还原酶的特异性抑制剂, 可有效抑制头皮毛囊变少, 防止脱发。而氟他胺, 比卡鲁胺, 尼鲁米特等临床药物则为非甾体类激素拮抗剂, 其能与雄激素受体结合而无雄激素作用, 从而阻断雄激素与这些受体结合, 起到抗雄激素作用。由于巨大的消费需求, 市场上出现大批生称具有育发生发功效的产品, 但一些不法厂家为了使其产品达到快速生效的作用, 非法添加临床用药等违禁物质, 不仅扰乱市场, 也对消费者的身心安全带来严重不良影响。

2020年12月, 国家药监局发布第144号公告, 公告规定, 自2021年1月1日起, 《化妆品卫生监督条例》规定的育发等5类特殊用途化妆品不再按照特殊化妆品管理。2024年1月, 国家药监局发布第3号公告, 公告明确规定了化妆品中非那雄胺等10种组分测定补充检验方法, 将此类非法添加列入监管范围。

根据最新发布的第3号公告, 我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了化妆品中非那雄胺等10种组分的检测方法, 方法具有良好的灵敏度及重现性, 可用于化妆品中防脱发类组分的检测:

### 该方法具有以下特点:

1. 分析时间短, 15分钟即可完成化妆品中10种防脱发药物非法添加的检测。
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2024年第3号公告, 《化妆品中非那雄胺等10种组分的测定》进行处理。

色谱方法:

色谱柱: C18, 1.8  $\mu\text{m}$ , 2.1 mm  $\times$  100 mm

流动相: A: 水 (含0.01%甲酸)

B: 甲醇

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	50
0.50	0.3000	50
5.00	0.3000	62
10.00	0.3000	80
11.00	0.3000	95
13.00	0.3000	95
13.10	0.3000	50

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 1  $\mu$ L

质谱方法:

扫描方式: MRM正负同时扫描

离子源: ESI

离子源参数:

IS电压: 5500 V / -4500V

气帘气 CUR: 30 psi

雾化气 GAS1: 50 psi

辅助加热器 GAS2: 55 psi

源温度 TEM: 550°C

碰撞气 CAD: Medium

离子对列表见附表

## 实验结果

化合物提取离子流色谱图 (见图1)

### 1. 线性, 回归方程及回归系数

使用空白基质配置标准测试液, 分别测试非那雄胺, 羟基氟他胺在0.5-50 ng/mL; 尼鲁米特、比卡鲁胺、氟罗地尔、氟他胺在1-100 ng/mL; 环丙孕酮、醋酸环丙孕酮、度他雄胺、依立雄胺在2-200 ng/mL下的线性关系及准确度, 相关曲线见图2, 所有化合物线性回归系数R均在0.999以上, 且各化合物从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

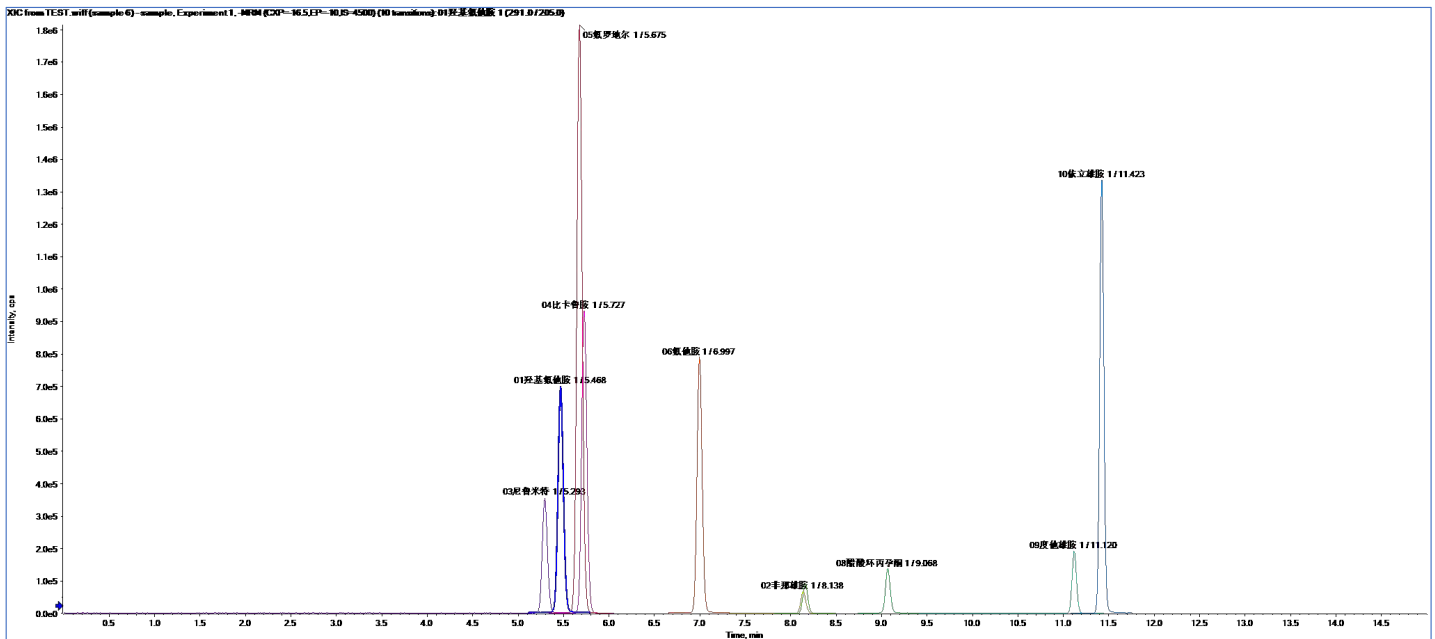


图1. 10种非那雄胺等防脱发药物组分的提取离子流色谱图

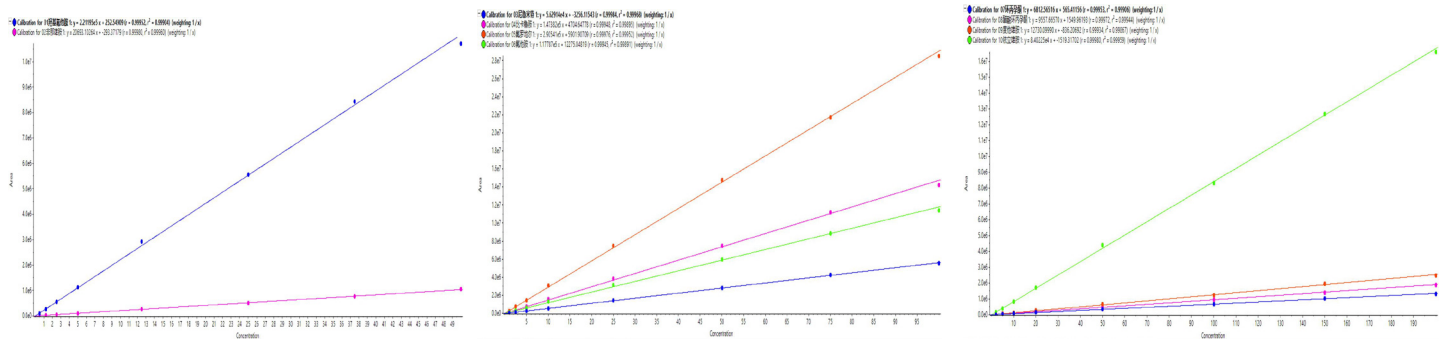


图2. 10种非那雄胺类非法添加组分的校准曲线

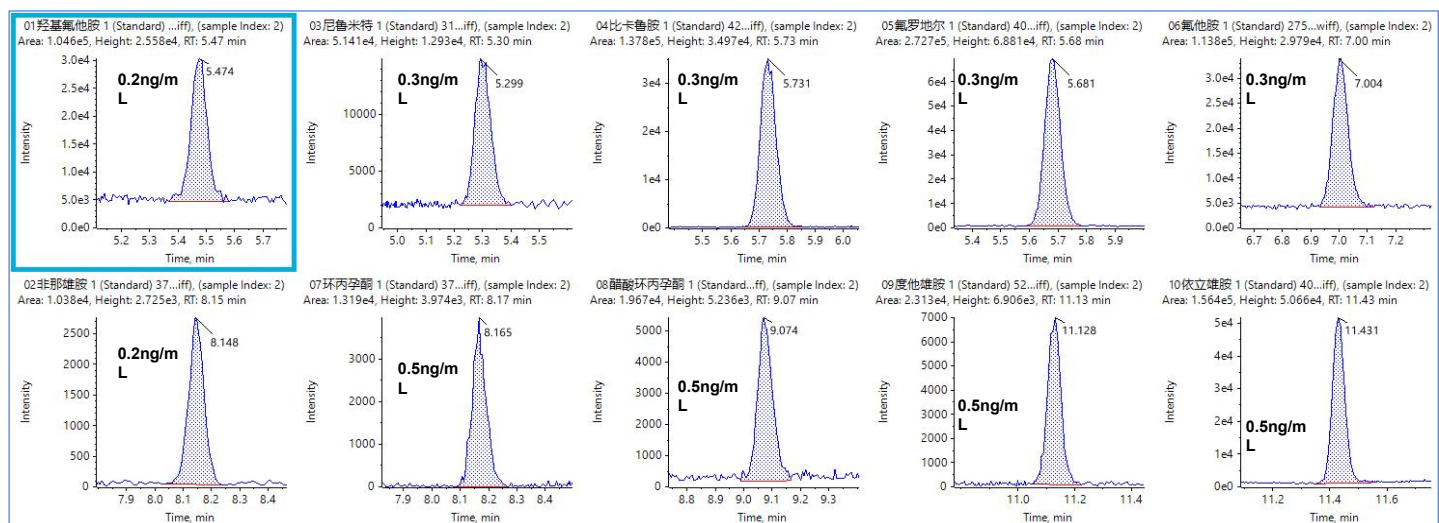


图3. 10种非那雄胺等防脱发药物组分的基质加标色谱图

表1. 《化妆品中非那雄胺等10种组分的测定》的监测需求

组分名称	检出限 (ng)	最低检出浓度 (上机) (ng/mL)	组分名称	检出限 (ng)	最低检出浓度 (上机) (ng/mL)
羟基氟他胺	0.0015	1.5	氟他胺	0.003	3
非那雄胺	0.0015	1.5	环丙孕酮	0.006	6
尼鲁米特	0.003	3	醋酸环丙孕酮	0.006	6
比卡鲁胺	0.003	3	度他雄胺	0.006	6
氟罗地尔	0.003	3	依立雄胺	0.006	6

2. 灵敏度考察, 使用化妆品空白基质空白分别配制非那雄胺, 羟基氟他胺0.2 ng/mL, 尼鲁米特、比卡鲁胺、氟罗地尔、氟他胺0.3ng/mL, 环丙孕酮、醋酸环丙孕酮、度他雄胺、依立雄胺0.5ng/mL的基质加标溶液, 上机测试, 色谱图见图3, 可充分满足国家药监局2024年第3号公告《化妆品中非那雄胺等10种组分的测定》的监测需求(见表1)。

## 总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上，建立了化妆品10种非那雄胺等防脱发药物组分的LC-MS/MS方法，方法快速简便，灵敏度高，可满足化妆品中方脱发药物组分的检测需求。

## 参考文献

1. 国家药监局关于《化妆品中非那雄胺等10种组分的测定》化妆品补充检验方法的公告

## 附录：

10种非那雄胺等防脱发药物组分的质谱离子对参数

化合物	检测模式	Q1	Q3	DP	CE(eV)
羟基氟他胺	负离子	291	205	-126	-30
			175		-43
尼鲁米特		315.9	273	-120	-30
			205		-28
比卡鲁胺		429	255	-110	-22
			185		-54
氟罗地尔		402	205	-128	-37
			196		-27
氟他胺		275	202	-140	-30
			205		-33
非那雄胺	正离子	373.2	317.2	165	34
			305.3		42
环丙孕酮		375.1	321.2	140	28
			219.1		34
醋酸环丙孕酮		417.2	357.1	135	24
			147		30
度他雄胺		529.2	461.1	160	48
			95		67
依立雄胺		400.2	344.1	145	32
			72.1		60

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。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15986-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](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