

# LC-MS/MS法检测化妆品中地氯雷他定等15种组分含量解决方案

## The Application Solution for Determination of Desloratadine and other 14 Kinds of Components in Cosmetics by LC-MS/MS Method

李志远<sup>1</sup>, 王月娇<sup>2</sup>, 刘冰洁<sup>1</sup>, 李立军<sup>1</sup>, 郭立海<sup>1</sup>  
Li Zhiyuan<sup>1</sup>, Wang Yuejiao<sup>2</sup>, Liu Bingjie<sup>1</sup>, Li Lijun<sup>1</sup>, Guo Lihai<sup>1</sup>

SCIEX, China<sup>1</sup>

吉林省药品检验所, 吉林省长春市, 中国<sup>2</sup>

**Keywords:** LC-MS/MS, MRM, Desloratadine, Cosmetics

### 简介

2015年国家食品药品监督管理总局组织对旧版的卫生规范进行修订并推出了《化妆品安全技术规范》(2015版), 其中明确了地氯雷他定等15种组分被列为禁用组分。本文针对于该规范, 目的在于建立一个LC-MS/MS法检测化妆品中的地氯雷他定等15种组分的含量。

### 本方法具有以下特点:

1. 本方法涵盖了《化妆品安全技术规范》(2015版)中的全部15种禁用组分, 包括地氯雷他定、氯苯那敏、阿司咪唑、曲吡那敏、溴苯那敏、苯海拉明、异丙嗪、羟嗪、奋乃静、西替利嗪、氟奋乃静、氯丙嗪、氯雷他定、特非那定、赛庚啶。
2. 该15种禁用组分的定量下限完全满足《化妆品安全技术规范》(2015版)的要求。
3. 该方法相对于《化妆品安全技术规范》(2015版)的方法更简单快速、灵敏度更高, 并且能够提供良好的重现性。

### 色谱条件:

色谱柱: C18, 150 × 3.0 mm, 3.0 μm  
流动相A: 水 (50 mM 甲酸铵)  
流动相B: 甲醇

流速: 0.5 mL/min  
柱温: 40 °C  
进样量: 5 μL  
梯度洗脱:

时间 Time ( min )	B%
0	50
1	50
3	90
5.5	90
5.6	50
8.5	50

### 质谱条件:

离子源	ESI+离子源
气帘气 CUR	30 psi
碰撞气 CAD	Medium
IS电压	5500 V
源温度 TEM	550 °C
雾化气 GS1	55 psi
辅助气 GS2	60 psi

MRM离子对信息如下:

化合物	Q1	Q3	去簇电压DP	碰撞能量CE	化合物	Q1	Q3	去簇电压DP	碰撞能量CE
地氯雷他定	311.2	259	100	21	奋乃静	404.1	171.1	130	58
	311.2	294.1	100	42		404.1	143.3	130	27
氯苯那敏	275.2	230	65	39	西替利嗪	389.4	201.1	100	30
	275.2	167	65	34		389.4	166.1	100	57
阿司咪唑	459.3	135.1	128	35	氟奋乃静	438.3	143.2	120	34
	459.3	218.1	128	34		438.3	171.1	120	47
曲吡那敏	256.2	210.7	70	15	氯丙嗪	319.1	86	100	27
	256.2	91.2	70	61		319.1	58.1	100	61
溴苯那敏	319.2	274.4	60	35	氯雷他定	383.2	337	117	35
	319.2	167.2	60	54		383.2	267.1	117	42
苯海拉明	256	167	40	35	特非那定	472.4	436.4	125	50
	256	165	40	39		472.4	454.3	125	37
异丙嗪	285.2	86.1	60	30	赛庚啶	288.2	96	108	38
	285.2	198.1	60	27		288.2	191	108	31
羟嗪	375.2	201	67	63					
	375.2	166.1	67	27					

## 混合标准系列溶液的制备:

用甲醇稀释混合储备液配制得浓度为0.05、0.1、0.2、0.5、1、2、5、10、20 ng/mL的系列浓度标准溶液。标准溶液现用现配。

## 样品的前处理:

称取样品0.2 g (精确到0.0001 g), 置于具塞比色管中, 加

入甲醇40 mL, 涡旋振荡30 s, 使试样与提取溶剂充分混匀, 超声提取20 min, 用甲醇定容至50 mL, 摇匀, 13000 r·min<sup>-1</sup>高速离心5 min。取上清液经0.22 mm滤膜过滤, 取过滤液进样分析。

## 实验结果:

1. 地氯雷他定等15种组分MRM典型色谱图:

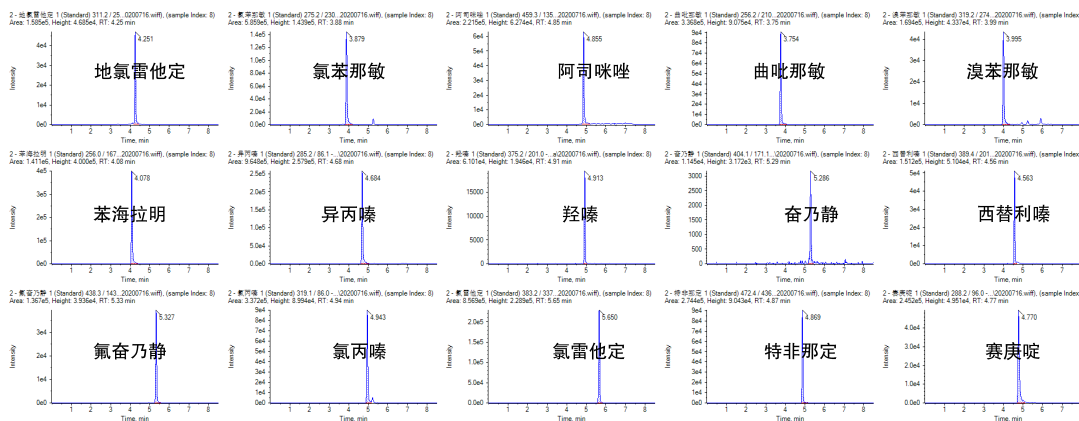


图1. 地氯雷他定等15种组分典型色谱图

2. 地氯雷他定等15种组分标准曲线如下, 见图1, 结果表明: 线性范围在0.05 - 20.0 ng/mL时, 各化合物线性关系良好 ( $r^2 > 0.99$ ), 可用于实际样品的检测。

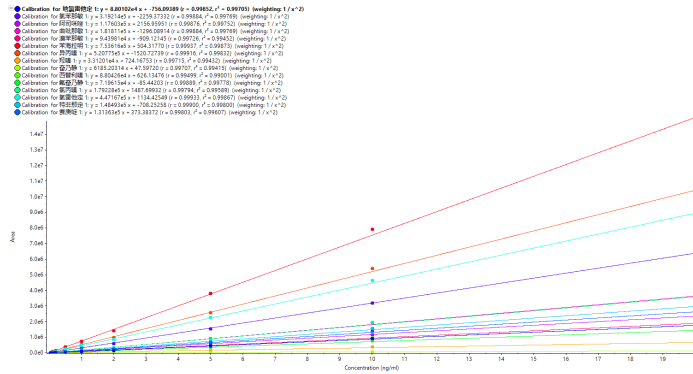


图1 地氯雷他定等15种组分标准曲线

3. 本方法的定量下限均优于现行技术规范, 见表1。  
4. **回收率实验考察:** 实际样品检测结果表明, 地氯雷他定等15种组分在2.0 ng/mL浓度下重复进样4次的平均回收率 (Accuracy) 均大于95%, 并且重复进样4针的CV %值均小于2%, 表明该方法回收率良好, 结果见表2。

表1. 本方法与化妆品安全技术规范 (2015版) 的测定下限

化合物	定量下限 (ng/mL)	
	化妆品安全技术规范 (2015版)	本方法
地氯雷他定	2	0.05
氯苯那敏	2	0.05
阿司咪唑	2	0.05
曲吡那敏	2	0.05
溴苯那敏	2	0.05
苯海拉明	2	0.05
异丙嗪	2	0.05
羟嗪	2	0.05
奋乃静	2	0.05
西替利嗪	2	0.05
氟奋乃静	2	0.05
氯丙嗪	2	0.05
氯雷他定	2	0.05
特非那定	2	0.05
赛庚啶	2	0.05

表2. 2.0 ng/mL浓度下地氯雷他定等15种组分的回收率

化合物名称	浓度 (ng/mL)	样品数目	平均浓度 (ng/mL)	相对偏差	相对标准偏差 RSD%	准确度%	浓度1	浓度2	浓度3	浓度4
Component Name	Actual Concentration	Num. Values	Mean	Standard Deviation	Percent CV	Accuracy	Value #1	Value #2	Value #3	Value #4
地氯雷他定 1	2.00	4 of 4	1.973	0.021	1.07	98.67	1.966	1.978	2.000	1.950
氯苯那敏 1	2.00	4 of 4	1.936	0.027	1.39	96.82	1.960	1.901	1.954	1.930
阿司咪唑 1	2.00	4 of 4	1.977	0.015	0.74	98.87	1.963	1.983	1.969	1.995
曲吡那敏 1	2.00	4 of 4	1.961	0.018	0.92	98.03	1.976	1.976	1.948	1.942
溴苯那敏 1	2.00	4 of 4	1.982	0.011	0.56	99.09	1.977	1.973	1.998	1.978
苯海拉明 1	2.00	4 of 4	1.991	0.005	0.27	99.56	1.991	1.998	1.991	1.985
异丙嗪 1	2.00	4 of 4	1.965	0.006	0.32	98.26	1.959	1.960	1.971	1.970
羟嗪 1	2.00	4 of 4	1.982	0.023	1.16	99.08	1.986	1.948	2.002	1.990
奋乃静 1	2.00	4 of 4	1.988	0.009	0.47	99.38	1.978	1.993	1.998	1.981
西替利嗪 1	2.00	4 of 4	1.968	0.019	0.94	98.41	1.945	1.988	1.963	1.977
氟奋乃静 1	2.00	4 of 4	1.985	0.033	1.67	99.23	2.033	1.980	1.958	1.968
氯丙嗪 1	2.00	4 of 4	1.990	0.020	0.99	99.48	2.014	1.967	1.994	1.984
氯雷他定 1	2.00	4 of 4	1.970	0.022	1.12	98.50	1.980	1.944	1.961	1.995
特非那定 1	2.00	4 of 4	1.974	0.027	1.37	98.70	1.935	1.998	1.981	1.982
赛庚啶 1	2.00	4 of 4	1.984	0.027	1.35	99.21	1.961	1.961	2.009	2.005

5. **重复性实验考察：**实际样品检测结果表明，地氯雷他定等15种组分在0.2 ng/mL和10.0 ng/mL两个浓度下重复进样5次峰面积的CV%值均小于2%，表明该方法重复性良好，结果见表3。

## 总结：

本文在SCIEX Triple Quad™ 质谱系统平台上建立了一套地氯雷

他定等15种组分的LC-MS/MS定量分析方法，该方法完全能够满足《化妆品安全技术规范》（2015版）中地氯雷他定等15种组分的定量检测要求，且该方法的定量下限要优于《化妆品安全技术规范》（2015版），该方法简单快速，灵敏度高，重现性好，适用于准确定量化妆品中地氯雷他定等15种组分的含量。

表3. 0.2 ng/mL和10.0 ng/mL两浓度下地氯雷他定等15种组分的重现性

化合物名称	浓度 (ng/mL)	样品数目	平均浓度 (ng/mL)	相对偏差	相对标准偏差 RSD%	浓度1	浓度2	浓度3	浓度4	浓度5
						Value #1	Value #2	Value #3	Value #4	Value #5
地氯雷他定 1	0.20	5 of 5	1.749e4	3.240e2	1.85	1.755e4	1.754e4	1.769e4	1.775e4	1.694e4
地氯雷他定 1	10.00	5 of 5	8.949e5	1.084e4	1.21	8.957e5	9.010e5	8.837e5	9.092e5	8.849e5
氯苯那敏 1	0.20	5 of 5	5.990e4	9.894e2	1.65	5.912e4	5.873e4	6.067e4	5.992e4	6.106e4
氯苯那敏 1	10.00	5 of 5	3.132e6	2.842e4	0.91	3.164e6	3.133e6	3.134e6	3.144e6	3.087e6
阿司咪唑 1	0.20	5 of 5	1.735e4	2.107e2	1.21	1.713e4	1.766e4	1.723e4	1.746e4	1.726e4
阿司咪唑 1	10.00	5 of 5	1.077e6	1.799e4	1.67	1.050e6	1.083e6	1.083e6	1.098e6	1.072e6
曲吡那敏 1	0.20	5 of 5	3.397e4	5.053e2	1.49	3.358e4	3.475e4	3.422e4	3.372e4	3.359e4
曲吡那敏 1	10.00	5 of 5	1.891e6	3.488e4	1.84	1.872e6	1.916e6	1.852e6	1.937e6	1.878e6
溴苯那敏 1	0.20	5 of 5	1.647e4	2.793e2	1.70	1.618e4	1.651e4	1.691e4	1.631e4	1.642e4
溴苯那敏 1	10.00	5 of 5	9.379e5	7.640e3	0.81	9.388e5	9.492e5	9.395e5	9.331e5	9.290e5
苯海拉明 1	0.20	5 of 5	1.440e5	2.343e3	1.63	1.453e5	1.470e5	1.412e5	1.445e5	1.421e5
苯海拉明 1	10.00	5 of 5	7.711e6	8.678e4	1.13	7.792e6	7.771e6	7.640e6	7.753e6	7.597e6
异丙嗪 1	0.20	5 of 5	9.774e4	1.247e3	1.28	9.711e4	9.764e4	9.683e4	9.722e4	9.991e4
异丙嗪 1	10.00	5 of 5	5.157e6	5.086e4	0.99	5.232e6	5.137e6	5.146e6	5.095e6	5.176e6
羟嗪 1	0.20	5 of 5	7.266e3	1.269e2	1.75	7.397e3	7.368e3	7.110e3	7.299e3	7.158e3
羟嗪 1	10.00	5 of 5	3.748e5	6.456e3	1.72	3.753e5	3.699e5	3.843e5	3.765e5	3.677e5
奋乃静 1	0.20	5 of 5	1.066e3	1.915e1	1.80	1.081e3	1.077e3	1.049e3	1.082e3	1.041e3
奋乃静 1	10.00	5 of 5	6.370e4	1.269e3	1.99	6.357e4	6.317e4	6.368e4	6.577e4	6.233e4
西替利嗪 1	0.20	5 of 5	1.706e4	1.552e2	0.91	1.716e4	1.702e4	1.716e4	1.717e4	1.681e4
西替利嗪 1	10.00	5 of 5	1.006e6	6.952e3	0.69	9.976e5	1.008e6	1.014e6	1.000e6	1.010e6
氟奋乃静 1	0.20	5 of 5	1.337e4	2.419e2	1.81	1.365e4	1.331e4	1.358e4	1.307e4	1.324e4
氟奋乃静 1	10.00	5 of 5	7.676e5	1.016e4	1.32	7.790e5	7.672e5	7.761e5	7.603e5	7.551e5
氯丙嗪 1	0.20	5 of 5	3.385e4	5.957e2	1.76	3.331e4	3.439e4	3.311e4	3.415e4	3.429e4
氯丙嗪 1	10.00	5 of 5	1.981e6	2.065e4	1.04	1.977e6	2.016e6	1.964e6	1.977e6	1.969e6
氯雷他定 1	0.20	5 of 5	8.468e4	1.553e3	1.83	8.309e4	8.369e4	8.551e4	8.696e4	8.415e4

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-02-12193-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](http://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)