

LC-MS/MS 法测定化妆品中 36 种抗感染类药物的含量

LCMSMS-455

摘要： 本文利用岛津 LCMS-8050 三重四极杆液质联用仪建立了 LC-MS/MS 测定 36 种抗感染类药物的方法。采用超快速正负极性切换进行扫描，一针 16 min 内完成分析，使用基质提取液作为溶剂，在 0.5~200 ng/mL 浓度范围内建立标准曲线，线性关系良好，相关系数 r 均大于 0.996，重复进样 RSD 小于 7.82%。在 0.5~2.5 mg/kg 加标浓度下，36 种抗感染类药物回收率分布在 81.5 %~110.4 % 之间。该方法适用于测定化妆品中 36 种抗感染类药物的含量。

关键词： 三重四极杆液相色谱质谱联用仪 化妆品 36 种抗感染类药物

抗感染类药物如四环素类、喹诺酮类、磺胺类、林可酰胺类、硝基咪唑类等药物属于天然或人工合成的抗菌药物，具有抗菌和消炎的作用。目前我国将此类药物纳入处方药管理，严格控制其使用量。但是一些化妆品不法商家为追求经济利益，不顾消费者的健康安全，在祛痘类化妆品中违法添加这些药物。这样虽然在短期内可能起到除螨、祛痘作用，但长期使用会刺激皮肤，引起接触性皮炎，严重时可导致对此类药物的耐药性，造成皮肤健康隐患。我国《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 和欧盟化妆品规程 (Directive 76/768/EEC) 均明确规定此类物质为化妆品禁用成分。

此前，我国涉及化妆品中抗感染类药物检测的国家标准方法有：《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 2.1 氟康唑等 9 种组分、2.2 盐酸美满霉素等 7 种组分、2.3

依诺沙星等 10 种组分等，各方法主要针对某一类物质进行测定。标准方法的相对分散性给检验工作带来了诸多不便；此外，近年来不法分子不断变换添加手段，转而添加标准外的成分来躲避监管；为此，2019 年 9 月 27 日，国家药监局发布通告，将《化妆品中抗感染类药物的检测方法》纳入《化妆品安全技术规范》(2015 年版) 中，规定了采用高效液相色谱 - 串联质谱法测定化妆品中 36 种抗感染类药物含量的方法。

本文采用岛津 LCMS-8050 三重四极杆液相色谱质谱联用仪，参照国家药监局 2019 年第 66 号通告中《化妆品中抗感染类药物的检测方法》，建立了化妆品中 36 种抗感染类药物的检测方法。该方法快速、准确、灵敏度高，可以用于市售化妆品中抗感染药物的筛查和准确测定。

表 1 36 种抗感染药物的化合物信息

序号	中文名称	类别	英文名称	CAS	分子式	分子量
1	甲硝唑	硝基咪唑类	Metronidazole	443-48-1	$C_6H_9N_3O_3$	171.2
2	林可霉素	林可酰胺类	Lincomycin	154-21-2	$C_{18}H_{34}N_2O_6S$	406.5
3	磺胺吡啶	磺胺类	Sulfapyridine	144-83-2	$C_{11}H_{11}N_3O_2S$	249.3
4	咪喃它酮	硝基咪唑类	Furaltadone	139-91-3	$C_{13}H_{16}N_4O_6$	324.3
5	磺胺甲噁啉	磺胺类	Sulfamerazine	127-79-7	$C_{11}H_{12}N_4O_2S$	264.3
6	依诺沙星	喹诺酮类	Enoxacin	74011-58-8	$C_{15}H_{17}FN_4O_3$	320.3
7	土霉素	四环素类	Oxytetracyclin	79-57-2	$C_{22}H_{24}N_2O_9$	460.4
8	氟罗沙星	喹诺酮类	Fleroxacin	79660-72-3	$C_{17}H_{18}F_3N_3O_3$	369.3
9	磺胺甲二唑	磺胺类	Sulfamethizole	144-82-1	$C_9H_{10}N_4O_2S_2$	270.3
10	诺氟沙星	喹诺酮类	Norfloxacin	70458-96-7	$C_{16}H_{18}FN_3O_3$	319.3
11	氧氟沙星	喹诺酮类	Ofloxacin	82419-36-1	$C_{18}H_{20}FN_3O_4$	361.4

12	磺胺甲氧嗪	磺胺类	Sulfamethoxy-pyridazine	80-35-3	C ₁₁ H ₁₂ N ₄ O ₃ S	280.3
13	培氟沙星	喹诺酮类	Pefloxacin	70458-92-3	C ₁₇ H ₂₀ FN ₃ O ₃	333.4
14	四环素	四环素类	Tetracycline	60-54-8	C ₂₂ H ₂₄ N ₂ O ₈	444.4
15	多西环素	四环素类	Doxycycline	564-25-0	C ₂₂ H ₂₄ N ₂ O ₈	444.4
16	环丙沙星	喹诺酮类	Ciprofloxacin	85721-33-1	C ₁₇ H ₁₈ FN ₃ O ₃	331.3
17	氟康唑	抗真菌类	Fluconazole	86386-73-4	C ₁₃ H ₁₂ F ₂ N ₆ O	306.3
18	恩诺沙星	喹诺酮类	Enrofloxacin	93106-60-6	C ₁₉ H ₂₂ FN ₃ O ₃	359.4
19	米诺环素	四环素类	Minocycline	10118-90-8	C ₂₃ H ₂₇ N ₃ O ₇	457.5
20	磺胺氯吡嗪	磺胺类	Sulfachloropyridazine	80-32-0	C ₁₀ H ₉ ClN ₄ O ₂ S	284.7
21	沙拉沙星	喹诺酮类	Sarafloxacin	98105-99-8	C ₂₀ H ₁₇ F ₂ N ₃ O ₃	385.4
22	磺胺甲噁唑	磺胺类	Sulfamethoxazole	723-46-6	C ₁₀ H ₁₁ N ₃ O ₃ S	253.3
24	双氟沙星	喹诺酮类	Difloxacin	98106-17-3	C ₂₁ H ₁₉ F ₂ N ₃ O ₃	399.4
24	金霉素	四环素类	Aureomycin	57-62-5	C ₂₂ H ₂₃ ClN ₂ O ₈	478.9
25	克林霉素磷酸酯	林可酰胺类	Clindamycin phosphate	24729-96-2	C ₁₈ H ₃₄ ClN ₂ O ₈ PS	505.0
26	莫西沙星	喹诺酮类	Moxifloxacin	151096-09-2	C ₂₁ H ₂₄ FN ₃ O ₄	401.4
27	氯霉素	酰胺醇类	Chloramphenicol	56-75-7	C ₁₁ H ₁₂ C ₂ N ₂ O ₅	323.1
28	阿奇霉素	大环内酯类	Azithromycin	83905-01-5	C ₃₈ H ₇₂ N ₂ O ₁₂	749.0
29	克林霉素	大环内酯类	Clindamycin	18323-44-9	C ₁₈ H ₃₃ ClN ₂ O ₅ S	425.0
30	酮康唑	抗真菌类	Ketoconazole	65277-42-1	C ₂₆ H ₂₈ Cl ₂ N ₄ O ₄	531.4
31	克拉霉素	大环内酯类	Clarithromycin	81103-11-9	C ₃₈ H ₆₉ NO ₁₃	748.0
32	罗红霉素	大环内酯类	Roxithromycin	80214-83-1	C ₄₁ H ₇₆ N ₂ O ₁₅	837.1
33	联苯苄唑	抗真菌类	Bifonazole	60628-96-8	C ₂₂ H ₁₈ N ₂	310.4
34	灰黄霉素	抗真菌类	Griseofulvin	126-07-8	C ₁₇ H ₁₇ ClO ₆	352.8
35	克霉唑	抗真菌类	Clotrimazole	23593-75-1	C ₂₂ H ₁₇ ClN ₂	344.8
36	螺内酯	利尿剂	Spironolactone	52-01-7	C ₂₄ H ₃₂ O ₄ S	416.6

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8050 联用系统。具体配置为 LC-30AD×2 输液泵, DGU-20A5 在线脱气机, SIL-30AC 自动进样器, CTO-20A 柱温箱, CBM-20A 系统控制器, LCMS-8050 三重四极杆质谱仪, LabSolutions LCMS Ver.5.93 版色谱工作站。

1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱: Shim-pack GIST 100 mm x 2.1 mmI.D., 2 μm

流动相: A 相 -5 mmol/L 乙酸铵缓冲溶液 (pH 4.0); B 相 - 乙腈 (含 0.1% 甲酸)

流速: 0.3 mL/min 进样量: 2 μL

柱温: 40°C

洗脱方式: 采用梯度洗脱, B 相初始浓度为 10%, 时间程序见表 2

表 2 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
3.0	Pumps	Pump B Conc.	10
8.0	Pumps	Pump B Conc.	23
10	Pumps	Pump B Conc.	23
12	Pumps	Pump B Conc.	90
13.5	Pumps	Pump B Conc.	90
13.6	Pumps	Pump B Conc.	10
16.0	Controller	Stop	

质谱条件

离子化模式：ESI，正负离子同时扫描

加热模块温度：400°C

接口电压：4 kV (+) ; -3 kV (-)

接口温度：300°C

雾化气：氮气 3.0 L/min

驻留时间：5 ms

加热气：干燥空气 10.0 L/min

干燥气：氮气 10.0 L/min

DL 温度：250°C

MRM 参数：见表 3

表 3 MRM 参数

序号	物质名称	电离方式	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Q1 Pre (V)	CE (V)	Q3 Pre (V)
1	甲硝唑	+	2.58	172.0	82.0*	-11	-24	-15
				172.0	128.0	-11	-14	-14
2	林可霉素	+	4.50	407.2	359.4	-20	-20	-20
				407.2	126.1*	-20	-30	-20
3	磺胺吡啶	+	5.30	250.0	156.0*	-12	-15	-17
				250.0	92.0	-12	-27	-17
4	呋喃它酮	+	5.50	325.0	100.0	-12	-15	-17
				325.0	281.0*	-12	-12	-20
5	磺胺甲噁啉	+	5.89	265.0	156.0	-10	-17	-17
				265.0	92.0*	-10	-29	-18
6	依诺沙星	+	7.65	321.1	232.0	-16	-35	-26
				321.1	303.1*	-11	-22	-22
7	土霉素	+	7.68	461.2	426.1*	-13	-19	-22
				461.2	444.2	-10	-17	-22
8	氟罗沙星	+	7.95	370.2	269.1	-11	-27	-19
				370.2	326.0*	-11	-20	-23
9	磺胺甲二唑	+	7.95	271.1	156.0*	-10	-14	-17
				271.1	92.0	-10	-27	-17
10	诺氟沙星	+	8.18	320.1	233.1	-16	-24	-17
				320.1	276.1*	-12	-18	-20

11	氧氟沙星	+	8.21	362.2	261.1	-10	-28	-19
				362.2	318.2*	-10	-20	-23
12	磺胺甲氧嗪	+	8.36	281.1	156.0*	-10	-17	-16
				281.1	92.0	-10	-28	-18
13	培氟沙星	+	8.43	334.2	233.1	-12	-26	-17
				334.2	290.1*	-12	-19	-21
14	四环素	+	8.49	445.1	410.2*	-12	-20	-21
				445.1	427.3	-10	-13	-16
15	多西环素	+	8.49	445.2	428.2	-12	-17	-22
				445.2	154.0*	-12	-26	-16
16	环丙沙星	+	8.56	332.2	231.0*	-12	-36	-16
				332.2	288.1	-10	-18	-21
17	氟康唑	+	9.51	307.1	238.1*	-11	-16	-17
				307.1	220.0	-11	-18	-15
18	恩诺沙星	+	9.55	360.2	245.1	-10	-27	-17
				360.2	342.2*	-10	-22	-25
19	米诺环素	+	9.56	458.2	441.3*	-10	-19	-17
				458.2	283.1	-10	-30	-20
20	磺胺氯吡嗪	+	9.75	285.0	156.0*	-11	-15	-17
				285.0	92.0	-11	-29	-18
21	沙拉沙星	+	10.51	386.2	299.1*	-11	-29	-22
				386.2	342.1	-11	-20	-17
22	磺胺甲噁唑	+	10.63	254.1	156.0*	-13	-15	-17
				254.1	107.9	-10	-23	-20
23	双氟沙星	+	19.73	400.2	299.1*	-11	-29	-21
				400.2	356.0	-11	-21	-26
24	金霉素	+	11.34	479.1	444.1*	-13	-20	-23
				479.1	462.2	-13	-16	-23
25	克林霉素磷酸酯	+	11.55	505.2	126.1*	-20	-32	-24
				505.2	457.2	-26	-21	-17
26	莫西沙星	+	11.77	402.2	261.1*	-11	-25	-19
				402.2	364.5	-11	-27	-27
27	氯霉素	-	12.44	321.1	152.0*	12	17	14
				321.1	257.2	12	12	17
28	阿奇霉素	+	12.63	749.6	591.5*	-20	-30	-22
				749.6	116.1	-22	-47	-23
29	克林霉素	+	12.70	425.2	377.2	-12	-20	-14
				425.2	126.2*	-12	-27	-26

30	酮康唑	+	13.50	531.2	244.0	-20	-34	-18
				531.2	489.3*	-20	-31	-18
31	克拉霉素	+	13.56	748.6	158.1*	-22	-28	-17
				748.6	590.6	-20	-20	-22
32	罗红霉素	+	13.57	837.6	158.1*	-20	-34	-17
				837.6	679.6	-20	-23	-26
33	联苯苄唑	+	13.82	311.2	243.1*	-12	-16	-12
				311.2	165.0	-12	-34	-18
34	灰黄霉素	+	13.87	353.2	165.0*	-11	-21	-18
				353.2	215.0	-10	-21	-15
35	克霉唑	+	13.96	277.1	165.1*	-20	-30	-20
				277.1	241.0	-10	-28	-17
36	螺内酯	+	14.15	341.1	107.0*	-12	-29	-11
				341.1	165.0	-17	-55	-17

注：* 为定量离子。

1.3 标准溶液的制备

标准储备液的配制：分别精确称取表 1 中各组标准品约 10 mg 至 10 mL 容量瓶中，加乙腈溶解并定容至刻度（部分标准品需要加入少量甲酸或水促进溶解），得到 1.0 mg/mL 的各标准储备液。

基质匹配标准曲线系列的配制：分别取适量各标准储备液于 10 mL 容量瓶中，用 50% 乙腈溶解，得到 10 µg/mL 混合标准中间液；参考 1.4 前处理后的样品基质空白为溶剂，将混合标准中间液逐级稀释成浓度为 0.5、1.0、2.0、5.0、10、20、50、100、200 ng/mL 的基质匹配标准工作曲线，待上机分析。

1.4 样品前处理

准确称取化妆品样品 0.2 g，置于 15 mL 离心管中，准确加入 3 mL 饱和氯化钠溶液，涡旋 30 s，分散均匀，加入含 0.5% 甲酸的乙腈溶液 5 mL，涡旋 30 s，超声提取 30 min，涡旋混合摇匀，以 8000 r/min 转速 0°C 冷冻离心 5 min，吸取上清液于 10 mL 容量瓶中，加水定容至 10 mL，混匀，经 0.22 µm 滤膜过滤后，滤液作为供试品溶液备用。

■ 结果与讨论

2.1 标准品 MRM 色谱图

按 1.3 配制的 50 ng/mL 基质标准溶液，上机分析，得到 36 种抗感染类药物的 TIC 图，见图 1；同时图 2 还列出了部分通道的质量色谱图。

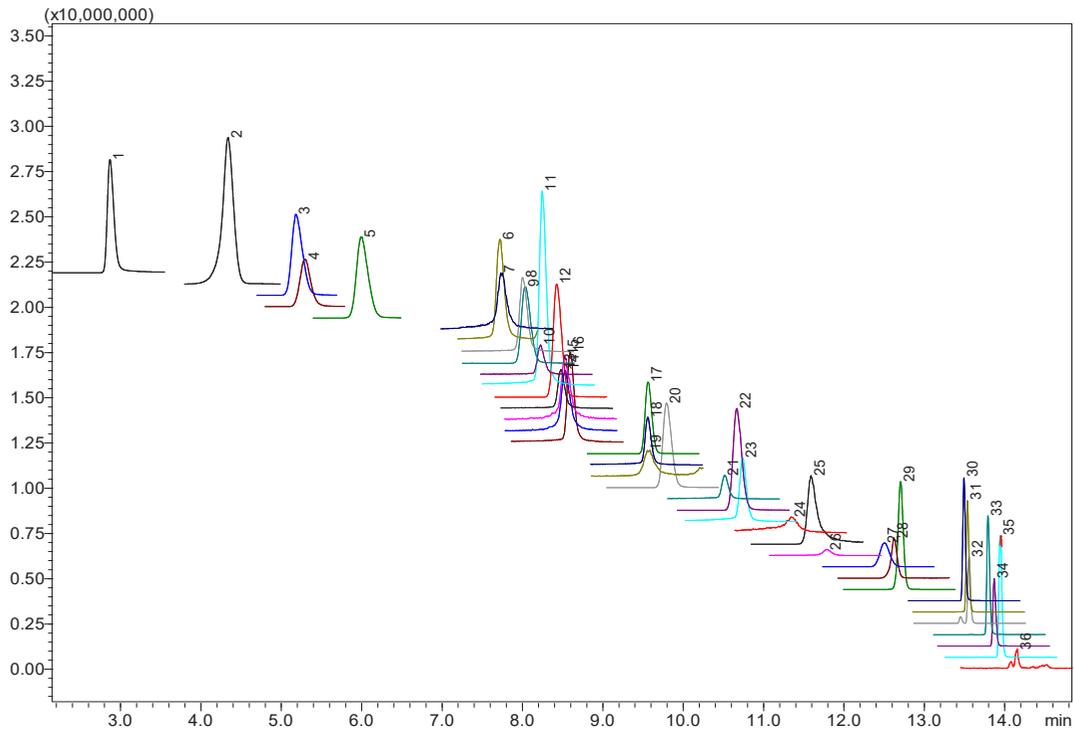
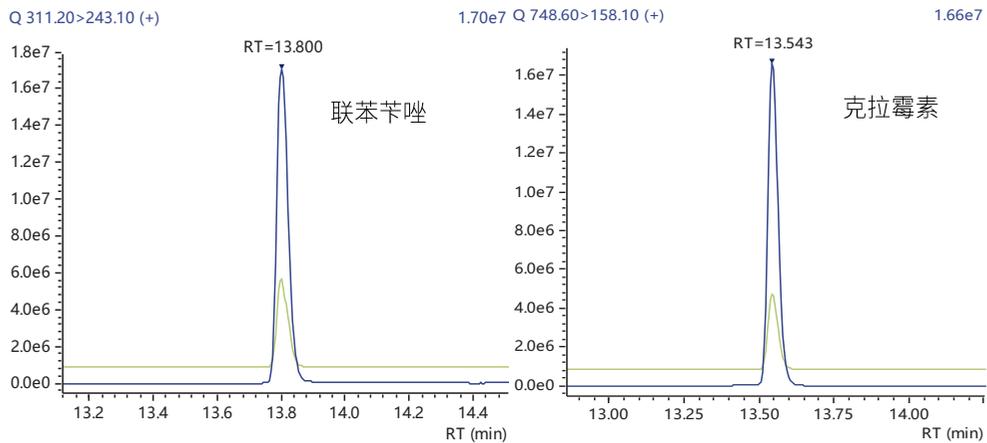
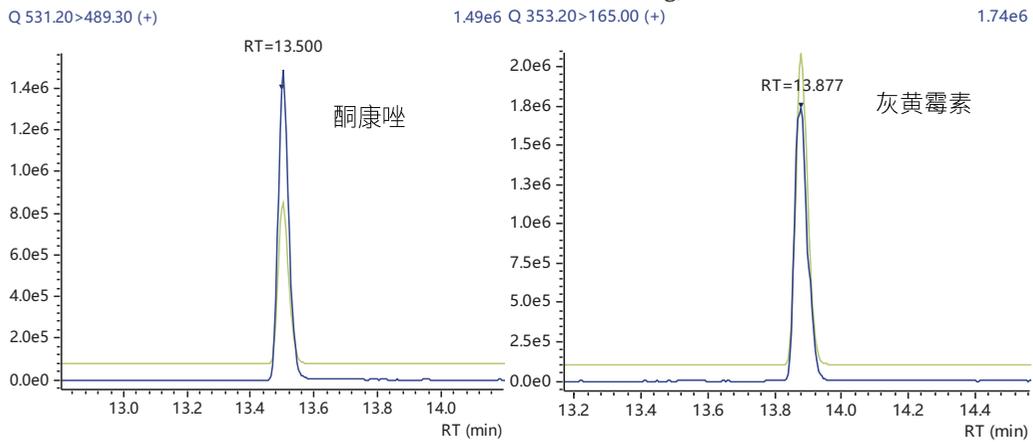


图 1 36 种抗感染类药物 MRM 图谱 (50.0 ng/mL, 编号同表 3)



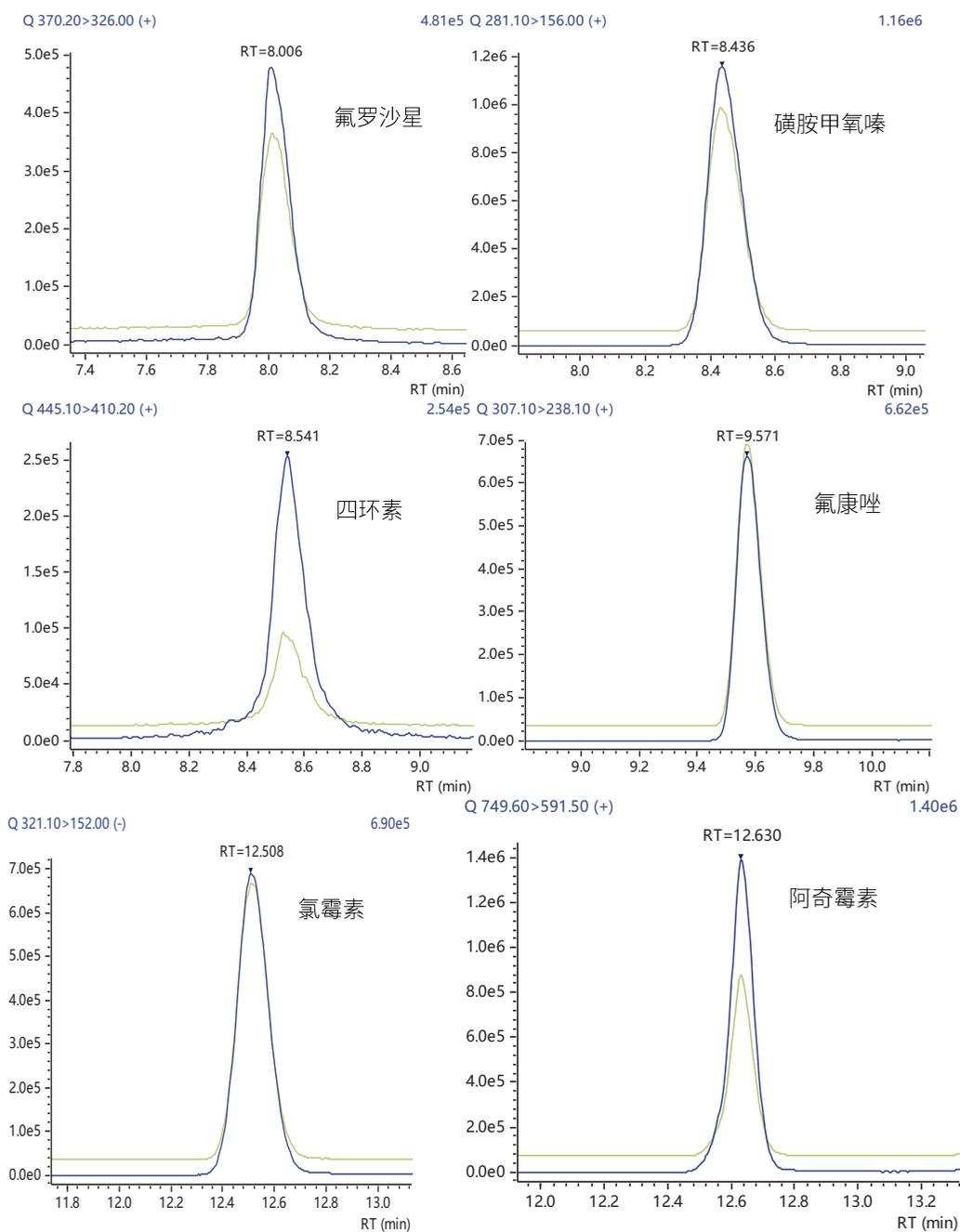


图 2 部分化合物的质量色谱图 (50.0 ng/mL)

2.2 线性范围

按 1.3 配制基质匹配标准系列溶液，上机分析，得出各化合物线性范围和线性关系，如表 4 所示。使用流动相为溶剂配制低浓度标准溶液，以 S/N=3 作为仪器检出限，结果见表 4。

表 4 36 种抗感染类药物线性关系及检出限

编号	化合物	线性方程	线性范围 (ng/mL)	相关系数 r	准确度 (%)	检出限 ng/mL
1	甲硝唑	$Y = (12312.4)X + (52.6419)$	0.5-200	0.9991	85.7~116.5	0.08
2	林可霉素	$Y = (798006)X + (-330.125)$	0.5-50	0.9996	97.0~106.0	0.01
3	磺胺吡啶	$Y = (9189.05)X + (-1870.01)$	0.5-200	0.9992	93.1~104.6	0.02
4	呋喃它酮	$Y = (3435.38)X + (-1847.51)$	5-200	0.999	86.6~108.8	1
5	依诺沙星	$Y = (175237)X + (16608.6)$	0.5-200	0.9998	91.4~110.9	0.09
6	磺胺甲噁啉	$Y = (4345.64)X + (-331.583)$	0.5-200	0.9987	85.4~110.7	0.02
7	诺氟沙星	$Y = (2845.62)X + (-3171.79)$	2-200	0.9999	94.9~103.4	0.5
8	土霉素	$Y = (3145.63)X + (-3878.36)$	5-200	0.9997	92.8~109.9	1
9	氧氟沙星	$Y = (69062.2)X + (-12297.2)$	0.5-200	0.9995	92.9~110.0	0.01
10	氟罗沙星	$Y = (31704.9)X + (-8339.39)$	0.5-200	0.9993	88.4~111.0	0.02
11	多西环素	$Y = (3276.49)X + (-1046.17)$	5-200	0.9989	88.1~112.3	1
12	培氟沙星	$Y = (9920.65)X + (-1856.64)$	0.5-200	0.9984	92.1~108.7	0.03
13	环丙沙星	$Y = (55821.5)X + (-371.634)$	0.5-200	0.9992	92.5~112.4	0.01
14	四环素	$Y = (10070.77)X + (-25194.3)$	2-200	0.9992	89.5~113.2	0.6
15	恩诺沙星	$Y = (46944.8)X + (-11912.4)$	1-200	0.9998	89.2~106	0.3
16	磺胺甲二唑	$Y = (2598.70)X + (-800.522)$	0.5-200	0.9989	93.4~106.1	0.02
17	磺胺甲氧嘧啶	$Y = (7012.65)X + (-2921.32)$	1-200	0.9994	91.6~107.3	0.02
18	氟康唑	$Y = (5734.72)X + (451.852)$	0.5-200	0.9989	86.2~110.0	0.1
19	沙拉沙星	$Y = (918.349)X + (-158.263)$	2-200	0.9993	89.5~112.8	0.3
20	米诺环素	$Y = (4544.81)X + (-10526.4)$	5-200	0.9983	89.3~110.7	1
21	双氟沙星	$Y = (3549.28)X + (-2379.34)$	1-200	0.996	90.2~109.8	0.03
22	克林霉素磷酸酯	$Y = (12594.8)X + (-18368.6)$	2-200	0.9978	84.1~111.8	0.26
23	莫西沙星	$Y = (1498.35)X + (66.2647)$	2-200	0.9992	95.7~101.9	0.4
24	阿奇霉素	$Y = (14647.8)X + (2311.64)$	0.5-200	0.9988	89.3~116.4	0.01
25	磺胺氯哒嗪	$Y = (8038.50)X + (-1405.09)$	1-200	0.999	88.4~110.8	0.03
26	金霉素	$Y = (5839.45)X + (7029.47)$	1-200	0.9994	87.8~105.8	0.2
27	克林霉素	$Y = (28669.0)X + (5183.84)$	0.5-200	0.9992	92.9~108.7	0.01
28	磺胺甲噁啉	$Y = (6062.57)X + (1258.01)$	0.5-200	0.9992	90.3~106.3	0.09
29	氯霉素	$Y = (10961.1)X + (9003.35)$	2-100	0.999	86.8~108.7	0.08
30	酮康唑	$Y = (19031.9)X + (-3134.74)$	0.5-200	0.9981	95.2~109.5	0.02
31	克拉霉素	$Y = (168634)X + (1332.29)$	0.5-200	0.9983	84.4~111.0	0.01
32	罗红霉素	$Y = (46254.2)X + (6033.24)$	0.5-200	0.9991	85.3~110.9	0.01
33	灰黄霉素	$Y = (45388.3)X + (-7182.57)$	0.5-200	0.9996	92.4~107.7	0.02
34	克霉唑	$Y = (157452)X + (-19861.5)$	0.5-200	0.9998	93.9~111.3	0.01
35	联苯苄唑	$Y = (179809)X + (-22951.0)$	0.5-200	0.9994	90.3~110.0	0.01
36	螺内酯	$Y = (3734.22)X + (9501.04)$	2-200	0.999	91.8~108.1	0.4

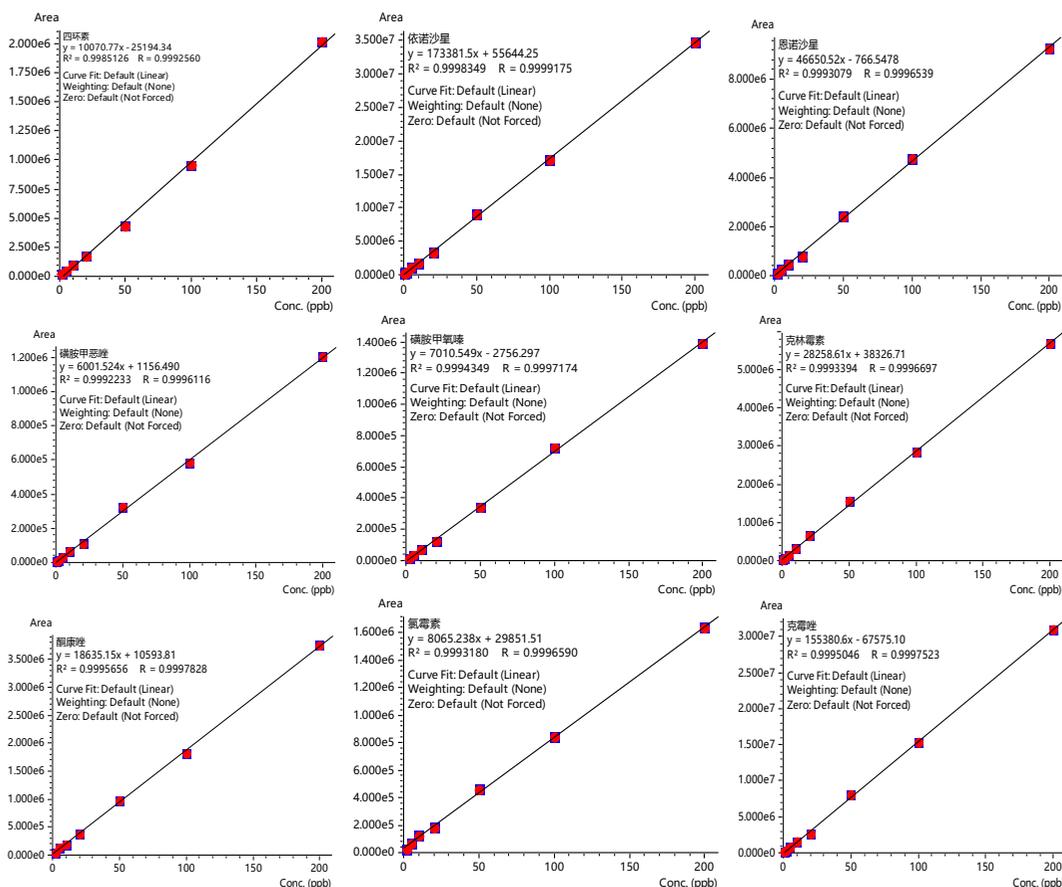


图3 部分化合物的线性图

2.3 精密度考察

取 10 ng/mL 基质标准溶液，注入液相色谱串联质谱仪，计算峰面积 RSD。结果显示各抗感染药物 RSD 均小于 7.82%，表明精密度满足试验需求。具体结果见表 5。

表 5 精密度考察结果 (n=6)

No.	中文名	RSD (%)	No.	中文名	RSD (%)	No.	中文名	RSD (%)
1	甲硝唑	3.51	13	环丙沙星	2.38	25	磺胺氯吡嗪	5.39
2	林可霉素	3.85	14	四环素	6.02	26	金霉素	3.58
3	磺胺吡啶	4.50	15	依诺沙星	5.94	27	克林霉素	1.34
4	呋喃它酮	4.81	16	磺胺甲二唑	5.29	28	磺胺甲噁唑	5.26
5	依诺沙星	4.87	17	磺胺甲氧嗪	5.64	29	氟康唑	3.92
6	磺胺甲噁唑	4.38	18	氟康唑	4.05	30	酮康唑	5.88
7	诺氟沙星	7.41	19	沙拉沙星	7.82	31	克拉霉素	2.31
8	土霉素	3.15	20	米诺环素	2.13	32	罗红霉素	4.42
9	氧氟沙星	3.47	21	双氟沙星	5.44	33	灰黄霉素	5.86
10	氟罗沙星	3.10	22	克林霉素磷酸酯	3.78	34	克霉唑	4.44
11	多西环素	4.24	23	莫西沙星	3.28	35	联苯苄唑	3.98
12	培氟沙星	6.98	24	阿奇霉素	5.62	36	螺内酯	7.13

2.4 加标回收考察

采用上述方法测定市售某祛痘化妆品，未检出抗感染成分，且在出峰区域无明显干扰，色谱图见图4；在该样品中分别精密加入混合标准品，加标量分别为0.5 mg/kg和2.5 mg/kg，各3份，按1.4项下方法进行样品处理和测定，使用基质标准曲线进行回收率的计算，各化合物平均回收率在81.5%~110.4%之间。具体结果见表6。

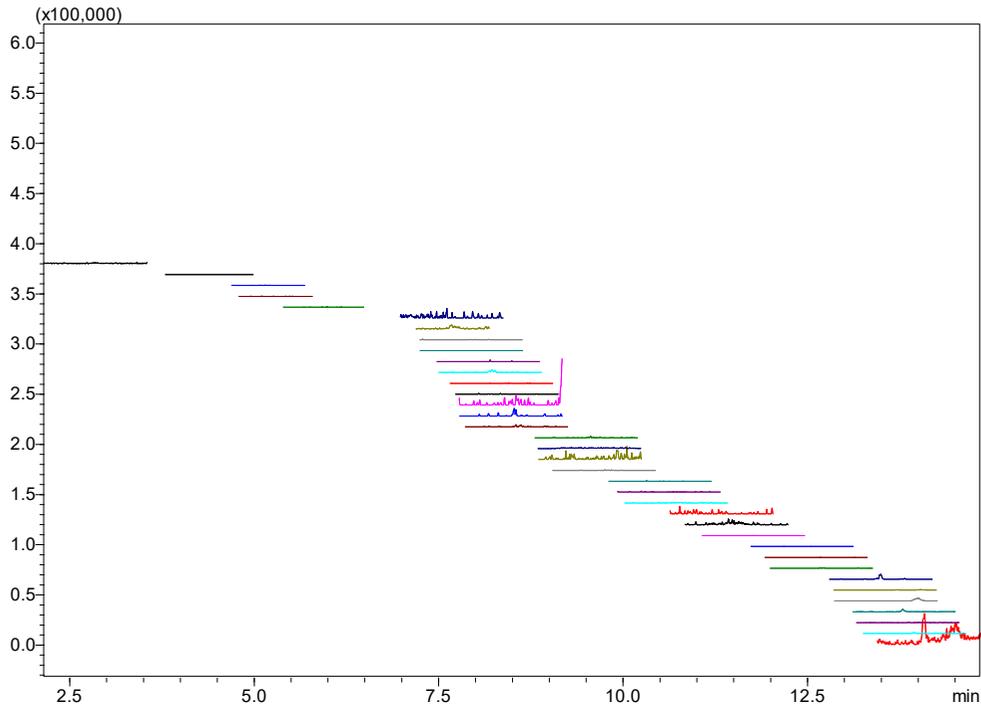


图4 某化妆品提取液MRM色谱图

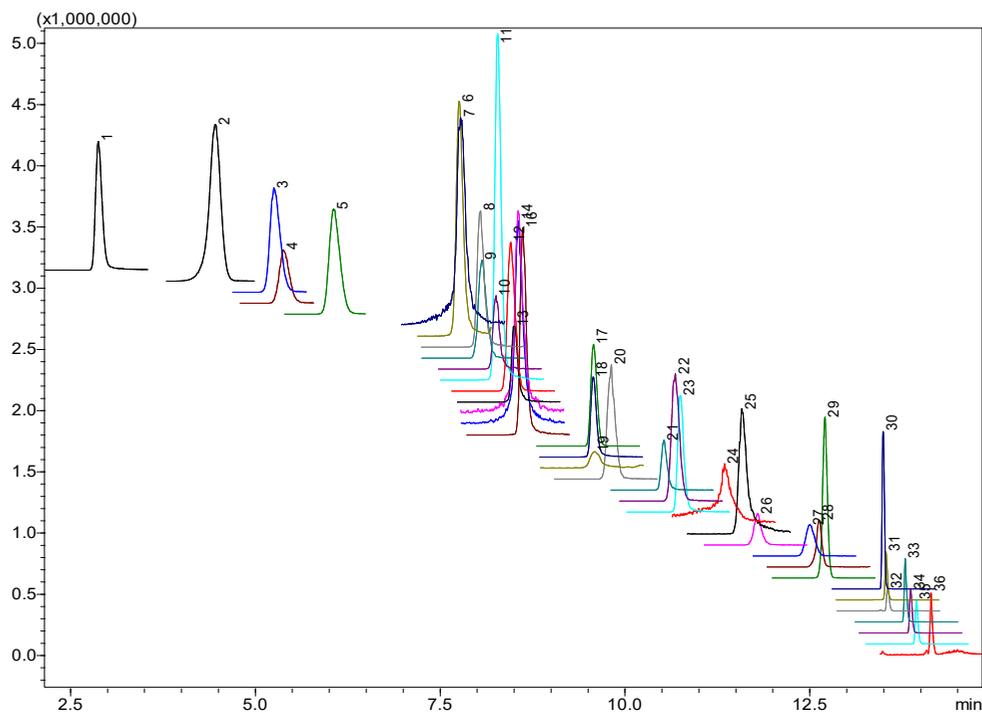


图5 36种抗感染类药物加标回收MRM色谱图（加标浓度为2.5 mg/kg，编号见表3）

表 6 回收率考察结果

编号	化合物	回收率, %		编号	化合物	回收率, %	
		加标浓度 (0.5 mg/kg)	加标浓度 (2.5 mg/kg)			加标浓度 (0.5 mg/kg)	加标浓度 (2.5 mg/kg)
1	甲硝唑	96.3	98.3	19	沙拉沙星	99.9	99.2
2	林可霉素	90.3	99.1	20	米诺环素	101.8	107.5
3	磺胺吡啶	99.3	97.5	21	双氟沙星	97.2	98.5
4	呋喃它酮	91.5	99.6	22	克林霉素磷酸酯	90.9	91.9
5	依诺沙星	91.1	86.5	23	莫西沙星	93.6	88.9
6	磺胺甲噁唑	99.9	99.3	24	阿奇霉素	87.5	91.5
7	诺氟沙星	95.4	104.3	25	磺胺氯吡嗪	89.4	89.1
8	土霉素	93.0	102.8	26	金霉素	89.8	83.5
9	氧氟沙星	94.3	92.3	27	克林霉素	101.5	101.0
10	氟罗沙星	94.6	95.1	28	磺胺甲噁唑	88.2	83.8
11	多西环素	88.7	92.2	29	氯霉素	110.4	97.9
12	培氟沙星	86.6	88.4	30	酮康唑	92.0	96.6
13	环丙沙星	99.9	100.0	31	克拉霉素	81.5	84.0
14	四环素	85.1	82.4	32	罗红霉素	87.9	89.2
15	恩诺沙星	88.7	85.7	33	灰黄霉素	82.8	84.4
16	磺胺甲二唑	94.8	93.4	34	克霉唑	86.9	91.0
17	磺胺甲氧嗪	97.3	95.8	35	联苯苄唑	85.9	90.4
18	氟康唑	98.9	99.0	36	螺内酯	91.6	99.6

■ 结论

化妆品样品称样后,使用氯化钠溶液分散、含酸乙腈溶液提取,离心、过滤后上机测定,可在 16 min 内快速、准确对其中的 36 种抗感染类药物进行筛查测定。本文考察了方法的线性、检出限、重复性、加标回收率;结果表明:36 种抗感染类药物在检测范围内线性良好,相关系数均大于 0.996;仪器最低检出浓度为 0.01~1 ng/mL,低于通告中《化妆品中抗感染类药物的检测方法》0.25 $\mu\text{g/g}$ (换算相当于进样浓度 5 ng/mL) 的最低检测限要求;重复进样精密度在 7.82 % 以内,回收率在 81.5 % ~ 110.4 % 范围内。本方法快速、准确,可以满足国家药监局 2019 年第 66 号通告中《化妆品中抗感染类药物的检测方法》的要求。

岛津应用云

