

LC-MS/MS快速检测化妆品中他克莫司和吡美莫司

Determination of Tacrolimus and Pimecrolimus 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; Tacrolimus; Pimecrolimus

他克莫司 (tacrolimus)、吡美莫司 (pimecrolimus) 均为链霉菌属发酵产生的代谢物, 临床中常在皮肤科作为外用钙调磷酸酶抑制剂使用, 与皮质醇激素联合用药治疗过敏性皮炎。但此类物质的长期使用容易导致皮肤受损、增加肾脏损害风险。我国2015年版《化妆品安全技术规范》中暂未收载他克莫司、吡美莫司等物质及其检测方法。近年来, 一些不法商贩钻法规空子, 在婴童面霜中添加他克莫司等化学药品, 造成婴幼儿皮肤损伤, 被网络社群曝光。

针对这两种药物在化妆品中的滥用, 今年7月, 国家药监局发布第89号公告, 将他克莫司和吡美莫司列入监管范围, 公布了化妆品补充检验方法《化妆品中他克莫司和吡美莫司的测定》。根据最新的第89号公告, 我们在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了化妆品中他克莫司和吡美莫司的检测方法, 方法具有良好灵敏度及重现性, 可用于化妆品中他克莫司和吡美莫司非法添加的检测。

本方法具有如下特点:

1. 检测条件遵循相关法规, 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. 灵敏度高: 化妆品复杂基质中他克莫司和吡美莫司的检出下限均低于国家相关法规。
3. 抗基质干扰: SCIEX Turbo V™离子源具有强大的抗基质干扰能力, 减少仪器的维护频次。

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2023年第89号公告, 《化妆品中他克莫司和吡美莫司的测定》进行处理。

色谱方法:

色谱柱: C18, 1.8 μm , 2.1 mm \times 100 mm

流动相: A: 水 (含0.1%乙酸, 5 mmol/L乙酸铵)

B: 甲醇 (含0.1%乙酸, 5 mmol/L乙酸铵)

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	30
1.00	0.3000	30
4.50	0.3000	98
7.50	0.3000	98
7.60	0.3000	30
10.00	0.3000	30

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: 30 psi

雾化气 GAS1: 35 psi

辅助加热器 GAS2: 40 psi

源温度 TEM: 300 °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

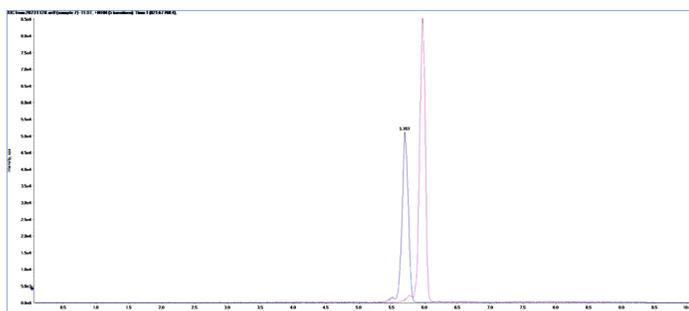


图1. 他克莫司和吡美莫司的提取离子流色谱图

1. 线性，回归方程及回归系数

使用空白基质配制0.05~50 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。

- 按取样0.2g进行处理，《化妆品中他克莫司和吡美莫司的测定》中他克莫司、吡美莫司的最低检出浓度为0.5 ng/mL，本方法在基质中浓度低至0.05ng/mL时依然具有良好的灵敏度，远远满足法规所需，且连续6针的相对标准偏差均在2%以下，表明方法及仪器的重现性良好。部分化合物在0.05 ng/mL的基质加标的响应见图3。

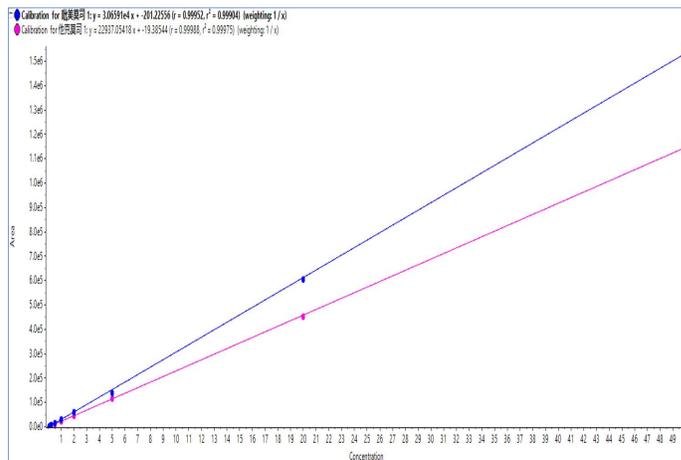


图2. 他克莫司和吡美莫司的校准曲线

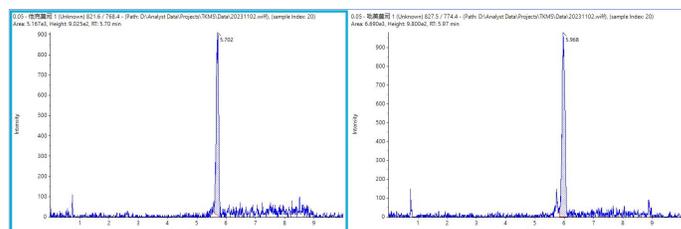


图3. 他克莫司和吡美莫司在0.05 ng/mL浓度下灵敏度

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™ 系统上，建立了化妆品中他克莫司和吡美莫司非法添加物的LC-MS/MS方法，方法快速简便，灵敏度结果显示其检出限值远低于相关标准规定，可满足膏霜乳类、液体（水、油）类等化妆品中他克莫司和吡美莫司的相关检测需求。

参考文献

国家药监局关于《化妆品中他克莫司和吡美莫司的测定》化妆品补充检验方法的公告（2023年第89号）

附录： 他克莫司和吡美莫司的质谱离子对参数

化合物	Q1	Q3	DP	CE
他克莫司	821.6	768.4	105	31
		576.4		33
吡美莫司	827.5	774.4	100	33
		564.3		38

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-02-15842-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](#)